Apport de la microdiffraction Laue pour la détermination des contraintes internes dans un superalliage à base de nickel grenaillé : effets de la microstructure et des traitements thermomécaniques

Gader Altinkurt

▶ **To cite this version:**

Gader Altinkurt. Apport de la microdiffraction Laue pour la détermination des contraintes internes dans un superalliage à base de nickel grenaillé : effets de la microstructure et des traitements thermomécaniques. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université de Lorraine, 2018. Français. NNT : 2018LORR0252 . tel-02070668v3

HAL Id: tel-02070668
https://hal.science/tel-02070668v3

Submitted on 26 Apr 2019

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.

AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

Apport de la microdiffraction Laue pour la détermination des contraintes internes dans un superalliage à base de nickel grenaillé : effets de la microstructure et des traitements thermomécaniques

THÈSE

présentée et soutenue publiquement le 20 décembre 2018

pour l'obtention du

Doctorat de l'Université de Lorraine

(Science et Ingénierie des Matériaux et Métallurgie)

par

Gader Altinkurt

Composition du jury

Sabine Denis	Professeur, IJL, Université de Lorraine	Présidente
Olivier Castelnau	Directeur de recherche CNRS, PIMM, ENSAM	Rapporteur
Muriel Véron	Professeur, SIMAP, Grenoble INP	Rapportrice
Guillaume Geandier	Chargé de recherche CNRS, IJL, Université de Lorraine	Examinateur
Benoît Malard	Maître de conférences, CIRIMAT - ENSIACET	Examinateur
Delphine Retraint	Professeur, LASMIS, Université de Technologie de Troyes	Examinatrice
Moukrane Dehmas	Professeur, CIRIMAT - ENSIACET	Directeur
Mathieu Fèvre	Maître de recherche ONERA, LEM - CNRS - ONERA	Co-directeur

Laboratoire d'Etude des Microstructures — UMR 104 CNRS - ONERA
Institut Jean Lamour — UMR 7198 CNRS - Université de Lorraine
Ecole doctorale C2MP — Chimie - Mécanique - Matériaux - Physique

Remerciements

Ce travail a été réalisé au Laboratoire d'Etude des Microstructures (LEM) de l'ONERA (UMR 104 CNRS-ONERA) et est le fruit d'un partenariat entre l'Office National d'Etudes et de Recherches Aérospatiales (ONERA/LEM) et le département Science et Ingénierie des Matériaux et Métallurgie de l'Institut Jean Lamour (IJL/SI2M).

Je tiens à exprimer ici toute ma reconnaissance à mes deux directeurs Moukrane Dehmas, Professeur des Universités au CIRIMAT-ENSIACET et Mathieu Fèvre, Maître de Recherche au LEM-CNRS-ONERA pour m'avoir proposée ce sujet de thèse et pour leur confiance. Je remercie mon directeur de thèse, Moukrane, pour m'avoir accompagnée durant ces années et pour avoir essayé de me transmettre sa rigueur scientifique et ses connaissances. Tu as su être exigeant et au contraire apaiser mon stress aux moments appropriés et pour ça, je te serai toujours reconnaissante. Merci pour le savoir scientifique et le savoir-être que tu m'as transmis. Je remercie également Mathieu pour avoir été toujours présent surtout cette dernière année, au bout du téléphone. Je me rends compte, avec du recul, que c'est un luxe et une immense chance d'avoir son co-directeur de thèse à deux portes de son bureau. Beaucoup de résultats de cette thèse présentés ici n'auraient pas été accomplis sans tes connaissances scientifiques et ta disponibilité. Merci encore pour ta patience, tes conseils, ton aide, ta bonne humeur et tes blagues.

Je remercie également Muriel Véron et Olivier Castelnau d'avoir accepté de rapporter ce travail. Merci à Sabine Denis pour m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de soutenance et à Benoît Malard et Delphine Retraint d'y avoir participé.

Je tiens aussi à remercier les différents partenaires du projet de recherche ANR-FRAE « REMEDDIES » : Didier Locq, pour nos discussions sur les superalliages mais aussi sur les épisodes de Game of Thrones. Guillaume Geandier, pour m'avoir accueillie au sein de l'équipe de Nancy et m'avoir transmis sa passion pour le synchrotron, Pascale Kanouté et Serge Kruch, pour nos discussions sur le comportement mécanique et enfin Odile Robach et Jean-Sébastien Micha, pour nous avoir toujours accueillis avec le sourire sur la ligne synchrotron CRG-IF BM32 à l'ESRF. Merci encore à tous pour votre disponibilité et votre aide.

Un grand merci à tout le personnel permanent, les doctorants (et les anciens doctorants), les post-doctorants, les stagiaires du LEM, de l'ONERA et de l'IJL pour leurs contributions scientifiques mais aussi sociales (l'aspect la plus important dans une thèse) avec qui j'ai partagé des bons (JDD, JDL, cinéma, pause café, sortie improvisée du vendredi soir, ...), des mauvais moments et beaucoup de café et de dragibus. L'ambiance du laboratoire d'accueil contribue grandement à la réussite de la thèse, ce laboratoire qui devient comme sa deuxième famille. Merci à ma deuxième famille, le LEM !

Et enfin, un immense merci et une très grande reconnaissance à ma famille et à mes amis pour leur soutien très précieux. Ma famille sans qui, je n'aurais rien accompli...

« C'est comme ça qu'on LEM » [1]

Table des matières

Remerciements i

Introduction 1

1 Revue bibliographique 5
- 1.1 Superalliages polycristallins à base de nickel élaborés par métallurgie des poudres : microstructures et propriétés mécaniques . . . 6
  - 1.1.1 Structure et microstructure . . . 6
  - 1.1.2 Contrôle des tailles de grains γ et de précipités γ' par traitement thermique 7
  - 1.1.3 Influence de la taille des grains γ et des précipités γ' sur les propriétés mécaniques . . . 13
- 1.2 Traitement de grenaillage . . . 17
  - 1.2.1 Origine des contraintes résiduelles . . . 17
  - 1.2.2 Modification microstructurale . . . 18
  - 1.2.3 Modification des propriétés mécaniques . . . 19
  - 1.2.4 Evolution de la microstructure et des contraintes résiduelles introduites par le grenaillage . . . 20
- 1.3 Détermination des contraintes résiduelles au moyen des méthodes de diffraction . 24
  - 1.3.1 Méthode conventionnelle des « $\sin^2\psi$ » (type polycristalline) . . . 24
  - 1.3.2 Méthodes de type monocristalline . . . 26
- 1.4 Bilan de la revue bibliographique et positionnement de la thèse . . . 28

2 Matériel et méthodes expérimentales 31
- 2.1 Présentation du matériau d'étude et des différents états . . . 32
- 2.2 Caractérisation microstructurale . . . 35
  - 2.2.1 Détermination de la taille des grains γ . . . 35
  - 2.2.2 Détermination de la taille des précipités γ' . . . 36
- 2.3 Comportement mécanique . . . 38
  - 2.3.1 Caractérisation par micro-indentation . . . 38
  - 2.3.2 Essais de traction et de fatigue en température . . . 39
- 2.4 Suivi des changements de phases . . . 39
- 2.5 Détermination des déformations et des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X . . . 40
  - 2.5.1 Détermination des contraintes résiduelles avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » . 41
  - 2.5.2 Détermination des contraintes résiduelles par microdiffraction Laue . . . 52
  - 2.5.3 Paramètres matériaux utilisés pour la détermination des déformations et des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X . . . 61
- 2.6 Bilan . . . 64

3 Microstructures et propriétés mécaniques **65**
3.1 Fabrication et caractérisation des microstructures modèles . . . 66
3.1.1 Modification de la taille des grains γ . . . 66
3.1.2 Modification de l'état de précipitation . . . 71
3.1.3 Dureté . . . 75
3.1.4 Traction monotone . . . 76
3.2 Cinétique d'évolution de la phase γ' . . . 78
3.2.1 Effet de la vitesse de chauffage . . . 78
3.2.2 Effet de la microstructure initiale . . . 84
3.2.3 Discussion . . . 86
3.3 Effets du grenaillage, d'un maintien isotherme et de la fatigue sur l'état microstructural et la dureté . . . 90
3.3.1 Grenaillage . . . 91
3.3.2 Effet des traitements thermiques et thermomécaniques sur la dureté . . . 94
3.4 Bilan . . . 95

4 Détermination des déformations et des contraintes résiduelles **99**
4.1 Etude préliminaire . . . 100
4.1.1 Effet de la géométrie sur la dureté . . . 100
4.1.2 Effet de la préparation des échantillons . . . 101
4.2 Etats microstructuraux avant grenaillage . . . 101
4.2.1 Effet de la taille des précipités γ' sur le champ des déformations déviatoriques 102
4.2.2 Détermination des tenseurs complets des déformations et des contraintes . 105
4.2.3 Synthèse . . . 115
4.3 Evolution du champ de déformations et de contraintes résiduelles . . . 116
4.3.1 Champs de déformations élastiques déviatoriques résiduelles . . . 116
4.3.2 Détermination du tenseur complet des déformations élastiques résiduelles 125
4.3.3 Discussion . . . 128
4.4 Influence de la microstructure sur les déformations et les contraintes résiduelles après grenaillage . . . 132
4.4.1 Mesure par la méthode des « $\sin^2\psi$ » . . . 133
4.4.2 Mesure par microdiffraction Laue . . . 136
4.4.3 Comparaison des résultats obtenus avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » et la microdiffraction Laue . . . 138
4.5 Bilan . . . 146

Conclusion générale et perspectives **149**

Annexes **i**

A Détermination des coefficients d'élasticité radiocristallographiques **iii**

B Expression de la matrice de passage a **v**

C Détermination de la matrice d'orientation M avec la microdiffraction Laue **vi**

D Compléments d'information sur les traitements de mise en solution **viii**
D.1 Traitements thermiques avec des vitesses de chauffage différentes . . . viii
D.2 Traitements thermiques avec un palier de mise en solution . . . viii
D.3 Traitements thermiques avec deux paliers de mise en solution : « subsolvus » puis « supersolvus » . . . x

D.4 Etude de l'influence des conditions de fabrication des poudres et des conditions de forgeage . . . xii
D.4.1 Taille des poudres initiales . . . xii
D.4.2 Condition de forgeage . . . xii

E Compléments sur le modèle de germination-croissance et coalescence **xv**

F Effet de la microstructure et des contraintes introduites par le grenaillage sur la durée de vie en fatigue **xvi**
F.1 Essais de fatigue oligocyclique . . . xvi
F.2 Evolution de la durée de vie en fatigue oligocyclique à 650°C après grenaillage . xix

G Compléments sur les cartographies de déformations et de contraintes déviatoriques déterminées avec la microdiffraction Laue **xxi**
G.1 Etat grenaillé suivi d'un maintien isotherme à 450°C pendant 1h40 (état M1 grenaillé + TT) . . . xxi
G.2 Etat grenaillé et non grenaillé suivi d'un essai de fatigue interrompu à 300 cycles à 450°C (états M1 grenaillé + fatigué et M1 non grenaillé + fatigué) . . . xxii
G.2.1 Condition de l'essai de fatigue . . . xxii
G.2.2 Cartographie fine de microdiffraction Laue de l'état grenaillé suivi d'un essai de fatigue (état M1 grenaillé + fatigué) et non grenaillé suivi d'un essai de fatigue (état M1 non grenaillé + fatigué) . . . xxii
G.3 Cartographie fine de déformations et contraintes déviatoriques pour les états microstructuraux M1 et M2 grenaillés . . . xxiv

H Compléments sur les profils de déformations et de contraintes déterminés avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » **xxvi**

Bibliographie **xxvii**

Introduction

Ce travail de thèse concerne la compréhension des relations entre la microstructure d'un superalliage à base de nickel et les champs de contraintes internes associés au procédé de grenaillage. Il s'agit d'étudier comment les contraintes résiduelles sont affectées par la taille des grains γ et la taille des précipités γ' du matériau et de savoir dans quelle mesure les propriétés en fatigue oligocyclique à 450°C et 650°C sont influencées par les paramètres microstructuraux et le traitement de précontrainte. Ce travail, réalisé au Laboratoire d'Etude des Microstructures (LEM) de l'ONERA (UMR 104 CNRS-ONERA), s'inscrit dans le cadre du projet de recherche ANR-13-BS09-016 « REMEDDIES » (2014-2018) cofinancé par conjointement l'Agence Nationale pour la Recherche (ANR) et la Fondation de Recherche pour l'Aéronautique et l'Espace (FRAE). Ce travail est également le fruit d'un partenariat entre l'Office National d'Etudes et de Recherches Aérospatiales (ONERA/LEM) et le département Science et Ingénierie des Matériaux et Métallurgie de l'Institut Jean Lamour (IJL/SI2M).

Contexte de l'étude

Les disques de turbine haute pression sont des pièces critiques situées après la chambre de combustion dans les moteurs d'avion. Typiquement, ils sont sollicités cycliquement dans une gamme de température allant de 450°C (alésage du disque) à 650°C (jante du disque) et subissent des contraintes pouvant atteindre 1000 MPa. Connaître et prédire leur durée de vie est donc essentielle afin d'éviter la ruine du moteur mais aussi d'optimiser la fréquence de maintenance et réduire ainsi les coûts d'entretien.

Les superalliages polycristallins à base de nickel sont préférés pour la fabrication des disques de turbine haute pression par la voie « coulée-forgée » ou par la voie « métallurgie des poudres ». La chimie du matériau et sa microstructure (taille de grains γ, populations et tailles des précipités γ', fractions volumiques) permettent de faire varier les propriétés monotones et en fatigue des pièces [2–4]. Une microstructure à petits grains γ ($\simeq$ 10-15 µm) et contenant les trois populations de précipités γ' (primaires, secondaires et tertiaires) est généralement privilégiée pour une bonne résistance à la fatigue. Par ailleurs, une bonne tenue au fluage est également recherchée pour la jante du disque en contact avec les aubes de turbine. Pour répondre à cette exigence, des microstructures avec une taille intermédiaire de grains pouvant atteindre 40 µm [5] ont été développées et d'autres avec un gradient de taille de grains entre l'alésage et la jante du disque ont été proposées [6]. Les grains fins à l'alésage de la pièce renforcent la résistance à la fatigue et les grains de taille intermédiaire ($\simeq$ 40 µm) à la jante du disque renforcent la résistance au fluage.

Afin de retarder l'apparition et la propagation de fissures de fatigue, un traitement de grenaillage est souvent appliqué en surface des pièces dans des zones à forte concentration de contrainte. La modélisation apporte des éléments essentiels dans le dimensionnement des disques de turbine puisqu'elle permet de prendre en compte les propriétés mécaniques (traction, fatigue et fluage) du matériau à différentes températures et niveaux de contraintes appliquées mais aussi de considérer les aspects de géométrie complexe et l'histoire thermomécanique de la pièce. Ac-

tuellement, un effort important est réalisé par les communautés académique et industrielle pour aussi prendre en compte les contraintes résiduelles associées à l'usinage et aux traitements de précontraintes (grenaillage, sablage, microbillage, etc.). En effet, ce type de traitement induit des changements microstructuraux (raffinement et désorientation des grains et des précipités, changement de fraction volumique des phases, rugosité de surface, changement de microstructure de dislocation) et mécaniques (contraintes résiduelles de compression, écrouissage) qui peuvent influer de manière bénéfique ou néfaste à la durée de vie des pièces.

Dans les calculs de la durée de vie réalisés à l'ONERA, un calcul de thermique permet de connaitre le champ de température en chaque point de la pièce. L'état de précipitation en fonction de l'histoire thermique est ensuite déterminé grâce à un modèle de type germination-croissance-coalescence. Dans un troisième temps, l'équilibre mécanique sous chargement cyclique est calculé en considérant une loi de comportement. Les champs de contraintes et de déformations au cycle stabilisé alimentent un modèle d'endommagement qui permet d'estimer la durée de vie à l'amorçage en chaque point de la structure [7]. Pour l'alliage N18, qui est utilisé dans le moteur M88 du rafale, ce type de modélisation a été réalisé pour des microstructures avec une taille des grains γ fine ($\simeq$ 10-15 µm) [8] et intermédiaire (40 µm) [5]. La prise en compte des contraintes résiduelles introduites par les traitements de surface des pièces nécessite d'introduire le champ de contrainte initial associé au procédé, d'initialiser les variables internes du modèle, et de reproduire correctement les phénomènes de relaxation liés aux redistributions durant le chargement thermique et mécanique de l'échantillon. Une méthodologie a été récemment développée dans ce sens pour les alliages N18 et AM1 [9, 10].

La détermination des contraintes résiduelles est incontournable tant dans la compréhension des mécanismes de déformations que dans le développement de la modélisation. A l'échelle millimétrique, beaucoup d'études existent sur la détermination des contraintes résiduelles et leurs évolutions sous sollicitations thermiques et thermomécaniques dans des superalliages polycristallins ou monocristallins (alliages IN100 [11–13], Inconel 718 [14], Udimet 720Li [15]). Les méthodologies conventionnelles utilisées sont la méthode des « $\sin^2\psi$ » ou la méthode d'Ortner mises en oeuvre en laboratoire ou sur les grands instruments (synchrotron ou réacteurs à neutron). Ces deux méthodes restent limitées aux microstructures polycristallines à grains fins, à grains millimétriques ou au monocristal. La détermination des contraintes résiduelles pour des microstructures à taille de grains intermédiaire est difficile avec les méthodes usuelles en laboratoire et fait appel à des méthodes non standard. Dans la plupart des cas, les contraintes résiduelles sont déterminées en considérant la moyenne des deux phases ($\gamma + \gamma'$). La mesure à l'échelle de chaque phase est un vrai challenge en raison du faible désaccord paramétrique et de leur relation d'orientation de type « cube-cube ».

Objectifs et démarche de la thèse

Dans ce travail de thèse, nous souhaitons approfondir les connaissances sur le lien entre la microstructure des superalliages à base de nickel et les contraintes internes à l'échelle des phases associées au procédé de grenaillage. Si dans les plupart des études, des microstructures industrielles sont analysées, ici nous souhaitons étudier des microstructures modèles avec des tailles de grains γ et de précipités γ' significativement différentes pour pouvoir dégager des tendances. Pour des questions de continuité scientifique et d'approvisionnement en matière, l'alliage d'étude est le superalliage N18 développé dans les années 80 par SNECMA, le Centre des Matériaux de l'ENSMP et IMPHY SA.

Après une synthèse bibliographique (Chapitre 1) et une présentation de l'alliage et des moyens

expérimentaux (Chapitre 2), la démarche que nous avons adopté pour répondre à cette problématique est la suivante.

Quatre microstructures modèles sont fabriquées par traitement thermique. Deux familles de microstructures de tailles moyennes de grains γ de 40 µm et de 62 µm ont été développées. Pour chaque famille de taille des grains, la microstructure intragranulaire est composée principalement d'une seule population de précipités γ' secondaires (γ'_{II}) avec une taille moyenne de 200 nm ou de 2000 nm. Les échantillons sont ensuite grenaillés par ultrason et enfin soit traités thermiquement ou alors sollicités en fatigue à chaud. Nous avons étudié les modifications microstructurales et mécaniques induites par chaque étape avec différentes techniques de caractérisation (microscopie électronique à balayage, dureté, résistivité électrique, essais de traction et de fatigue). Si la caractérisation des microstructures est réalisée de manière standard en utilisant la microscopie électronique à balayage, nous avons aussi évalué la sensibilité de la résistivité électrique aux transformations de phases dans le superalliage N18 au cours de différentes vitesses de chauffage et de refroidissement. Les résultats des mesures sont comparés au modèle de précipitation développé par l'ONERA [16]. L'ensemble de ces développements est discuté dans le chapitre 3.

Par la suite (Chapitre 4), l'influence de la microstructure sur l'état de contraintes internes avant grenaillage et après grenaillage, ainsi que leurs évolutions après un maintien isotherme ou un essai de fatigue en température ont été étudiées. La sensibilité de la diffraction des rayons X aux déformations locales du cristal et à la phase privilégie l'utilisation de cette technique pour la détermination des contraintes résiduelles. Les niveaux de contraintes ont été caractérisés sur les différents états à deux échelles : à l'échelle millimétrique avec la méthode conventionnelle des « $\sin^2\psi$ » et à l'échelle du grain avec la microdiffraction Laue disponible sur la ligne CRG-IF BM32 du synchrotron ESRF [1] à Grenoble. Si en général, seules les déformations et contraintes déviatoriques sont déterminées avec la microdiffraction Laue, dans ce travail, nous avons déterminé les tenseurs complets des déformations et des contraintes par la mesure d'énergie avec la méthode du filtre « arc-en-ciel » (« Rainbow » en anglais) et par un détecteur de fluorescence.

Ce manuscrit se termine par une synthèse générale regroupant les points marquants de ce travail de recherche ainsi que les ouvertures possibles.

1. European Synchrotron Radiation Facility

1 Revue bibliographique

Sommaire

1.1 Superalliages polycristallins à base de nickel élaborés par métallurgie des poudres : microstructures et propriétés mécaniques 6
1.1.1 Structure et microstructure 6
1.1.2 Contrôle des tailles de grains γ et de précipités γ' par traitement thermique 7
1.1.2.1 Contrôle de la taille des grains γ 8
1.1.2.2 Contrôle de la taille des précipités γ' 11
1.1.3 Influence de la taille des grains γ et des précipités γ' sur les propriétés mécaniques 13
1.1.3.1 Comportement en traction monotone 13
1.1.3.2 Durée de vie en fatigue 15
1.2 Traitement de grenaillage 17
1.2.1 Origine des contraintes résiduelles 17
1.2.2 Modification microstructurale 18
1.2.3 Modification des propriétés mécaniques 19
1.2.4 Evolution de la microstructure et des contraintes résiduelles introduites par le grenaillage 20
1.2.4.1 Effet de la température et du maintien isotherme 20
1.2.4.2 Effet d'un essai de fatigue en température 22
1.3 Détermination des contraintes résiduelles au moyen des méthodes de diffraction 24
1.3.1 Méthode conventionnelle des « $\sin^2\psi$ » (type polycristalline) 24
1.3.2 Méthodes de type monocristalline 26
1.3.2.1 Méthode d'Ortner avec un rayonnement monochromatique . . 26
1.3.2.2 Microdiffraction Laue avec un rayonnement polychromatique . 26
1.4 Bilan de la revue bibliographique et positionnement de la thèse . . 28

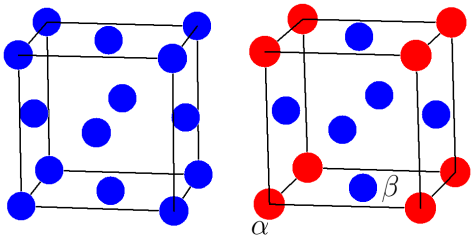
La revue bibliographique s'articule autour de trois parties. La première partie traite des microstructures et leur évolution en fonction du traitement thermique ainsi que des relations entre les microstructures et les propriétés en traction et en fatigue du matériau. La deuxième partie est consacrée au grenaillage et à ses effets. Nous présenterons plus spécifiquement les changements microstructuraux et d'état de contraintes générés par ce procédé ainsi que leurs évolutions au cours de sollicitations thermiques et mécaniques. La troisième partie est dédiée à l'apport des différentes techniques de diffraction dans la détermination des déformations et des contraintes résiduelles introduites par le grenaillage de précontrainte. Enfin, ce chapitre se conclue par une synthèse dressant les principales questionnements scientifiques et le positionnement de la thèse.

1.1 Superalliages polycristallins à base de nickel élaborés par métallurgie des poudres : microstructures et propriétés mécaniques

1.1.1 Structure et microstructure

Les superalliages polycristallins à base de nickel utilisés pour la fabrication de disque de turbine haute pression situé après la chambre de combustion sont majoritairement constitués de deux phases : la phase austénitique γ qui correspond à la matrice (solution solide) et la phase γ' aux précipités durcissants. La fraction volumique de la phase γ' est généralement comprise entre 50 % et 60 %. Des carbures et/ou des borures sont également présents en faible quantité.

Du point de vue de la cristallographie, la phase γ est de structure cubique à faces centrées. Elle est souvent notée A1 (Figure 1.1a). Tous les sites du réseau sont équivalents et sont occupés par l'ensemble des éléments chimiques au prorata de leur teneur dans l'alliage.
La phase γ' correspond à une mise en ordre sur le réseau cubique à faces centrées. On distingue deux sites non équivalents : les centres des faces et les sommets de la maille (Figure 1.1b), lesquels sont souvent désignés respectivement par les lettres α et β dans la littérature. Il s'agit d'une structure cubique simple $L1_2$ de type Ni_3Al où le nickel occupe préférentiellement le site β et l'aluminium le site α. Les deux réseaux cristallins sont en relation d'orientation de type cube-cube et après l'étape du forgeage isotherme, le désaccord paramétrique contraint $\delta = 2(a_{\gamma'} - a_{\gamma})/(a_{\gamma'} + a_{\gamma})$ est inférieur au pourcent.

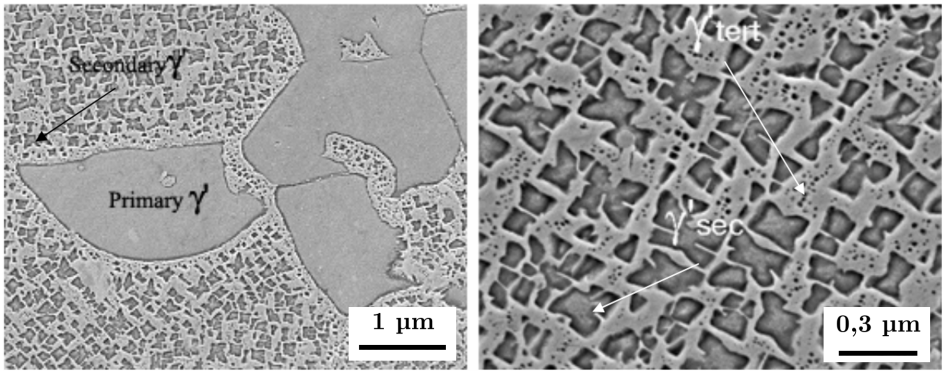


(a) (b)

FIGURE 1.1 – (a) Maille cubique à faces centrées de la matrice γ. (b) Maille cubique simple de la phase γ' avec les deux sites non équivalents α et β.

Du point de vue de la microstructure (Figure 1.2), trois types de précipités γ' peuvent être différenciés après l'étape de traitement thermique. Ils possèdent une chimie, une taille, un paramètre de maille et un domaine d'existence en température différent. Les précipités γ' primaires (γ'_I) sont localisés aux joints triples des grains γ et se forment au cours de l'étape de forgeage

(Figure 1.2a). Les précipités γ' secondaires (γ'_{II}) se forment à l'intérieur des grains γ (intragranulaire) au cours du refroidissement après la mise en solution (Figure 1.2a-b). Et enfin, les précipités γ' tertiaires (γ'_{III}) sont localisés à l'intérieur des couloirs de matrice γ (Figure 1.2b) et sont clairement de taille inférieure à celle des précipités γ'_I et γ'_{II}. Ils se forment au cours du refroidissement et du revenu.
Des caractérisations avec les techniques de sonde atomique tomographique, de diffraction des rayons X ou de microscopie électronique permettent de connaitre la répartition des éléments chimiques de l'alliage dans chaque phase, dans les trois types de précipités ainsi que l'occupation relative des sites α et β de la structure $L1_2$. Pour l'alliage N18 *(Ni - 11,5Cr - 15,6Co - 6,47Mo - 4,41Al - 4,37Ti (weight (wt) %)*, ce travail de caractérisation a été réalisé par Wlodek *et al.*, Lemarchand *et al.*, et Cadel *et al.* [17, 18].



(a) (b)

FIGURE 1.2 – Microstructure « standard » de l'alliage N18 : une mise en solution « subsolvus » à 1165°C pendant 4h suivie de deux revenus à 700°C pendant 24h et à 800°C pendant 4h. Les refroidissements entre chaque palier sont effectués à l'air (250°C.min^{-1}). Micrographie obtenue par microscopie électronique à balayage en mode électrons secondaires après attaque chimique illustrant (a) les précipités γ'_I et γ'_{II} et (b) les précipités γ'_{II} et γ'_{III} dans une matrice γ [19].

D'autres phases minoritaires contribuant aux propriétés mécaniques sont présentes dans les alliages à base de nickel. Les carbures primaires (type MC), secondaires (type M_6C, M_7C_3 et $M_{23}C_6$) et les borures (type M_3B_2) sont localisés aux joints des grains et participent à son ancrage. Cet ancrage améliore la tenue au fluage et la résistance à la propagation des fissures sous réserve d'une répartition spatiale homogène des carbures et des borures [20, 21].
Des composés intermétalliques σ, appelés TCP (phases topologiquement compactes), précipitent aux joints et à l'intérieur des grains γ (cf. [17, 22] pour le diagramme TTT de l'alliage N18). La présence de ces phases conduit à réduire la ductilité, la ténacité ou encore la durée de vie en fluage.
Dans le cadre de cette thèse, seuls les effets de la taille des grains γ et des précipités γ' sur plusieurs propriétés (traction et fatigue en température, dureté, contraintes résiduelles) sont étudiés. C'est pourquoi, nous n'avons pas cherché à contrôler la formation de ces composés intermétalliques.

1.1.2 Contrôle des tailles de grains γ et de précipités γ' par traitement thermique

La microstructure standard de l'alliage N18 est obtenue à l'issue du traitement thermique suivant : un maintien isotherme à 1165°C pendant 4 heures suivi d'un double revenu, le premier à 700°C pendant 24 heures et le second à 800°C pendant 4 heures. Entre chaque revenu, la pièce est refroidie à l'air jusqu'à la température ambiante. Ce traitement thermique conduit à une microstructure avec une taille de grains γ d'environ 10-15 µm et des tailles de précipités γ'_I

primaires, γ'_{II} secondaires et γ'_{III} tertiaires respectivement de quelques micromètres, de 200 nm et de 20 nm [17].

1.1.2.1 Contrôle de la taille des grains γ

En général, l'étape de forgeage isotherme étant réalisée en condition « subsolvus », l'alliage brut d'élaboration contient des précipités γ'_I primaires, localisés aux joints de grains. L'étape de mise en solution a pour but de dissoudre totalement ou partiellement ces précipités γ'_I qui épinglent les joints des grains et donc influent sur la croissance des grains.

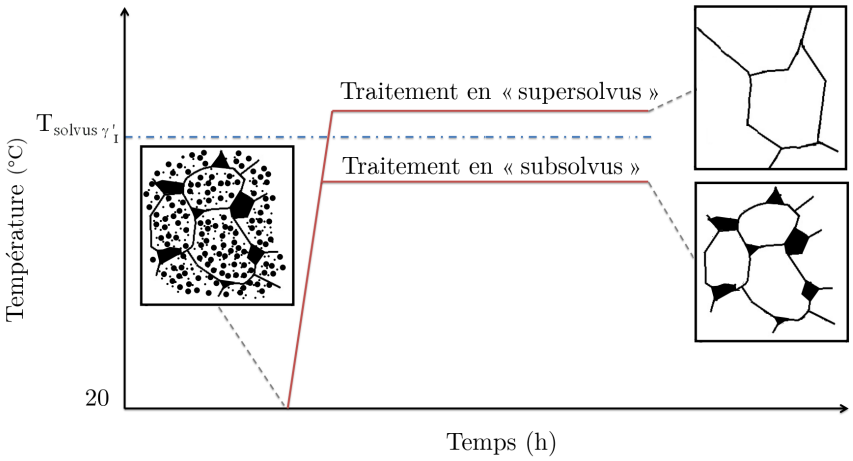


FIGURE 1.3 – Traitement de mise en solution en « supersolvus » et en « subsolvus » avec $T_{\text{solvus}\,\gamma'_I}$, température de dissolution des précipités γ' primaires.

On définit la température de solvus ($T_{\text{solvus}\,\gamma'_I}$) comme la température au-dessus de laquelle la phase γ'_I est complètement dissoute à l'équilibre thermodynamique. Pour l'alliage N18, la température $T_{\text{solvus}\,\gamma'_I}$, déterminée par le biais d'observations métallographiques, est de 1190°C - 1195°C [23]. Lorsque la température du traitement thermique est inférieure à la température $T_{\text{solvus}\,\gamma'_I}$ (traitement dit « subsolvus »), la phase γ'_I est mise en solution partiellement, ce qui a pour conséquence de limiter la croissance des grains γ (Figure 1.3). Pour un traitement à une température supérieure à $T_{\text{solvus}\,\gamma'_I}$ (traitement dit « supersolvus »), la phase γ'_I est totalement dissoute et n'agit plus comme un frein à la croissance des grains γ (Figure 1.3). En revanche, ce sont les particules aux « PPB » (« Prior Particule Boundary ») qui vont entraver la croissance des grains γ pour un superalliage fabriqué par métallurgie des poudres. Ces particules se situent aux anciennes limites des poudres. Par exemple, Radavich *et al.* [24] observent ces particules dans l'alliage EP741NP *(Ni - 8,2Cr - 15,8Co - 3,9Mo - 5,02Al - 1,41Ti - 5,3W wt%)* (Figure 1.4).

Une deuxième limitation à la croissance des grains est la température de brûlure ($T_{\text{brûlure}}$) ou « incipient melting temperature » en anglais. C'est la température pour laquelle certaines phases présentes dans l'alliage fondent localement. Lorsqu'un alliage est porté au-dessus de cette température dite de brûlure ($T_{\text{brûlure}}$), certaines propriétés mécaniques comme la ductilité ou la résistance aux joints des grains, sont dégradées de façon irréversible, c'est-à-dire qu'aucun traitement thermique postérieur ne permettra de restaurer les propriétés initiales de l'alliage [25]. Des porosités liées à la contraction du liquide apparaissent alors aux joints des grains à l'issue du refroidissement. La nature chimique de ces phases dépend de l'alliage considéré : une phase eutectique Ni-Zr ou Ni-Ti a été identifiée dans le cas du monocristal René 80 *(Ni - 14,0Cr - 9,5Co - 4,0Mo - 3,0Al - 5,0Ti - 4,0W wt%)* [26], une phase intermétallique Ni_3Ti (η) dans l'alliage Inconel 939 *(Ni - 19,0Co - 22,4Cr - 1,9Al - 3,7Ti - 1,4Ta - 1,6W wt%)* [25], ou encore des carbures riches en tantale et titane dans le monocristal CMSX-4 *(Ni - 6,4Cr - 9,0Co - 5,6Al*

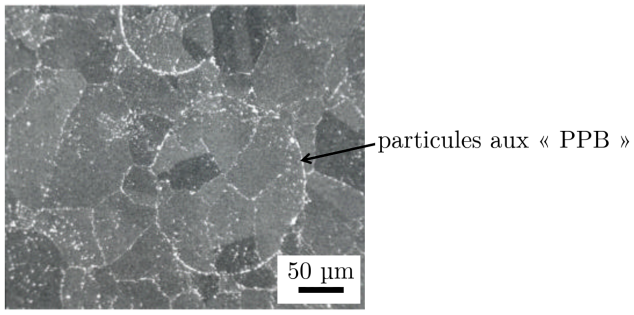


FIGURE 1.4 – Micrographie obtenue par microscopie électronique à balayage en mode électrons secondaires montrant les particules aux « PPB » dans l'alliage EP741NP fabriqué par métallurgie des poudres [24].

- 1,0Ti - 6,5Ta - 6,0W wt%) [27]. Des passes de laminage ont été effectuées par Jahangiri *et al.* [25] sur des échantillons brûlés du superalliage Inconel 939 pour disques de turbine. Après seulement deux passes de laminage, des microfissures apparaissent à la surface de l'échantillon, ce qui n'est pas le cas des échantillons non brûlés. Lorsque l'on s'intéresse à l'effet de la brûlure sur le comportement en traction, il n'existe pas de travaux sur des superalliages. En revanche, des travaux sur un alliage d'aluminium Al–Si–Cu–Mg [28] montrent que la résistance à la traction (UTS) diminue fortement pour des échantillons traités au-dessus de 520°C, température pour laquelle le phénomène de brûlure commence.

Chang *et al.* [29] ont déterminé l'évolution de la taille des grains en fonction de la température pour le superalliage MERL76 *(Ni - 12,2Cr - 18,3Co - 3,2Mo - 5,0Al - 4,3Ti - 1,4Nb wt%)* fabriqué par métallurgie des poudres (Figure 1.5a). Ils constatent une modification notable de la taille des grains au passage des températures de solvus et de brûlure. Pour cet alliage, l'intervalle de température $[T_{\text{solvus}\,\gamma'_I}, T_{\text{brûlure}}]$ pour la mise en solution est de quelques degrés seulement (6°C). Pour le superalliage N18, cette plage de température est de 15°C et un traitement en dessous de cet intervalle conduit à une taille moyenne des grains de l'ordre de 10 µm [17, 22, 23], alors qu'un traitement dans cet intervalle conduit à une taille moyenne des grains voisine de 50 µm [16, 30] (Figure 1.5b).

Dans des superalliages fabriqués par la voie « coulée-forgé », un traitement dit de « supersolvus » peut augmenter la taille des grains de plusieurs centaines de micromètres. Dans les alliages fabriqués par métallurgie des poudres, la taille des grains est généralement limitée par la taille de la poudre initiale à cause de la présence de particules aux « PPB » (Figure 1.6). Comme l'illustre la figure 1.5b, il est difficile de dépasser une taille de grains γ de 50 µm pour l'alliage N18, correspondant à la taille de la poudre tamisée.

En revanche, des traitements thermiques alternatifs ont été appliqués afin d'augmenter la taille des grains γ dans les alliages fabriqués par métallurgie des poudres. Schirra *et al.* [32] et Thibault [33] montrent qu'un traitement en « subsolvus » avant un traitement de mise en solution « supersolvus » permet de doubler la taille des grains γ en comparaison à un traitement directement en « supersolvus » pour les alliages SR3 *(Ni - 13,2Cr - 11,8Co - 5,1Mo - 2,4Al - 4,9Ti - 1,6Nb wt%)*, KM4 *(Ni - 12,0Cr - 18,3Co - 4,0Mo - 3,8Al - 3,9Ti - 1,9Nb wt%)* et NR6 *(Ni - 13,8Cr - 14,1Co - 1,2Mo - 3,2Al - 4,5Ti - 4,0W wt%)*. Schirra *et al.* montrent qu'un prétraitement de deux heures à une température $T_{\text{solvus}\,\gamma'_I}$ - 22°C pour l'alliage SR3 et un prétraitement d'une heure à $T_{\text{solvus}\,\gamma'_I}$ - 36°C pour l'alliage KM4 sont suffisants pour doubler la taille des grains γ. En revanche, un prétraitement « subsolvus » long à une température $T_{\text{solvus}\,\gamma'_I}$ - 15°C est nécessaire pour doubler la taille des grains γ pour l'alliage NR6 : le traitement de 2 heures à 1160°C suivi de 2 heures à 1200°C (1160°C/2 heures + 1200°C/2 heures) conduit à une taille

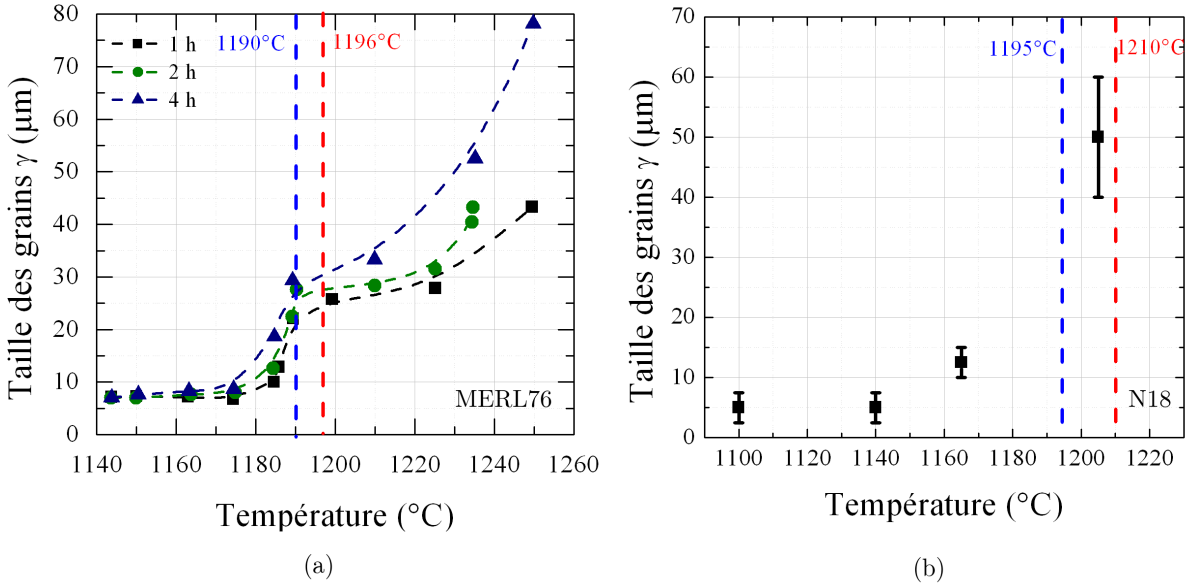


FIGURE 1.5 – Evolution de la taille des grains γ en fonction de la température et du temps de mise en solution (a) pour l'alliage MERL76 [29] et (b) pour l'alliage N18 [16, 17, 22, 23, 30], fabriqué par métallurgie des poudres. La température de solvus ($T_{\text{solvus}\,\gamma'_I}$) et de brûlure ($T_{\text{brûlure}}$) sont représentées respectivement par des verticales en pointillé bleu et rouge.

des grains γ de 23 µm alors que le traitement 1160°C/120 heures + 1200°C/2 heures conduit à une taille des grains γ de 50 µm [33]. Cette alliage est fabriqué avec une poudre tamisée avec un pas de 75 µm.

Chaque étape du procédé de fabrication du matériau peut impacter la taille finale des grains γ' de l'alliage. La taille des poudres initiales peut également impacter la taille des grains γ. Soucail *et al.* [34] constatent que la taille finale des grains γ dans l'alliage N18 est plus grande pour une poudre prétraitée (53 µm) que pour une poudre n'ayant pas subi de prétraitement (23 µm). Le prétraitement modifie la taille des carbures et des oxydes situés aux anciennes limites des poudres (particules aux « PPB »), ce qui est l'origine de la modification de la taille finale des grains γ. Pour des poudres non traitées, ces particules sont fines (0,2 µm), serrées et alignées. Dans le cas des poudres prétraitées, elles sont plus grandes (0,6 µm), espacées et davantage dispersées dans le matériau. Ces particules se divisent en deux familles : la première est riche en oxygène et hafnium et la seconde riche en carbone et titane.
Dans le cas de l'alliage Astroloy *(Ni - 15,0Cr - 17,0Co - 5,0Mo - 4,0Al - 3,5Ti wt%)*, Lemaître [35] montre que la taille et la granulométrie des poudres initiales ont un impact notable sur la taille des grains γ finale. La taille des grains γ est plus grande pour une poudre tamisée avec une taille maximale de 106 µm que de 75 µm. Ainsi, la taille finale des grains γ augmente avec la taille initiale des poudres. Par ailleurs, elle est plus petite pour une poudre tamisée entre 75 µm et 106 µm. La taille des grains augmente donc lorsque les poudres de petite taille sont exclus de la distribution granulométrique.
L'impact des paramètres de compactage à chaud ou de forgeage (la déformation, la vitesse de déformation, les températures et les pressions de densification des poudres et de forgeage) a également été étudié dans le cas de l'alliage N18 [36, 37]. Cette étude met en évidence d'une part l'influence de ces paramètres sur la taille des grains γ et d'autre part la difficulté d'obtenir des microstructures sans croissance anormale. Ce phénomène se manifeste par une croissance importante de quelques grains γ de l'ordre du millimètre au dépend des petits grains. Deux mécanismes de croissance anormale ont été identifiés dans le superalliage N18 [36,38]. Le premier mécanisme se manifeste lors du traitement final en « subsolvus » et est dû à une différence du

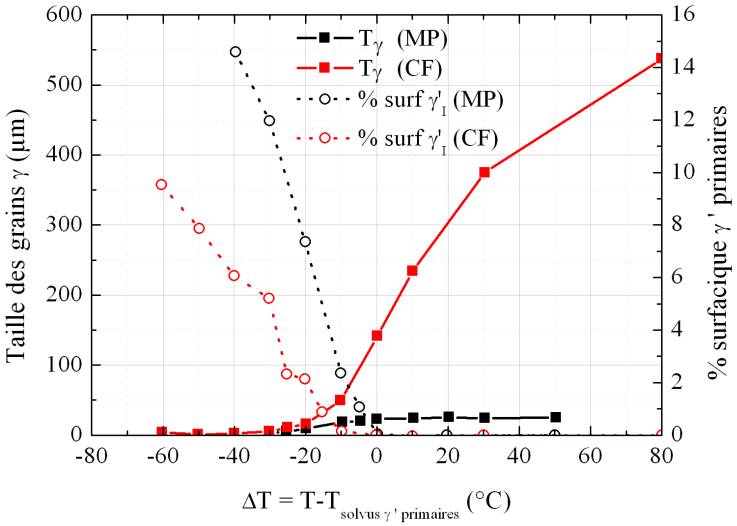


FIGURE 1.6 – Courbe récapitulative de la taille des grains γ (T_γ) et de la fraction volumique des précipités γ'_I (% surf γ'_I) en fonction de la différence entre la température de mise en solution et la température de solvus ($T_{\text{solvus}\,\gamma'_I}$) pour les alliages fabriqués par métallurgie des poudres (MP) et par voie « coulé-forgé » (CF) d'après [31].

taux d'écrouissage entre les grains γ. La force motrice de mobilité de l'interface provient de la réduction de l'énergie volumique d'écrouissage. Certaines conditions de forgeage favorisent cette hétérogénéité d'écrouissage. Un brevet a été déposé par l'ONERA et SNECMA définissant les gammes de vitesses de déformation et de température de forgeage afin d'éviter la croissance anormale : des vitesses comprises entre 4×10^{-5} et 2×10^{-2} s^{-1} et des températures comprises entre $T_{\text{solvus}\,\gamma'_I}$ - 95°C et $T_{\text{solvus}\,\gamma'_I}$ - 45°C [39]. Le deuxième mécanisme de croissance anormale est lié à la cinétique de dissolution de précipités γ' primaires lors d'un traitement « supersolvus » [38]. Dans ce cas, la force motrice provient de la réduction de l'énergie surfacique intergranulaire. Ce phénomène a été observé par Takahashi *et al.* dans l'alliage N18 [40]. Afin d'éviter cette croissance anormale, il effectue un traitement à deux paliers : un traitement « supersolvus » court suivi d'un traitement en « subsolvus » (1200°C/30 minutes + 1180°C/1, 2 ou 4 heures). Il constate une augmentation de taille des grains γ avec ce traitement thermique à deux paliers (60 à 80 µm).

1.1.2.2 Contrôle de la taille des précipités γ'

Il faut noter que pour les superalliages à base de nickel qui contiennent une forte fraction volumique de phase γ', il n'est pas possible de s'affranchir de la présence de précipités γ' quelles que soient les conditions de refroidissement [8, 41]. C'est le cas du superalliage N18.
La fraction volumique, la taille et la morphologie des précipités γ' secondaires et tertiaires sont contrôlées par la température de mise en solution, les chemins de refroidissement ainsi que les traitements de revenu alors que celles des précipités γ' primaires sont principalement contrôlées par la température de mise en solution.
La fraction volumique des précipités γ'_I primaires diminue lorsque la température de mise en solution augmente et devient nulle au-dessus de la température de solvus des précipités γ' primaires ($T_{\text{solvus}\,\gamma'_I}$). Par conséquent, la quantité d'éléments γ'-gènes en solution solide augmente avec la température de mise en solution, ce qui conduit à un état de précipitation intragranulaire différent à l'issue des traitements thermiques ultérieurs (fraction volumique et taille des précipités γ' secondaires et tertiaires). Par exemple, Wlodek *et al.* ont obtenu une fraction volumique et une taille de précipités γ'_{II} secondaires respectivement de 35 % et de 210 ± 80 nm avec un traitement « subsolvus » à 1165°C pour l'alliage N18 [17]. Boittin a mesuré une fraction volu-

mique de 44,5 % et une taille de précipités γ'_{II} secondaires de 172 ± 32 nm avec un traitement « supersolvus » à 1200°C pour le même alliage [16]. Pour ces deux traitements, les chemins de refroidissement et les traitements de revenu sont identiques. En revanche, Sansoz a mesuré une taille de précipités γ'_{II} secondaires de 450-500 nm avec un traitement thermique à 1200°C [30]. Le procédé de fabrication peut donner une différence de composition chimique nominale entre chaque disque et peut donc conduire à un état de précipitation intragranulaire différent.
Pour une même température de mise en solution, la taille des précipités γ'_{II} secondaires diminue et leur nombre augmente avec la vitesse de refroidissement (alliages N18 [16, 22], Waspaloy *(Ni - 19,0Cr - 13,5Co - 4,3Mo - 1,5Al - 3,0Ti - 2,0Fe wt%)* [42], IN100 *(Ni - 12,3Cr - 18,3Co - 3,3Mo - 4,9Al - 4,3Ti wt%)* [43], René 95 *(Ni - 14,0Cr - 8,0Co - 3,5Mo - 3,5Al - 2,5Ti - 3,5Nb - 3,5W wt%)* [44]). A titre d'exemple, Boittin a mesuré une taille de précipités γ' secondaires de 127 nm pour une trempe eau, de 153 nm pour une trempe air et de 2000 nm pour une vitesse de refroidissement lent (4°C.min^{-1} entre 1200°C et 1000°C, 1°C.min^{-1} entre 1000°C et 900°C puis une trempe air jusqu'à la température ambiante) dans le cas de l'alliage N18 [16]. Le mécanisme proposé est somme toute classique puisqu'il repose sur les équations de la théorie classique de la germination qui consiste à calculer une vitesse de germination à partir de la force motrice de précipitation. Les régimes de croissance et coalescence sont ensuite traités à partir de l'équation de la diffusion et de l'effet Gibbs-Thomson (qui prend en compte l'énergie de l'interface précipité-matrice).

Par ailleurs, la morphologie des précipités γ' secondaires varie avec leur taille [45, 46]. Cette morphologie est le résultat de l'équilibre entre l'énergie élastique et l'énergie d'interface matrice-précipité.
Lorsque l'interaction entre les précipités est négligeable [46], leur morphologie passe d'une forme sphérique à une forme cuboïdale puis à une forme dendritique, comme l'illustre la figure 1.7. Pour des petites tailles de précipités, l'énergie d'interface domine, ce qui leur donne une forme sphérique. Quand l'énergie élastique domine, ils sont de forme cuboïdale. La forme « octocuboïdale » est obtenue par la division (« splitting » en anglais) d'un seul précipité γ' pour accommoder l'énergie élastique dominante. En effet, cette division conduit à une surface des interfaces γ/γ' plus grande et contribue à la réduction de l'énergie interne du système. La poursuite de la croissance conduit à la formation de précipités « ortho-cubes » toujours pour accommoder l'énergie élastique. La croissance des précipités est effectuée sur les huit bras des précipités dans les directions $\langle 111 \rangle$. Lorsque les bras des dendrites sont suffisamment éloignés entre eux, des bras secondaires voir tertiaires peuvent apparaître. Un vieillissement supplémentaire permet une croissance au niveau des huit pointes des ortho-cubes et conduit à la formation d'une « vraie » dendrite.
Lorsque le précipité interagit avec ses voisins [46], la transition sphère, cube, octocube et dendrite est remplacée par la transition sphère, cube, cube aligné et plaquette.

La taille de précipités γ' tertiaires (γ'_{III}) est pilotée par le chemin de refroidissement après le maintien isotherme de mise en solution mais aussi par les traitements de revenu. La taille et la fraction volumique de ces précipités sont tributaires de la quantité d'éléments γ'-gènes dans la matrice γ et donc des précipités γ'_I et γ'_{II}. Il est possible d'obtenir une microstructure avec une population de précipités γ' secondaires sans la présence de précipités γ' tertiaires soit en imposant des vitesses de refroidissement très rapides [8, 41] ou très lentes, soit à l'issue d'un traitement de revenu spécifique [16]. Par exemple, une vitesse de refroidissement (vitesse d'hypertrempe de 10200°C.min^{-1}) conduit à une microstructure avec une seule population de précipités γ' intragranulaires de l'ordre de 3 nm en taille dans l'alliage N18 [8, 41]. Lorsqu'une vitesse de refroidissement de 4°C.min^{-1} est appliquée jusqu'à 1000°C, puis de 1°C.min^{-1} jusqu'à 900°C suivi d'une trempe à l'air jusqu'à la température ambiante pour l'alliage N18, la microstructure est caractérisée par une population de précipités γ' secondaires avec une taille moyenne de 2000 nm [16]. Par ailleurs, un traitement de revenu proche de la température de fin de dissolution

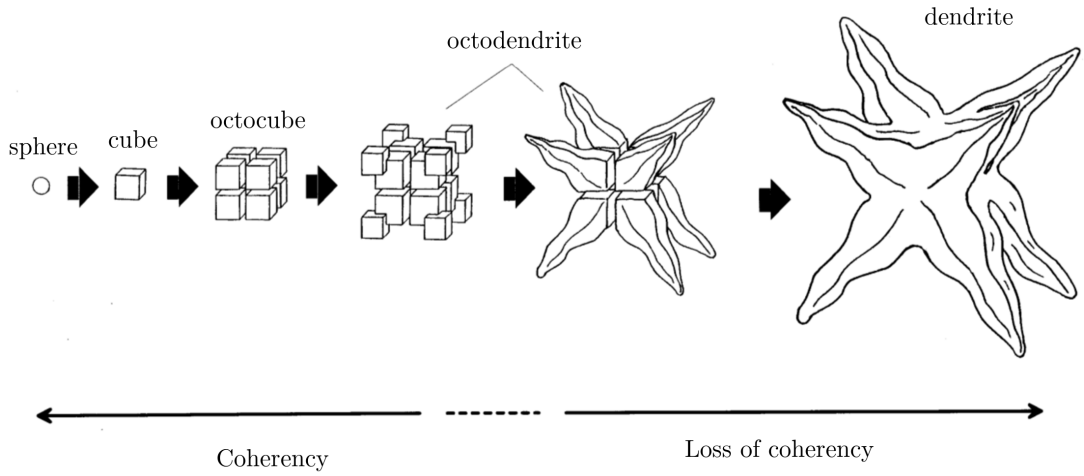


FIGURE 1.7 – Représentation schématique de l'évolution morphologique des précipités γ' dans les superalliages à base de nickel [46].

des précipités γ' tertiaires permet de dissoudre les précipités γ' tertiaires et d'augmenter la taille des précipités γ' secondaires [16]. La température de début de précipitation des précipités γ' tertiaires prédite est de 830°C après un traitement « subsolvus » à 1165°C dans le cas de l'alliage N18 [8].

1.1.3 Influence de la taille des grains γ et des précipités γ' sur les propriétés mécaniques

1.1.3.1 Comportement en traction monotone

De nombreuses études portent sur l'effet de la taille des grains γ et des précipités γ' sur les comportements mécaniques lors d'une sollicitation monotone (alliages IN100 [43], Udimet 720Li *(Ni - 16,5Cr - 15,5Co - 3,25Mo - 2,75Al - 5,25Ti - 1,5W wt%)* [3, 47], 901 *(Fe - 11,5Cr 4,2Ni - 5,3Mo - 0,3Al - 3,0Ti wt%)* [48], N18 [30, 49]). Dans ces études, des traitements en « subsolvus » ou « supersolvus » sont réalisés pour modifier la taille des grains γ, ce qui a pour conséquence également de modifier la taille et la fraction volumique des précipités γ' primaires, secondaires et tertiaires. La difficulté est de modifier qu'une seule grandeur microstructurale à la fois quel que soit le traitement thermique.

Néanmoins, de rares publications existent sur l'effet de la taille des grains γ avec un état de précipitation γ' comparable. Les microstructures sont obtenues soit par modification des conditions de forgeage (alliages Udimet 720Li [50, 51], N18 [52]), soit par des traitements thermiques à double palier de mise en solution (alliages KM4 et SR3 [32]). L'augmentation de la taille des grains γ entraîne une baisse de la limite d'élasticité, de la contrainte maximale et de l'allongement à la rupture. Ces grandeurs diminuent lorsque la température de sollicitation augmente. Milligan *et al.* montrent que dans le cas de l'alliage IN100 à 260°C [43], l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la taille des grains obéit à la loi empirique de Hall-Petch qui prévoit une dépendance en $d^{-1/2}$, où d est la taille des grains (Figure 1.8).

En revanche, cette loi n'est plus vérifiée lorsque la distribution de la taille des grains γ est disparate. Expérimentalement, Brogdon *et al.* ont montré que la limite d'élasticité et la contrainte maximale diminuent respectivement de 10 % et de 9 % lorsqu'on passe d'une microstructure avec une taille moyenne des grains γ de 19 µm et une forte disparité en taille (taille des grains maximale = 180 µm) à une microstructure avec une taille moyenne des grains γ de 32 µm et une

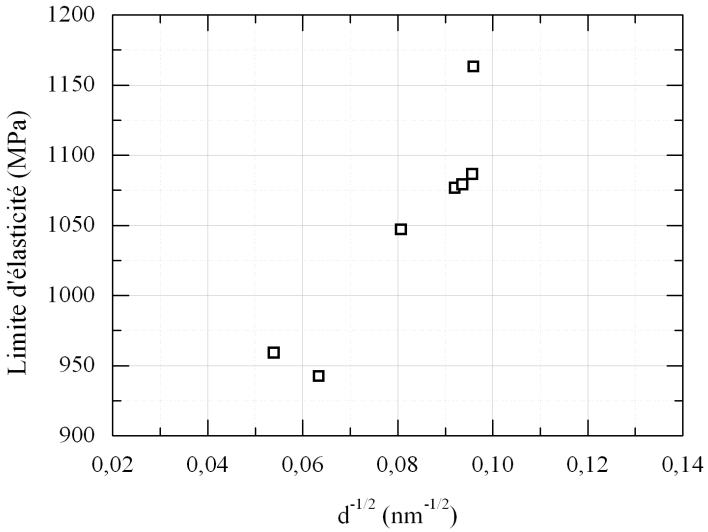


FIGURE 1.8 – Evolution de la limite d'élasticité en fonction de $d^{-1/2}$ (d, la taille des grains γ) pour une température de 260°C dans le cas de l'alliage IN100 [43].

faible disparité en taille dans le cas de l'alliage Waspaloy [53]. Numériquement, Berbenni *et al.* ont montré que la limite d'élasticité baisse lorsque la disparité en taille des grains γ augmente [54].

En ce qui concerne la contribution des précipités γ', la limite d'élasticité, la contrainte maximale et l'allongement à la rupture augmentent avec la vitesse de refroidissement (alliages N18 [22], KM4 et SR3 [32], Udimet 720Li [51]). Cependant, l'augmentation de la vitesse de refroidissement modifie à la fois les tailles et les fractions volumiques des précipités γ' secondaires et tertiaires. Or, les précipités γ' tertiaires présents dans les couloirs de la matrice γ agissent comme des obstacles aux mouvements des dislocations lorsqu'ils sont suffisamment grands et donc contribuent à la résistance en traction des superalliages. C'est pourquoi, l'augmentation de la limité d'élasticité ne peut pas être attribuée seulement à la diminution de la taille des précipités γ' secondaires dans le cas de ces études. Boittin a fabriqué deux microstructures de l'alliage N18 avec une taille de précipités γ' secondaires de 150 nm et de 2000 nm sans précipités γ' tertiaires. Elle a montré que la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation plastique à 450°C baisse de 17 % lorsque la taille des précipités γ' secondaires est multipliée par environ 13,3 [16]. L'allongement à la rupture est augmenté d'un facteur 2 alors que la contrainte à la rupture est peu impactée.

Pour une fraction volumique fixe de phase γ', les mécanismes de franchissement des précipités γ' par les dislocations varient en fonction de leur diamètre en évoluant du cisaillement par paire de dislocations vers du contournement d'Orowan.
La figure 1.9 représente l'évolution qualitative de la contrainte critique résolue en fonction du diamètre des précipités γ' : cisaillement par paires de dislocations faiblement couplées (1), fortement couplées (2) et contournement d'Orowan (3). Dans le cas des superalliages, le cisaillement des précipités se fait par le passage successif de deux dislocations : la première laisse sur son passage un défaut nommé paroi d'antiphase et la seconde efface ce premier défaut [55]. On parle de dislocations faiblement couplées dans la mesure où la deuxième dislocation franchit le précipité après que la première soit entièrement passée. Pour le cisaillement par paires de dislocations fortement couplées, les deux dislocations cisaillent le précipité en même temps. Dans le mécanisme de contournement d'Orowan, les dislocations s'arrêtent devant les précipités γ' tout en continuant à avancer dans les couloirs de matrice γ. Ainsi, la dislocation franchit le précipité en laissant une boucle autour, appelée boucle d'Orowan.
Lorsque le diamètre des précipités est inférieur à D_{ws} (Figure 1.9), la contrainte critique résolue

nécessaire au franchissement du précipité augmente avec leur taille et contribue au durcissement du matériau. Les précipités sont alors cisaillés par paires de dislocations faiblement couplées. La contrainte nécessaire pour contourner les précipités est d'autant plus faible que la taille de ces précipités augmente, ce qui diminue la dureté de l'alliage. Pour les précipités dont les diamètres sont compris entre D_{ws} et D_C, le mécanisme prédominant est le cisaillement par paires de dislocations fortement couplées. Au dessus de la valeur D_C, les précipités sont contournés.

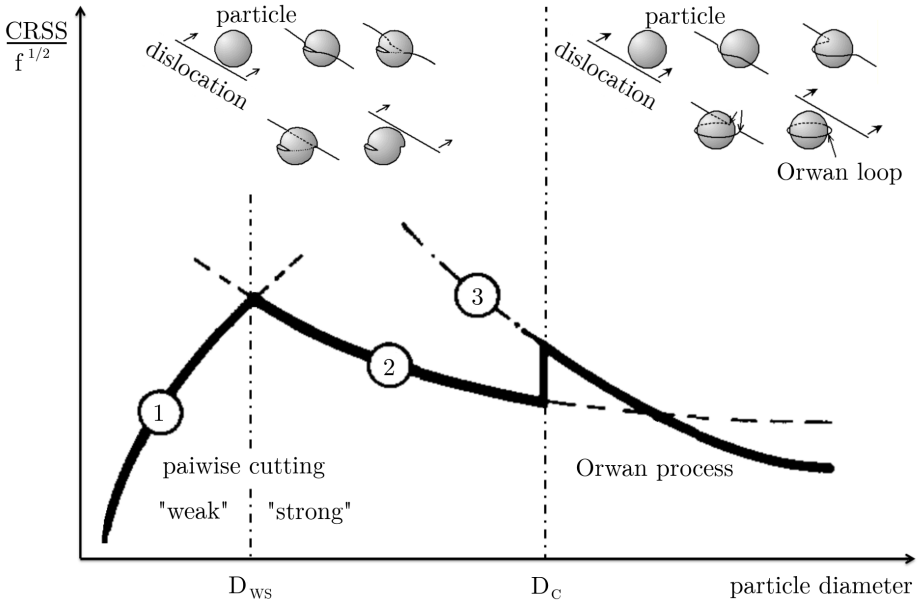


FIGURE 1.9 – Evolution qualitative de la contrainte critique résolue (CRSS) sur la fraction volumique des précipités γ' (f) en fonction du diamètre des précipités γ' pour une fraction volumique constante (courbe d'après [56] et figure d'après [57]).

1.1.3.2 Durée de vie en fatigue

La durée de vie en fatigue est tributaire du lieu d'amorçage de la fissure. Dans le cas des superalliages polycristallins fabriqués par métallurgie des poudres, l'amorçage des fissures s'initie sur des porosités, sur des inclusions céramiques héritées du procédé de fabrication ou sur une ou plusieurs facettes de grains γ (intragranulaire). Les fissures s'amorcent sur des inclusions ou des porosités lorsque la taille de ces dernières excède la taille des grains γ. Il y a donc potentiellement une grande dispersion sur la durée de vie en fatigue comme illustrée sur la figure 1.10 dans le cas de l'alliage N18 possédant une taille des grains γ standard (10 - 15 µm) et sollicité à 550°C [49]. Pour une amplitude de contrainte appliquée de 650 MPa, la durée de vie en fatigue varie entre 20 000 et 2 500 000 cycles. A l'inverse, lorsque la taille des grains γ est plus grande que la taille des inclusions, l'amorçage s'initie sur les facettes cristallographiques de grains γ les plus gros et les plus favorablement orientés par rapport à l'axe de sollicitation [16, 58]. L'amorçage s'effectue sur des facettes correspondant à des plans cristallographiques {111} orientés selon un angle proche de 45° par rapport à l'axe de sollicitation (alliages N18 [16], René 88DT *(Ni - 16,0Cr - 13,0Co - 4,0Mo - 2,1Al - 3,7Ti - 4,0W wt%)* [59]). Même si l'amorçage ne s'effectue pas sur des inclusions, une dispersion sur la durée de vie est moindre mais toujours présente, comme l'illustre Späth *et al.* sur le superalliage Inconel 718 *(Ni - 18,9Cr - 0,4Al - 0,9Ti - 18,5Fe - 5,0Nb wt%)* [60]. L'effet de la microstructure sur la durée de vie en fatigue peut être difficile à mettre en évidence à cause de cette dispersion. Néanmoins, des tendances sur l'effet de la taille des grains γ et des précipités γ' peuvent être dégagées.

Albrecht *et al.* ont étudié le nombre de cycles à rupture à 600°C pour quatre microstructures

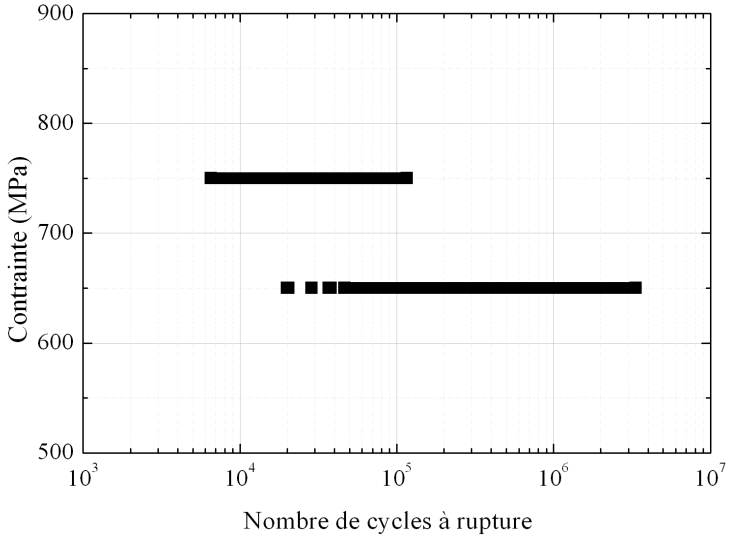


FIGURE 1.10 – Amplitude de contrainte imposée en fonction du nombre de cycles à rupture illustrant la dispersion de la durée de vie en fatigue pour l'alliage N18 à 550°C [49] causée par l'amorçage sur des inclusions, des porosités et des facettes de grains.

de l'alliage Udimet 720Li avec une taille de grains γ de 22 µm, de 65 µm, de 130 µm et de 420 µm et un état de précipitation similaire [51]. Ils constatent que le nombre de cycles à rupture est plus élevé pour la microstructure avec la plus petite taille des grains γ (22 µm) et inversement pour la plus grande taille des grains (420 µm). Par ailleurs, Albrecht *et al.* ont montré que la vitesse de refroidissement qui modifie les tailles et les fractions volumiques des précipités γ' secondaires et tertiaires, a très peu d'influence sur le nombre de cycles à rupture en fatigue dans le cas du superalliage Udimet 720Li [51]. Dans les travaux de Boittin *et al.* [16], le constat est également similaire comme illustré sur la figure 1.11. Ainsi, aucune modification de la durée de vie en fatigue n'a été constatée à 450°C pour des microstructures avec une seule population de précipités γ' secondaires de 153 nm et 2000 nm même si la réponse en fatigue à chaque cycle est différente. De façon similaire, Sarma *et al.* [61] reportent une différence inférieure à 500 cycles sur la durée de vie à température ambiante dans le cas des microstructures du superalliage Nimonic 90 *(Ni - 12,0Cr - 20,0Co - 1,8Al - 2,7Ti wt%)* avec une taille de précipités γ' secondaires comprise entre 10 et 60 nm. La taille des précipités γ' semble donc très peu impacter la durée de vie en fatigue à température ambiante et intermédiaire (450°C).

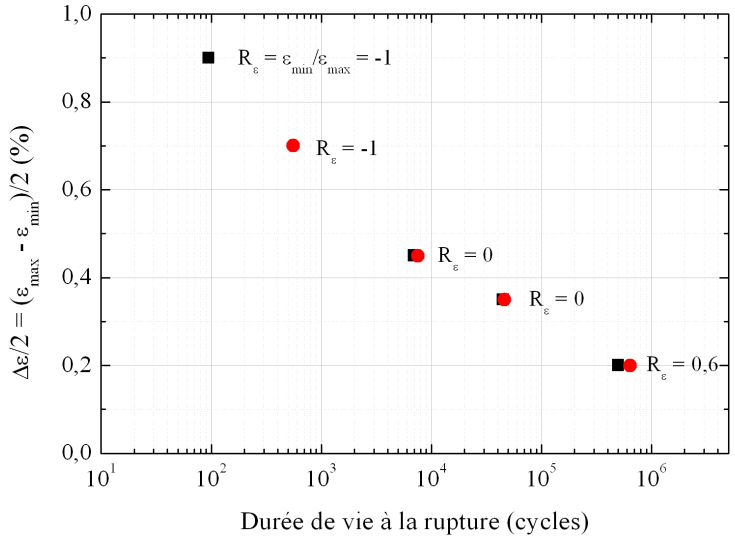


FIGURE 1.11 – Courbe d'amplitude de déformation en fonction de la durée de vie en fatigue à 450°C pour l'alliage N18 avec une taille de grains γ de 40 µm et des tailles de précipités γ'_{II} de 153 nm (■) et 2000 nm (●) [16].

1.2 Traitement de grenaillage

Les traitements de précontrainte sont largement appliqués dans l'industrie aéronautique et automobile, notamment sur les pièces critiques des turbomachines comme le disque de turbine à haute pression.
Le grenaillage de précontrainte est un traitement de surface permettant d'augmenter la résistance à la fatigue, à la propagation de fissures et à la corrosion de la pièce. Cette bonne tenue mécanique a pour origine les contraintes résiduelles et les modifications microstructurales générées par le grenaillage. Cependant, les sollicitations thermiques et thermomécaniques complexes subies par le disque de turbine au cours de son service redistribuent l'état des champs de contraintes résiduelles. Dans ce cas, nous pouvons nous demander dans quelle mesure les effets du grenaillage sont bénéfiques ou néfastes.

1.2.1 Origine des contraintes résiduelles

Le principe du grenaillage de précontrainte consiste à projeter des billes à la surface des pièces. Les deux techniques les plus couramment utilisées sont le grenaillage conventionnel (grenailleuse à air comprimé ou à turbine) et le grenaillage par ultrasons. L'impact de ces billes crée un changement élastoplastique en surface. Les incompatibilités de déformation entre la couche superficielle déformée plastiquement et le cœur non déformé de la pièce imposent un retour à l'équilibre mécanique. Elles sont à l'origine des contraintes résiduelles de compression en surface et de traction à coeur.
Sous l'impact des billes, la génération des contraintes résiduelles est la superposition de deux mécanismes de déformation illustrée par la figure 1.12.

- L'effet de « martelage » est dû à un étirement plastique de la couche superficielle sous l'effet des impacts répétés. Ce mécanisme induit des contraintes résiduelles maximales en surface.
- L'effet de pression de Hertz produit un chargement normal à la surface avec un maximum de contrainte de cisaillement situé en subsurface. Lorsque cette contrainte est supérieure à la limite d'écoulement en cisaillement du matériau, des contraintes résiduelles sont créées avec un maximum à la même profondeur.

Ces contraintes résiduelles, appelées « macro-contraintes » dans la littérature, sont des contraintes homogènes en intensité et en direction sur un domaine relativement grand (plusieurs grains, donc une échelle de quelques dixièmes de millimètres à quelques millimètres). Elles se distinguent de celles appelées « micro-contraintes ». Ces dernières sont dues aux incompatibilités de déformation à une échelle plus fine (entre les grains et à l'intérieur des grains).

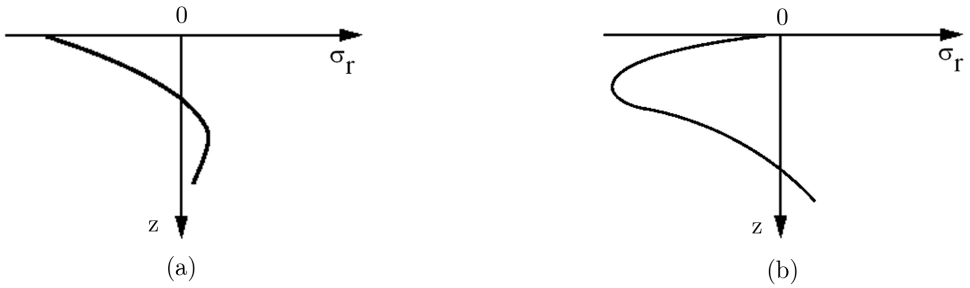


FIGURE 1.12 – Répartition des contraintes résiduelles (σ_r) introduites par grenaillage sous (a) l'effet de « martelage » et (b) de la pression de Hertz [62].

1.2.2 Modification microstructurale

Le grenaillage de précontrainte ou d'autres procédés similaires comme le choc-laser induisent des modifications de la microstructure de l'échelle des dislocations à l'échelle des grains. L'arrangement spatial ainsi que la densité des dislocations sont fortement modifiés après le grenaillage (alliages Astroloy, CMSX-2 *(Ni - 8,0Cr - 5,0Co - 0,5Mo - 5,5Al - 1,0Ti - 8,0W wt%)*, AM1 *(Ni - 7,5Cr - 6,5Co - 2,0Mo - 5,3Al - 1,2Ti - 5,5W wt%)* [63], $NiCo_{22}Cr_{12}Mo_9$ [64], Waspaloy [65,66], RR1000 *(Ni - 15,0Cr - 18,5Co - 5,0Mo - 3,0Al - 3,6Ti - 2,0Ta wt%)* [67]). Viereck *et al.* associent la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction aux « micro-contraintes » et à la densité de dislocations [64]. Ils ont montré que le grenaillage conduit à une augmentation progressive de la densité de dislocations à l'approche de la surface (Figure 1.13). En surface, la microstructure de dislocations est homogène et des macles de déformation apparaissent. En subsurface, l'arrangement des dislocations évolue en une distribution planaire et des bandes de glissement sont observées [64]. Par ailleurs, Messe *et al.* ont montré qu'après grenaillage, la densité de dislocations est plus élevée dans la matrice γ que dans les précipités γ'. Les précipités γ' sont cisaillés en proche surface [66,67].

Le grenaillage introduit également un gradient de désorientation depuis la surface grenaillée. Cette désorientation est caractérisée soit par analyse EBSD (alliages RR1000 [67,68], Udimet 720Li [69], acier FV448 [70]), soit par diffraction des rayons X (alliages GH30 *(Ni - 20,0Cr - 0,15Al - 0,25Ti wt%)*, GH32 *(Ni - 20,0Cr - 0,75Al - 2,4Ti wt%)*, GH33 *(Ni - 20,0Cr - 0,75Al - 2,40Ti - 0,01B wt%)* et GH37 *(Ni - 15,0Cr - 3,5Mo - 2,6Al - 1,95Ti - 6,0W wt%)* [71]). Selon l'outil d'analyse considéré, les grains peuvent être désorientés de 5° à 16° proche du bord grenaillé. A l'échelle des grains γ, des gradients de désorientation ont été observés en subsurface par Messé *et al.* pour l'alliage RR100 [67], dépendant des caractéristiques du joint des grains. Les joints des grains peuvent faciliter le glissement, comme c'est le cas pour les joints de macle et les joints des grains à faibles angles (LAGB : Low Angle Grain Boundaries) ou agir comme des barrières aux glissements. D'autres auteurs associent les désorientations mesurées à la déformation plastique et donc à la densité de dislocations du type GND (« Geometrically Necessary Dislocation »).
Des changements de phases et de morphologie de précipités γ' peuvent être observés. Jilai *et al.* ont montré que la fraction volumique de phase γ' diminue de 45 % à 25 % après grenaillage dans le cas de l'alliage René 95 [72], sans explication apparente. A l'inverse, He *et al.* [73] et Cruchley *et al.* [74] n'observent pas de changement de la fraction volumique de phase γ' après grenaillage respectivement pour les superalliages K417 *(Ni - 9,5Cr - 6,0Co - 3,5Mo - 5,7Al - 5,0Ti wt%)* et

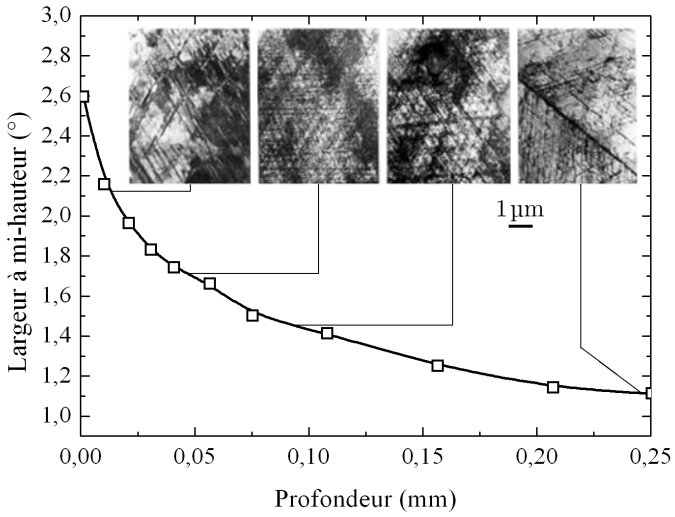


FIGURE 1.13 – Evolution de la largeur à mi-hauteur obtenue par diffraction des rayons X et de la microstructure de dislocations observée par MET (microscope électronique en transmission) en fonction de la profondeur après grenaillage pour l'alliage $NiCo_{22}Cr_{12}Mo_9$ [64].

RR1000 alors qu'ils observent un allongement des précipités γ' initialement de forme cubique ou sphérique dans le sens perpendiculaire à l'axe du grenaillage.
Et enfin, le grenaillage conduit à un raffinement des grains γ (alliages GH30 [71], René 95 [72]). La taille des grains γ en surface est de 15 µm après grenaillage au lieu de 179 µm et de 45 µm au lieu de 100 µm respectivement pour les alliages René 95 et GH30. En revanche, Tufft *et al.* n'ont pas observé de raffinement des grains γ après grenaillage dans l'alliage René 88DT (« Damage Tolerant ») mais des bandes de glissement dépendantes de l'orientation des grains et de l'axe de grenaillage [75]. Le nombre de ces bandes augmente avec la vitesse des billes.

1.2.3 Modification des propriétés mécaniques

L'utilisation du grenaillage est largement répandue dans l'industrie pour ses effets bénéfiques sur la durée de vie en fatigue (alliages GH30, GH32, GH33, GH37 [71] et René 95 [72]). Renzhi *et al.* ont montré que les effets bénéfiques du grenaillage à haute température (550°C - 850°C) sont plus importants dans des zones à concentration de contraintes ($K_t = 2$) et pour des matériaux résistants à hautes températures [71]. Ils attribuent cette augmentation de la durée de vie en fatigue en température à la présence de contraintes résiduelles de compression et au raffinement des grains γ en surface. Pour rappel, le coefficient de concentration de contraintes K_t est défini par la formule suivante :

$$K_t = \frac{\sigma_{max}}{\sigma_{nominale}} \quad \text{et} \quad \sigma_{nominale} = \frac{F_{appl}}{S_{réduite}} \tag{1.1}$$

avec F_{appl}, la force appliquée sur l'éprouvette, σ_{max}, la contrainte maximale dans la zone à concentration de contraintes, $\sigma_{nominale}$, la contrainte moyenne pour une éprouvette fictive sans la zone à concentration de contraintes et de section $S_{réduite}$, la section de la zone à concentration de contraintes.
Jilai *et al.* ont montré une augmentation du nombre de cycles à rupture pour un échantillon grenaillé. La différence de nombre de cycles à rupture en comparaison avec un état non grenaillé est plus importante pour des faibles amplitudes de contrainte appliquée [72].

A l'inverse, il existe des cas pour lesquels le grenaillage a un effet néfaste sur la durée de vie en fatigue (alliages IN100 [13], Udimet 720Li [76]). Luo *et al.* ont montré que le nombre de

cycles à rupture à température ambiante est plus élevé pour des éprouvettes non grenaillées que pour des éprouvettes grenaillées avec une inversion de cette tendance pour des amplitudes de contrainte appliquée faibles dans le cas de l'alliage Udimet 720Li [76]. A 600°C, le grenaillage a un effet néfaste sur le nombre de cycles à la rupture quelle que soit l'amplitude de contrainte appliquée. L'effet néfaste du grenaillage sur la durée de vie en fatigue en fonction de l'amplitude de contrainte appliquée a aussi été observé par John *et al.* dans le cas du superalliage IN100 à 600°C [13]. Après grenaillage, la rugosité de surface augmente en comparaison à l'état initial. Une forte rugosité peut être à l'origine de l'amorçage des fissures en surface et donc une baisse de durée de vie [77].
Par ailleurs, certains auteurs ont observé un changement de la limite d'élasticité cyclique après grenaillage (alliage IN100 [12]). Messé *et al.* ont montré que la contrainte critique résolue (CRSS) diminue avec la profondeur [67]. De même, Gill a montré que la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation plastique et la contrainte à 20 % de déformation plastique sont plus élevées dans la couche déformée par le grenaillage pour l'alliage Inconel 718 (Figure 1.14 d'après [78]).

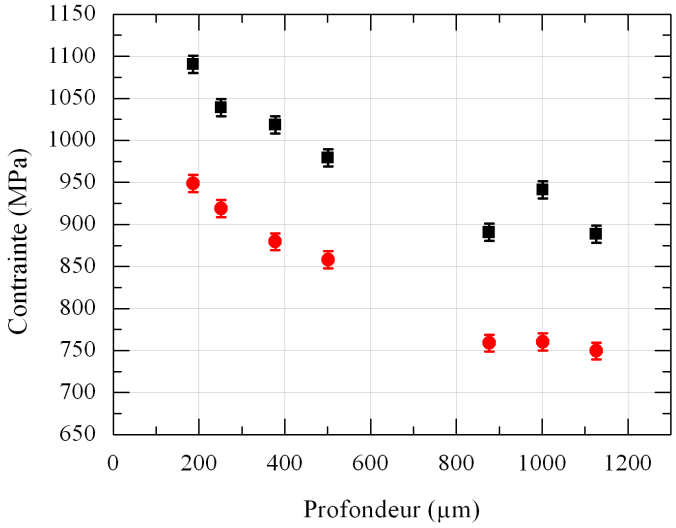


FIGURE 1.14 – Evolution de la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation plastique (■) et de la contrainte à 20 % de déformation (■) en fonction de la profondeur depuis la surface [78].

1.2.4 Evolution de la microstructure et des contraintes résiduelles introduites par le grenaillage

1.2.4.1 Effet de la température et du maintien isotherme

De nombreuses études portent sur l'évolution des contraintes résiduelles et des micro - contraintes à l'issue de maintiens isothermes afin d'en définir leur domaine de stabilité en température et de prédire leurs relaxations (alliages Astroloy [11], RR1000 [68], Inconel 718 [14, 79], Udimet 720Li [80]).
Les contraintes résiduelles relaxent fortement en surface et en proche surface avec des niveaux de relaxation qui dépendent de la température et de la durée de maintien. Cao *et al.* ont montré qu'une grande partie de cette relaxation est effective pendant la première heure des maintiens isothermes à 550°C et à 650°C avec une faible relaxation pour des durées plus importantes (alliage Astroloy [11]). Kim *et al.* ont étudié l'évolution des contraintes résiduelles pour des maintiens isothermes entre 350°C et 725°C pour des temps variant entre 3 heures et 500 heures dans le cas de l'alliage Udimet 720Li [80]. L'amplitude de relaxation est d'autant plus importante que la température est élevée. Par exemple, la contrainte en surface et la contrainte maximale relaxent respectivement de 16 % et de 8 % à 350°C et de 91 % et 58 % à 720°C après 10 heures de

maintien isotherme. D'un point de vue cinétique, le profil de contraintes résiduelles à 350°C reste similaire pour des temps de maintien de 10h et de 100h. A l'inverse, les contraintes résiduelles continuent à relaxer après 500h à 550°C et après 10h à 700°C même si cette relaxation est moins importante que pendant les premières heures du maintien (respectivement 10h et 3h).
En comparaison des macro-contraintes, la relaxation des micro-contraintes est moindre lors d'un maintien isotherme. Pour l'alliage Astroloy, la contribution de la largeur à mi-hauteur associée aux micro-contraintes évolue peu après un maintien isotherme de 1h et 100h à 550°C et 650°C [11]. Ce constat est similaire à l'issue de maintiens isothermes à 350°C et 550°C pour l'alliage Udimet 720Li [80]. En revanche, pour des températures entre 650°C et 725°C, la largeur à mi-hauteur en surface diminue respectivement de 14 % et de 21 %. Foss *et al.* ont déterminé des niveaux de relaxation et des profondeurs affectées par l'écrouissage différents en fonction de la technique de caractérisation utilisée [68]. Ainsi, les profils de dureté et de largeur à mi-hauteur des pics de diffraction suggèrent que la profondeur affectée par l'écrouissage reste inchangée après un maintien isotherme à 700°C dans le cas de l'alliage RR1000 alors que le profil de désorientation cristallographique obtenu par EBSD montre une réduction de cette profondeur. Les auteurs attribuent cette différence à la difficulté d'indexation des grains fortement déformés proche du bord grenaillé. Ces grains ne contribuent donc pas au calcul de la désorientation cristallographique moyenne, qui est plus faible que ce qu'elle devrait être.

Ces relaxations de contraintes résiduelles et des micro-contraintes sont la conséquence de changements microstructuraux au cours du maintien isotherme. La figure 1.15 illustre les changements de la microstructure en fonction de la température [81]. Pour des températures $T < 0{,}5\ T_m$, avec T_m la température de fusion du matériau, la relaxation des contraintes résiduelles est liée aux mouvements des dislocations contrôlés par diffusion volumique des espèces chimiques ou par diffusion au coeur des lignes de dislocations pour des températures très basses. Ces mouvements entraînent une relaxation des contraintes résiduelles alors que la relaxation des micro-contraintes requiert une diminution du nombre de défauts cristallins (annihilation des dislocations, montée des dislocations, formation des sous joints des grains (polygonisation), etc.). Ceci est à l'origine d'une faible diminution des micro-contraintes en comparaison à la réduction rapide des contraintes résiduelles au cours d'un maintien isotherme. Viereck *et al.* ont identifié ces mécanismes à 400°C et 600°C pour l'alliage $NiCo_{22}Cr_{12}Mo_9$ [64]. Ils ont montré que la relaxation des contraintes résiduelles pour des temps de maintien courts est due aux glissements de dislocations activées thermiquement et interagissant avec les obstacles à courte portée. Dans le cas des temps de maintien longs, le glissement des dislocations est freiné par des atomes de soluté entraînant la faible relaxation des contraintes. Malgré le mouvement des dislocations, le taux d'annihilation des dislocations est négligeable. C'est pourquoi les micro-contraintes relaxent très peu en comparaison aux macro-contraintes. C'est par exemple le cas pour des états grenaillés de l'alliage $NiCo_{22}Cr_{12}Mo_9$ suivis d'un maintien isotherme à 400°C pendant 3, 90, 2000 ou 20000 minutes [64] (Figure 1.16).

Pour les températures $T > 0{,}5\ T_m$, la recristallisation c'est-à-dire la « formation de nouveaux grains », a lieu (Figure 1.15). Ce processus est à l'origine de la relaxation complète des contraintes résiduelles et d'une grande partie des micro-contraintes. Les raisons pour lesquelles des micro-contraintes subsistent, est la présence de défauts cristallins comme les dislocations et la différence de coefficient de dilatation entre les différentes phases de l'alliage. Par exemple, Viereck *et al.* ont observé une recristallisation en surface avec une faible densité de dislocation pour un état grenaillé suivi d'un maintien isotherme à 850°C pendant 90 minutes (Figure 1.17) [64]. Jilai *et al.* ont montré que la fraction volumique de phase γ' dans l'alliage René 95 passe de 45 % à 25 % après grenaillage. La fraction volumique avant grenaillage est retrouvée après un maintien de 3h à 900°C, température pour laquelle la contrainte en surface devient aussi identique à celle avant grenaillage [72].

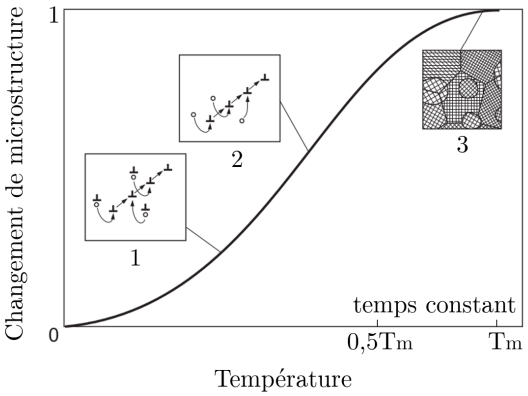


FIGURE 1.15 – Influence de la température de recuit sur les mécanismes contrôlant le changement de la microstructure : 1 = mouvement des dislocations contrôlé par diffusion au coeur des lignes de dislocations, 2 = mouvement des dislocations contrôlé par diffusion en volume des espèces chimiques, 3 = recristallisation [81].

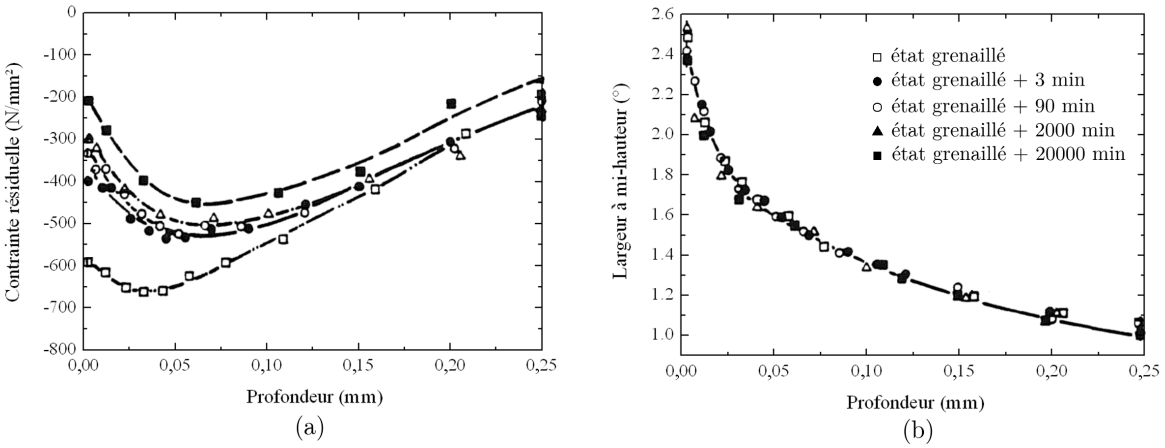


FIGURE 1.16 – (a) Evolution des contraintes résiduelles et (b) de la largeur à mi-hauteur associée aux micro-contraintes pour 3, 90, 2000 et 20000 minutes de maintien isotherme à 400°C dans le cas de l'alliage $NiCo_{22}Cr_{12}Mo_9$ [64].

1.2.4.2 Effet d'un essai de fatigue en température

Des études comparables ont porté sur la stabilité des contraintes résiduelles et des micro-contraintes introduites par le grenaillage au cours d'une sollicitation en fatigue à chaud. Le taux de relaxation des contraintes résiduelles et des micro-contraintes dépend des conditions de chargement appliqué et de la résistance mécanique du matériau. Vohringer définit quatre domaines de chargement appliqué pour lesquels la relaxation des contraintes résiduelles en surface se comporte différemment [82] (Figure 1.18). Au premier cycle (N = 1), les contraintes résiduelles en surface ne varient pas lorsque la contrainte appliquée (σ_a) est inférieure à la limite d'élasticité monotone (R_e) (cas 1 et 2 de la figure 1.18). Pour les cycles N > 1, les contraintes résiduelles en surface ne varient pas lorsque la contrainte appliquée reste inférieure à la limite d'élasticité cyclique ($R_{e\ cycle}$) (cas 1 et 3). Dans le cas contraire, la relaxation des contraintes résiduelles est due à la déformation plastique introduite à chaque cycle (cas 2 et 4). C'est par exemple le cas des superalliages Astroloy [11], IN100 [13], Udimet 720Li [15, 80], Inconel 718 [83] et de l'acier perlitique [84] où les auteurs remarquent une forte relaxation des contraintes au premier cycle de fatigue puis une décroissance logarithmique en fonction du nombre de cycles. Ce mécanisme est appelé « elastic shakedown » visant à réduire le désaccord plastique entre la zone fortement déformée et le centre non déformé du matériau.

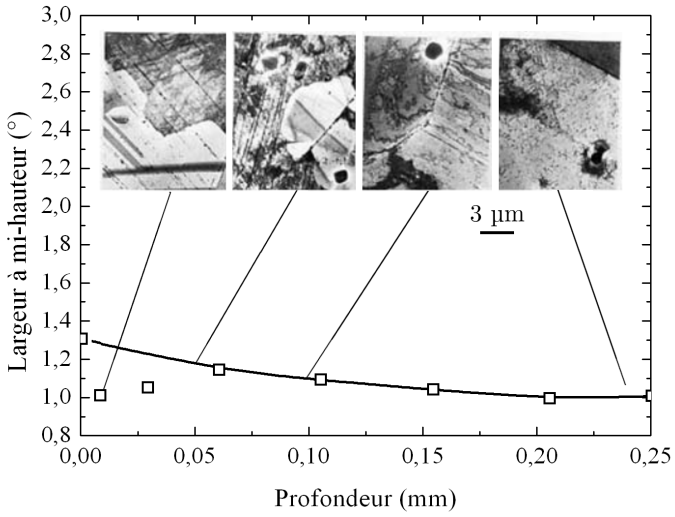


FIGURE 1.17 – Profil de largeur à mi-hauteur et de la microstructure de dislocations obtenus par diffraction des rayons X et microscopie électronique en transmission après 90 minutes de maintien isotherme à 850°C dans le cas de l'alliage $NiCo_{22}Cr_{12}Mo_9$ [64].

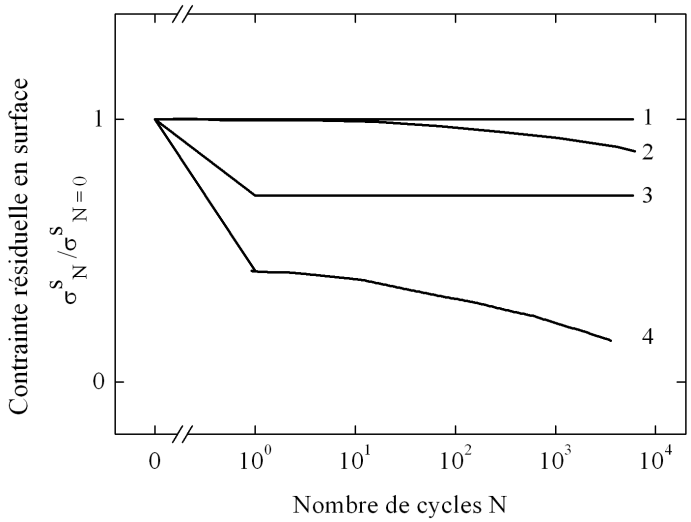


FIGURE 1.18 – Evolution des contraintes résiduelles normalisées en surface en fonction du nombre de cycles de fatigue : 1 = $\sigma_a < R_e$ et $\sigma_a < R_{e\ cycle}$, 2 = $R_{e\ cycle} < \sigma_a < R_e$, 3 = $R_e < \sigma_a < R_{e\ cycle}$, 4 = $R_e < \sigma_a$ et $R_{e\,cycle} < \sigma_a$ [82].

Les études portant sur les superalliages à base de nickel ont montré que la largeur à mi-hauteur reste similaire après un essai de fatigue pour les températures comprises entre 350°C et 750°C, ce qui suppose que les micro-contraintes relaxent faiblement [15, 80]. Le profil de largeur à mi-hauteur reste similaire pour des niveaux de déformations appliquées de 0,6 % et 1,2 % pour l'alliage Udimet 720Li [80]. Dans le cas de l'alliage Astroloy, la largeur à mi-hauteur diminue faiblement lorsqu'une amplitude de contrainte appliquée est proche de la limite d'élasticité du matériau à 650°C [11].
Messé *et al.* ont montré qu'après un essai de fatigue interrompu à 52000 cycles à 300°C en contrainte imposée, la déformation plastique, associée à la désorientation des grains ainsi que la microstructure de dislocations restent quasiment identiques dans l'alliage RR1000 [67]. Même si les contraintes résiduelles introduites par le grenaillage relaxent après un essai de fatigue, la

déformation plastique persiste dans le matériau contribuant à l'effet bénéfique du grenaillage.

1.3 Détermination des contraintes résiduelles au moyen des méthodes de diffraction

Afin d'étudier les effets de la microstructure et des sollicitations thermiques et mécaniques sur le champ de contraintes résiduelles introduites par grenaillage, il est nécessaire de déterminer ces contraintes. De fait, nous avons cherché une technique sensible aux grains et à la phase. Nous nous sommes limités aux méthodes de détermination de contraintes résiduelles par diffraction des rayons X.

La diffraction des rayons X et des neutrons en laboratoire ou sur les grands instruments est largement utilisée pour déterminer les contraintes internes dans les matériaux cristallins. En comparaison des méthodes de perçage incrémental, ultrasonores ou magnétiques, cette méthode est très sensible aux déformations du cristal, typiquement 10^{-4} et aux phases présentes dans l'alliage. En fonction de l'énergie du rayonnement utilisée, les déformations élastiques associées à la maille cristalline sont mesurées en proche surface de l'échantillon ou à coeur. Si en principe, la méthode est non destructive (le matériau n'est pas altéré par la mesure), les profils de contraintes résiduelles dans l'épaisseur du matériau obtenus avec un rayonnement faiblement pénétrant (de l'ordre de la dizaine de micromètres) requièrent des enlèvements de matière successifs. Dans ce cas, le protocole expérimental est donc destructif. Deux types de méthodes de mesure sont principalement distingués : les méthodes dites « monocristallines » et les méthodes dites « polycristallines ». Dans le premier cas, le signal de diffraction est issu d'un seul cristallite alors que dans le second cas, l'intensité diffractée est issue d'un ensemble de cristallites. Dans ce travail de thèse, les deux méthodes seront utilisées pour caractériser les contraintes résiduelles à l'échelle d'un grain ou d'un ensemble de grains. Leur principe est décrit dans le chapitre suivant. Dans ce qui suit, des résultats marquants tirés de la littérature concernant les techniques de diffraction appliquées à la détermination de contraintes internes dans les superalliages sont soulignés.

1.3.1 Méthode conventionnelle des « $\sin^2\psi$ » (type polycristalline)

La méthode conventionnelle des « $\sin^2\psi$ » est la plus utilisée pour la détermination des contraintes résiduelles dans des matériaux polycristallins. Cette méthode peut être appliquée en laboratoire avec une source de rayons X ou sur les grands instruments avec une source de rayons X ou de neutrons [85–87]. Dans la plupart des études, le profil de contraintes résiduelles est obtenu en laboratoire en associant mesures avec un rayonnement X peu pénétrant et enlèvements de matière successifs par polissage électrolytique. Dans le superalliage Inconel 718, la comparaison des niveaux de contraintes résiduelles obtenus par diffraction des rayons X et par diffraction des neutrons (qui permet de s'affranchir du polissage électrolytique), a permis de montrer que l'enlèvement de matière relaxe significativement les contraintes et qu'une correction doit être appliquée pour les données obtenues par diffraction des rayons X [88].

L'état de contraintes résiduelles dans des échantillons grenaillés est souvent déterminé par diffraction des rayons X avec une approximation de contraintes planes. Dans ce cas, la composante normale à la surface grenaillée de l'échantillon est supposée nulle ($\sigma_{33} = 0$) (par exemple dans les alliages Astroloy [11], Inconel 718 [14], René 95 [72], Udimet 720Li [15, 80]). Toutefois, il est à noter que les résultats de mesures par diffraction de neutrons sur une plaque grenaillée selon les faces xy (Figure 1.19) ont permis de montrer que les niveaux de contraintes σ_{33} selon l'axe du grenaillage ($\hat{z}$) ne sont pas nuls mais restent faibles en comparaison aux niveaux de contraintes dans les deux autres directions (alliage Udimet 720Li [89–91]).

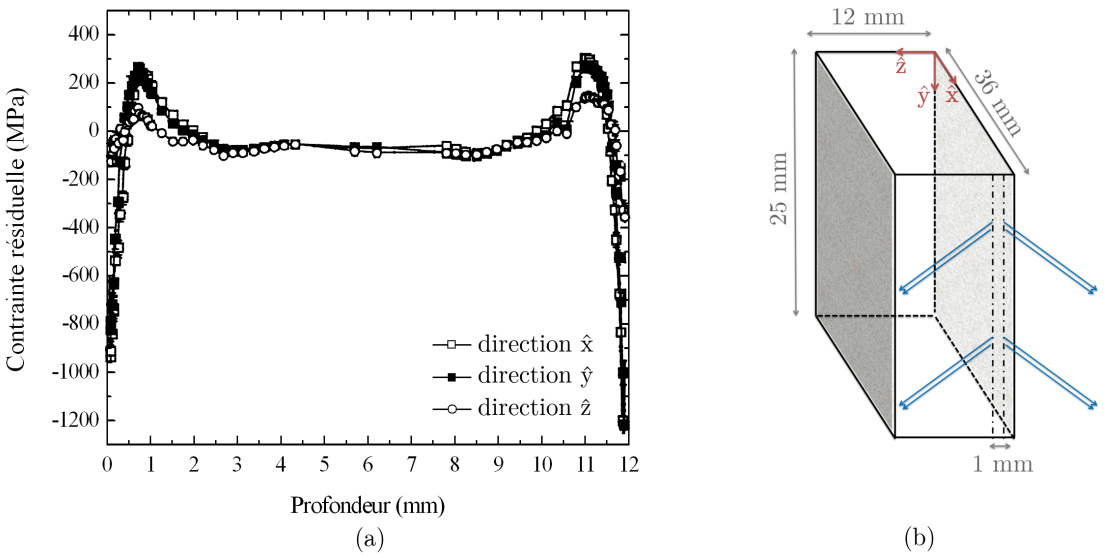


FIGURE 1.19 – (a) Profils de contraintes résiduelles introduites par grenaillage suivant les directions $\hat{x}$, $\hat{y}$, $\hat{z}$ obtenus par diffraction de neutrons pour l'alliage Udimet 720Li. (b) Géométrie de mesure avec les deux surfaces grenaillées selon l'axe $\hat{z}$ (en gris) [91].

Concernant la sensibilité aux phases γ et γ', la détermination de contraintes résiduelles réalisée en laboratoire sur des échantillons grenaillés avec des rayons X ne permet pas d'obtenir des données pour les deux phases séparément. Ceci est dû à la faible intensité des réflexions de surstructure associées à la phase γ' et à la convolution des réflexions fondamentales des phases γ et γ'. De plus, les pics de diffraction sont plus ou moins larges en lien avec la forte mosaïcité du matériau grenaillé. En conséquence, dans les zones fortement écrouies, seules des données concernant l'alliage moyen peuvent être extraites. Des valeurs de contraintes ont pu être déterminées pour chacune des deux phases pendant des essais *in situ* en traction, en fatigue ou en thermique avec des neutrons ou des rayons X sur grands instruments [92–95]. Par exemple, Preuss *et al.* ont montré que la déformation de la maille cristalline des phases γ et γ' diffère lorsque la contrainte appliquée en traction est supérieure à la limite d'élasticité macroscopique du matériau [94]. En revanche, il n'existe pas, à notre connaissance, de travaux similaires lorsque les contraintes résiduelles sont introduites par grenaillage.

En plus des contraintes obtenues avec la méthode des « $\sin^2\psi$ », la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction permet de déterminer d'autres grandeurs. L'élargissement des pics de diffraction est lié à des paramètres de mesure comme l'élargissement instrumental et à des paramètres microstructuraux comme la taille et la désorientation des cristallites, les déformations de la maille cristalline (appelées aussi micro-contraintes dans la littérature) ou la densité de défauts (dislocations, macles, lacunes, ...). Nous pouvons citer les travaux de Jilai *et al.* qui ont quantifié l'évolution de la taille des cristallites (domaines cohérents de diffraction) formées dans les grains (« subgrain size ») et leur désorientation en fonction de la température de maintien isotherme pour un échantillon grenaillé (alliage René 95 [72]). Viereck *et al.* et Cao *et al.* ont aussi déterminé les profils de largeur à mi-hauteur qu'ils associent qualitativement aux micro-contraintes et à la densité de défauts (alliages Astroloy [11] et $NiCo_{22}Cr_{12}Mo_9$ [64]). Cette largeur permet aussi d'étudier l'évolution de l'écrouissage après grenaillage soit qualitativement (alliages Udimet 720Li [15], RR1000 [68]) soit quantitativement par une calibration (alliages IN100 [12], Inconel 718 [79, 96]).

Enfin, notons que le grand nombre d'hypothèses dans l'analyse des données obtenues par

la méthode des « $\sin^2\psi$ » limite son champ d'application. Très peu de matériaux remplissent réellement toutes les conditions requises : matériau homogène, monophasé, macroscopiquement isotrope, sans gradient de contraintes et avec une taille de cristallites fine. Lorsqu'une ou plusieurs de ces hypothèses ne sont pas respectées, l'analyse reste possible avec une adaptation de la théorie avec par exemple l'extension de la méthode des « $\sin^2\psi$ » pour des matériaux texturés ou multiphasés [97]. De plus, lorsque le nombre de cristallites diffractant dans le volume irradié par le faisceau incident est faible, on obtient des pics de diffraction dont l'intensité et la forme varient chaotiquement. C'est pourquoi, la plupart des études sont réalisées sur des superalliages polycristallins grenaillés possèdant une taille de grains γ inférieure à 30 µm (alliages IN100 avec une taille de grains 30 µm [12], Udimet 720Li avec une taille de grains 8 µm [15], RR1000 avec une taille de grains < 5 µm [68]). Cependant, l'oscillation de l'angle ψ permet d'augmenter le nombre de cristallites diffractant et d'appliquer la méthode sur des alliages avec une taille de grains comprise entre 50 et 100 µm (alliage Inconel 718 [14]).

1.3.2 Méthodes de type monocristalline

Deux techniques ont été développées pour la détermination des contraintes internes lorsque la taille du faisceau incident est inférieure à la taille du cristallite qui diffracte : la méthode d'Ortner avec un faisceau monochromatique et la diffraction de Laue avec un faisceau polychromatique.

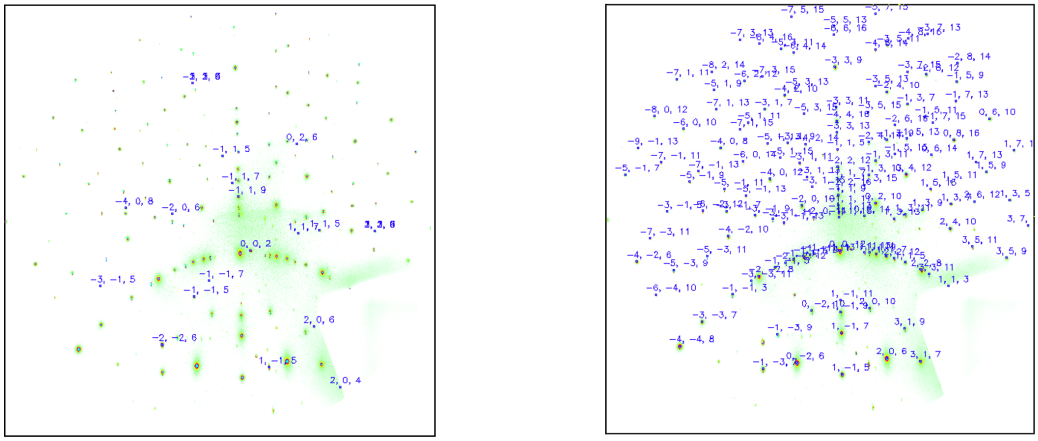
1.3.2.1 Méthode d'Ortner avec un rayonnement monochromatique

La méthode nécessite l'acquisition d'au moins six angles de Bragg (en pratique une vingtaine) correspondant à des réflexions non colinéaires [98, 99]. Parmi les quelques exemples de la littérature, nous pouvons citer l'application de cette méthode sur un monocristal de superalliage grenaillé [100], sur des bicristaux de cuivre avec une taille de l'ordre du centimètre et sur une couche galvanisée avec une taille de grains comprise entre 800 et 1000 µm [101].

1.3.2.2 Microdiffraction Laue avec un rayonnement polychromatique

La première spécificité de la microdiffraction Laue, appelée aussi dans la littérature anglaise µXRD, « micro X-Ray Diffraction » ou PXM, « Polychromatic X-ray Microdiffraction », est l'utilisation d'un faisceau incident polychromatique. Plusieurs réflexions d'énergie différente diffractent en même temps pour une position fixe de l'échantillon et du faisceau.
La figure 1.20 présente un cliché de Laue, obtenu sur des lignes d'interconnexions de circuits intégrés en cuivre sur un substrat de silicium. Chaque tache de diffraction correspond à une ou plusieurs réflexions.

La deuxième spécificité est l'utilisation d'un faisceau avec une taille sub-micrométrique limitant le nombre de cristallites diffractant et permettant une mesure locale. L'énergie des réflexions n'étant généralement pas connue, la méthode dans sa version « standard » ne permet pas d'obtenir toutes les composantes du tenseur des contraintes mais seulement la partie déviatorique. La détermination du tenseur complet nécessite la détermination de l'énergie d'au moins une réflexion. Pour ce faire, il est usuel soit de passer en faisceau monochromatique [103, 104], soit d'utiliser un détecteur à dispertion d'énergie [104, 105] ou encore la rotation d'un monocristal situé entre le faisceau incident et l'échantillon (cristal de silicium [106], cristal de diamant [107]). Cette dernière technique est aussi appelée méthode « Rainbow » ou « arc-en-ciel ».
Une grande partie des travaux menés sur des alliages métalliques reposent sur l'analyse des formes des réflexions en lien avec la densité de dislocations (monocristal de cuivre [108, 109], micropiliers de silicium [110], de cuivre [111], bicristal de nickel [112]). La direction de l'allongement des réflexions de diffraction est caractéristique de la direction de glissement des dislocations du type GND, « Geometrically Necessary Dislocation ». La densité pour un système de glissement donné



Indexation du Cuivre (a)

Indexation du Silicium (b)

FIGURE 1.20 – Clichés de Laue obtenus sur des lignes d'interconnexions de circuits intégrés en cuivre sur un substrat de silicium. Indexation (a) du cuivre et (b) du silicium [102].

est proportionnelle à la largeur à mi-hauteur dans la direction de l'allongement, au vecteur de Burgers du système et au volume sondé suivant ce vecteur. Les détails du formalisme ont été établis par Ice et Barabach [113] et réécrits par Robach *et al.* [114, 115]. Cette approche a été appliquée sur des superalliages à base de nickel afin de caractériser la densité de dislocations du type GND proches des joints des grains après un essai de fatigue, dans une zone fortement déformée par une opération de soudage (« Friction Stir Processing ») et par une indentation [116–119]. Une autre manière de déterminer la densité de dislocation du type GND est l'exploitation des clichés de Laue pour un même volume sondé et deux états mécaniques différents [114]. A titre d'exemple, Daveau a déterminé la densité de dislocations proches des joints de grains d'un tricristal de cuivre [120] avec cette approche. La désorientation plastique, qu'il définit comme étant la variation de l'orientation locale entre l'état initial et l'état déformé pour chaque point de mesure, permet de déterminer le gradient de désorientation puis le tenseur de Nye. Ce tenseur lie la rotation du cristal à la densité de GND [121].
Par ailleurs, cette technique a été utilisée pour la caractérisation des champs de déformations et de contraintes déviatoriques sur divers matériaux : monocristal de germanium [122], composants électroniques en cuivre [123] et aluminium [124], couche mince [125, 126]. Dans la littérature, de rares études portent sur l'évolution de champ de déformation local dans des superalliages à base de nickel ou dans des polycristaux de nickel soumis à différentes sollicitations. Nous pouvons citer les exemples suivants : la caractérisation *post mortem* ou *in situ* d'une zone déformée par une sollicitation en traction [127–130] ou encore des zones déformées au voisinage de fissures [131, 132] ou de rayures [133]. La figure 1.21 présente le champ de déformation déviatorique ε^d_{xx} pour différentes amplitudes de déformation δ dans le cas du superalliage à base de nickel Alloy 600 [132]. L'intérêt majeur de la technique est la résolution spatiale, laquelle permet de mettre en évidence des variabilités à l'échelle du grain.

A notre connaissance, il n'existe pas de travaux caractérisant les champs de déformation et de contrainte locale introduites par le procédé de grenaillage avec l'utilisation d'un faisceau polychromatique. Seuls les travaux de Chen *et al.* [134, 135], Wang *et al.* [136] et Vukelic *et al.* [137] portant sur l'étude du champ de déformation et de contrainte introduites par le grenaillage laser en utilisant un faisceau monochromatique avec la microdiffraction Laue s'en rapprochent. Leurs matériaux d'étude sont des monocristaux de cuivre et d'aluminium orientés [001].

Des techniques complémentaires existent pour améliorer les capacités de la microdiffraction Laue. Des cartographies en trois dimensions peuvent être obtenues avec la mesure résolue en profondeur aussi appelée DAXM, « Differential Aperture X-ray Microscopy ». Cette méthode permet de discriminer les pics de diffraction provenant de différentes profondeurs de l'échantillon grâce à la translation d'un fil de platine ou de tungstène se situant entre l'échantillon et le détecteur [138, 139]. Cette méthode a été utilisée pour extraire la contribution des dislocations localisées à différentes profondeurs à partir de la largeur des pics de diffraction (par exemple [108, 109]).
Une nouvelle méthode utilisant la corrélation d'images (Laue-DIC, « Digital Image Correlation ») permet d'augmenter la précision sur la position des pics et donc des valeurs de déformation et de contrainte. Cette technique permet d'obtenir une erreur de $4,5 \times 10^{-5}$ sur la déformation dans le cas d'un monocristal de silicium en flexion [140].

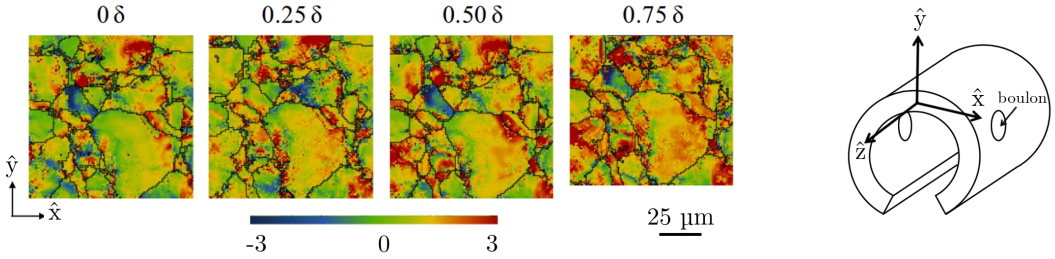


FIGURE 1.21 – Cartographies des déformations élastiques, ε^d_{xx} (10^{-3}) sur un tube d'alliage Alloy 600 pour différentes amplitudes de déformation δ. Le tube est déformé en serrant un boulon à travers des trous au centre [132]. Les lignes noires correspondent aux contours des grains du matériau.

1.4 Bilan de la revue bibliographique et positionnement de la thèse

D'un point de vue de la microstructure, ce travail bibliographique a permis de faire ressortir que pour les superalliages fabriqués par métallurgie des poudres, le contrôle de la taille des précipités γ' est plus facile en comparaison à celui de la taille des grains γ. La première difficulté est donc la croissance des grains γ (cas du superalliage N18). La deuxième difficulté est que quel que soit le chemin thermique emprunté, notamment après des mises en solution « subsolvus », plusieurs grandeurs microstructurales sont modifiées à la fois. Dans ce travail de thèse, nous souhaitons modifier seulement la taille des grains γ et la taille de précipités γ' secondaires sans la présence des précipités γ' primaires et tertiaires. Etant donné que la dissolution des précipités γ' primaires impose une mise en solution en « supersolvus », les modifications de taille des grains γ et de précipités γ' secondaires s'effectueront indépendamment. L'originalité de ce travail de thèse sera de fabriquer des microstructures significativement différentes par traitement thermique à partir du même lot de matière et non à partir de différents alliages élaborés par des voies d'élaboration différentes.

Cette synthèse a également permis de montrer que le grenaillage entraîne des modifications de la microstructure et de l'état de contrainte. De plus, une sollicitation thermique ou thermomécanique conduit à une relaxation des contraintes qui peut être mise en relation avec un changement de la microstructure. C'est pourquoi, nous pouvons supposer que les éléments de la microstructure initiale peuvent avoir une influence sur le niveau de contraintes introduites par grenaillage ainsi que sur son évolution. Or, à notre connaissance, aucune étude n'existe sur l'influence des paramètres microstructuraux comme la taille des grains γ ou des précipités γ' sur l'état de contrainte introduit par le grenaillage.

La détermination des niveaux de contraintes internes est essentielle pour étudier l'effet de la taille des grains γ et des précipités γ' sur l'état de contrainte résiduelle introduite par grenaillage. Il est donc nécessaire de choisir une technique de détermination des contraintes adaptée, c'est-à-dire sensible aux grains γ et aux précipités γ'. C'est pourquoi, notre choix s'est orienté vers les techniques de diffraction, sensible à la microstructure contrairement aux méthodes du perçage incrémental ou utilisant des ultrasons.
La microdiffraction Laue au synchrotron semble être un choix judicieux car elle est théoriquement suffisamment sensible aux variations potentielles à l'échelle de la microstructure tant que la taille des grains est plus grande que celle du faisceau sub-micrométrique. Ainsi, une déconvolution des phases peut être envisagée ainsi qu'une mesure quantitative à l'échelle locale c'est-à-dire à l'échelle du grain. Ces deux informations sont aujourd'hui inexistantes dans la littérature. Les inconvénients majeurs de la méthode sont que la détermination du tenseur total des déformations/contraintes résiduelles est délicate et que dans la couche grenaillée fortement écrouie, peu de données quantitatives peuvent être obtenues en raison de l'importance des gradients locaux de déformations du cristal. Dans cette couche, la méthode conventionnelle « $\sin^2\psi$ » en laboratoire est clairement plus adaptée.

Au regard des travaux disponibles dans la littérature ouverte, les principaux points originaux traités dans ce travail de thèse sont :

- la fabrication de microstructures avec une taille des grains supérieure à 40 µm par traitement thermique dans le superalliage N18 élaboré par métallurgie des poudres ;
- un suivi *in situ* des cinétiques de changements de phases au cours de traitement thermique par mesure de la résistivité électrique pour différents états microstructuraux initiaux ;
- l'évaluation de la technique de microdiffraction Laue pour la caractérisation des champs de contraintes résiduelles associés au grenaillage dans des superalliages polycristallins à base de nickel ;
- la détermination du tenseur complet des déformations/contraintes avec la microdiffraction Laue à l'échelle des phases γ et γ' ;
- la comparaison des champs de contraintes résiduelles causés par le grenaillage de quatre microstructures significativement différentes en terme de taille des grains γ et de taille des précipités γ' ;
- l'évolution des champs de contrainte résiduelle après maintien isotherme ou fatigue oligocyclique en température ;
- l'effet de la microstructure sur la durée de vie en fatigue oligocyclique en température.

2 Matériel et méthodes expérimentales

Sommaire

2.1 Présentation du matériau d'étude et des différents états 32
2.2 Caractérisation microstructurale 35
2.2.1 Détermination de la taille des grains γ 35
2.2.1.1 Méthode comparative 35
2.2.1.2 Analyse EBSD 36
2.2.2 Détermination de la taille des précipités γ' 36
2.3 Comportement mécanique 38
2.3.1 Caractérisation par micro-indentation 38
2.3.2 Essais de traction et de fatigue en température 39
2.4 Suivi des changements de phases 39
2.5 Détermination des déformations et des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X 40
2.5.1 Détermination des contraintes résiduelles avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » 41
2.5.1.1 Relations entre les propriétés élastiques des cristallites et la mesure de déformation par diffraction 41
2.5.1.2 Liens avec les propriétés élastiques macroscopiques du matériau 46
2.5.1.3 Mise en œuvre de la méthode 48
2.5.1.4 Limites de la méthode 48
2.5.1.5 Conditions d'acquisition et d'analyse des données 50
2.5.2 Détermination des contraintes résiduelles par microdiffraction Laue . . . 52
2.5.2.1 Montage expérimental 53
2.5.2.2 Analyse des clichés de Laue 53
2.5.2.3 Détermination de l'énergie des taches de diffraction 58
2.5.2.4 Analyse des incertitudes 60
2.5.3 Paramètres matériaux utilisés pour la détermination des déformations et des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X 61
2.5.3.1 Paramètres de maille de l'état de référence 61
2.5.3.2 Tenseur des constantes élastiques et CER 62
2.6 Bilan 64

Dans ce chapitre, nous présentons succinctement les différents états microstructuraux initiaux ainsi que les étapes pour y parvenir. Puis, nous abordons les méthodes et les outils qui ont été mis en oeuvre pour caractériser ces états (en y incluant les aspects cinétiques de changement de phases) et les propriétés mécaniques. Une attention plus particulière est portée sur la quantification des champs de déformation et de contrainte par la méthode des « $\sin^2\psi$ » et par microdiffraction Laue qui constitue le coeur de la thèse.

2.1 Présentation du matériau d'étude et des différents états

Le superalliage N18 a été fourni par SNECMA sous la forme d'un disque de turbine. Les différentes étapes de la fabrication du disque par métallurgie des poudres sont décrites sur la figure 2.1 :

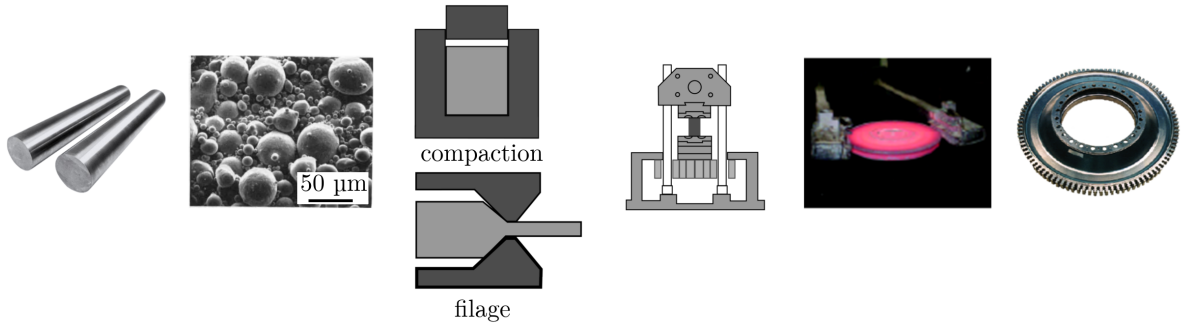


FIGURE 2.1 – Principales étapes du procédé de fabrication d'un disque de turbine par la voie métallurgie des poudres.

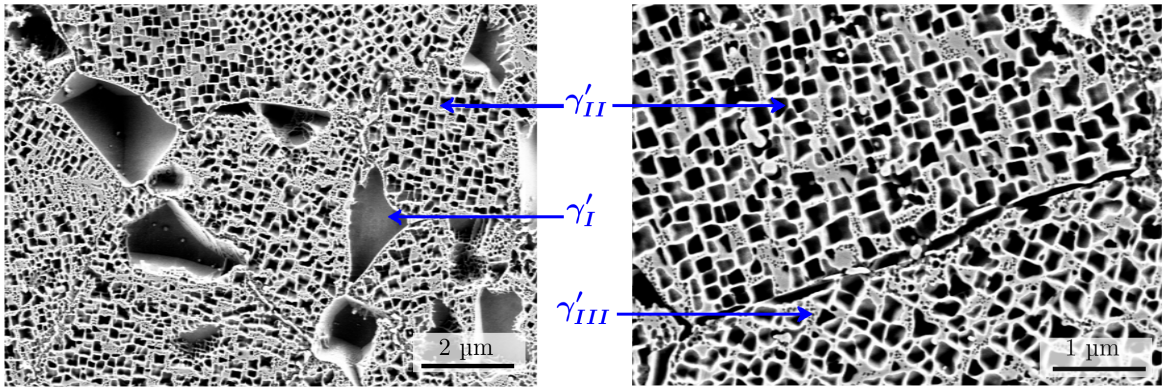
Des lingots de superalliage, fabriqués avec la composition chimique souhaitée (étape 1), sont fondus et pulvérisés en poudres par atomisation sous argon (étape 2). Après tamisage avec un pas de 53 µm, les poudres sont densifiées par une presse isostatique à chaud puis l'ébauche est filée (étape 3). Le forgeage isotherme permet la mise en forme du matériau sous forme de galet (étape 4). Les propriétés mécaniques dépendent de la composition chimique nominale mais aussi du traitement thermique qui permet de générer une microstructure spécifique et donc d'ajuster le comportement mécanique en fonction du cahier des charges des pièces (étape 5). L'usinage est effectué après la cinquième étape pour avoir la forme finale de la pièce tout en s'affranchissant des problèmes d'oxydation de surface à haute température lors du traitement thermique (étape 6). Pour éviter l'amorçage de fissures sur des inclusions céramiques provenant des creusets utilisés lors du processus d'élaboration, des tailles de grains supérieures à la taille de ces inclusions (poudres tamisées avec un pas de 53 µm) sont visées dans cette étude. Le point de départ de l'étude est donc des échantillons issus d'un disque de turbine rebuté et ayant déjà subis les étapes 1 à 6 à Safran Aircraft Engines (groupe Safran).

La composition chimique nominale de l'alliage N18 est donnée dans le tableau 2.1 et a été mesurée par Aubert et Duval [141].

La microstructure de l'état brut de réception (disque de turbine) est obtenue après un traitement en « subsolvus » à 1165°C pendant 4h suivi d'un double revenu à 700°C pendant 24h et 800°C pendant 4h. Elle est caractérisée par trois populations en taille de phase γ' et par une fraction volumique totale de phase γ' d'environ 50-60 % [17, 23]. La figure 2.2 illustre la microstructure de cet état brut de réception.

TABLEAU 2.1 – Composition chimique nominale du superalliage à base de nickel N18 (en % massique) [141].

Elément	Ni	Co	Cr	Mo	Al	Ti	Hf	Zr	B	C	Fe	O	N
Wt.(%)	bal.	15,54	11,18	6,49	4,37	4,5	0,5	0,03	0,015	0,018	0,13	0,075	0,013



(a) (b)

FIGURE 2.2 – Micrographies de l'état brut de réception obtenues par microscopie électronique à balayage en électrons secondaires après attaque chimique [142].

Depuis cet état brut de réception, quatre états microstructuraux ont été fabriqués au travers de traitements thermiques. Ces états microstructuraux sont simplifiés avec une seule population de précipités γ' et des tailles de grains γ et de précipités γ' significativement différentes. A ce titre, des chemins thermiques spécifiques ont été empruntés pour contrôler la taille des grains γ et ainsi obtenir une taille moyenne de 40 µm ou de 62 µm. Pour chaque taille des grains γ, le traitement thermique est poursuivi de façon à former majoritairement des précipités γ' secondaires possédant une taille moyenne de 200 nm ou de 2000 nm. Le tableau 2.2 regroupe les principales grandeurs microstructurales de ces quatre états microstructuraux considérés comme « modèles ». Une description des traitements thermiques appliqués et des grandeurs microstructurales caractéristiques sera faite dans le chapitre 3. La comparaison de ces microstructures permettra par la suite d'appréhender l'influence de la taille de grains γ et de précipités γ' sur le champ de contraintes résiduelles introduites par grenaillage et les propriétés en traction et en fatigue.

TABLEAU 2.2 – Principales grandeurs microstructurales des quatre microstructures « modèles ».

Référence	Taille moyenne des grains γ (µm)	Taille moyenne des précipités γ'_{II} (nm)
M1	40	200
M2	40	2000
M3	62	200
M4	62	2000

Traitement de grenaillage. Afin d'évaluer l'impact de la taille des grains γ et de la taille de précipités γ' sur le champ de contraintes introduites par grenaillage, les quatre microstructures dites « modèles » ont été par la suite grenaillées par ultrason à l'Université de Technologie de Troyes (UTT). Les conditions standards de grenaillage utilisées pour les superalliages à base de nickel affectent classiquement des profondeurs de 100-200 µm. Nous avons fait le choix d'uti-

liser des conditions de grenaillage non standard dans le but d'obtenir une profondeur affectée supérieure à 500 µm. En effet, cette dernière permet de caractériser correctement les différentes zones modifiées par le grenaillage en utilisant plusieurs techniques expérimentales de différente résolution :dureté (dizaine de µm), diffraction des rayons X en laboratoire (dizaine de µm) , microdiffraction Laue au synchrotron (µm).
Nous utilisons des échantillons avec une géométrie cylindrique de hauteur $h = 10$ mm et de diamètre $\phi = 6{,}22$ mm ou $\phi = 12$ mm. La surface grenaillée est différente pour deux géométries étudiées (Figure 2.3) :

- les cylindres de diamètre $\phi = 6{,}22$ mm sont grenaillés sur la surface cylindrique (géométrie dite « cylindrique »). Ils sont prélevés dans des éprouvettes de fatigue cylindriques et utilisés pour caractériser l'effet du grenaillage sur la durée de vie en fatigue. L'étude portant sur la relaxation des contraintes après un maintien isotherme ou un essai de fatigue est également effectuée sur ces éprouvettes (Figure 2.3a).
- les cylindres de diamètre $\phi = 12$ mm sont grenaillés sur la surface plane (géométrie dite « plane »). La caractérisation microstructurale et la détermination des profils de contrainte et de dureté ont été réalisées sur ces cylindres (Figure 2.3b).

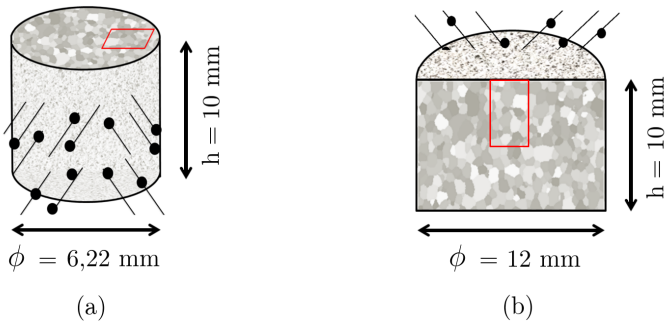


FIGURE 2.3 – Schéma explicitant la géométrie des échantillons utilisés dans ce manuscrit.

Le grenaillage a consisté à projeter des billes d'acier 100Cr6 de 3 mm de diamètre sur les échantillons (préalablement polis électrolytiquement) pendant une durée donnée. La grenailleuse est une sonotrode vibrante avec une amplitude de 70 µm et séparée d'une distance de 20 mm de l'échantillon. Il est à noter qu'il a été nécessaire d'adapter le temps de grenaillage en fonction de la géométrie de l'éprouvette. Pour ce faire, nous nous sommes appuyés sur les travaux de thèse de Morancais qui montre qu'un facteur de 3,2 sur le temps de grenaillage permet d'obtenir un nombre équivalent d'impact des billes entre une surface plane et une surface cylindrique de diamètre $\phi = 6{,}22$ mm dans le cas d'un alliage monocristallin AM1 [10]. C'est donc cette condition que nous avons appliquée pour modifier le temps de grenaillage sur nos deux géométries. Les conditions de grenaillage utilisées sont résumées dans le tableau 2.3.

Relaxation des contraintes de grenaillage. Les échantillons de microstructure M1 grenaillés ont ensuite été sollicités en fatigue ou traités thermiquement pour reproduire au mieux les conditions de service de l'alliage dans un moteur d'avion. Pour les essais de fatigue en température, une déformation de 1,0 % ($\Delta\varepsilon/2 = 0{,}5$ %) a été imposée avec une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} sur des éprouvettes cylindriques de diamètre $\phi = 6{,}22$ mm grenaillées et non grenaillées. Les sollicitations ont été effectuées à une température de 450°C et interrompues après 300 cycles (1h40). Ce nombre de cycles correspond à 25 % de la durée de vie à rupture d'une éprouvette non grenaillée. Pour différencier l'effet du traitement thermique de la fatigue sur la relaxation des contraintes issues du grenaillage, un échantillon grenaillé a été traité thermiquement à 450°C pendant 1h40. La température choisie correspond aux conditions thermiques subies par l'alésage

du disque de turbine à haute pression. Le tableau 2.4 reporte les références associées aux traitements appliqués sur une géométrie cylindrique. Dans la suite, ces références seront régulièrement utilisées pour désigner le traitement appliqué. Il est à noter qu'avant la caractérisation de ces états (Tableau 2.4), nous avons polie électrolytiquement la surface analysée.

TABLEAU 2.3 – Conditions de grenaillage par ultrason utilisées.

Matériau des billes	acier 100Cr6
Diamètre des billes	3 mm
Masse totale de l'ensemble des billes (≈20 billes)	4,5 g
Amplitude de vibration de la sonotrode	70 µm
Distance sonotrode-éprouvette	20 mm
Durée du traitement pour les géométries planes	338 s
Durée du traitement pour les géométries cylindriques	1080 s

TABLEAU 2.4 – Récapitulatif des références et des traitements appliqués.

Référence	Traitement appliqué
M1 non grenaillé	aucun traitement
M1 grenaillé	grenaillé
M1 grenaillé + TT	grenaillé suivi d'un maintien isotherme à 450°C pendant 1h40
M1 grenaillé + fatigué	grenaillé suivi d'un essai de fatigue oligocyclique interrompu à 450°C pendant 1h40
M1 non grenaillé + fatigué	essai de fatigue oligocyclique interrompu à 450°C pendant 1h40

2.2 Caractérisation microstructurale

2.2.1 Détermination de la taille des grains γ

Deux méthodes ont été mises en œuvre pour caractériser la taille des grains γ :

- une méthode semi-quantitative par comparaison avec des images types (norme [143]) ;
- une méthode quantitative par analyse EBSD (Electron Backscatter Diffraction).

La taille des grains γ a été systématiquement caractérisée en considérant la méthode semi-quantitative. Dans les cas nécessitant une plus grande précision sur la taille des grains, une caractérisation quantitative basée sur l'analyse EBSD a été réalisée.

2.2.1.1 Méthode comparative

La détermination semi-quantitative de la taille des grains par méthode comparative est effectuée à partir de micrographies obtenues par microscopie optique après une attaque chimique révélant les joints de grains [143]. L'attaque chimique est effectuée après un polissage mécanique jusqu'à une granulométrie de 0,25 µm. Plusieurs solutions chimiques sont utilisées. La première solution, appelée attaque « Ni_3Al », est composée de 60 % d'acide chlorhydrique, 15 % d'acide nitrique, 15 % d'acide acétique et 10 % d'eau distillée. La seconde solution est une attaque électrolytique, composée de 50 % d'acide chlorhydrique et de 50 % d'acide nitrique. Une tension de 3,5 V pendant 5 secondes est imposée à l'échantillon à température ambiante.
La méthode consiste à confronter une série d'images types d'indice G à au moins quatre micrographies enregistrées avec un grossissement de 100. L'indice G correspond au nombre de grains

contenu dans une surface de 1 mm^2 pour une micrographie obtenue à un grossissement de 100. L'indice G correspondant à nos observations peut être converti en diamètre (d_m) en considérant la relation suivante :

$$d_m = \frac{1}{\sqrt{8 \times 2^G}} \tag{2.1}$$

Dans le cas d'un grossissement différent de 100, l'indice G est déduit de la formule suivante :

$$G = M + 6,64 \log \frac{g}{100} \tag{2.2}$$

avec g, le grossissement de la micrographie, et M l'indice de l'image type la plus proche. La précision sur cette mesure est de ± 1 indice.

2.2.1.2 Analyse EBSD

La détermination de la taille des grains γ par analyse EBSD, « Electron Backscatter Diffraction », nécessite une préparation des échantillons « polis miroir » sans attaque chimique. L'indexation des bandes de Kikuchi, obtenues par analyse EBSD, permet de déterminer l'orientation cristalline de chaque grain et d'en délimiter le contour. De fait, la taille des grains γ peut aisément être extraite par un post-traitement effectué avec le logiciel TSL OIM Analysis.
Les analyses EBSD ont été faites sur deux microscopes électroniques à balayage (Zeiss MERLIN et Zeiss DSM960), équipés de caméras rapides NORDIF CCD et de la base de données TSL OIM. Les paramètres d'acquisition sont regroupés dans la tableau 2.5.

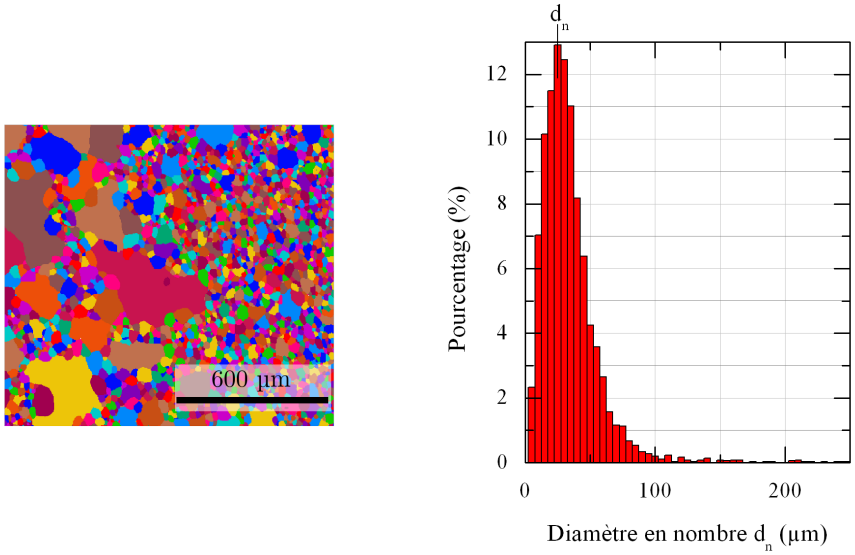
Tableau 2.5 – Paramètres d'acquisition des cartographies EBSD.

Tension d'accélération	20 kV
Pas d'acquisition	3 µm
Surface balayée	6800 × 6800 μm^2
Nombre de grains analysés	> 1400 grains
Définition du joint de grains γ	
Tolérance angulaire	5°
Taille minimale d'un grain	2 pixels

Les grains possédant moins de 2 pixels ainsi que les grains interceptant le bord des cartographies sont rejetés. De plus, les joints de macles sont supprimés dans l'analyse des tailles des grains. Pour définir la taille des grains γ, nous avons converti la surface des grains γ équiaxes en un diamètre équivalent surfacique. La taille moyenne des grains γ est donnée en diamètre moyen en nombre (d_n) dans ce manuscrit. Ce diamètre moyen en nombre, d_n, est calculé en faisant une moyenne arythmique des diamètres équivalents (Figure 2.4).

2.2.2 Détermination de la taille des précipités γ'

La taille et la fraction volumique des précipités γ' sont caractérisées à partir de micrographies obtenues par microscopie électronique à balayage (Zeiss DSM962) en mode électrons secondaires après attaque chimique. Cette attaque, appelée attaque « Glyceregia », permet d'attaquer préférentiellement les précipités γ' et de créer ainsi un contraste topologique avec la matrice γ. La solution est composée de 50 % d'acide chlorhydrique, de 34 % de glycérol et de 16 % d'acide nitrique.
Une analyse quantitative par analyse d'image (ImageJ) a été entreprise à partir d'images enregistrées au MEB. Au minimum quatre micrographies sont analysées, contenant chacune 250



(a) (b)

FIGURE 2.4 – (a) Cartographie EBSD montrant les grains γ. (b) Distribution représentant la fraction en nombre des diamètres équivalents des grains (d_n = 29 µm).

précipités. L'image est d'abord binarisée manuellement par l'opérateur. Cette étape consiste à attribuer la valeur 1 aux pixels à quantifier, et la valeur 0 aux autres pixels. Nous avons ensuite appliqué une érosion avec un élément structurant de forme carrée afin d'éliminer les pixels isolés suivie d'une reconstruction afin de conserver la forme des objets initiaux. Dans notre cas, il s'agit de la phase γ'. Les précipités γ' interceptant le bord de la micrographie ne sont pas pris en compte dans l'analyse.
L'analyse de ces particules permet d'obtenir différentes données : l'aire et l'arête équivalente. L'arête équivalente est définie de telle sorte que la surface de la particule soit identique respectivement à la surface d'une particule circulaire de diamètre d_{eq} et d'une particule cubique de côté a_{eq}. De façon similaire à l'analyse de la taille des grains γ, des diamètres et des arêtes moyens des précipités en nombre et en surface sont définis. La représentation utilisée a donc un impact sur la valeur de la taille moyenne des précipités γ' déterminée (Figure 2.5). Par souci de comparaison avec les travaux effectués au préalable sur l'alliage N18, la taille moyenne des précipités γ' est donnée en arête moyenne en surface [16]. Le pic observé à 10 nm sur les figures 2.5c-d correspond à un artéfact de mesure. En effet, la taille minimale d'un précipité est de 2 pixel, ce qui correspond à une taille minimale de précipité de 6 nm. De plus, la fraction volumique des précipités γ' est déterminée avec le rapport de la surface occupée par les particules sur la surface totale analysée (Figure 2.5b).

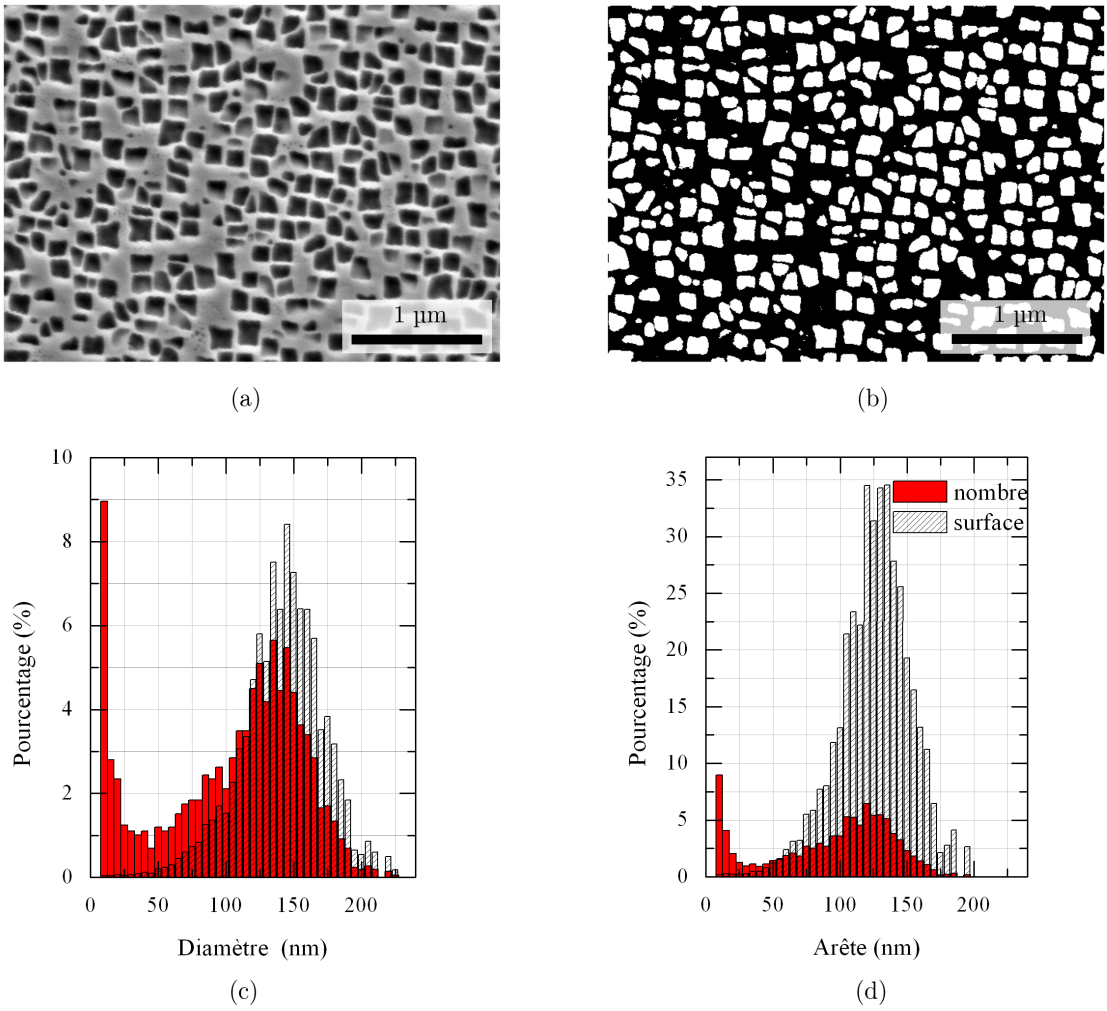


FIGURE 2.5 – (a) Micrographie obtenue par microscopie électronique à balayage en mode électrons secondaires montrant des précipités γ' secondaires (gris foncé) dans la matrice γ (gris clair). (b) Image binaire après suillage. (c) Distribution des diamètres moyens en nombre (d_n = 102 nm) et en surface (d_s = 139 nm. (d) Distribution des arêtes moyennes en nombre (a_n = 91 nm) et en surface (a_s = 123 nm).

2.3 Comportement mécanique

2.3.1 Caractérisation par micro-indentation

Nous avons réalisé des profils de microdureté Vickers sur les différents échantillons de microstructures dites « modèles » pour mettre en évidence l'effet de la taille des grains γ et la taille des précipités γ' sur les propriétés mécaniques et des profils de microdureté au plus près du bord pour les échantillons ayant subi des traitements de grenaillage, de fatigue en température et thermique. Ces mesures ont été réalisées dans le cadre du stage de master 2 de Benrabah [144].
Nous avons utilisé un microduromètre de type MATSUZAWA MXT50. Les empreintes de dureté ont systématiquement été réalisées sous une charge de 50 g pendant 30 secondes pour l'ensemble des échantillons (préalablement polis jusqu'à une granulométrie de 0,25 µm puis polis électrolytiquement). La charge sélectionnée correspond à la valeur minimale pour laquelle le retrait élastique (une fois que la charge n'est plus appliquée) est négligeable en comparaison à la contribution plastique.
Nous avons pris le soin d'espacer chaque empreinte de dureté d'une distance au moins égale à 5 fois la diagonale de l'empreinte. Pour réduire l'espacement entre chaque mesure depuis la surface,

la ligne d'empreinte a été inclinée par rapport au bord de l'échantillon, comme illustrée sur la figure 2.6.

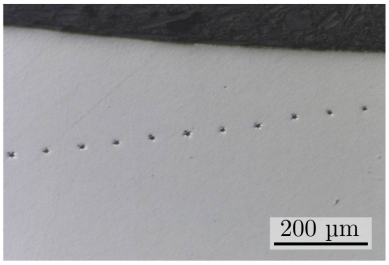


FIGURE 2.6 – Exemple de profil de dureté dans le cas d'un échantillon grenaillé. Le bord de l'échantillon est situé en haut de l'image (interface gris/noir).

2.3.2 Essais de traction et de fatigue en température

Des essais de traction et de fatigue en température ont été réalisés sur des éprouvettes non grenaillées pour les quatre microstructures dites « modèles ». L'objectif est d'évaluer l'impact de la taille des grains γ et des précipités γ' sur les propriétés en traction et en fatigue. Nous avons également inclus dans cette campagne de mesures des éprouvettes grenaillées dans le but de quantifier l'effet du grenaillage sur la durée de vie en fatigue. Les essais ont été effectués à deux températures (450°C et 650°C). Pour rappel, ces deux températures correspondent aux conditions thermiques subies par la partie intérieure et extérieure des disques de turbine à haute pression.
Ces essais ont été réalisés sur une machine MTS 810 (Material Testing Systems) d'une capacité de 100 kN et munie de mors hydrauliques. Un extensomètre MTS, placé sur l'éprouvette, permet de déterminer la déformation. La distance entre les couteaux de l'extensomètre est de 12 mm. Ces couteaux en alumine sont placés à l'intérieur du four alors que le capteur est à l'extérieur à température ambiante. Cet extensomètre peut être utilisé jusqu'à 1200°C. Il est limité à une déformation de 20 %. Le cycle thermique est assuré grâce à un four MTS à trois zones permettant de limiter grandement les gradients de température le long de la zone utile. La régulation de la température de l'échantillon est estimée avec un thermocouple du type K en contact avec la surface de l'échantillon.

2.4 Suivi des changements de phases

Ces mesures ont été effectuées dans le cadre des stages de master 2 de Guernaoui [145] et de Benrabah [144]. Les transformations de phases au cours des traitements thermiques ont été suivies par mesure de la résistivité électrique. Cette méthode permet d'obtenir une signature fine des transformations de phases. En effet, la résistivité électrique d'un matériau métallique est liée au réseau cristallin et varie principalement avec les vibrations thermiques des ions, des défauts du réseau cristallin (dislocations, joints des grains, lacunes, ...), les éléments solutés en solution solide et la nature de l'interface des précipités.
Le principe de cette mesure est celui de la méthode dite « quatre points », et est illustré sur la figure 2.7. L'échantillon cylindrique (ϕ = 3 mm, l = 30 mm) ou à base carrée de côté 3 mm, placé entre les tiges du support dilatométrique, est parcouru par un courant constant de 2 A, grâce à deux fils soudés à ses deux extrémités. La différence de potentiel est mesurée entre deux fils d'espacement connu L, situés entre les fils d'amenée de courant.
Sur notre dispositif, tous ces fils sont en platine afin d'éviter toute réaction avec l'échantillon et de limiter l'effet thermoélectrique. Ce système de mesure est intégré au sein d'un dilatomètre

à cycles rapides (DCR), permettant d'appliquer des cycles thermiques contrôlés. Les variations dimensionnelles et de résistivité électrique y sont mesurées en fonction de la température. Le chauffage est assuré par un four à rayonnement constitué de quatre lampes halogènes disposées autour de l'échantillon. Il est régulé par un calculateur PID et peut atteindre des vitesses de $50°C.s^{-1}$. La température est mesurée par un thermocouple de type S (Pt-Rh10 %/Pt), soudé par point à la surface de l'échantillon. Afin de limiter l'oxydation, tous les cycles thermiques sont effectués sous un vide dynamique secondaire, compris entre 10^{-4} et 10^{-5} mbar. Le refroidissement est quant à lui assuré soit par la régulation de la puissance ou l'extinction complète des lampes, soit par injection d'un gaz (He, air ou Ar) à travers de buses disposées autour de l'échantillon.

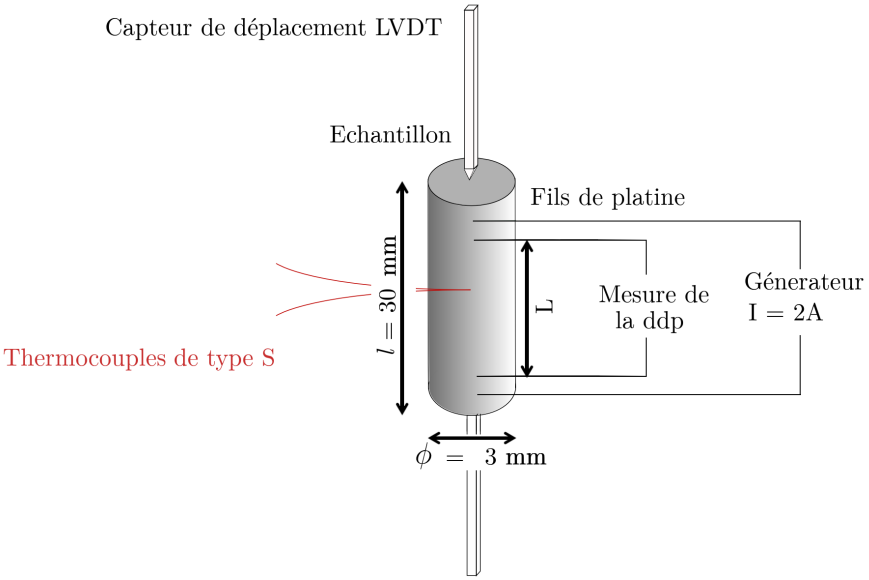


FIGURE 2.7 – Schéma du montage de la méthode « quatre points » pour le suivi de la résistivité électrique et du comportement dimensionnel.

2.5 Détermination des déformations et des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X

Les deux méthodes de détermination des déformations/contraintes utilisées dans ce travail de thèse sont la méthode des « $\sin^2\psi$ » et la microdiffraction Laue. Leur mise en oeuvre et l'analyse des données sont très différentes puisque la première méthode de type « polycristalline » implique la diffraction du rayonnement incident par plusieurs milliers de cristallites et la deuxième de type « monocristalline » par un seul. Pour obtenir des résultats quantitatifs au regard des microstructures étudiées, nous avons opté pour une section du faisceau incident de l'ordre du mm^2 avec la méthode des « $\sin^2\psi$ ». Cette section est typiquement inférieure à 1 μm^2 avec la microdiffraction Laue. En conséquence, il n'est pas possible d'obtenir des données à l'échelle d'un grain avec la méthode des « $\sin^2\psi$ ». Pour obtenir des informations sur un ensemble de grains avec la microdiffraction, il est nécessaire de réaliser une cartographie en déplaçant l'échantillon. La procédure de détermination des contraintes est semblable pour les deux méthodes. Elle commence par la mesure de la distance entre les plans interréticulaires du cristal. Après comparaison avec une distance de référence, la déformation élastique des cristallites est obtenue. Les valeurs de contraintes, quant à elles, sont calculées à partir des modules d'élasticité en considérant la loi de Hooke. Il faut noter que la nature des modules d'élasticité requis pour l'analyse des données diffèrent sensiblement entre les deux méthodes. En effet, pour la méthode des « $\sin^2\psi$ », il s'agit de modules macroscopiques alors que pour la microdiffraction Laue, il est nécessaire de connaître

les modules d'élasticité anisotrope du monocristal cubique associé au matériau.
Dans la suite, les bases théoriques, les géométries de mesure, les diffractomètres ainsi que le protocole d'analyse des données sont décrits pour les deux méthodes. Cette partie se termine par une description de l'ensemble des paramètres matériaux utilisés pour déterminer les déformations et les contraintes résiduelles de notre alliage.

2.5.1 Détermination des contraintes résiduelles avec la méthode des « $\sin^2\psi$ »

2.5.1.1 Relations entre les propriétés élastiques des cristallites et la mesure de déformation par diffraction

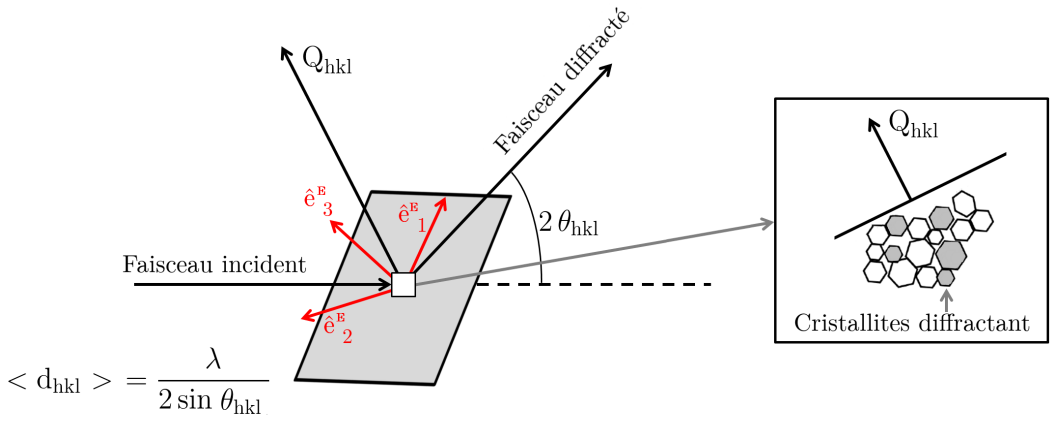


FIGURE 2.8 – Représentation schématique d'une mesure par diffraction des rayons X sur un polycristal.

Le point de départ est la mesure par diffraction des rayons X monochromatiques (longueur d'onde λ) de la distance interréticulaire moyenne $\langle d_{hkl}\rangle$ associée à la famille de plans cristallins $\{hkl\}$ identifiés par les indices de Miller h, k et l dans un polycristal (Figure 2.8). La valeur mesurée correspond à une moyenne sur un ensemble de cristallites non connexes avec les conditions suivantes :

- ils sont irradiés par le faisceau de rayons X incident ;
- ils sont en condition de diffraction (loi de Bragg : $d_{hkl} = \lambda/2\sin\theta_{hkl}$, avec θ_{hkl} l'angle de Bragg) ;
- les faisceaux diffractés peuvent atteindre le détecteur (profondeur de pénétration).

La valeur de la déformation moyenne de l'ensemble des cristallites selon la direction du vecteur de diffraction Q_{hkl} est ensuite déterminée à partir de la distance interréticulaire de référence d^0_{hkl} en utilisant par exemple la relation $\ln d_{hkl}/d^0_{hkl}$. La valeur de la déformation obtenue $\langle\varepsilon_{hkl}\rangle$ correspond à la somme des composantes normales de la projection des tenseurs des déformations $\varepsilon(\alpha)$ associés à chaque cristallite α selon la direction de mesure $m_{hkl} = \mathrm{Q}_{hkl}/||\mathrm{Q}_{hkl}||$:

$$\langle\varepsilon_{hkl}\rangle = m_{hkl}\cdot\langle\varepsilon\rangle\cdot m_{hkl} = m_{hkl}\cdot(\langle r\rangle : \langle\sigma\rangle)\cdot m_{hkl} \tag{2.3}$$

où σ est le tenseur des contraintes et r la somme du tenseur des compliances s associées au monocristal et du tenseur des susceptibilités élastiques t traduisant l'interaction élastique d'un cristallite avec son environnement.

En termes de représentation, nous souhaitons relier la valeur de la déformation mesurée selon le vecteur de diffraction Q_{hkl} aux composantes du tenseur des contraintes macroscopiques de l'échantillon σ^{ech}_{ij} exprimées dans le repère cartésien ($\hat{\mathrm{e}}^{\mathrm{E}}_1$, $\hat{\mathrm{e}}^{\mathrm{E}}_2$, $\hat{\mathrm{e}}^{\mathrm{E}}_3$) associé à l'échantillon d'une part et d'autre part aux propriétés élastiques des cristallites (Figure 2.9) ou du matériau dans son ensemble. Par convention, le vecteur $\hat{\mathrm{e}}^{\mathrm{E}}_3$ est perpendiculaire à la surface de l'échantillon. En

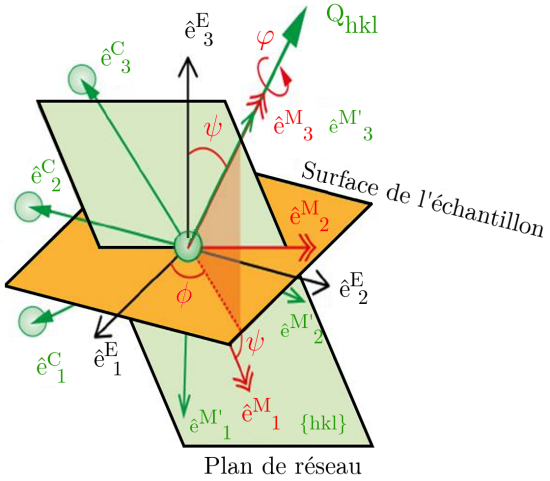


FIGURE 2.9 – Représentation schématique des repères associés au cristal, à l'échantillon et la mesure de la distance interréticulaire de la famille de plan $\{hkl\}$.

pratique, il est d'usage de définir un repère cartésien de mesure [1] ($\hat{e}_1^M$, $\hat{e}_2^M$, $\hat{e}_3^M$) indépendant de l'orientation des cristallites autour du vecteur de diffraction tel que $\hat{e}_3^M$ soit colinéaire au vecteur de diffraction Q_{hkl} , $\hat{e}_2^M$ soit dans le plan associé à la surface de l'échantillon ainsi qu'un repère intermédiaire dépendant de l'orientation des cristallites ($\hat{e}_1^{M'}$, $\hat{e}_2^{M'}$, $\hat{e}_3^{M'}$) tel que les vecteurs $\hat{e}_1^{M'}$, $\hat{e}_2^{M'}$ soient dans le plan interréticulaire hkl, $\hat{e}_3^{M'}$ étant confondu avec $\hat{e}_3^M$ (cf. figure 2.9). Le passage entre les repères M et M' se fait par une rotation d'axe $\hat{e}_3^M$ d'un angle noté α dans la suite.
La valeur de la déformation mesurée par diffraction des rayons X correspond à la composante $\langle \varepsilon^M{}_{33}(\alpha) \rangle$ avec :

$$\begin{aligned} \varepsilon^M{}_{33}(\alpha) = & \, r^M{}_{3311}(\alpha) \,.\, \sigma^M{}_{11}(\alpha) + r^M{}_{3322}(\alpha) \,.\, \sigma^M{}_{22}(\alpha) + r^M{}_{3333}(\alpha) \,.\, \sigma^M{}_{33}(\alpha) + \\ & r^M{}_{3323}(\alpha) \,.\, \sigma^M{}_{23}(\alpha) + r^M{}_{3313}(\alpha) \,.\, \sigma^M{}_{13}(\alpha) + r^M{}_{3312}(\alpha) \,.\, \sigma^M{}_{12}(\alpha) \end{aligned} \tag{2.4}$$

La mesure ne différentiant pas les cristallites qui sont désorientés par une rotation autour du vecteur de diffraction, il faut intégrer les composantes $\varepsilon^M{}_{33}(\alpha)$ pour un angle α compris entre 0 et 2π. La valeur moyenne s'écrit :

$$\langle \varepsilon^M{}_{33} \rangle = \frac{\int_0^{2\pi} \varepsilon^M{}_{33}(\alpha) f(\alpha) \, \mathrm{d}\alpha}{\int_0^{2\pi} f(\alpha) \, \mathrm{d}\alpha} \tag{2.5}$$

où $f(\alpha)$ est une fonction prenant en compte la distribution d'orientation des cristallites (ODF). Dans la suite, nous considérons le cas où la texture du matériau est aléatoire c'est-à-dire $f(\alpha) = 1$ quel que soit α car nous n'avons pas relevé de signes de textures dans nos échantillons.

$$\langle \varepsilon^M{}_{33} \rangle = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} \varepsilon^M{}_{33}(\alpha) \, \mathrm{d}\alpha = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} [\, s^M{}_{33ij}(\alpha) + t^M{}_{33ij}(\alpha) \,] \, \sigma^M{}_{ij}(\alpha) \, \mathrm{d}\alpha \tag{2.6}$$

Trois approximations sont souvent utilisées lorsque l'interaction entre cristallites est négligée ($t_{33ij} = 0$) :

- Dans le modèle de Reuss [146], le tenseur de contrainte est homogène dans le polycristal. En conséquence, le tenseur de déformation est différent d'un cristallite à l'autre car le tenseur des souplesses dépend de l'orientation du réseau cristallin.

1. Ce repère est souvent appelé le repère du laboratoire dans la littérature. On préférera ici faire référence à un repère de mesure car son orientation dépend de la famille de plans cristallins analysée. On réservera la notion de repère du laboratoire à un repère fixe par exemple associé à la direction du faisceau incident et à l'orientation du goniomètre.

- Dans le modèle de Voigt [147], le tenseur de déformation est homogène dans le polycristal. En conséquence, le tenseur de contrainte est différent d'un cristallite à l'autre.
- Dans le modèle de Hill [148], les souplesses sont calculées par une demi-somme des souplesses obtenues dans le cadre des approximations de Voigt et de Reuss.

Le modèle d'Eshelby-Kröner [149] fournit une solution entre le modèle de Voigt et celui de Reuss. Il prend en compte l'interaction entre cristallites. Un cristallite considéré de forme sphérique ou ellipsoïdale interagit avec les autres de manière effective. Ces derniers étant considérés comme une matrice homogène avec les propriétés élastiques du polycristal. Il résulte des champs de contrainte et de déformation uniformes dans le cristallite et continûment hétérogènes dans la matrice.
Dans le cadre de l'élasticité cubique (cas du superalliage N18), la matrice des souplesses dans le repère du cristal s'écrit :

$$\begin{bmatrix} {s^{\mathrm{C}}}_{1111} & {s^{\mathrm{C}}}_{1122} & {s^{\mathrm{C}}}_{1133} & 0 & 0 & 0 \\ {s^{\mathrm{C}}}_{2211} & {s^{\mathrm{C}}}_{2222} & {s^{\mathrm{C}}}_{2233} & 0 & 0 & 0 \\ {s^{\mathrm{C}}}_{3311} & {s^{\mathrm{C}}}_{3322} & {s^{\mathrm{C}}}_{3333} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & {s^{\mathrm{C}}}_{2323} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & {s^{\mathrm{C}}}_{1313} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & {s^{\mathrm{C}}}_{1212} \end{bmatrix} \tag{2.7}$$

avec

$$\begin{aligned} {s^{\mathrm{C}}}_{1111} &= {s^{\mathrm{C}}}_{2222} = {s^{\mathrm{C}}}_{3333} \equiv {s^{\mathrm{C}}}_{11} \\ {s^{\mathrm{C}}}_{1122} &= {s^{\mathrm{C}}}_{1133} = {s^{\mathrm{C}}}_{2233} = {s^{\mathrm{C}}}_{2211} = {s^{\mathrm{C}}}_{3311} = {s^{\mathrm{C}}}_{3322} \equiv {s^{\mathrm{C}}}_{12} \\ {s^{\mathrm{C}}}_{2323} &= {s^{\mathrm{C}}}_{1313} = {s^{\mathrm{C}}}_{1212} \equiv \frac{1}{4}{s^{\mathrm{C}}}_{44} \end{aligned} \tag{2.8}$$

Ainsi, seules 12 composantes du tenseur des souplesses s^{C} sont non nulles et valent l'une des trois valeurs ${s^{\mathrm{C}}}_{1111}$, ${s^{\mathrm{C}}}_{1122}$ ou ${s^{\mathrm{C}}}_{2323}$ qui sont souvent représentées dans la notation de Voigt par ${s^{\mathrm{C}}}_{11}$, ${s^{\mathrm{C}}}_{12}$ et ${s^{\mathrm{C}}}_{44}$. L'expression des composantes du tenseur des souplesses dans le repère de mesure s'écrit en fonction de celles dans le repère du cristal :

$$ {s^{\mathrm{M}}}_{ijkl} = {s^{\mathrm{C}}}_{12}\,\delta_{ij}\,\delta_{kl} + \frac{1}{2}{s^{\mathrm{C}}}_{44}\,\mathrm{I}_{ijkl} + {s^{\mathrm{C}}}_{0}\,\mathrm{A}_{ijkl} \tag{2.9}$$

avec $\mathrm{I}_{ijkl} = (\delta_{ik}\delta_{jl} + \delta_{il}\delta_{jk})/2$, le tenseur identité, ${s^{\mathrm{C}}}_{0} = {s^{\mathrm{C}}}_{11} - {s^{\mathrm{C}}}_{12} - {s^{\mathrm{C}}}_{44}/2$ et $\mathrm{A}_{ijkl} = {\mathrm{a}^{\mathrm{MC}}}_{im}{\mathrm{a}^{\mathrm{MC}}}_{jm}{\mathrm{a}^{\mathrm{MC}}}_{km}{\mathrm{a}^{\mathrm{MC}}}_{lm}$ où les coefficients ${\mathrm{a}^{\mathrm{MC}}}_{ij}$, explicités dans l'Annexe B, sont associés à la matrice de passage entre le repère de mesure ($\hat{\mathrm{e}}^{\mathrm{M}}_1$, $\hat{\mathrm{e}}^{\mathrm{M}}_2$, $\hat{\mathrm{e}}^{\mathrm{M}}_3$) et le repère du cristal ($\hat{\mathrm{e}}^{\mathrm{C}}_1$, $\hat{\mathrm{e}}^{\mathrm{C}}_2$, $\hat{\mathrm{e}}^{\mathrm{C}}_3$) comme schématisé sur la figure 2.9. Dans l'équation 2.9, on peut noter que seul le dernier terme dépend de l'orientation du cristallite par rapport au repère de mesure.
A titre d'exemple, on présente brièvement le calcul de $\langle {\varepsilon^{\mathrm{M}}}_{33}(\alpha)\rangle$ pour le modèle de Voigt, Reuss et Kröner qui sont les modèles de base. On trouvera dans la littérature toute une série de modèles permettant d'aller plus loin en termes d'interaction entre cristallites, de nature cristallographique des cristallites et de prise en compte des aspects de texture.

Modèle de Reuss [146]. Le tenseur des contraintes $\sigma(\alpha)$ est le même pour tous les cristallites et correspond au tenseur macroscopique que nous noterons $\bar{\sigma}$. L'équation 2.6 devient :

$$\langle {\varepsilon^{\mathrm{M}}}_{33}\rangle = \left[\frac{1}{2\pi}\int_0^{2\pi} s_{33ij}(\alpha)\,\mathrm{d}\alpha\right]{\bar{\sigma}^{\mathrm{M}}}_{ij} = \langle {s^{\mathrm{M}}}_{33ij}\rangle^{Reuss}{\bar{\sigma}^{\mathrm{M}}}_{ij} \tag{2.10}$$

La moyenne du tenseur des souplesses est réalisée sur toutes les orientations des cristallites qui possèdent le même vecteur de diffraction Q_{hkl}. Après quelques calculs simples, on montre que :

$$\begin{aligned} \langle \mathrm{A}_{3311}\rangle &= \langle \mathrm{A}_{3322}\rangle = \Gamma_{hkl} \\ \langle \mathrm{A}_{3333}\rangle &= 1 - 2\Gamma_{hkl} \\ \langle \mathrm{A}_{3323}\rangle &= \langle \mathrm{A}_{3313}\rangle = \langle \mathrm{A}_{3312}\rangle = 0 \end{aligned} \tag{2.11}$$

avec $\Gamma_{hkl} = \frac{h^2k^2+k^2l^2+l^2h^2}{(h^2+k^2+l^2)^2}$
L'équation 2.10 devient :

$$\begin{aligned}\langle {\varepsilon^{\mathrm{M}}}_{33}\rangle &= \langle {s^{\mathrm{M}}}_{3311}(\alpha)\rangle \operatorname{Tr}(\bar{\sigma}^{\mathrm{M}}) + \langle {s^{\mathrm{M}}}_{3333}(\alpha)\rangle - \langle {s^{\mathrm{M}}}_{3311}(\alpha)\rangle {\bar{\sigma}^{\mathrm{M}}}_{33} \\ &= \mathrm{S}_1^{CER} \operatorname{Tr}(\bar{\sigma}^{\mathrm{M}}) + \frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER} {\bar{\sigma}^{\mathrm{M}}}_{33}\end{aligned} \tag{2.12}$$

où S_1^{CER} et $\frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}$ sont les constantes d'élasticité radiocristallographiques (CER). En exprimant les composantes du tenseur des contraintes dans le repère de l'échantillon :

$${\bar{\sigma}^{\mathrm{M}}}_{ij} = \omega_{ik}\omega_{jl}{\bar{\sigma}^{\mathrm{E}}}_{kl} \tag{2.13}$$

avec

$$\left[\omega_{ik}\right]_{\mathrm{M}\Longrightarrow\mathrm{E}} = \begin{bmatrix} \cos\varphi\cos\psi & \sin\varphi\cos\psi & -\sin\psi \\ -\sin\varphi & \cos\varphi & 0 \\ \cos\varphi\sin\psi & \sin\varphi\sin\psi & \cos\psi \end{bmatrix} \tag{2.14}$$

On obtient finalement :

$$\begin{aligned}\langle {\varepsilon^{\mathrm{M}}}_{33}\rangle &= \frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hkl)\left[{\bar{\sigma}^{\mathrm{E}}}_{11}\cos^2\varphi + {\bar{\sigma}^{\mathrm{E}}}_{22}\sin^2\varphi + {\bar{\sigma}^{\mathrm{E}}}_{12}\sin 2\varphi - {\bar{\sigma}^{\mathrm{E}}}_{33}\right]\sin^2\psi \\ &+ \frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hkl)\left[\left({\bar{\sigma}^{\mathrm{E}}}_{23}\sin\varphi + {\bar{\sigma}^{\mathrm{E}}}_{13}\cos\varphi\right)\sin 2\psi + {\bar{\sigma}^{\mathrm{E}}}_{33}\right] \\ &+ \mathrm{S}_1^{CER}(hkl)\operatorname{Tr}(\bar{\sigma}^{\mathrm{E}})\end{aligned} \tag{2.15}$$

où les constantes d'élasticité radiocristallographiques peuvent être exprimées indifféremment en fonction des souplesses ${s^{\mathrm{C}}}_{ij}$ ou des modules d'élasticité ${c^{\mathrm{C}}}_{ij}$ du monocristal :

$$\mathrm{S}_1^{CER}(hkl) = {s^{\mathrm{C}}}_{12} + {s^{\mathrm{C}}}_0\Gamma_{hkl} \tag{2.16}$$

$$= -\frac{{c^{\mathrm{C}}}_{12}}{({c^{\mathrm{C}}}_0 + 2{c^{\mathrm{C}}}_{44})({c^{\mathrm{C}}}_0 + 3{c^{\mathrm{C}}}_{12} + 2{c^{\mathrm{C}}}_{44})} - \frac{{c^{\mathrm{C}}}_0}{2{c^{\mathrm{C}}}_{44}({c^{\mathrm{C}}}_0 + 2{c^{\mathrm{C}}}_{44})}\Gamma_{hkl} \tag{2.17}$$

$$\frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hkl) = {s^{\mathrm{C}}}_{11} - {s^{\mathrm{C}}}_{12} - 3{s^{\mathrm{C}}}_0\Gamma_{hkl} \tag{2.18}$$

$$= \frac{2{c^{\mathrm{C}}}_{44} + 3{c^{\mathrm{C}}}_0}{2{c^{\mathrm{C}}}_{44}({c^{\mathrm{C}}}_0 + 2{c^{\mathrm{C}}}_{44})}\Gamma_{hkl} \tag{2.19}$$

avec ${s^{\mathrm{C}}}_0 = {s^{\mathrm{C}}}_{11} - {s^{\mathrm{C}}}_{12} - {s^{\mathrm{C}}}_{44}/2$, ${c^{\mathrm{C}}}_0 = {c^{\mathrm{C}}}_{11} - {c^{\mathrm{C}}}_{12} - 2{c^{\mathrm{C}}}_{44}$.

Modèle de Voigt [147]. Dans le modèle de Voigt, le tenseur des déformations est le même pour tous les cristallites de l'échantillon et correspond au tenseur macroscopique noté $\bar{\varepsilon}$. Cette valeur est la même pour la moyenne associée à la mesure par diffraction (moyenne sur les grains orientés selon le vecteur de diffraction seulement), à la totalité des cristallites sondés par le faisceau incident et même à la totalité des cristallites de l'échantillon. On a donc $\langle\varepsilon(\alpha)\rangle = \bar{\varepsilon}$.
Pour connaître la contrainte macroscopique, on intègre la loi de Hooke sur toutes les orientations possibles d'un ensemble de cristallites, qui ici sont supposés aléatoirement répartis, contenus dans le volume V.

$$\bar{\sigma} = \int_{\mathrm{V}} c_{ijkl}(\alpha)\,\mathrm{d}\alpha\,\bar{\varepsilon}_{ij} = \bar{c}_{ijkl}\,\bar{\varepsilon}_{kl} \Longrightarrow \bar{\varepsilon}_{ij} = {\bar{\mathrm{C}}^{-1}}_{ijkl}\,\bar{\sigma}_{kl} \tag{2.20}$$

L'égalité des déformations macroscopiques $\bar{\varepsilon}$ conduit donc à :

$${\langle\varepsilon^{\mathrm{M}}}_{33}(\alpha)\rangle = [\bar{c}^{\mathrm{M}}_{33ij}]^{-1}\,{\bar{\sigma}^{\mathrm{M}}}_{ij} \tag{2.21}$$

De la même manière que pour l'équation 2.9, le changement de base entre les repères de mesure et du cristal pour les modules d'élasticité s'écrit :

$${\bar{c}^{\mathrm{M}}}_{ijkl} = {c^{\mathrm{C}}}_{12}\,\delta_{ij}\,\delta_{kl} + 2\,{c^{\mathrm{C}}}_{44}\,\mathrm{I}_{ijkl} + {c^{\mathrm{C}}}_0\,\bar{\mathrm{A}}_{ijkl} \tag{2.22}$$

avec $\mathrm{I}_{ijkl} = (\delta_{ik}\delta_{jl} + \delta_{il}\delta_{jk})/2$, le tenseur identité, ${c^{\mathrm{C}}}_0 = {c^{\mathrm{C}}}_{11} - {c^{\mathrm{C}}}_{12} - 2\,{c^{\mathrm{C}}}_{44}$ et $\mathrm{A}_{ijkl} = {\mathrm{a}^{\mathrm{MC}}}_{im}{\mathrm{a}^{\mathrm{MC}}}_{jm}{\mathrm{a}^{\mathrm{MC}}}_{km}{\mathrm{a}^{\mathrm{MC}}}_{lm}$. On peut montrer (cf. annexe B) que $\bar{\mathrm{A}}_{ijkl} = (\,\delta_{ij}\delta_{kl} + \delta_{ik}\delta_{jl} + \delta_{il}\delta_{jk}\,)/5$ et donc :

$$\begin{aligned}\langle {\varepsilon^{\mathrm{M}}}_{33}(\alpha)\rangle &= {[{\bar{c}^{\mathrm{M}}}_{3311}]}^{-1}\,\mathrm{Tr}(\bar{\sigma}^{\mathrm{M}}) + ({[{\bar{c}^{\mathrm{M}}}_{3333}]}^{-1} - {[{\bar{c}^{\mathrm{M}}}_{3311}]}^{-1}){\bar{\sigma}^{\mathrm{M}}}_{33} \\ &= \mathrm{S}_1^{CER}\,\mathrm{Tr}(\bar{\sigma}^{\mathrm{M}}) + \frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}{\bar{\sigma}^{\mathrm{M}}}_{33}\end{aligned} \tag{2.23}$$

On obtient *in fine* la même équation que l'équation 2.15 avec :

$$\mathrm{S}_1^{CER}(hkl) = \mathrm{S}_1^{CER} = -\frac{{c^{\mathrm{C}}}_0 + 5{c^{\mathrm{C}}}_{12}}{2({c^{\mathrm{C}}}_0 + 5{c^{\mathrm{C}}}_{44})({c^{\mathrm{C}}}_0 + 3{c^{\mathrm{C}}}_{12} + 2{c^{\mathrm{C}}}_{44})} \tag{2.24}$$

$$= \frac{2{s^{\mathrm{C}}}_0({s^{\mathrm{C}}}_{11} + 2{s^{\mathrm{C}}}_{12}) + {s^{\mathrm{C}}}_{12}{s^{\mathrm{C}}}_{44}}{6{s^{\mathrm{C}}}_0 + 5{s^{\mathrm{C}}}_{44}} \tag{2.25}$$

$$\frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hkl) = \frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER} = \frac{5}{2({c^{\mathrm{C}}}_0 + 5{c^{\mathrm{C}}}_{44})} \tag{2.26}$$

$$= \frac{5({s^{\mathrm{C}}}_{11} - {s^{\mathrm{C}}}_{12}){s^{\mathrm{C}}}_{44}}{6{s^{\mathrm{C}}}_0 + 5{s^{\mathrm{C}}}_{44}} \tag{2.27}$$

Pour le modèle de Voigt, les constantes d'élasticité radiocristallographiques ne dépendent pas de la famille de plans interréticulaires $\{hkl\}$ choisis. De plus, la nature de la moyenne est différente de celle utilisée dans le modèle de Reuss : ici sur un ensemble de cristallites aléatoirement répartis dans l'espace et auparavant sur l'orientation aléatoire de ceux qui sont en condition de diffraction.

Modèle d'Eshelby-Kröner [149]. Au même titre que dans le modèle de Reuss, le tenseur des contraintes $\sigma(\alpha)$ est le même pour tous les cristallites et correspond au tenseur macroscopique noté $\bar{\sigma}$. L'équation 2.6 devient :

$$\langle {\varepsilon^{\mathrm{M}}}_{33}(\alpha)\rangle = \left[\frac{1}{2\pi}\int_0^{2\pi}[s_{33ij}(\alpha) + t_{33ij}(\alpha)]\,\mathrm{d}\alpha\right]{\bar{\sigma}^{\mathrm{M}}}_{ij} \tag{2.28}$$

Dans le modèle de Kröner, un cristallite est considéré comme une inclusion ellipsoïdale élastiquement anisotrope entourée par un milieu élastiquement homogène (matrice) qui possède les propriétés de l'ensemble du polycristal supposées isotropes dans la suite. La dérivation du problème n'étant pas directe, elle nécessite un nombre important de calculs qui encombreraient ce manuscrit sachant que le détail est disponible dans la littérature [149–151]. C'est pourquoi, nous faisons le choix ici de ne faire apparaître que les résultats pour une inclusion de forme sphérique dans une matrice infinie élastiquement isotrope.
La première étape consiste à résoudre l'équation suivante pour déterminer la valeur du paramètre G :

$$G^3 + \alpha G^2 + \beta G + \gamma = 0 \tag{2.29}$$

avec

$$\begin{cases}\alpha = \dfrac{9K + 4\nu}{8} \\ \beta = -\dfrac{(\,3K + 12\nu\,)\,\mu}{8} \\ \gamma = -\dfrac{3K\nu\mu}{4}\end{cases} \text{ et } \begin{cases}K = \dfrac{1}{3\,({s^{\mathrm{C}}}_{11} + 2{s^{\mathrm{C}}}_{12})} \\ \nu = \dfrac{1}{2\,({s^{\mathrm{C}}}_{11} - {s^{\mathrm{C}}}_{12})} \\ \mu = \dfrac{1}{{s^{\mathrm{C}}}_{44}}\end{cases} \tag{2.30}$$

Nous obtenons *in fine* pour des cristallites cubiques répartis uniformément :

$$\begin{aligned}\mathrm{S}_1^{CER}(hkl)^K &= \frac{2G - 3K}{18GK} + (1 - 5\Gamma_{hkl})\,t_{44} \\ \frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hkl)^K &= \frac{1}{2G} - 3\,(1 - 5\Gamma_{hkl})\,t_{44}\end{aligned} \tag{2.31}$$

avec

$$t_{44} = \frac{(G - \mu)\,(3K + 6G)}{2G\,[8G^2 + G\,(9K + 12\mu) + 6K\mu]} \tag{2.32}$$

2.5.1.2 Liens avec les propriétés élastiques macroscopiques du matériau

Pour un matériau dont le comportement élastique est macroscopiquement isotrope, les composantes des tenseurs des souplesses et des rigidités sont invariantes pour tout changement de repère. On peut montrer que la seule forme possible est :

$$S_{ijkl} = \lambda\delta_{ij}\delta_{kl} + \mu\,(\delta_{ik}\delta_{jl} + \delta_{il}\delta_{jk}) \tag{2.33}$$

avec λ et μ les coefficients de Lamé. Ces coefficients ne sont pas directement mesurables et généralement, leur lien avec le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν du matériau est utilisé :

$$\lambda = \frac{E\nu}{(1 - 2\nu)\,(1 + \nu)} \qquad \mu = \frac{E}{2\,(1 + \nu)} \tag{2.34}$$

On peut aussi définir deux constantes d'élasticité macroscopiques pour décrire l'élasticité du matériau. La matrice des souplesses prend donc les formes suivantes (en notation de Voigt) :

$$\begin{bmatrix} \frac{1}{E} & \frac{-\nu}{E} & \frac{-\nu}{E} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-\nu}{E} & \frac{1}{E} & \frac{-\nu}{E} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-\nu}{E} & \frac{-\nu}{E} & \frac{1}{E} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1+\nu}{E} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1+\nu}{E} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1+\nu}{E} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \bar{S}_{11} & \bar{S}_{12} & \bar{S}_{12} & 0 & 0 & 0 \\ \bar{S}_{12} & \bar{S}_{11} & \bar{S}_{12} & 0 & 0 & 0 \\ \bar{S}_{12} & \bar{S}_{12} & \bar{S}_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \Delta\bar{S} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \Delta\bar{S} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \Delta\bar{S} \end{bmatrix} \tag{2.35}$$

avec $\Delta\bar{S} = \bar{S}_{11} - \bar{S}_{12}$. Par identification, nous avons donc $\bar{S}_{11} - \bar{S}_{12} = \frac{1+\nu}{E}$, $\bar{S}_{11} = \frac{1}{E}$ et $\bar{S}_{12} = \frac{-\nu}{E}$.
Dans le repère de l'échantillon, la déformation macroscopique $\bar{\varepsilon}^{\mathrm{E}}$ s'écrit :

$$\bar{\varepsilon}^{\mathrm{E}}{}_{ij} = \left[\bar{S}_1\delta_{ij}\delta_{kl} + \frac{1}{2}\bar{S}_2\,(\delta_{ik}\delta_{jl} + \delta_{il}\delta_{jk})\right]\bar{\sigma}^{\mathrm{E}}{}_{kl} \tag{2.36}$$

avec $\bar{S}_1 = \frac{-\nu}{E}$ et $\bar{S}_2 = \frac{1+\nu}{E}$. La composantes $\bar{\varepsilon}^{\mathrm{M}}{}_{33}$ mesurée dans le cadre de la diffraction s'écrit dans le repère de mesure :

$$\begin{aligned} \bar{\varepsilon}^{\mathrm{M}}{}_{33} &= \frac{1}{2}\bar{S}_2\left[\bar{\sigma}^{\mathrm{E}}{}_{11}\cos^2\varphi + \bar{\sigma}^{\mathrm{E}}{}_{22}\sin^2\varphi + \bar{\sigma}^{\mathrm{E}}{}_{12}\sin 2\varphi - \bar{\sigma}^{\mathrm{E}}{}_{33}\right]\sin^2\psi \\ &+ \frac{1}{2}\bar{S}_2\left[\left(\bar{\sigma}^{\mathrm{E}}{}_{23}\sin\varphi + \bar{\sigma}^{\mathrm{E}}{}_{13}\cos\varphi\right)\sin 2\psi + \bar{\sigma}^{\mathrm{E}}{}_{33}\right] \\ &+ \bar{S}_1\,\mathrm{Tr}(\bar{\sigma}^{\mathrm{E}}) \end{aligned} \tag{2.37}$$

Historiquement, Möller et Barber [152] ont montré qu'on ne pouvait pas utiliser les constantes $\bar{S}_1$ et $\frac{1}{2}\bar{S}_2$ pour la détermination par diffraction des contraintes dans des polycristaux composés de cristallites élastiquement anisotropes. En revanche, on peut relier les constantes d'élasticité radiocristallographiques S_1^{CER} et $\frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}$ aux constantes macroscopiques $\bar{S}_1$ et $\frac{1}{2}\bar{S}_2$. Les valeurs macroscopiques du module d'Young et du coefficient de Poisson peuvent être estimées à partir des modules d'élasticité des cristallites moyennés pour toutes les orientations possibles dans l'espace. Pour le modèle de Reuss [146], ce sont les souplesses qui sont intégrées et on obtient :

$$\nu^R = -\frac{2s^{\mathrm{C}}{}_{11} + 8s^{\mathrm{C}}{}_{12} - s^{\mathrm{C}}{}_{44}}{6s^{\mathrm{C}}{}_{11} + 4s^{\mathrm{C}}{}_{12} + 2s^{\mathrm{C}}{}_{44}} \qquad E^R = \frac{5}{3s^{\mathrm{C}}{}_{11} + 2s^{\mathrm{C}}{}_{12} + s^{\mathrm{C}}{}_{44}} \tag{2.38}$$

puis,

$$\begin{aligned} \bar{S}_1^R &= -\frac{\nu^R}{E^R} = \frac{1}{5}\left(s^{\mathrm{C}}{}_{11} + 4s^{\mathrm{C}}{}_{12} - \frac{s^{\mathrm{C}}{}_{44}}{2}\right) = s^{\mathrm{C}}{}_{12} + s^{\mathrm{C}}{}_{0}\bar{\Gamma}_{hkl} \\ \frac{1}{2}\bar{S}_2^R &= \frac{1+\nu^R}{E^R} = \frac{1}{5}\left(2s^{\mathrm{C}}{}_{11} - 2s^{\mathrm{C}}{}_{12} + \frac{3s^{\mathrm{C}}{}_{44}}{2}\right) = s^{\mathrm{C}}{}_{11} - s^{\mathrm{C}}{}_{12} - 3s^{\mathrm{C}}{}_{0}\bar{\Gamma}_{hkl} \end{aligned} \tag{2.39}$$

En utilisant, les équations 2.16 et 2.18, on peut écrire :

$$\begin{aligned} \mathrm{S}_1^{CER}(hkl)^R &= \bar{S}_1^R - \left(\bar{\Gamma}_{hkl} - \Gamma_{hkl}\right) s^{\mathrm{C}}{}_{0} \\ &= \bar{S}_1^R - \frac{1}{2}\bar{S}_2^R\left(\bar{\Gamma}_{hkl} - \Gamma_{hkl}\right) s^{\mathrm{C}}{}_{0} / \frac{1}{2}\bar{S}_2^R \\ &= \bar{S}_1^R - \frac{1}{2}\bar{S}_2^R\left(\bar{\Gamma}_{hkl} - \Gamma_{hkl}\right)\frac{5\left(A^R - 1\right)}{2A^R + 3} \\ \frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hkl)^R &= \frac{1}{2}\bar{S}_2^R + 3\left(\bar{\Gamma}_{hkl} - \Gamma_{hkl}\right) s^{\mathrm{C}}{}_{0} \\ &= \frac{1}{2}\bar{S}_2^R\left[1 + 3\left(\bar{\Gamma}_{hkl} - \Gamma_{hkl}\right) s^{\mathrm{C}}{}_{0} / \frac{1}{2}\bar{S}_2^R\right] \\ &= \frac{1}{2}\bar{S}_2^R\left[1 + 3\left(\bar{\Gamma}_{hkl} - \Gamma_{hkl}\right)\frac{5\left(A^R - 1\right)}{2A^R + 3}\right] \end{aligned} \tag{2.40}$$

avec $A^R = \frac{2\left(s^{\mathrm{C}}{}_{11} - s^{\mathrm{C}}{}_{12}\right)}{s^{\mathrm{C}}{}_{44}}$ et $\bar{\Gamma}_{hkl} = \frac{1}{5}$. De manière analogue, on peut dériver les expressions des constantes d'élasticité radiocristallographiques S_1^{CER} et $\frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}$ en fonction des constantes macroscopiques $\bar{S}_1$ et $\frac{1}{2}\bar{S}_2$ pour les modèles de Voigt et de Kröner [147, 149]. Quel que soit le modèle utilisé, on peut utiliser la forme générique suivante :

$$\begin{aligned} \mathrm{S}_1^{CER}(hkl)^a &= \bar{S}_1^a - \frac{1}{2}\bar{S}_2^a\left(\bar{\Gamma}_{hkl} - \Gamma_{hkl}\right)\Delta^a \\ \frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hkl)^a &= \frac{1}{2}\bar{S}_2^a\left[1 + 3\left(\bar{\Gamma}_{hkl} - \Gamma_{hkl}\right)\Delta^a\right] \end{aligned} \tag{2.41}$$

avec

$$\forall(a = \text{Voigt, Reuss, Kröner}) \quad \begin{cases} \bar{S}_1^a = -\dfrac{\nu^a}{E^a} \\ \dfrac{1}{2}\bar{S}_2^a = \dfrac{(1+\nu^a)}{E^a} \\ \Delta^a = \dfrac{5\left(A_{RX}^a - 1\right)}{2A_{RX}^a + 3} \end{cases} \tag{2.42}$$

et

$$A_{RX}^a = \frac{\frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(h00)^a}{\frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hhh)^a} = \begin{cases} A_{RX}^V = 1 & \text{Voigt} \\ A_{RX}^R = \dfrac{2\left(s^{\mathrm{C}}{}_{11} - s^{\mathrm{C}}{}_{12}\right)}{s^{\mathrm{C}}{}_{44}} & \text{Reuss} \\ A_{RX}^K = \dfrac{-2G^2 + 6G\mu + K\mu}{4G^2 + 6GK} & \text{Kröner} \end{cases} \tag{2.43}$$

A_{RX} est le coefficient d'anisotropie radiocristallographique, ν et E, respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson du matériau isotrope. A_{RX} vaut 1 pour des cristallites élastiquement isotropes.

Bollenrath *et al.* [153] ont publié des valeurs expérimentales des coefficients S_1^{CER} et $\frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}$ pour différents métaux purs. Pour un polycristal de nickel, le modèle de Kröner avec $A_{RX} = 1{,}52$ reproduit correctement les valeurs expérimentales. Dans la littérature, cette valeur de 1,52 est très souvent choisie pour les matériaux à base de nickel lorsqu'elle n'est pas connue avec exactitude.

2.5.1.3 Mise en œuvre de la méthode

L'équation 2.15 est l'équation de base de la méthode des « $\sin^2\psi$ ». Elle est utilisée pour déterminer les contraintes résiduelles connaissant les constantes d'élasticité radiocristallographiques (CER) du matériau ou pour déterminer les CER en connaissant la contrainte macroscopique appliquée en réalisant un essai mécanique *in situ*.

Dans le cas général, il n'existe pas de relation de linéarité entre $\langle\varepsilon_{33}\rangle_{\varphi\psi}$ et $\sin^2\psi$ ou $\sin 2\psi$. C'est pourquoi, on définit deux paramètres ${a^+}_{\varphi\psi}$ et ${a^-}_{\varphi\psi}$ qui permettent de faire apparaître une dépendance linéaire [154, 155]. L'équation 2.15 est d'abord réécrite sous la forme :

$$\langle {\varepsilon^{\mathrm{M}}}_{33}\rangle_{\varphi\psi} = \frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hkl)\left[\left({\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{\varphi} - {\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{33}\right)\sin^2\psi + \langle {\tau^{\mathrm{E}}}_{\varphi}\rangle \sin 2\psi\right] + \langle {\varepsilon^{\mathrm{M}}}_{33}\rangle_{\varphi\psi=0^\circ} \tag{2.44}$$

avec

$$\begin{aligned} {\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{\varphi} &= {\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{11}\cos^2\varphi + {\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{22}\sin^2\varphi + {\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{12}\cos 2\varphi \\ \langle {\tau^{\mathrm{E}}}_{\varphi}\rangle &= {\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{23}\sin\varphi + {\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{13}\cos\varphi \\ \langle {\varepsilon^{\mathrm{M}}}_{33}\rangle_{\varphi\psi=0^\circ} &= \mathrm{S}_1^{CER}(hkl)\,\mathrm{Tr}(\bar\sigma^{\mathrm{E}}) + \frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hkl)\bar\sigma^{\mathrm{E}}_{33} \end{aligned} \tag{2.45}$$

puis

$$\begin{aligned} {a^+}_{\varphi} &= \frac{1}{2}\left(\langle {\varepsilon^{\mathrm{M}}}_{33}\rangle_{\varphi\psi<0} + \langle {\varepsilon^{\mathrm{M}}}_{33}\rangle_{\varphi\psi>0}\right) = \frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hkl)\left[\left({\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{\varphi} - {\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{33}\right)\sin^2\psi\right] + \langle {\varepsilon^{\mathrm{M}}}_{33}\rangle_{\varphi\psi=0^\circ} \\ {a^-}_{\varphi} &= \frac{1}{2}\left(\langle {\varepsilon^{\mathrm{M}}}_{33}\rangle_{\varphi\psi<0} - \langle {\varepsilon^{\mathrm{M}}}_{33}\rangle_{\varphi\psi>0}\right) = \frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hkl)\langle {\tau^{\mathrm{E}}}_{\varphi}\rangle \sin 2\psi \end{aligned} \tag{2.46}$$

En définissant par ${A^+}_{\varphi}$ et ${A^-}_{\varphi}$, les pentes des relations linéaires de ${a^+}_{\varphi}(\sin^2\psi)$ et ${a^-}_{\varphi}(\sin 2\psi)$, et après quelques calculs directs, les valeurs des six inconnues $\langle {\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{ij}\rangle$ s'écrivent :

$$\begin{aligned} {\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{11} &= \frac{{A^+}_{\varphi=0^\circ}}{\frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hkl)} + {\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{33} \\ {\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{22} &= \frac{{A^+}_{\varphi=90^\circ}}{\frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hkl)} + {\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{33} \\ {\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{33} &= \frac{1}{\frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hkl) + 3\mathrm{S}_1^{CER}(hkl)}\left[\langle {\varepsilon^{\mathrm{M}}}_{33}\rangle_{\varphi\psi=0^\circ} - \frac{\mathrm{S}_1^{CER}(hkl)}{\frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hkl)}\left({A^+}_{\varphi=0^\circ} + {A^+}_{\varphi=90^\circ}\right)\right] \\ {\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{12} &= \frac{1}{\frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hkl)}\left[{A^+}_{\varphi=45^\circ} + \frac{{A^+}_{\varphi=0^\circ} + {A^+}_{\varphi=90^\circ}}{2}\right] \\ {\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{13} &= \frac{{A^-}_{\varphi=0^\circ}}{\frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hkl)} \\ {\bar\sigma^{\mathrm{E}}}_{23} &= \frac{{A^-}_{\varphi=90^\circ}}{\frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}(hkl)} \end{aligned} \tag{2.47}$$

L'utilisation de la méthode est illustrée sur la figure 2.10.

2.5.1.4 Limites de la méthode

La méthode des « $\sin^2\psi$ » est adaptée au cas de matériaux homogènes et macroscopiquement isotropes. Le nombre de grains sondés doit être suffisant pour considérer qu'ils sont aléatoirement répartis dans le volume diffractant. La surface de l'échantillon doit être plane et aucun

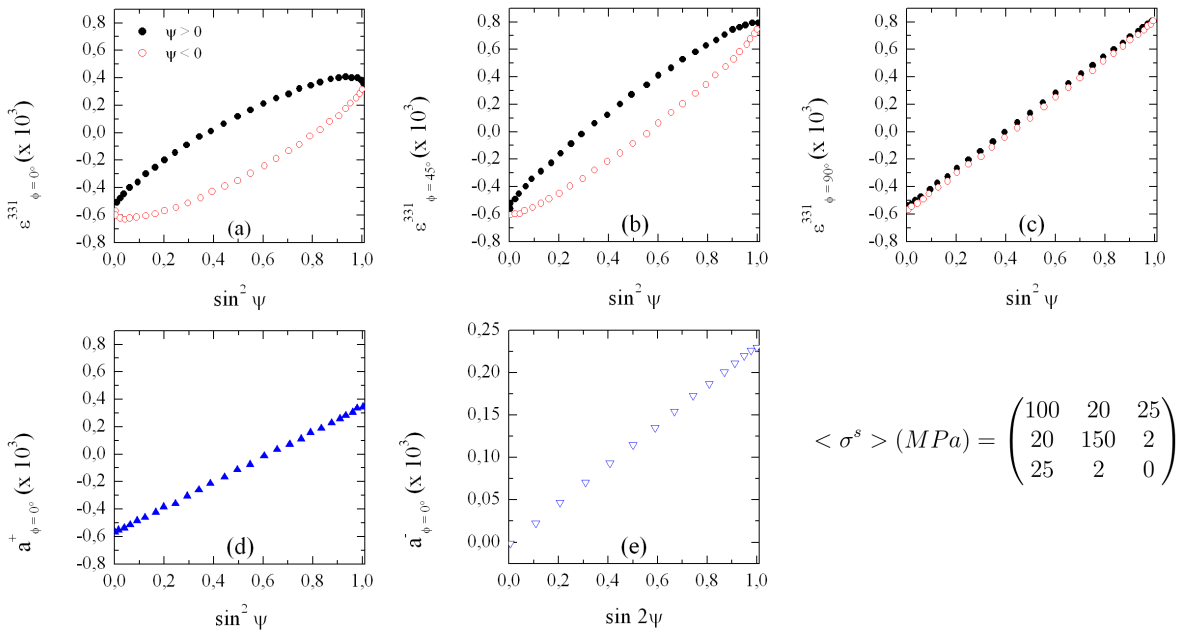


FIGURE 2.10 – Détermination du tenseur des contraintes dans un échantillon de cuivre polycristallin en utilisant la méthode de Dölle et Hauk [154] à partir de 3 mesures de déformations de la famille de plans interréticulaires {331} à (a) $\varphi = 0°$, (b) $\varphi = 45°$ et (c) $\varphi = 90°$. Les coefficients $a^{+}{}_{\varphi=0°}$ et $a^{-}{}_{\varphi=0°}$ associés aux équations 2.46 sont représentés sur les figures (d) et (e) [156].

gradient de contrainte/déformation/composition chimique ne doit être présent dans l'épaisseur de l'échantillon sondée par les rayons X. Dans certains cas, il est possible d'adapter le formalisme pour prendre en compte ces effets (présence de texture cristallographique, par exemple). Les principales difficultés associées à cette technique de mesure sont :

- le problème de taille des grains lorsqu'ils sont trop grands par rapport au volume diffractant ;
- le problème lié à la présence d'un gradient de composition chimique dans l'épaisseur de l'échantillon sondée ;
- le problème de l'existence d'un fort gradient de contraintes dans l'épaisseur de l'échantillon sondée ;
- le problème du multiphasage où la contrainte déterminée est celle d'une phase de l'échantillon et non la contrainte moyenne macroscopique ;
- le problème de textures cristallographiques qui peut néanmoins être traité par extension du formalisme en utilisant la fonction de distribution des orientations dans l'équation 2.5 ;
- le problème d'anisotropie plastique. Les incompatibilités de déformation associées à la présence de plasticité dans le matériau introduisent des déformations élastiques anisotropes. Dans ce cas, la déformation élastique mesurée n'est plus directement proportionnelle à la contrainte macroscopique et il faut prendre en compte ces effets d'anisotropie plastique de la même manière que les effets d'anisotropie élastique liés aux cristallites ont été pris en compte dans le formalisme ;
- le problème de géométrie de la surface de l'échantillon. La courbure locale et la rugosité de la surface de l'échantillon doivent être prise en compte lorsqu'elles sont comparables respectivement à la taille du faisceau incident et à sa profondeur de pénétration.

Dans le cadre de ce travail de thèse, les échantillons ne présentent pas d'effets de textures cristallographiques à l'échelle macroscopique (à l'échelle de quelques mm²) ni d'inhomogénéités de composition chimique et leur forme est choisie de telle sorte à minimiser les effets de géométrie.

L'utilisation de la méthode des « $\sin^2\psi$ » sur des échantillons non grenaillés avec une taille moyenne de grains de 40 µm et de 62 µm pose cependant des difficultés. L'utilisation d'une section de faisceau incident de 2 × 2 mm^2 voire de 4 × 4 mm^2 et/ou l'application d'une oscillation de l'échantillon pendant la mesure sont utilisées pour améliorer la statistique de comptage. Pour les échantillons grenaillés, ce sont davantage les effets de gradient de contraintes et la présence d'anisotropie plastique qui posent des difficultés. L'aspect multiphasé (γ/γ') de nos échantillons complexifie l'analyse des données dans les deux cas puisque les pics de diffraction des deux phases sont convolués lorsque les indices de Miller des réflexions ont la même parité (pics fondamentaux) et de faible intensité s'ils sont de parité différente (pics de surstructure).

2.5.1.5 Conditions d'acquisition et d'analyse des données

Dans cette étude, un diffractomètre de laboratoire et une ligne synchrotron ont été utilisés pour déterminer les contraintes résiduelles avec la méthode des « $\sin^2\psi$ ».

- un diffractomètre D8 Discover avec un goniomètre 4 cercles à l'Institut Jean Lamour. Il possède un tube à rayons X avec une anode en cobalt ($\lambda K_{\alpha 1} = 0{,}1788$ nm et $\lambda K_{\alpha 2} = 0{,}1792$ nm), un collimateur en amont de section 1 mm^2 et un détecteur linéaire Lynxeye. Sur la source, des fentes anti-divergences d'ouverture 0,6 mm sont utilisées. Coté détecteur, des fentes larges sont utilisées du fait de l'utilisation d'un détecteur 1D. De plus, un filtre Fe est utilisé pour élimer la raie K_β. Les données sont enregistrées en mode χ pour les angles φ : 0°, 45°, 90°, 135°, 180° et 270°. Pour chaque angle φ, les angles χ choisis sont 0°, 7,5°, 15°, 22,5°, 30°, 37,5°, 45°. Les angles du goniomètre sont limités au quart d'un cercle. De plus, le faisceau est défocalisé pour les angles χ trop grands (typiquement supérieur à 45° dans la configuration utilisée). C'est pourquoi la meilleure configuration pour cet appareil est de réaliser des mesures avec six angles φ au lieu de trois conventionnellement. Pour les angles φ = 135°, 180° et 270°, les angles χ seront donc négatifs. A partir de 300 µm de la surface grenaillée, une oscillation de ± 1,5 mm dans les directions ($\hat{e}_1^{ech}$ et $\hat{e}_2^{ech}$) de l'échantillon avec une vitesse de 1 mm.s^{-1} est nécessaire afin d'augmenter le nombre de cristallites diffractant et minimiser les effets de taille de grains. Nous avons utilisé la famille de plan {311} pour déterminer les contraintes résiduelles avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » sur ce diffractomètre.
- la ligne de lumière ID15B du synchrotron ESRF. Le dispositif expérimental est schématisé sur la figure 2.11. Un faisceau monochromatique à haute énergie (86 keV, λ = 0,1425 Å) permet d'analyser des échantillons d'une épaisseur de quelques millimètres en transmission (Figure 2.11). La section du faisceau est de 0,4 × 0,4 mm^2 et un détecteur 2D situé à une distance d'environ 1075 mm de l'échantillon permet d'acquérir rapidement les anneaux complets de Debye-Scherrer correspondant à un ensemble de plans cristallographiques $\{hkl\}$ avec des angles de Bragg 2θ jusqu'à 9,86°. La ligne est équipée d'un dispositif expérimental permettant d'effectuer des essais de traction *in situ* en température (ETMT 8800 avec une cellule de charge de 3 kN). Le chauffage est assuré par effet Joule. Deux thermocouples de type R soudés sur l'éprouvette permettent de réguler et mesurer la température. Nous avons utilisé ce montage avec des éprouvettes dont les dimensions sont précisées sur la figure 2.11 afin de :
  - déterminer les paramètres de maille moyens des phases γ et γ' associés aux états non grenaillés des échantillons en fonction de la température (ambiante, 450°C et 650°C),
  - déterminer les constantes d'élasticité radiocristallographiques. Les contraintes appliquées ont été en dessous de la limite d'élasticité macroscopique du matériau (à température ambiante 1030 MPa) et ont été successivement de 0, 340, 460 et 500 MPa pour les trois températures. Les constantes d'élasticité radiocristallographiques sont déterminées en adoptant une méthodologie spécifique mise en place dans le cadre des

stages de Benrabah et de Guernaoui [144,145]. Ces resultats sont présentés en annexe A.

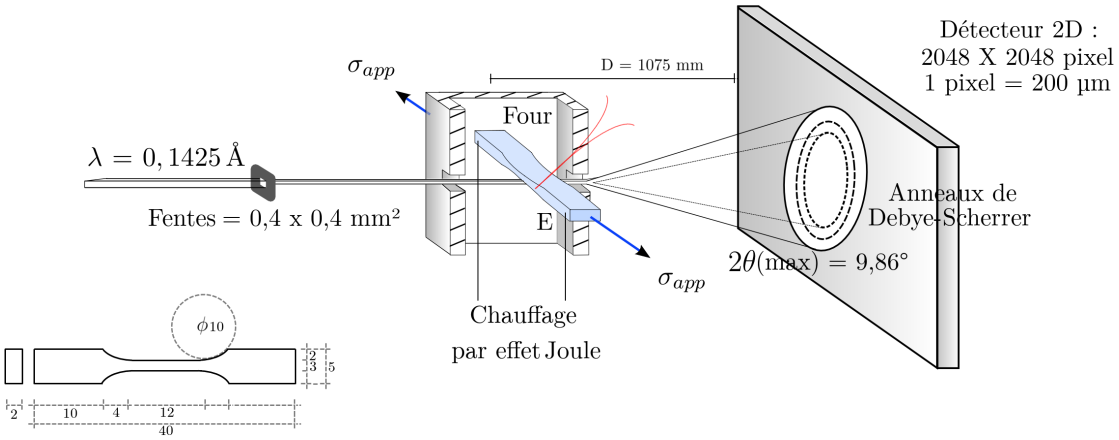


FIGURE 2.11 – Dispositif expérimental sur la ligne ID15B à l'ESRF et géométrie de l'éprouvette de traction (en mm).

Pour les mesures en laboratoire, les pics de diffraction sont corrigés en considérant les contributions de Lorentz, polarisation et d'absorption. Le coefficient d'absorption linaire est une moyenne arithmétique des coefficients d'absorption linaire de chaque élément [157] pondérée par leur teneur respective (cf. tableau 2.1). Les valeurs des coefficients d'absorption linaire utilisées pour les raies $K_{\alpha 1}$ et $K_{\alpha 2}$ du cobalt sont respectivement de 0,1273 µm^{-1} et de 0,1282 µm^{-1}. La position et la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction sont déterminées par la méthode des moindres carrés en utilisant un bruit de fond linéaire et deux fonctions Pearson VII pour les raies $K_{\alpha 1}$ et $K_{\alpha 2}$.
La faible pénétration des rayons X avec un rayonnement en laboratoire nécessite d'enlever de la matière pour pouvoir réaliser un profil de contraintes résiduelles. Cet enlèvement est réalisé par polissage électrolytique. Cette technique a été préférée car elle perturbe moins l'état de contraintes en comparaison aux méthodes mécaniques (polissage mécanique, coupe). Le polissage électrolytique est réalisé avec un bain d'électrolyte composé de 5/6 de méthanol et 1/6 d'acide sulfurique. Ce bain est placé dans un bécher métallique. Une tension de 20,5 V est imposée sur l'échantillon, considéré comme une anode. Le polissage est réalisé à -15°C, dans le calorimètre Lauda Ecoline RE107. Un moteur assure la rotation de l'échantillon afin d'obtenir un polissage homogène. Le vieillissement de la solution électrolyte conduit à une variation de l'épaisseur enlevée au fil du temps. Par conséquent, nous avons systématiquement mesuré l'épaisseur enlevée à l'aide d'un comparateur vertical, précis à 1 µm. La moyenne et l'écart-type de l'épaisseur enlevée sont déterminés en considérant 5 mesures au minimum.
Les enlèvements de matière induisent un rééquilibrage des contraintes résiduelles dans l'échantillon. Il est donc nécessaire de corriger les résultats de mesure. Si différents travaux ont étudié l'influence de l'enlèvement de matière sur le profil de contraintes résiduelles [158,159], la méthode de Moore et Evans [160] est la plus simple à mettre en oeuvre et la plus couramment utilisée. Elle suppose d'une part que l'état de contrainte est en contrainte plane et d'autre part que le matériau est isotrope. Les corrections des mesures effectuées sur des surfaces planes correspondent à l'expression suivante :

$$\forall (i,j) \in [\mathrm{x},\mathrm{y}] \quad \sigma_{ij}^{\text{réelle}}(\mathrm{z}_1) = \sigma_{ij}^{\text{mesurée}}(\mathrm{z}_1) + 2\int_{\mathrm{z}_1}^{\mathrm{h}} \frac{\sigma_{ij}^{\text{mesurée}}(\mathrm{z})}{\mathrm{z}}\,\mathrm{dz} - 6\mathrm{z}_1 \int_{\mathrm{z}_1}^{\mathrm{h}} \frac{\sigma_{ij}^{\text{mesurée}}(\mathrm{z})}{\mathrm{z}^2}\,\mathrm{dz} \quad (2.48)$$

où z_1 est la hauteur de l'échantillon après l'enlèvement de matière, h, la hauteur initiale de l'échantillon et $\hat{\mathrm{e}}_\mathrm{z}$, l'axe normal à la surface de l'échantillon (Figure 2.12).

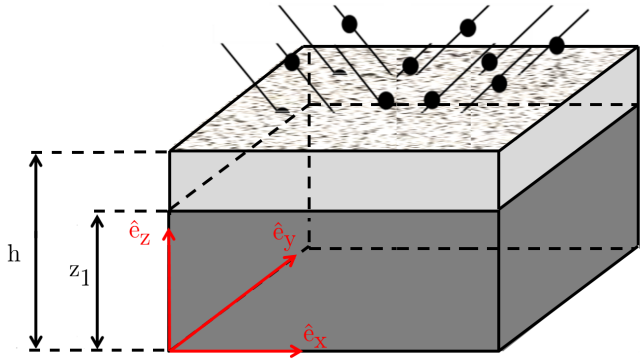


FIGURE 2.12 – Représentation schématique des grandeurs associées à l'équation 2.48 pour une surface grenaillée plane.

2.5.2 Détermination des contraintes résiduelles par microdiffraction Laue

La diffraction de Laue, qui est la plus ancienne des méthodes de diffraction des rayons X (1912), consiste à collecter avec un détecteur plan, des clichés de diffraction d'échantillons cristallisés irradiés avec un faisceau de rayons X polychromatique. Au laboratoire, un spectre continu de longueur d'onde $\lambda_{min} < \lambda < \lambda_{max}$ est produit par le rayonnement de freinage lié à la décélération des électrons à leur arrivée sur l'anode. Au synchrotron, le Bremsstrahlung est naturellement généré par la circulation des électrons dans l'anneau de stockage. L'intérêt de la méthode est qu'un cliché de diffraction contenant des informations sur la symétrie et l'orientation des cristaux est obtenue en très peu de temps (quelques secondes, quelques minutes) sans déplacer la source de rayons X, l'échantillon ou le détecteur. La méthode a été intensivement utilisée pour l'étude des monocristaux. Avec un faisceau polychromatique possédant un spectre de longueurs d'onde suffisamment large, il existe toujours une longueur d'onde qui permet de remplir l'ensemble des conditions de diffraction et ce, quelle que soit la position de l'échantillon. C'est pourquoi, plusieurs plans cristallographiques (hkl) appartenant au même cristallite diffractent en même temps. Avec un faisceau monochromatique, il faut orienter l'échantillon en condition de diffraction pour chaque noeud (hkl) du réseau réciproque, ce qui est très couteux en temps de mesure. La principale faiblesse de la méthode est que les longueurs d'onde qui donnent lieu aux différents pics de diffraction du cliché de Laue ne sont pas directement mesurables lors de l'acquisition du cliché. Si bien que les paramètres de la maille cristalline ne peuvent être déterminés qu'à un facteur d'aspect près. Ce point est abordé dans la suite lors de l'analyse des clichés. Aujourd'hui, les performances des synchrotrons permettent d'utiliser la diffraction de Laue dans des polycristaux grâce à la focalisation du faisceau incident sur l'échantillon avec des surfaces irradiées inférieures au μm^2 [161] et de déterminer les longueurs d'onde des pics de diffraction, en utilisant un mode de mesure monochromatique [103, 104] dans lequel la longueur d'onde du faisceau incident peut être continûment modifiée, en utilisant une caméra CCD discriminant l'énergie des photons diffractés [162], un détecteur de fluorescence [104, 105] ou un filtre « arc-en-ciel » [106, 107].

Dans le cadre de ce travail de thèse, trois campagnes de mesures ont été réalisées sur la ligne CRG-IF BM32 de l'ESRF à Grenoble. La microdiffraction Laue conventionnelle a été utilisée pour déterminer les champs d'orientation, de désorientation, de déformation et de contrainte déviatorique pour les deux phases (γ et γ') du superalliage. La mesure de fluorescence X [104] et la méthode du cristal tournant (« Rainbow » en anglais) [107] ont été mises en oeuvre pour déterminer les tenseurs complets de déformation et de contrainte pour chaque phase. Le tableau 2.6 résume les conditions d'acquisition lors des trois campagnes de mesures.

Dans la suite, le montage expérimental permettant de collecter les données est tout d'abord décrit. L'analyse des clichés Laue est ensuite présentée synthétiquement. Les deux méthodes utilisées pour déterminer l'énergie des taches de diffraction sont résumées dans les paragraphes

TABLEAU 2.6 – Conditions d'acquisition lors des campagnes de mesures effectuées sur la ligne CRG-IF BM32 de l'ESRF, Grenoble.

		Campagne 1	Campagne 2	Campagne 3
Energie (keV)		5 - 17	5 - 22	5 - 22
Taille du faisceau (μm^2)		0,35 × 0,6	0,7 × 0,7	0,85 × 1,0
Temps de comptage (s)	Microdiffraction conventionnelle	0,3	0,1	0,05
	« Rainbow » - réflexion fondamentale	0,3	—	0,6
	« Rainbow » - réflexion de surstructure	8	—	6
	Fluorescence X - réflexion fondamentale	—	200	100
	Fluorescence X - réflexion de surstructure	—	300	500

suivants. Cette partie se conclue par une analyse des incertitudes.

2.5.2.1 Montage expérimental

Le dispositif expérimental est schématisé sur la figure 2.13. Le faisceau de rayons X polychromatique fixe est focalisé avec un jeu de miroirs Kirkpatrick-Baez (KB) pour avoir une taille sub-micrométrique sur l'échantillon incliné à 40° par rapport au faisceau incident. Les clichés de Laue sont alors collectés par une caméra CCD circulaire MAR165 (CCD_2 sur le figure 2.13) située à 70 mm au-dessus de l'échantillon. Le flux de photons incidents est mesuré par une photodiode (MON) et un microscope optique (M) avec une longueur focale inférieure à 1 µm est utilisée pour placer la surface de l'échantillon au point focal du faisceau de rayons X incident. Les miroirs et le porte échantillon sont posés sur une table anti-vibration. Une boucle d'asservissement de l'angle de « tilt » de l'un des miroirs est utilisée pour s'assurer que le déplacement vertical du faisceau incident reste inférieur à 2 µm (très petit devant la taille des grains) en 24h lorsque l'échantillon, le détecteur CCD_2, ou le microscope optique sont utilisés et compenser les mouvements liés aux fluctuations de température dans la cabane de mesure [163]. La motorisation du porte-échantillon (P) permet de déplacer l'échantillon afin de réaliser des cartographies. Un détecteur ponctuel KETEK VITUS H7 résolu en énergie (FD), monté sur un banc de translation yz permet de collecter le spectre de fluorescence X émis par le matériau sur le côté du porte-échantillon (P). Le cristal de diamant utilisé dans la méthode « Rainbow » est fixé sur un axe de rotation (θ_{dia}) situé avant les miroirs KB. Un détecteur 2D (CCD_1 sur le figure 2.13) permet de collecter des clichés Laue du cristal à des fins de calibration. Des détails supplémentaires sur le montage sont fournis dans les publications d'Ulrich *et al.* et Robach *et al.* [104, 107, 161].
Avec un spectre en énergie de 5–22-keV, la profondeur de pénétration caractéristique dans un alliage à base de nickel est comprise entre 5 µm et 25 µm. Le volume diffractant le plus important pendant les trois campagnes de mesures est donc proche de 0,85 × 1,0 × 25 μm^3. Comme la taille moyenne des grains de nos échantillons est de 40 µm, les clichés de Laue sont composés de pics de diffraction appartenant à peu de grains. Nous avons fait le choix d'indexer un seul grain par cliché de Laue correspondant aux pics les plus intenses. Ces pics n'appartiennent donc pas nécessairement au grain de surface mais au plus volumineux.

2.5.2.2 Analyse des clichés de Laue

L'analyse des clichés de Laue est réalisée avec le logiciel *LaueTools*, développé sur la ligne CRG-IF BM32 à l'ESRF par Micha *et al.* [164], et XMAS, développé sur la ligne 7.3.3 à l'ALS [1] par Tamura *et al.* [123]. Elle consiste en plusieurs étapes qui aboutissent à la détermination de la matrice d'orientation du réseau cristallin par rapport au repère de l'échantillon et à cinq des six

1. the Advanced Light Source, Berkeley (USA)

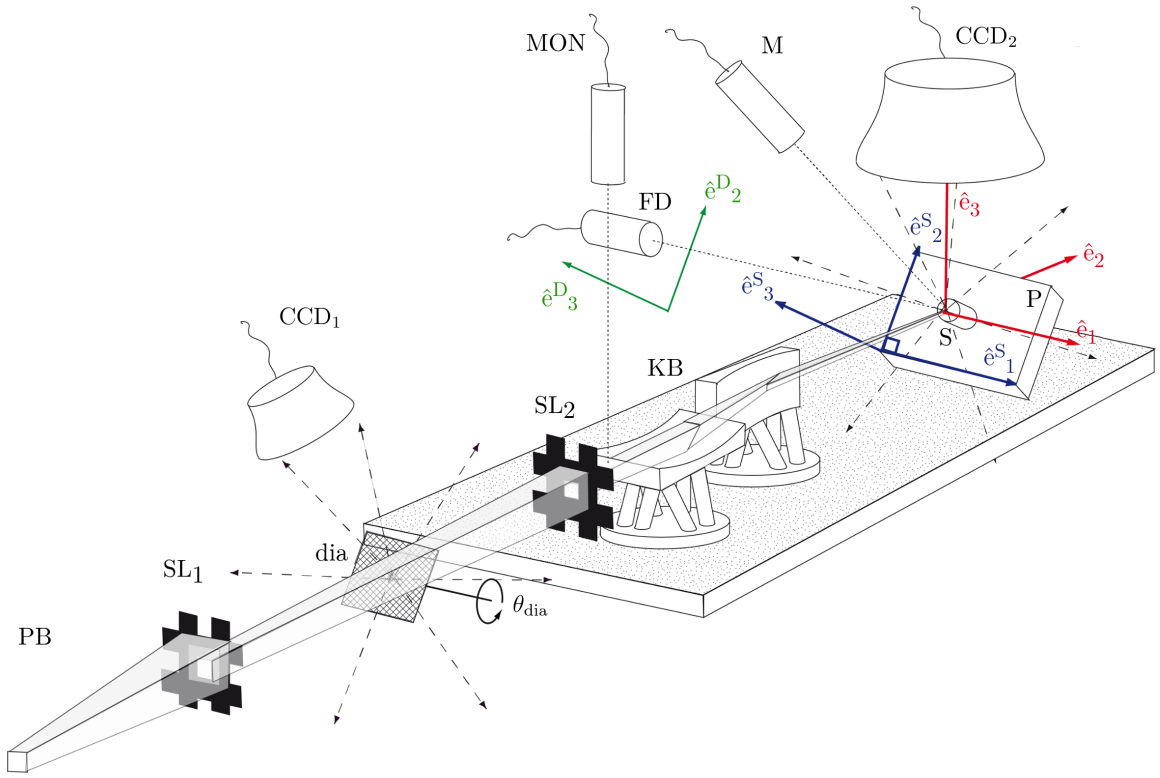
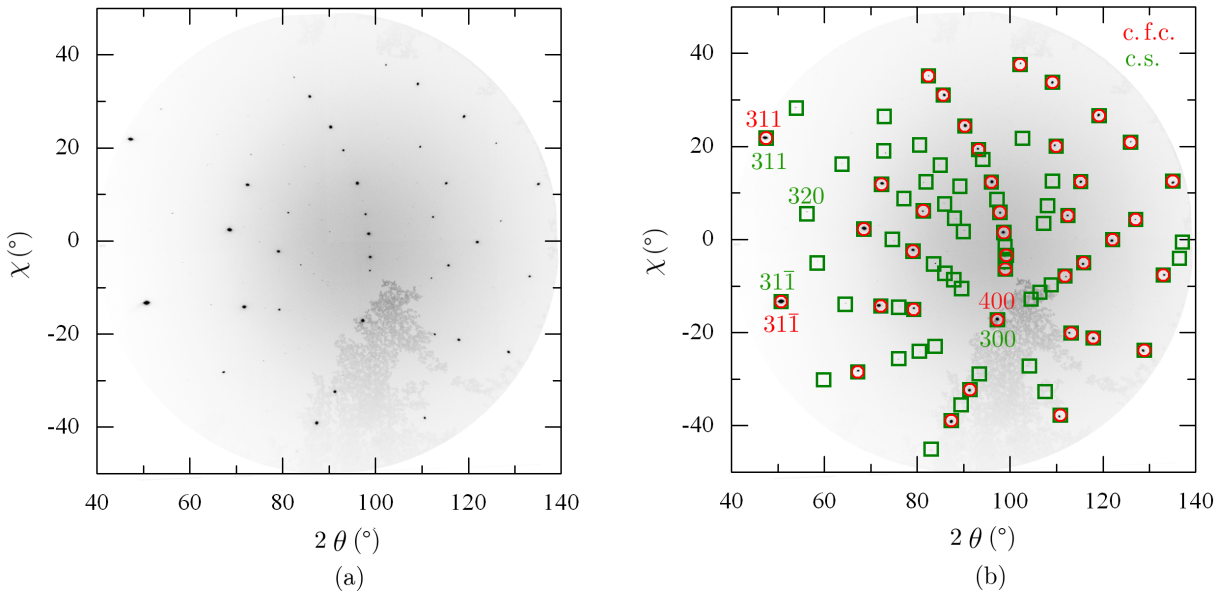


FIGURE 2.13 – Schéma du dispositif expérimental de la microdiffraction Laue avec un faisceau incident (PB), les fentes (SL), le cristal de diamant (dia), les miroirs Kirkpatrick-Baez (KB), le porte-échantillon (P), l'échantillon (S), les détecteurs CCD_i, le détecteur ponctuel de fluorescence X (FD) et un microscope optique (M). L'angle θ_{dia} correspond à l'angle de rotation du cristal de diamant. Les repères $\hat{e}^S$, $\hat{e}$ et $\hat{e}^D$ correspondent respectivement à ceux du porte-échantillon, de l'échantillon et du détecteur ponctuel de fluorescence X. La trajectoire des faisceaux diffractés est schématisée par les traits en pointillés.

paramètres de la maille cristalline : 2 des 3 normes, notées ici $||a_i||$ (i = 2, 3), et 3 angles, notés ici α_i (i = 1, 2, 3) associés aux vecteurs de la maille (cf. figure 2.14). Les champs de déformation et de contrainte déviatorique sont ensuite déterminés en utilisant les paramètres de la maille cristalline de référence ainsi que les modules d'élasticité du monocristal.

Détermination des positions des pics de diffraction. La première étape du traitement consiste à déterminer la position de l'ensemble des taches de diffraction sur le cliché de Laue après soustraction du bruit de fond. Plusieurs méthodes peuvent être utilisées dans le logiciel *LaueTools* : par exemple, le pixel d'intensité maximum, l'ajustement gaussien du profil d'intensité déterminé par seuillage. L'intensité des taches est aussi mémorisée.

Construction des vecteurs de diffraction. La connaissance des positions des pics de diffraction et ainsi que les paramètres géométriques définissant la position et l'orientation du détecteur CCD_2 permettent ensuite de calculer les coordonnées des vecteurs directeurs u_{qi} associés aux vecteurs de diffraction dans le repère du laboratoire et l'angle de Bragg de chaque tache (cf. figure 2.15). L'énergie associée à chacune des taches de diffraction étant inconnue, la norme des vecteurs de diffraction est aussi inconnue. La calibration des paramètres géométriques liés au détecteur CCD_2 est obtenue préalablement à partir d'une mesure sur un monocristal de germanium non contraint.



$$[M] = \begin{bmatrix} -0,20651 & -0,0669 & 0,1748 \\ 0,09552 & 0,1863 & 0,1838 \\ -0,1611 & 0,1962 & -0,1150 \end{bmatrix}$$

$$(\frac{a_2}{a_1};\ \frac{a_3}{a_1}) = (1,00048;\ 1,00005)$$

$$(\alpha_1;\ \alpha_2;\ \alpha_3) = (90,021;\ 90,013;\ 89,959)$$

FIGURE 2.14 – Clichés de Laue dans les coordonnées du détecteur (χ, 2θ) : (a) Cliché brut. (b) Cliché indexé en considérant une structure c.f.c. et c.s. appartenant respectivement à la phase γ et γ'. Matrice d'orientation M et paramètre de maille associés au cliché.

Indexation des taches de diffraction. L'étape suivante consiste à déterminer les indices de Miller (hkl) de chaque tache de diffraction. Un processus itératif de comparaison entre des positions attendues pour une maille de symétrie cristalline précisée dans le logiciel (ici cubique à faces centrées pour la phase γ et cubique simple pour la phase γ') et les positions expérimentales est utilisé. Le détail de la procédure est expliqué dans la publication de Chung *et al.* [122]. A la fin du processus itératif, les taches de diffraction appartenant à la même orientation cristalline et à la même phase γ ou γ' sont indexées.

Détermination de l'orientation cristalline et des paramètres de la maille. Comme explicité dans l'annexe C, des produits scalaires entre 4 vecteurs directeurs u_{qi} non colinéaires correspondant à des taches de diffraction d'indices de Miller ($h_i k_i l_i$) permettent d'exprimer les coordonnées des vecteurs de base du réseau réciproque (b_1, b_2, b_3) en fonction de celles des vecteurs u_{qi} (i = 1, 2, 3) [122] :

$$\begin{bmatrix} b_1 \\ b_2 \\ b_3 \end{bmatrix} = ||q_1|| \begin{bmatrix} h_1 & k_1 & l_1 \\ h_2 & k_2 & l_2 \\ h_3 & k_3 & l_3 \end{bmatrix}^{-1} \begin{bmatrix} u_{q1} \\ c_1 u_{q2} \\ c_2 u_{q3} \end{bmatrix} \tag{2.49}$$

où $||q_1||$ est inconnu, $c_i = ||q_i||/||q_1||$ (i = 1, 2) sont des constantes. Dans cette analyse, le choix des taches est arbitraire. En exprimant les vecteurs u_{qi} dans un repère fixe (celui du laboratoire), la dépendance en $||q_1||$ peut être remplacée par une dépendance en $||b_1||$ et l'équation 2.49 est réécrite sous la forme :

$$\begin{bmatrix} b_1 \\ b_2 \\ b_3 \end{bmatrix} = ||b_1|| \begin{bmatrix} M_{11} & M_{12} & M_{13} \\ M_{21} & M_{22} & M_{23} \\ M_{31} & M_{32} & M_{33} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \hat{e}_1 \\ \hat{e}_2 \\ \hat{e}_3 \end{bmatrix} \tag{2.50}$$

où $||b_1||$ est inconnu et $\sqrt{M_{11}^2 + M_{12}^2 + M_{13}^2} = 1$. Cela permet de réaliser l'analyse à quatre taches sur un large ensemble de quadruplets et d'estimer des incertitudes. L'équation fournit

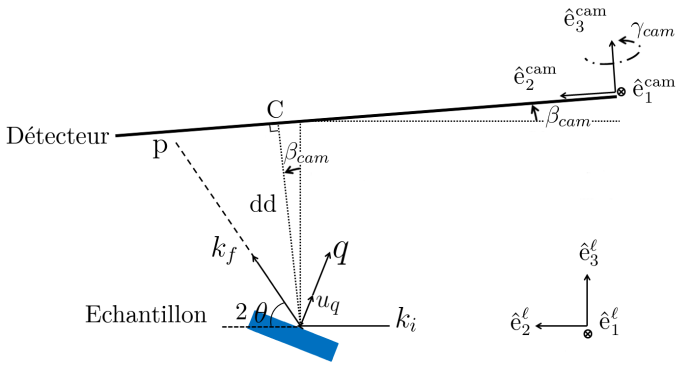


FIGURE 2.15 – Schéma représentant les paramètres de calibration du détecteur CCD_2 (dd, $C(X_1^{cam}$, $Y_1^{cam})$, β_{cam}, γ_{cam}) permettant de déterminer les coordonnées des vecteurs de diffraction dans le référentiel de référence ($\hat{e}_1^l$, $\hat{e}_2^l$, $\hat{e}_3^l$) [165].

l'expression de la matrice d'orientation M du réseau réciproque ou appelé matrice UB dans le logiciel *LaueTools*. En utilisant les relations fondamentales qui relient l'espace réel à l'espace dual,

$$\forall(i,j,k) = (1,2,3) \quad a_i = \frac{b_j \times b_k}{b_1 \cdot (b_2 \times b_3)} \tag{2.51}$$

une expression similaire est obtenue pour la matrice d'orientation du réseau cristallin dont les vecteurs de base sont notés a_i (i = 1, 2, 3) dans la suite :

$$\begin{bmatrix} a_1 \\ a_2 \\ a_3 \end{bmatrix} = ||a_1|| \begin{bmatrix} N_{11} & N_{12} & N_{13} \\ N_{21} & N_{22} & N_{23} \\ N_{31} & N_{32} & N_{33} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \hat{e}_1 \\ \hat{e}_2 \\ \hat{e}_3 \end{bmatrix} \tag{2.52}$$

où $||a_1||$ est inconnue et $\sqrt{N_{11}^2 + N_{12}^2 + N_{13}^2} = 1$. Les 5 (2 longueurs et 3 angles) des 6 paramètres du réseau de Bravais peuvent ensuite être déterminés en utilisant le tenseur métrique g_{ij} :

$$\begin{aligned} g_{ij} &= a_i \cdot a_j \\ ||a_i|| &= \sqrt{g_{ii}} \\ \alpha_i &= \cos^{-1}\left(\frac{g_{jk}}{\sqrt{g_{jj}}\sqrt{g_{kk}}}\right) \end{aligned} \tag{2.53}$$

où α_i sont les angles entre les vecteurs a_j et a_k (i, j, k = 1, 2, 3). $||a_1||$ étant inconnu et arbitrairement fixé à 1 dans les calculs, seules les quantités $||a_2||/||a_1||$ et $||a_3||/||a_1||$ sont connues exactement. En conséquence, la forme de la maille cristalline est déterminée à une dilatation près. L'équation 2.52 permet aussi de calculer la matrice de rotation R qui relie le repère orthonormé associé à la maille cristalline à celui de laboratoire ou à celui de l'échantillon.

Orientation du cristallite. A partir de la matrice R qui est obtenue en orthonormalisant la matrice N (Equation 2.52), il est possible de déterminer l'orientation du cristallite. Parmi les représentations possibles (angles d'Euler, quaternions, par exemple), nous choisissons ici la représentation axe-angle dans laquelle le passage d'un repère à l'autre est défini par la rotation d'un angle noté ici ω autour d'un vecteur unitaire Ω de coordonnées (Ω_1, Ω_2, Ω_3) calculé avec les expressions suivantes [166] :

$$\begin{aligned} \forall k \in [1,3] \ \ \Omega_k &= \frac{\omega}{\sin\omega}\left(-\epsilon_{ijk}\frac{R_{ij}}{2}\right) \\ \cos\omega &= \frac{\mathrm{Tr}\, R - 1}{2} \end{aligned} \tag{2.54}$$

avec ϵ_{ijk}, le tenseur de permutation.
Si R_1 et R_2 désignent les matrices de rotation associées à l'orientation de deux cristallites, la matrice de désorientation D s'exprime par la relation suivante :

$$D = R_1 \cdot R_2^{-1} = R_1 \cdot R_2^{\mathrm{T}} \tag{2.55}$$

La matrice D n'est pas unique à cause des propriétés de symétrie de la maille cristalline. Pour une maille cubique, il existe 24 opérations de symétrie décrites par une matrice notée dans la suite S qui la laisse invariante. Toute rotation décrite par la matrice R^0 telle que $R^0 = S_i \cdot R \cdot S_j$ et $R^0 = S_i^{-1} \cdot R \cdot S_j$ est équivalente à celle décrite par la matrice R [166]. La désorientation entre deux cristaux cubiques peut donc être décrite par 1152 ($24 \times 24 \times 2$) matrices équivalentes. On définit alors la matrice de désorientation comme étant celle qui correspond à l'angle de rotation minimal entre deux grains.

Dans ce manuscrit, nous utiliserons aussi le « Kernel Average Misorientation » ou KAM couramment utilisé pour représenter les résultats des analyses EBSD au microscope électronique à balayage [167]. Le KAM permet de calculer la distribution de désorientation autour d'un pixel central dans une cartographie. Il est calculé avec l'équation 2.55, à partir de l'angle du pixel considéré et de l'angle obtenu en moyennant les angles de ses pixels voisins qui sont inférieurs à une valeur seuil α_{seuil}. Le nombre de couches de voisins et s'ils sont tous pris en compte ou seulement la dernière couche sont des paramètres modulables dans le calcul du KAM. Dans ce travail, il est calculé sur une grille carrée à partir des 8 pixels voisins (4 premiers + 4 seconds) avec $\alpha_{\text{seuil}} = 5°$. Des valeurs importantes du KAM indiquent la présence de gradients d'orientation qui sont souvent reliés aux dislocations géométriquement nécessaires (GND) [67].

Déformation et contrainte déviatorique. La forme de la maille cristallographique n'étant connue qu'à une dilatation homogène près, il n'est pas possible de calculer les composantes du tenseur total des déformations sans mesures complémentaires. En prenant une maille cristalline de volume V_0 comme référence, on peut déterminer la valeur du facteur de proportionnalité ($||a_1||$ dans l'équation 2.52) pour lequel le volume de la maille déformée est le même que celui de la maille de référence. Ceci permet de déterminer les composantes ${\varepsilon^d}_{ij}$ du tenseur déviatorique des déformations élastiques. En pratique, dans le cadre d'un formalisme en petites transformations, il est calculé par la relation suivante [122] :

$$\forall (i,j) \in [1,3] \quad {\varepsilon^d}_{ij} = \frac{T_{ij} + T_{ji}}{2} - \mathrm{I}_{ij} \tag{2.56}$$

avec I, la matrice identité et $T = A \cdot A_0^{-1}$ et A, la matrice qui exprime les coordonnées des vecteurs de base a_i (i = 1, 2, 3) du réseau cristallin dans un repère orthonormé $\hat{\mathrm{e}}_i^{\mathrm{C}}$ (i = 1, 2, 3) tel que a_1 est colinéaire à $\hat{\mathrm{e}}_1^{\mathrm{C}}$, a_2 est dans le plan défini par $\hat{\mathrm{e}}_1^{\mathrm{C}}$ et $\hat{\mathrm{e}}_2^{\mathrm{C}}$.

$$T = \begin{bmatrix} \frac{||a_1||}{||a_0||} & \frac{||a_2||\cos\alpha_3}{||a_0||} & \frac{||a_3||\cos\alpha_2}{||a_0||} \\ 0 & \frac{||a_2||\sin\alpha_3}{||a_0||} & \frac{-||a_3||\sin\alpha_2\cos\beta_1}{||a_0||} \\ 0 & 0 & \frac{1}{||a_0||||b_3||} \end{bmatrix} \tag{2.57}$$

Le tenseur de contraintes est obtenu d'abord dans le repère du cristal en utilisant la loi de Hooke, puis par changement de base dans le repère de l'échantillon.

Déformation et contrainte totale. La détermination des composantes des tenseurs totaux de déformations élastiques nécessite la connaissance de l'ensemble des 6 paramètres de la maille cristalline déformée et donc la valeur $||a_1||$ (Equation 2.52). Pour cela, nous utilisons la loi de Bragg qui relie les distances interréticulaires et les longueurs d'onde en condition de diffraction :

$$d_{hkl} = \left(\sum_{i,j=1}^{3} h_i\, h_j\, g_{ij}^{*} \right)^{-1/2} = \frac{m\lambda_q}{2\sin\theta_q} = \frac{hc}{E_q} \frac{m}{2\sin\theta_q} \tag{2.58}$$

où m est l'ordre de la réflexion, E_q, l'énergie de la réflexion, h, la constante de Planck, c, la vitesse de la lumière et $g^*_{ij} = b_i \cdot b_j$, les composantes du tenseur métrique du réseau réciproque. L'équation 2.50 montre qu'il peut s'écrire sous la forme $g^*_{ij} = ||b_1||^2 m_{ik} m_{jl} \delta_{kl} = ||b_1||^2 g'^*_{ij}$. L'équation 2.58 permet de déduire la valeur de $||b_1||$:

$$||b_1|| = \left(\frac{hc}{E_q} \frac{m}{2 \sin\theta_q} \sqrt{\sum_{i,j=1}^{3} h_i \, h_j \, g'^*_{ij}} \right)^{-1} \tag{2.59}$$

Et enfin, celle de $||a_1||$ qui est son inverse. Le paramètre de maille manquant après l'analyse du cliché de Laue peut donc être déterminé par la mesure de l'énergie d'une seule tache de diffraction. Dans ce travail de thèse, cette énergie est déterminée en utilisant un détecteur de fluorescence [104] et la méthode « Rainbow » [107] de la manière explicitée dans la suite.

2.5.2.3 Détermination de l'énergie des taches de diffraction

Mesure de fluorescence X. Après l'indexation du cliché de Laue, collecté par le détecteur (CCD_2) situé au-dessus de l'échantillon, le logiciel *LaueTools* est utilisé pour simuler les faisceaux diffractés en direction du détecteur de fluorescence (FD) situé sur le côté de l'échantillon (cf. figure 2.13). Le détecteur FD est ensuite translaté de telle manière à ce qu'il intercepte l'intensité diffractée pour une réflexion préalablement choisie en fonction de la phase de l'alliage (γ ou γ') que nous souhaitons étudier. Un spectre est finalement enregistré en comptant plusieurs centaines de secondes selon le type de réflexion (fondamentale ou de surstructure). Les valeurs exactes sont indiquées dans le tableau 2.6 pour chaque campagne de mesure. Comme illustré sur la figure 2.16, le spectre contient en plus du pic de Bragg $(31\bar{5})$, toute une série de pic correspondant aux transitions K, L, et M des différents éléments chimiques contenus dans l'alliage. Nous observons aussi sur la figure 2.16, que le pic de Bragg n'est plus visible lorsque le détecteur est déplacé en dehors du faisceau diffracté (courbe noire). La position (en canal) des pics de fluorescence sur le spectre ainsi que leur énergie théorique permettent de définir une relation canal-énergie puis de déterminer précisément l'énergie du pic de Bragg. La calibration est effectuée à l'aide des raies K_α du titane, chrome, fer, molybdène et zirconium et des raies K_β du titane, chrome et nickel. La relation canal-énergie est réalisée via un polynôme d'ordre 2 afin de prendre en compte les effets de non linéarité du détecteur. Cette calibration est réalisée sur chaque spectre collecté.

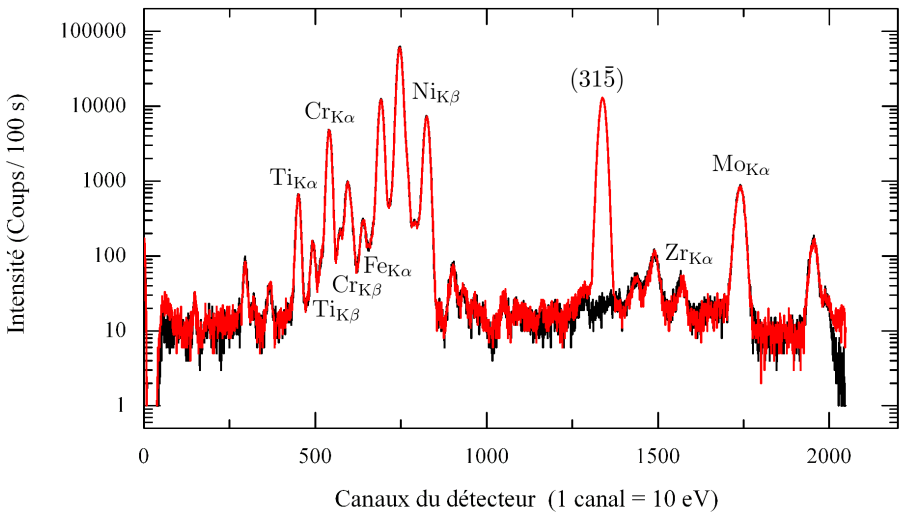


FIGURE 2.16 – Spectre de fluorescence X : intensité en fonction des canaux du détecteur de fluorescence X (1 canal ≈ 10 eV). La courbe rouge (—) représente le spectre obtenu sur le pic de diffraction $(31\bar{5})$ et la courbe noire (—) en dehors du pic de diffraction $(31\bar{5})$.

Mesures par la méthode du cristal tournant (« Rainbow »). Le faisceau direct est diffracté par le cristal de diamant avant d'être focalisé sur l'échantillon par les miroirs KB (cf. figure 2.13). Dans la gamme d'énergie utilisée (5-22 keV), plus d'une cinquantaine de réflexions d'indices de Miller notés $(hkl)_{dia}$ dans la suite, se produisent. Chacune d'entre elle est associée à une longueur d'onde du faisceau incident définie par la loi de Bragg. Lorsque le cristal de diamant est tourné autour d'un axe noté θ_{dia} dans la suite, quasiment perpendiculaire à la direction du faisceau incident (Figure 2.13), l'angle d'attaque du faisceau par rapport aux plans diffractants (donc l'angle de Bragg) change. En conséquence, la longueur d'onde du faisceau incident associée à la réflexion change aussi pour chaque réflexion $(hkl)_{dia}$. La figure 2.17 présente les relations entre la valeur de l'angle θ_{dia} et l'énergie d'environ 50 réflexions les plus intenses. Les couleurs correspondent aux différentes familles de plans cristallographiques.

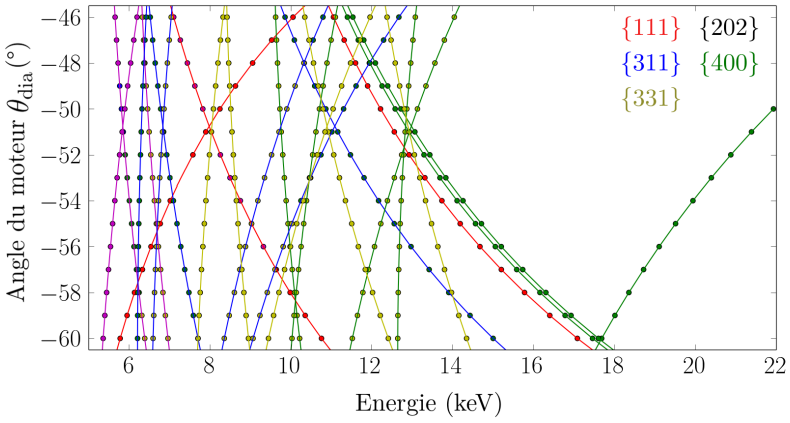


FIGURE 2.17 – Courbe de calibration permettant d'obtenir l'énergie des réflexions du cristal de diamant en fonction de l'angle du moteur θ_{dia} (cf. figure 2.13) pour différents plans de diffraction (hkl) du cristal de diamant.

Pour résumer, la diffraction du cristal de diamant prélève du faisceau direct des photons d'énergie bien déterminée qui varie en fonction de son angle de rotation θ_{dia}. Si, durant un balayage angulaire du cristal de diamant, l'énergie des photons prélevés par le cristal de diamant correspond à l'énergie d'une tache de diffraction $(hkl)_{ech}$ du cliché Laue associé à l'échantillon, alors l'intensité intégrée de la tache de diffraction sera moindre que lorsqu'il n'y a pas correspondance entre les énergies de la réflexion $(hkl)_{ech}$ de l'échantillon et celle de la réflexion $(hkl)_{dia}$ du cristal de diamant. Ce type d'atténuation (« dip » en anglais) est représenté la figure 2.18 pour un échantillon de germanium non contraint. Le temps d'acquisition est de l'ordre de 40 minutes. Les lignes verticales correspondent aux valeurs d'angles θ_{dia} attendus pour l'atténuation de l'intensité de quatre réflexions du germanium. Les figures 2.18a et 2.18b sont obtenues respectivement avant et après le raffinement de la matrice d'orientation du diamant. Nous observons aussi que plusieurs taches de diffraction du même cliché Laue peuvent être atténuées pendant le même balayage angulaire du cristal de diamant. En utilisant la valeur théorique de l'énergie des réflexions de l'échantillon et la courbe de calibration 2.17, nous pouvons déterminer quelle réflexion du cristal de diamant cause l'atténuation des taches de diffraction de l'échantillon puis déterminer leur énergie précisément. L'intérêt de la méthode est de pouvoir mesurer l'énergie de plusieurs taches de diffraction et donc de calculer des valeurs d'incertitude sur le paramètre $||b_1||$ et donc sur celui de $||a_1||$ (Equation 2.59).

La mise en oeuvre de la méthode « Rainbow » nécessite une phase de calibration en s'appuyant sur l'enregistrement des clichés de Laue :

- du monocristal de diamant pour quelques angles de rotation θ_{dia} (CCD_1 sur la figure 2.13) afin de déterminer la matrice d'orientation du diamant dans le repère du laboratoire.
- d'un monocristal de germanium non contraint de paramètres de maille connus (CCD_2 sur

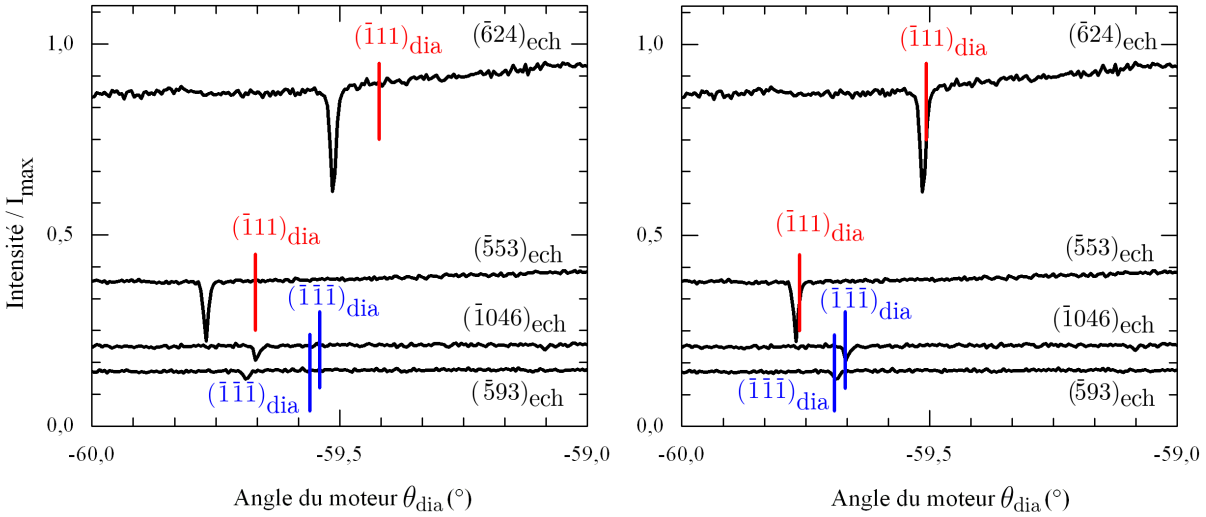


FIGURE 2.18 – (a) « Dips » expérimentaux et théoriques avant (a) et après (b) raffinement de la calibration pour les pics de diffraction du germanium non contraint ($\bar{6}24$), ($\bar{5}53$), ($\bar{1}046$) et ($\bar{5}93$). Les pics de diffraction à l'origine de cette diminution sont les pics ($\bar{1}11$) et ($1\bar{1}\bar{1}$) du cristal de diamant.

la figure 2.13) pour observer des atténuations qui serviront à raffiner les valeurs de la matrice d'orientation du diamant de telle sorte que les atténuations théoriques et observées se produisent au même angles θ_{dia}.

Cette phase de calibration avec le monocristal de germanium a nécessité l'utilisation de codes de calculs (*Python*) développés par Odile Robach et Jean-Sébastien Micha. Elle doit être réalisée avant la collection des clichés de Laue des échantillons d'intérêt car les largeurs à mi-hauteur des « dips » d'atténuation est inférieure à 0,1°. Il est couteux en temps de collecter des clichés de Laue avec un pas de 0,025° sur l'angle θ_{dia} sur un intervalle d'angle de plusieurs degrés afin d'observer plusieurs atténuations. Le fait de pouvoir prédire assez précisément la position des atténuations avant la mesure permet de choisir les taches de diffraction qui seront les plus atténuées et qui ne seront pas associées à plusieurs longueurs d'onde du faisceau incident (harmoniques) et donc de gagner du temps.

2.5.2.4 Analyse des incertitudes

L'incertitude de mesure dépend de plusieurs paramètres comme la calibration, les paramètres utilisés pour l'indexation, la qualité de l'échantillon analysé. Dans cette thèse, nous avons évalué l'incertitude de mesure comme une dispersion autour d'une valeur moyenne pour différents paramètres d'indexation sur un échantillon n'ayant subi aucun traitement extérieur. Les indicateurs sur lequel nous nous sommes basés pour évaluer la qualité de l'indexation sont les suivants :

- le nombre de pics indexés supérieur à 12 pics. L'incertitude sur la valeur de la déformation diminue avec le nombre de pics indexés [125] ;
- la déviation moyenne des positions théoriques/observées des pics inférieur à 1 pixel ;
- la forme des pics de diffraction. La détermination des positions des pics est plus erronée pour un pic élargi que pour un pic non élargi ;
- l'intensité totale du cliché de Laue. Si deux zones de la cartographie finale sont issues de clichés possédant des intensités totales différentes (double), une variation des niveaux de déformations peut être observée. Dans le dépouillement d'une cartographie, nous nous assurons que cette intensité ne varie pas d'une mesure à l'autre.

Lors de nos campagnes de mesures, l'incertitude associée aux coefficients de la matrice M ou UB de l'équation 2.50 est évaluée à 2×10^{-4}. Cette erreur est équivalente à une imprécision de 0,02° sur l'orientation et la désorientation et de 2×10^{-4} sur la déformation déviatorique. L'incertitude de mesure retenue dans la littérature est de 5×10^{-5} sur la déformation dans les conditions optimales d'expérience [168]. L'incertitude sur les valeurs de la contrainte déviatorique est évaluée pour différentes matrices de rigidité explicitées dans le paragraphe suivant. Quelles que soient les composantes c_{ij} utilisées, l'incertitude de 2×10^{-4} sur la déformation déviatorique se propage avec une incertitude inférieure à 40 MPa sur la contrainte déviatorique.
La précision des mesures en énergie affecte les composantes diagonales des tenseurs totaux de déformation et de contrainte. L'incertitude sur les coefficients non diagonaux est celle des tenseurs déviatoriques soit 2×10^{-4} et 40 MPa. La mesure de l'énergie par la mesure de fluorescence X donne une précision de 15 eV. Cette précision se traduit par une erreur de 1×10^{-3}Å sur les paramètres de maille du réseau cristallin, de $1,5 \times 10^{-3}$ et de 500 MPa respectivement sur les composantes diagonales des tenseurs totaux de déformations et contraintes. L'incertitude obtenue sur les paramètres de maille est proche de la littérature pour un monocristal de germanium ou dans un grain d'UO_2 [104]. Avec la méthode du cristal de diamant, la mesure de l'énergie est précise à 3 eV. Cependant, une certaine disparité existe en fonction de la réflexion analysée, donnant lieu à une différence pouvant aller jusqu'à $\pm 3 \times 10^{-3}$Å sur les paramètres de maille. Finalement, même si la mesure de l'énergie est plus précise avec cette méthode, l'incertitude obtenue sur les valeurs des paramètres de maille, de déformations et de contraintes totales est similaire à la mesure de fluorescence X due à cette disparité. L'évaluation de cette incertitude ainsi que la comparaison entre les deux méthodes seront détaillées dans le chapitre 4.

2.5.3 Paramètres matériaux utilisés pour la détermination des déformations et des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X

Dans les paragraphes précédents, nous avons décrit les méthodes d'analyse par diffraction des rayons X mises en œuvre pour déterminer les paramètres de la maille cristallographique (moyenne), que l'on considère comme jauge de déformation. Ensuite, ces paramètres sont mis en regard de ceux correspondant à une maille cristallographique de référence pour déterminer les composantes du tenseur de déformation élastique. Enfin, les modules d'élasticité de l'alliage permettent de calculer les composantes du tenseur de contrainte en utilisant la loi de Hooke.

2.5.3.1 Paramètres de maille de l'état de référence

Les paramètres de maille non contraints des phases γ et γ' ont été déterminés après attaque chimique dans un alliage N18 caractérisé par une taille de grains moyenne de 10 µm et trois populations de précipités γ' de taille 4,3 (± 1,8) µm, 0,21 (± 8) µm et 0,02 (± 1) µm [17]. Bien que les microstructures visées dans ce travail soient différentes par la taille et la population de précipités γ', nous supposons que les températures de formation sont comparables. C'est pourquoi dans les calculs de déformation, les valeurs de paramètres de maille cubique des phases γ et γ' publiées par Wlodek *et al.* [17] sont utilisées pour définir l'état de référence. Le paramètre de maille moyen de l'alliage de référence est obtenu en considérant une moyenne pondérée par les fractions volumiques des phases (loi des mélanges). Le tableau 2.7 résume l'ensemble des paramètres de maille cubiques utilisés dans la suite.

TABLEAU 2.7 – Paramètres de la maille cristallographique cubique utilisés pour définir l'état de référence non contraint associé aux phases γ, γ' et à l'alliage moyen.

	phase γ	phase γ'	alliage moyen
a_0 (Å)	3,5873	3,5980	3,5921

2.5.3.2 Tenseur des constantes élastiques et CER

Comme explicité plus haut, nous nous plaçons dans le cadre de l'élasticité cubique. Que ce soit pour la méthode des « $\sin^2\psi$ » ou la microdiffraction Laue, il est nécessaire de connaître le tenseur des constantes élastiques ou tenseur des rigidités du monocristal non contraint associé à chaque phase. Pour l'alliage étudié, cette donnée n'est pas disponible dans la littérature en raison des difficultés expérimentales à fabriquer un alliage monocristallin de composition chimique identique à l'alliage N18. De plus, même si des mesures de constantes d'élasticité radiocristallographiques ont été réalisées dans le cadre du stage de Benrabah [144] en utilisant la méthode des « $\sin^2\psi$ », la précision des mesures (Annexe A) nous pousse à recourir à des approximations pour les évaluer à partir des modules d'élasticité macroscopique (module d'Young et coefficient de Poisson). Le travail expérimental ou numérique nécessaire à la détermination des modules d'élasticité de chaque phase dépassant les objectifs de ce travail de thèse. De fait, nous avons choisi d'utiliser les même modules d'élasticité pour les deux phases γ et γ' (élasticité homogène anisotrope).

Monocristal. En moyennant les tenseurs de rigidité et de souplesse sur l'ensemble des orientations possibles des cristallites, les modules d'élasticité isotropes E, μ, ν du polycristal sont calculés en fonction des modules d'élasticité $\{c_{ij}\}$ et $\{s_{ij}\}$ du monocristal cubique dans l'approximation de Voigt (V) et de Reuss (R) [169] :

$$\begin{cases} E^V = -\dfrac{(c_{11}c_{12}+3c_{44})\,(c_{11}+2c_{12})}{2c_{11}+3c_{12}+c_{44}} & E^R = \dfrac{5}{3s_{11}+2s_{12}+s_{44}} \\ \nu^V = -\dfrac{2c_{11}+4c_{12}-2c_{44}}{4c_{11}+6c_{12}+2c_{44}} & \nu^R = -\dfrac{2s_{11}+8s_{12}-s_{44}}{6s_{11}+4s_{12}+2s_{44}} \\ \mu^V = \dfrac{c_{11}-c_{12}+3c_{44}}{5} & \mu^R = \dfrac{5}{4s_{11}-4s_{12}+3s_{44}} \end{cases} \tag{2.60}$$

Le coefficient de Zener $A = 2c_{44}/(c_{11}-c_{12})$ permet de quantifier l'anisotropie élastique du monocristal [1]. Si on considère que les coefficients E, ν, A soit des quantités fixées, alors les modules d'élasticité $\{c_{ij}\}$ et $\{s_{ij}\}$ peuvent être calculés à partir de la série d'équations 2.60. Nous obtenons :

$$\begin{cases} c_{11}^V = E\,\dfrac{A+4+(A-6)\nu}{(3A+2)(1+\nu)(1-2\nu)} & c_{11}^R = \dfrac{E}{5A}\,\dfrac{3A+2-(A+4)\nu}{(1-2\nu)(1+\nu)} \\ c_{12}^V = E\,\dfrac{A-1+(A+4)\nu}{(3A+2)(1+\nu)(1-2\nu)} & c_{12}^R = \dfrac{E}{5A}\,\dfrac{A-1+(3A+2)\nu}{(1-2\nu)(1+\nu)} \\ c_{44}^V = EA\,\dfrac{5}{2(3A+2)(1+\nu)} & c_{44}^R = \dfrac{E}{10}\,\dfrac{2A+3}{1+\nu} \end{cases} \tag{2.61}$$

Nous pouvons aussi utiliser le formalisme du modèle d'Eshelby-Kröner pour déterminer les coefficients des tenseurs de rigidité ou de souplesse du monocristal en utilisant les relations suivantes :

$$\begin{cases} E = \dfrac{9KG}{3K+G} \\ \nu = \dfrac{3K-2G}{6K+2G} \\ A = \dfrac{2c^{\mathrm{C}}{}_{44}}{c^{\mathrm{C}}{}_{11}-c^{\mathrm{C}}{}_{12}} = \dfrac{\mu}{\nu'} \\ G^3 + \dfrac{1}{8}\left(9K+4\nu'\right)G^2 - \dfrac{1}{8}\left(3K+12\nu'\right)\mu G - \dfrac{3}{4}K\mu\nu' = 0 \end{cases} \tag{2.62}$$

1. L'utilisation de l'approximation de Reuss ici n'est pas la même que celle utilisée pour la détermination des constantes d'élasticité radiocristallographiques. En effet, il s'agissait d'une moyenne sur les cristallites en condition de diffraction alors qu'ici, il s'agit d'une moyenne des souplesses sur toutes les orientations possibles des cristallites.

avec $3K = {c^{\mathrm{C}}}_{11} + 2{c^{\mathrm{C}}}_{12}$, $2\nu' = {c^{\mathrm{C}}}_{11} - {c^{\mathrm{C}}}_{12}$ et $\mu = {c^{\mathrm{C}}}_{44}$. La résolution du système de 4 équations à 4 inconnues donne :

$$\nu'^{\pm} = \frac{-b \pm \sqrt{b^2 - 4ac}}{2a} \text{ avec } \begin{cases} a = 6A\,(K + 2G) \\ b = 4G\,(G - 3KA) \\ c = G^2\,(8G + 9K) \end{cases} \tag{2.63}$$

Finalement,

$${c^{\mathrm{C}\pm}}_{11} = \frac{3K + 4\nu'^{\pm}}{3}; \quad {c^{\mathrm{C}\pm}}_{12} = \frac{3K - 2\nu'^{\pm}}{3}; \quad {c^{\mathrm{C}\pm}}_{44} = A\nu'^{\pm} \tag{2.64}$$

Le tableau 2.8 reporte les valeurs des coefficients du tenseur des rigidités obtenues avec $E = 216$ GPa, $\nu = 0{,}3$ et $A = 2{,}8$. Cette dernière correspond à celle du superalliage monocristallin AM1. Nous observons que la différence entre l'approximation de Voigt et de Reuss sur ces coefficients est de l'ordre d'une dizaine de GPa. Ce dernier cause une incertitude de l'ordre de 40 MPa sur les contraintes déviatoriques lorsque la déformation vaut 2×10^{-4} avec la microdiffraction Laue.

TABLEAU 2.8 – Coefficients du tenseur des rigidités (GPa) du monocristal de l'alliage N18 calculés à partir de $E = 216$ GPa, $\nu = 0{,}3$ et $A = 2{,}8$ dans le cadre des modèles de Voigt, Reuss et Kröner.

	Voigt	Kröner	Reuss
${c^{\mathrm{C}}}_{11}$ (GPa)	233	239	248
${c^{\mathrm{C}}}_{12}$ (GPa)	153	150	146
${c^{\mathrm{C}}}_{44}$ (GPa)	112	124	143

Polycristal. Pour déterminer les constantes d'élasticité radiocristallographiques S_1^{CER} et $\frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}$, nous utilisons les équations 2.17 et 2.19 avec les coefficients du tenseur des rigidités calculés avec l'approximation de Reuss, les équations 2.25 et 2.27 avec ceux calculés avec l'approximation de Voigt et l'équation 2.31 avec ceux calculés avec l'approximation de Kröner. Les résultats sont présentés sur la figure 2.19. Les courbes bleues correspondent à l'équation 2.41 avec le coefficient d'anisotropie radiocristallographique $A_{RX} = 1{,}52$ déterminé par Bollenrath *et al.* [153] sur un polycristal de nickel avec le modèle de Kröner et S_1^{CER} et $\frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER}$ calculées avec $E = 216$ GPa, $\nu = 0{,}3$. Cette valeur du coefficient A_{RX} est aussi en accord avec les mesures réalisées sur le superalliage biphasé Waspaloy [92, 93] pour laquelle A_{RX} vaut 1,59 dans le cadre du modèle de Kröner.

Nous avons utilisé la famille de plan {311} pour déterminer les contraintes résiduelles avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » sur le diffractomètre l'Institut Jean Lamour avec une anode en cobalt. Dans la suite, les valeurs de constantes d'élasticité radiocristallographiques utilisées sont $\mathrm{S}_1^{CER} = -1{,}50 \times 10^{-6}$ MPa^{-1} et $\frac{1}{2}\mathrm{S}_2^{CER} = 6{,}35 \times 10^{-6}$ MPa^{-1}. Ces valeurs sont issues de l'équation 2.41 avec $E = 216$ GPa, $\nu = 0{,}3$ et $A_{RX} = 1{,}52$, calculées avec le modèle de Kröner et sont très proches des valeurs avec $A_{RX} = 1{,}52$ déterminé par Bollenrath *et al.* [153] (quelques 10 MPa^{-1} d'écart).

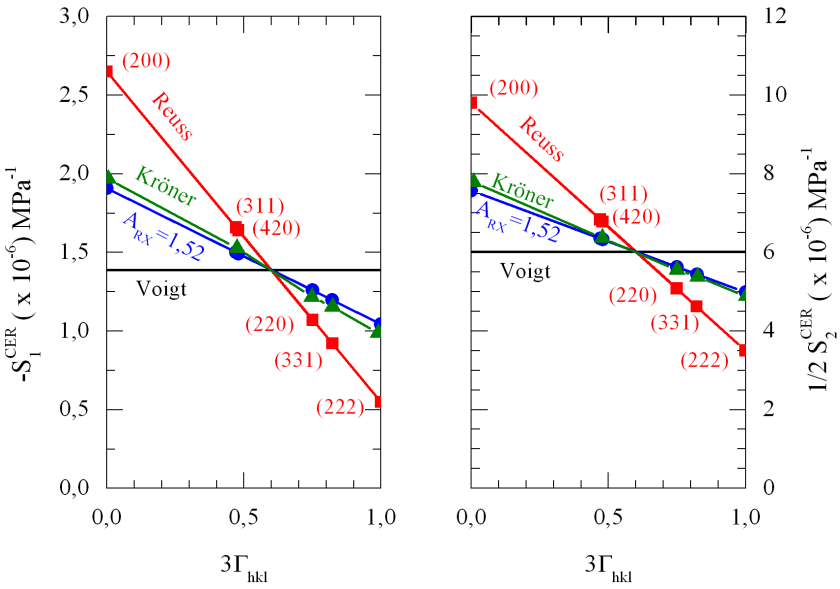


FIGURE 2.19 – Constantes d'élasticité radiocristallographiques calculées avec les modèles de Voigt, Reuss et Kröner pour un alliage possédant des propriétés élastiques macroscopiques isotropes caractérisé par $E = 216$ GPa et $\nu = 0{,}3$ et composé de cristallites avec une élasticité cubique dont le coefficient d'anisotropie A est de 2,8. La courbe bleue correspond à un calcul basé sur la détermination expérimentale du coefficient d'anisotropie A_{RX}.

2.6 Bilan

Une description des dispositifs expérimentaux, des données obtenues par chaque technique ainsi que leurs analyses a été effectuée dans ce chapitre. Le chapitre suivant, qui constitue le premier chapitre résultat, a pour but de fabriquer des microstructures modèles et de les caractériser par les moyens décrits dans ce chapitre.

3 Microstructures et propriétés mécaniques

Sommaire

3.1 Fabrication et caractérisation des microstructures modèles 66
3.1.1 Modification de la taille des grains γ 66
3.1.2 Modification de l'état de précipitation 71
3.1.3 Dureté 75
3.1.4 Traction monotone 76
3.2 Cinétique d'évolution de la phase γ' 78
3.2.1 Effet de la vitesse de chauffage 78
3.2.1.1 Cas du chauffage à 2°C.min^{-1} 79
3.2.1.2 Effet de la vitesse de chauffage (2°C.min^{-1} et 60°C.min^{-1}) . . 79
3.2.1.3 Comparaison à la modélisation 81
3.2.2 Effet de la microstructure initiale 84
3.2.3 Discussion 86
3.3 Effets du grenaillage, d'un maintien isotherme et de la fatigue sur l'état microstructural et la dureté 90
3.3.1 Grenaillage 91
3.3.1.1 Etat microstructural 91
3.3.1.2 Microdureté 93
3.3.2 Effet des traitements thermiques et thermomécaniques sur la dureté . . 94
3.4 Bilan 95

Ce chapitre est principalement consacré à la caractérisation microstructurale et mécanique des quatre microstructures modèles, qui diffèrent significativement en termes de taille moyenne de grains γ (T_γ) et de précipités γ' ($T_{\gamma'}$). Les différents chemins thermiques empruntés ont permis d'obtenir une taille de grains γ de 40 µm ou de 62 µm. Pour chaque taille, les précipités γ' secondaires ont une taille moyenne de 200 nm ou de 2000 nm. Les différentes pistes explorées pour augmenter de manière homogène la taille des grains de l'alliage brut de réception et modifier l'état de précipitation intragranulaire sont décrits dans la première partie de ce chapitre. La dureté et le comportement mécanique sous sollicitation monotone en température des quatre microstructures modèles retenues sont ensuite discutés.
Dans un second temps, nous avons étudié les cinétiques de dissolution et de précipitation de la phase γ' lors d'une sollicitation thermique. Ces cinétiques ont été suivies *in situ* par résistivité électrique. Les mesures ont ensuite été confrontées le modèle de germination-croissance-coalescence développé par Gayraud, Boittin et Perrut [8,16]. Les résultats de cette étude ont été obtenus dans le cadre des stages de master de Benrabah [144] et de Guernaoui [145] à l'Institut Jean Lamour (SI2M).
Enfin, les modifications générées par les traitements thermiques et thermomécaniques des différentes microstructures (grenaillage, grenaillage suivi d'un maintien isotherme ou d'un essai de fatigue oligocyclique) sont discutées en s'appuyant sur des observations microstructurales et des mesures de microdureté.

3.1 Fabrication et caractérisation des microstructures modèles

Pour rappel, les échantillons ont été prélevés dans un disque de turbine de moteur élaboré par métallurgie des poudres et ayant subi le traitement thermique standard appliqué par l'industriel (Safran Aircraft Engines). La microstructure initiale possède une taille moyenne des grains de 10 µm et trois populations de précipités γ' (primaires, secondaires et tertiaires) dont la fraction volumique totale est proche de 55 % (cf. chapitre 2, paragraphe 2.1).

3.1.1 Modification de la taille des grains γ

L'objectif est d'obtenir deux tailles de grains γ significativement différentes par des traitements de mise en solution. Le travail bibliographique (cf. chapitre 1) nous a permis d'identifier deux leviers pour augmenter la taille de grains γ :

- le nombre de palier de mise en solution ;
- la vitesse de chauffage précédant le ou les paliers de mise en solution.

Dans une étude préliminaire, nous avons effectué trois traitements thermiques avec une vitesse de chauffage de 50°C.h^{-1}, de 10°C.min^{-1} et 60-100°C.min^{-1} (enfournement dans un four chaud) suivi d'un maintien isotherme en « supersolvus » à 1205°C pendant 4 heures et d'un refroidissement à l'air de l'ordre de 150-250°C.min^{-1} (d'après [49]). Nous avons observé une croissance anormale de grains lorsque la vitesse de chauffage est lente (cf. annexe D.1) en raison d'une dissolution complète des précipités γ' primaires. En revanche, les précipités γ' primaires présents aux joints des grains entravent la croissance anormale lorsque la vitesse de chauffage est rapide. Des résultats similaires sont obtenus par Menon *et al.* sur le superalliage René 95 [170]. De fait, nous avons choisi la vitesse de chauffage la plus rapide, ce qui correspond à un enfournement dans un four chaud c'est-à-dire une vitesse comprise entre 60°C.min^{-1} et 100°C.min^{-1}.

Température et temps de mise en solution. La mise en solution est réalisée dans un intervalle de température délimité par les températures de dissolution des précipités γ' primaires ($T_{\text{solvus}\,\gamma'_I}$) et de brûlure de l'alliage ($T_{\text{brûlure}}$). Pour l'alliage N18, cet intervalle est compris entre 1195°C et 1210°C limitant ainsi le choix de la température de mise en solution. La microstructure

issue d'un maintien isotherme de 4 heures à 1215°C (au-dessus de la température de brûlure) est présentée sur la figure 3.1. Nous observons la présence de porosités aux joints de grains triples. Ces porosités sont dues à la contraction au refroidissement d'une ou plusieurs phases liquides aux températures supérieures à 1215°C et occasionnent une dégradation des propriétés mécaniques de l'alliage.

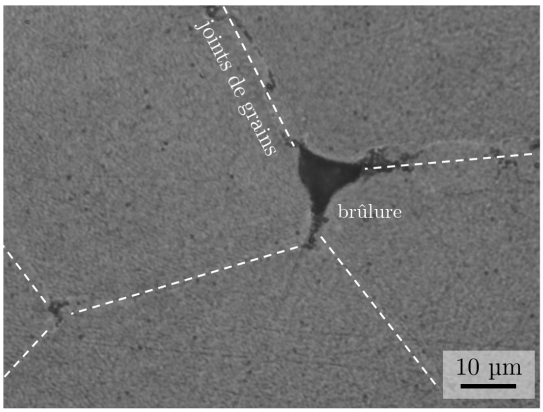
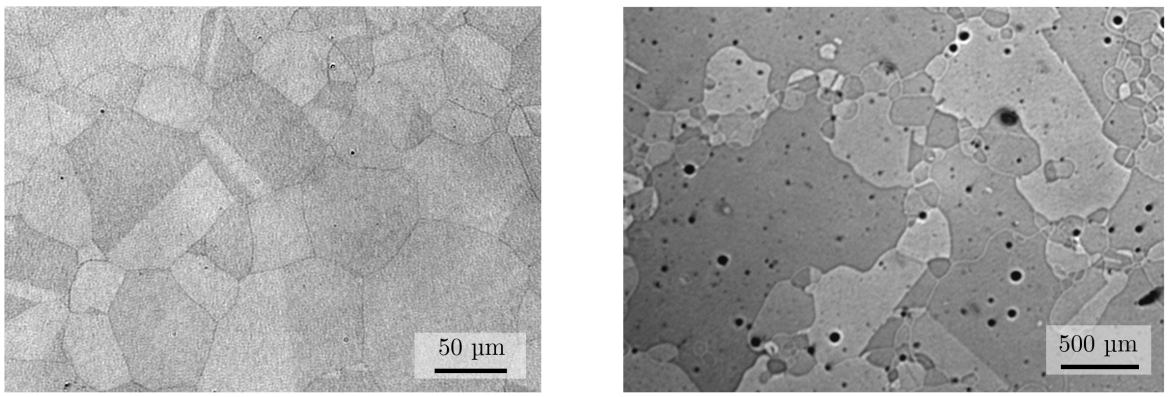


FIGURE 3.1 – Micrographie obtenue par microscopie optique illustrant une brûlure située à un joint de grains triple.

Pour éviter la brûlure de l'alliage, nous avons fixé une température de mise en solution à 1205°C. Ainsi, un maintien isotherme de 4 heures à 1205°C conduit à une taille moyenne des grains γ de 40 µm avec une distribution comprise entre 5 µm et 150 µm (Figure 3.2a). Un maintien isotherme prolongé (120 heures) conduit à une croissance anormale de grains avec une distribution en taille très large comprise entre 20 µm et 2 mm (Figure 3.2b). Cette croissance anormale est aussi observée par Takahashi *et al.* sur l'alliage N18 pour un traitement en « supersolvus » à 1200°C pendant 8 heures [40]. La croissance anormale est néfaste sur les propriétés en traction et en fatigue LCF [58, 171].



(a) (b)

FIGURE 3.2 – Grains γ observés au microscope optique après (a) 4h de maintien isotherme et (b) 120h à 1205°C depuis l'état brut de réception. Les taches noires correspondent aux porosités issues du processus d'élaboration du disque de turbine.

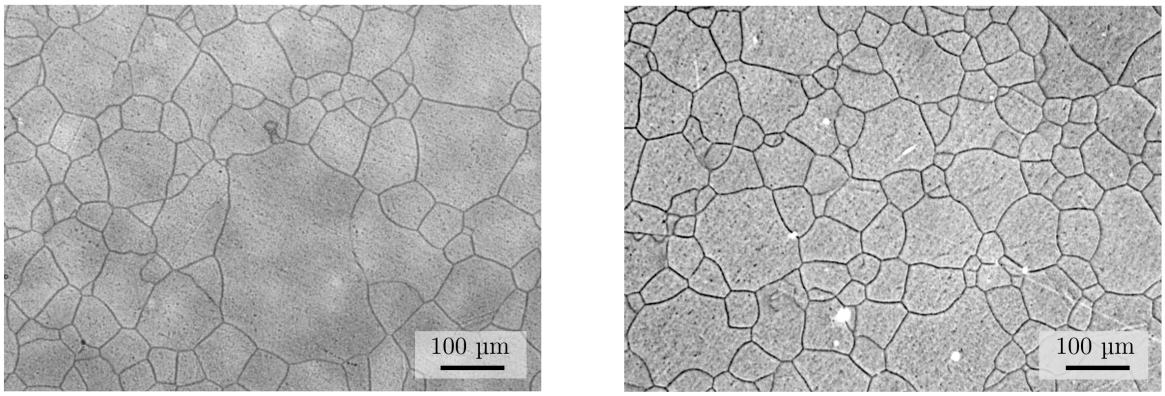
Mise en solution à double paliers. Les travaux de Schirra *et al.* [32] et ceux de Thibault [33] ont montré qu'une mise en solution préalable en « subsolvus » permet de doubler la taille des grains γ en comparaison à une mise en solution directe « supersolvus » pour les alliages SR3, KM4 et NR6. Pour notre alliage, nous nous sommes inspirés à la fois de ces résultats et d'un

brevet déposé conjointement par l'ONERA et SNECMA [39] définissant les gammes de vitesse de déformation et de température requises lors du forgeage d'un disque en alliage N18 ainsi que les paramètres des traitements thermiques permettant d'éviter une croissance anormale des grains. Une température de mise en solution en « subsolvus » comprise entre $T_{\text{solvus}\,\gamma'_I} - 90°C$ et $T_{\text{solvus}\,\gamma'_I} - 30°C$ est recommandée, c'est-à-dire entre 1105°C et 1165°C pour notre alliage. Nous avons donc effectué des mises en solution « subsolvus » de 120 heures à différentes températures suivies d'une mise en solution « supersolvus » de 4h ou 120h à 1205°C. Un retour à température ambiante est effectué entre les deux maintiens et les échantillons sont enfournés dans un four chaud (60-100°C.min^{-1}) pour les deux mises en solution. La plus grande taille moyenne des grains γ est obtenue pour une mise en solution en « subsolvus » à 1130°C pendant 120h suivi d'un maintien isotherme « supersolvus » à 1205°C pendant 4h. La taille moyenne des grains obtenue par analyse EBSD est de 62 µm avec une distribution comprise entre 5 µm et 205 µm. L'augmentation de la température de mise en solution « subsolvus » ne modifie pas notablement la taille moyenne des grains γ mais accentue en revanche la disparité en taille. Une mise en solution de 120h à 1160°C suivie d'un maintien isotherme de 4h à 1205°C conduit à une taille moyenne des grains γ de 57 µm avec une distribution comprise entre 5 µm et 310 µm. De même, une augmentation du temps de maintien isotherme « supersolvus » ne modifie pas la taille des grains. Un traitement de 120h à 1130°C suivi de 120h à 1205°C donne une taille des grains de 59 µm. Aucune croissance anormale n'a été observée à l'issue de ce traitement, contrairement à une mise en solution directe de 120h à 1205°C. La mise en solution préalable « subsolvus » semble donc inhiber la croissance anormale des grains (Annexe D.1). A notre connaissance, aucune explication n'est disponible dans la littérature.

En résumé, la mise en solution préalable de 120h à 1130°C permet de faire croitre notablement les grains γ sans croissance anormale, avec un différentiel de 22 µm en moyenne en comparaison à une mise en solution directe en « supersolvus ».
Il est à noter que les travaux de Takahashi *et al.* [40] ont permis de montrer qu'une mise en solution de 30 minutes en « supersolvus » à 1200°C suivi d'un maintien isotherme de 4h en « supersolvus » 1180°C, sans préciser la vitesse de chauffage, conduit à une taille moyenne des grains γ de 80 µm dans le cas de l'alliage N18. Nous avons reproduit le même chemin thermique, en enfournant les échantillons dans un four chaud, sans succès puisque nous avons obtenu une taille moyenne des grains γ de 45 µm (cf. annexe D.4.1). Nous attribuons cet écart à la différence de taille des poudres initialement utilisées pour fabriquer l'alliage : tamisage à 73 µm pour Takahashi *et al.* et 53 µm dans notre cas.

Influence de la vitesse de chauffage. L'étude bibliographique [36,37] ainsi que les résultats montrés ci-dessus et dans l'annexe D montrent qu'une vitesse de chauffage lente peut conduire à une croissance anormale de grains et donc à une mobilité importante des joints de grains alors qu'une mise en solution à deux paliers inhibe cette croissance. Nous pouvons espérer rendre mobile les joints de grains par une vitesse de chauffage plus lente tout en contrôlant la croissance anormale en imposant une mise en solution à double palier. Nous avons reproduit le chemin thermique permettant d'obtenir une taille moyenne des grains de 62 µm (120h à 1130°C + 4h ou 120h à 1205°C) mais avec une vitesse de chauffage de 50°C.h^{-1} et sans retour à l'ambiante entre les deux mises en solution. Les micrographies correspondantes sont présentées sur la figure 3.3. Les tailles des grains γ sont d'environ 48 µm dans les deux cas avec une distribution de taille comprise entre 5 µm et 190 µm.

Discussion. Une trentaine de chemins thermiques a été testée au cours de cette thèse afin d'augmenter la taille des grains γ. Parmi l'ensemble des traitements de mise en solution réalisés,



(a) (b)

FIGURE 3.3 – Micrographies obtenues par microscopie optique pour les traitements suivants : (a) 120h à 1130°C + 4h à 1205°C. (b) 120h à 1130°C + 120h à 1205°C. Une vitesse de chauffage de 50°C.h^{-1} est appliquée pour atteindre chaque palier sans passer par la température ambiante entre les deux paliers.

les deux chemins thermiques permettant d'obtenir des tailles des grains γ différentes tout en évitant la croissance anormale sont :

- une mise en solution en « supersolvus » à 1205°C pendant 4 heures avec une vitesse de montée en température de 60°C.min^{-1}-100°C.min^{-1} (échantillon enfourné dans un four chaud)
- une première mise en solution de 120h à 1130°C puis de 4h à 1205°C. Les échantillons sont enfournés dans un four chaud et un retour à température ambiante est effectué entre les deux maintiens isothermes.

La figure 3.4 présente des cartographies EBSD obtenues pour ces deux chemins thermiques. Pour le premier chemin, la taille moyenne des grains γ est de 40 µm et varie entre 5 µm et 150 µm. Pour le second, la taille moyenne des grains est de 62 µm avec une distribution comprise entre 5 µm et 205 µm. On notera que la distribution de taille des grains γ pour le second chemin thermique est plus large.

En revanche, nous n'avons pas réussi à identifier un chemin thermique permettant de faire croitre plus fortement les grains. En effet, même si la différence de taille des grains est notable, elle risque d'être faible pour mettre en exergue plus facilement le rôle de la taille des grains sur les évolutions des champs de contraintes. Les deux raisons majeures identifiées sont la limitation en température de mise en solution due à la présence de particules aux « PPB » (Prior Particule Boundary) et la croissance anormale des grains.
Lorsque les superalliages sont fabriqués par métallurgie des poudres, on note la présence de particules aux anciennes limites des poudres et héritées du procédé de fabrication appelées particules aux « PPB ». Ces particules entravent la croissance des grains lors d'un traitement de mise en solution en « supersolvus ». De fait, la taille des grains γ maximale reste limitée à celle de la poudre initiale. Dans les travaux de Schirra *et al.* [32] et Thibaut [33], une mise en solution préalable en « subsolvus » a permis de modifier respectivement les tailles des grains de 25 µm à 53 µm et de 22 µm à 45 µm par rapport à une mise en solution directe. L'hypothèse émise par Thibault est que la mise en solution préalable en « subsolvus » permet de coalescer les particules aux « PPB » et de diminuer la force d'ancrage de Zener des joints des grains. Dans le cas des superalliages NR6 et N19, la taille moyenne des grains obtenue après la double mise en solution est respectivement de 50 µm et 25 µm alors que les poudres initiales ont été tamisées avec un pas de 75 µm et de 53 µm [33, 172]. On pourrait légitimement penser que l'hypothèse de Thibaut est fausse puisse la taille moyenne des grains n'atteint pas la taille maximale des poudres ini-

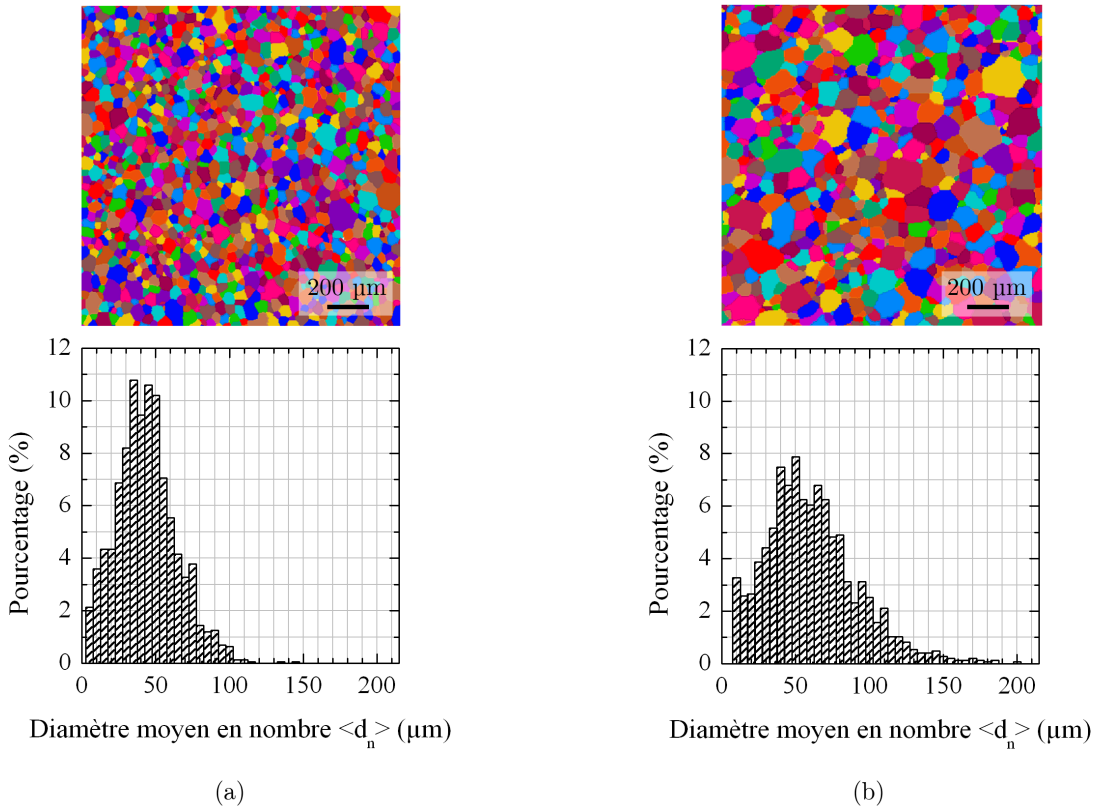


FIGURE 3.4 – Cartographies obtenues par analyse EBSD et distributions représentant la fraction en nombre des diamètres équivalents des grains γ (a) à l'issue d'une mise en solution directe (1205°C/4h) et (b) à l'issue d'une double mise en solution (1130°C/120h + 1205°C/4h). Les couleurs sur les cartographies sont choisies arbitrairement afin de visualiser les grains.

tiales. Cependant, la taille de chaque poudre initiale est différente et est inférieure à 75 µm, ce qui correspond au pas du tamis. Il faudrait connaitre exactement la distribution de taille des poudres initiales (avant mise en forme de l'alliage) pour appuyer ou invalider cette hypothèse. Dans notre étude, la taille des grains passe de 40 µm à 62 µm avec des poudres tamisées à 53 µm par l'industriel. Contrairement à l'alliage EP741NP [24] (cf. figure 1.4 page 9), nos observations au microscope électronique à balayage n'ont pas permis de déceler la présence de particules aux « PPB » ainsi que les limites des poudres initiales. Il nous est donc encore difficile d'expliquer clairement l'origine de la croissance des grains avec un traitement à double palier ainsi que les facteurs limitant la taille des grains.
En ce qui concerne la croissance anormale des grains, Soucail *et al.* ont proposé deux mécanismes dans le cas de l'alliage N18 [36–38] :

- Le premier mécanisme est dû à l'hétérogénéité d'écrouissage entre grains γ générée par le procédé de mise en forme de l'alliage, l'orientation cristallographique des grains, leur taille moyenne, leur distribution en taille et bien entendu l'énergie de joint de grains. La croissance anormale pourra donc intervenir suite à un traitement « subsolvus » ou à traitement « supersolvus » et pour des vitesses de chauffage lentes pour limiter la relaxation des contraintes. Dans notre cas, nous avons montré qu'une augmentation de la vitesse de chauffage conduit à une croissance anormale de grains.
- Le deuxième mécanisme est lié à la présence de précipités γ' primaires aux joints de grains, limitant ainsi la croissance anormale. La croissance anormale sera donc effective que lors d'une mise en solution en « supersolvus ». Dans notre cas, la croissance anormale de grains a été constatée lors d'une mise en solution directe en « supersolvus » de longue durée (120h),

et non dans le cas d'une mise en solution « subsolvus » puis « supersolvus » de 4h ou 120h. Cela tend à montrer que le traitement « subsolvus » contribue à homogénéiser l'état de contrainte interne du matériau et donc à limiter la croissance anormale des grains.

Bilan. Nous avons obtenu deux microstructures de taille moyenne des grains γ de 40 µm et de 62 µm en empruntant des chemins thermiques différents. Les principales difficultés que nous avons rencontrées sont :

- la croissance anormale. Les ébauches sont prélevées dans un disque de turbine en alliage N18 rebuté, dont la vitesse de déformation n'est pas la même en tout point de la pièce. En conséquence, en fonction de l'endroit où les ébauches sont prélevées, une croissance anormale peut avoir lieu lors du traitement de mise en solution en « supersolvus ».
- la limitation de la croissance des grains. Nous avons montré que dans le cas de notre alliage fabriqué par métallurgie des poudres, il n'est pas possible d'excéder la taille moyenne des grains de 62 µm en appliquant des traitements thermiques. Deux études annexes montrent qu'il est possible de dépasser cette limite en changeant certains paramètres du procédé de fabrication comme par exemple le pas du tamisage des poudres initiales (Annexe D.4.1). En effet, les traitements retenus par Takahashi *et al.* ne conduisent pas à la même taille de grains qu'avec notre ébauche [40]. La deuxième étude consiste à modifier les paramètres de forgeage (Annexe D.4.2). Nous avons aussi effectué les deux traitements retenus sur une ébauche avec des conditions de forgeage différentes fournie par Aubert et Duval et dont la taille initiale des grains est d'environ 80 µm. Ces deux traitements n'ont pas modifié significativement la taille des grains.

Les travaux tirés de la littérature montrent que la croissance des grains est plus facile pour un alliage fabriqué par la voie « coulée-forgée » (Figure 1.6 dans la chapitre 1). En revanche, cette méthode de fabrication aurait posée d'autres problèmes comme l'homogénéité chimique des échantillons et la sensibilité de la taille des grains à une différence de température de quelques degrés qui auraient aussi nécessité tout un travail de développement et d'optimisation en dehors du cadre de cette thèse. C'est pourquoi, même si les tailles de grains obtenues différent seulement d'un facteur 1,5, pour des questions de continuité scientifique et d'approvisionnement en matière, nous avons choisi de poursuivre cette étude avec l'alliage N18 fourni par Safran Aircraft Engines.

3.1.2 Modification de l'état de précipitation

L'objectif est d'obtenir une microstructure contenant majoritairement des précipités γ' secondaires avec une taille moyenne de 200 nm ou 2000 nm. Pour y parvenir, différents chemins de refroidissement et/ou de revenu ont été appliqués après la mise en solution afin de modifier la taille et la fraction volumique des précipités γ' secondaires tout en éliminant les précipités γ' tertiaires. Les choix des chemins thermiques ont été inspirés des travaux de thèse de Boittin [16]. Les traitements thermiques appliqués pour l'obtention des quatre microstructures modèles sont donnés dans le tableau 3.1.

Les micrographies de la figure 3.5 présentent la microstructure des états M1 et M2 à deux échelles d'observation différentes (MEB-SE). Nous pouvons ainsi constater une précipitation de phase γ' aux joints de grains (intergranulaire) et à l'intérieur des grains γ (intragranulaire). Les précipités γ' et la matrice γ apparaissent respectivement en gris foncé et en gris clair. La forme et la taille des précipités γ' formés en intergranulaire (Figures 3.5a-c) sont différentes de celles observées à l'intérieur des grains γ, avec une forme allongée et une taille d'environ 500 nm de long pour l'état M1 et 1 µm de long pour l'état M2. Dans ses travaux de thèse, Loyer-Danflou [173] montre que ces précipités γ' observés aux joints de grains γ possèdent la même chimie et la même température de début de précipitation que les précipités γ' secondaires intragranulaires.

TABLEAU 3.1 – Traitements thermiques appliqués pour les quatre microstructures modèles et les principales caractéristiques microstructurales. Avec RA, un refroidissement à l'air, et RL, un refroidissement lent (refroidissement à 7°C.min^{-1} entre 1205°C et 900°C suivi d'un refroidissement à l'air jusqu'à la température ambiante).

Microstructure	M1 (γ – 40 µm, γ' – 200 nm)	M2 (γ – 40 µm, γ' – 2000 nm)	M3 (γ – 62 µm, γ' – 200 nm)	M4 (γ – 62 µm, γ' – 2000 nm)
Traitement thermique réalisé	1205°C/4h/RA+ 900°C/1h/RA	1205°C/4h/RL	1130°C/120h/RA+ 1205°C/4h/RA+ 900°C/1h/RA	1130°C/120h/RA+ 1205°C/4h/RL
Taille moyenne des grains γ (µm)	40	40	62	62
Taille moyenne des précipités γ'_{II} (nm)	131 ± 47	970 - 2100	146 ± 53	700 - 1680
Fraction volumique de la phase γ' avec DRX (%)	≈ 42	≈ 44	≈ 42	≈ 44

En revanche, leur taille et leur forme diffère notablement en raison d'une diffusion des éléments solutés plus rapide aux joints de grains en comparaison à celle en volume. En effet, leur taille est plus grande et leur forme est allongée avec une croissance plus rapide le long des joints de grains, altérant ainsi la forme originelle des joints de grains γ (Figure 3.5c). Il est à noter que ces précipités intergranulaires ne doivent pas être confondus avec les précipités γ' primaires, qui sont issus du forgeage et dissous entièrement lors de la mise en solution en « supersolvus ».
Nous observons que les chemins de refroidissement rapide (M1) et lent (M2) permettent d'obtenir respectivement des précipités γ' de forme cubique et ortho-cubique (cf. carré blanc sur la figure 3.5d).
Aucun précipité γ' tertiaire n'est visible dans les couloirs de matrice γ. Cela n'a pas été confirmé par des observations au microscope électronique en transmission (MET). Cependant, les observations MET effectuées dans les travaux de thèse de Boittin suite à des traitements thermiques similaires montrent l'absence de précipités γ' tertiaires dans les couloirs de matrice γ [16].

L'analyse d'images effectuée sur les micrographies a permis de déterminer une taille moyenne des précipités γ' secondaires intragranulaires ainsi que leur fraction volumique. La taille de précipités est déterminée par l'arête des cubes (Chapitre 2). La taille moyenne pour la microstructure M1 est de 131 nm (± 47 nm) avec une distribution comprise entre 30 nm et 404 nm. La forme complexe des précipités γ' secondaires pour l'état M2 ne permet pas de délimiter clairement les frontières des précipités de manière automatique. Une délimitation manuelle a donc été effectuée sur environ 100 précipités. Ce nombre étant petit, nous n'avons pas défini une taille moyenne de précipités mais une limite inférieure et supérieure, qui sont de 900 et 2100 nm. La fraction volumique de la phase γ' obtenue par analyse d'images est respectivement de 42 % (± 3 %) et de 37 % (± 5 %) pour les états M1 et M2 sachant que la fraction volumique prédite à l'équilibre thermodynamique est de 65 % à température ambiante (*ThermoCalc* et la base de données TTN18). L'incertitude sur la valeur obtenue par analyse d'images pour l'état initial M2 est grande à cause de la difficulté de seuillage des précipités γ'. La fraction volumique a également été déterminée par affinement Rietveld sur un diffractogramme de rayons X. Nous obtenons 43 % pour l'état M1 et 44 % pour l'état M2. Les diffractogrammes ont été obtenus avec une anode en cuivre en laboratoire (Figure 3.6a). L'incertitude sur la détermination est de nouveau grande car seuls deux pics de surstructure (100) et (110) sont détectés (Figure 3.6b) avec des intensités 87 % moins élevées que celle du pic fondamental (111).

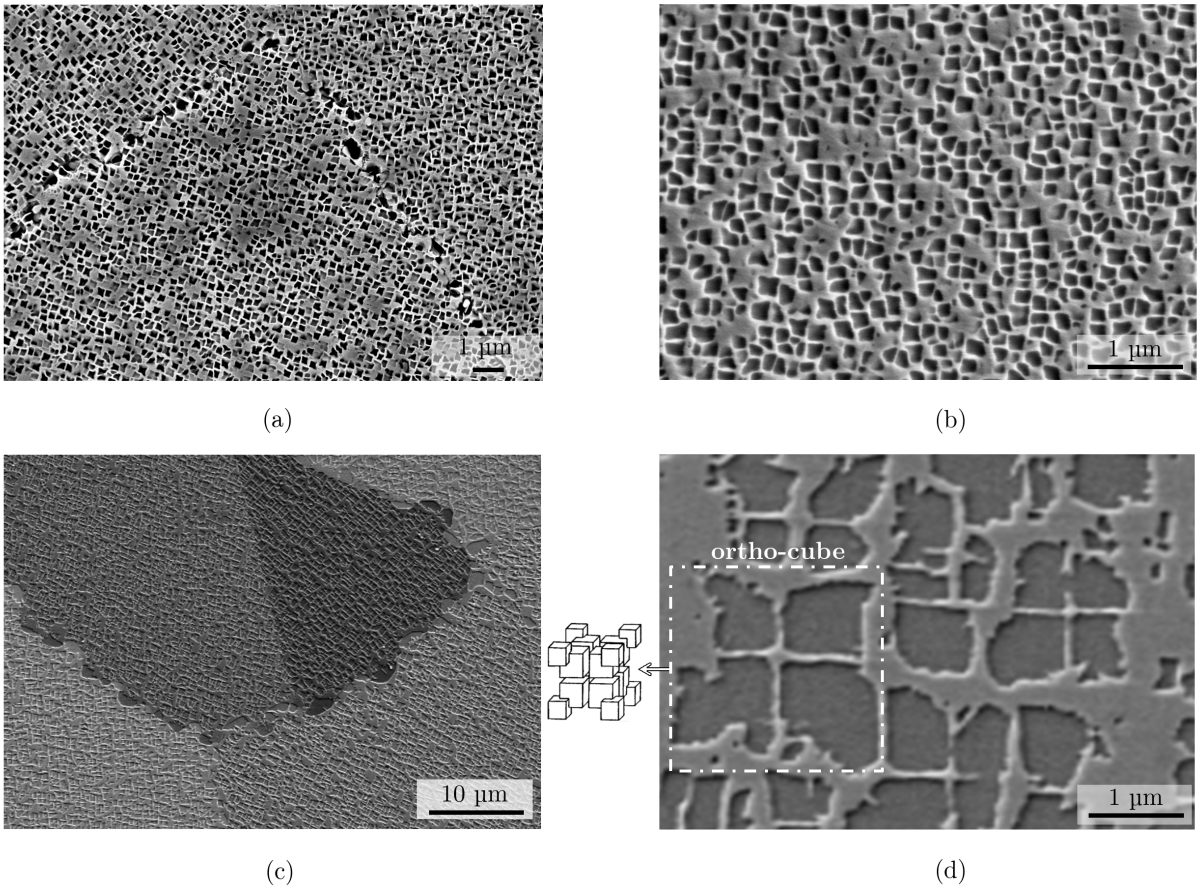


FIGURE 3.5 – Micrographies obtenues par microscopie électronique à balayage en mode électrons secondaires illustrant la présence de précipités γ' secondaires (gris foncé) aux joints de grains γ avec la matrice γ en gris clair (colonne de gauche) et à l'intérieur des grains (colonne de droite) pour les états M1 (a-b) et M2 (c-d). Les précipités de forme ortho-cubique sont repérés avec un carré blanc et illustrés en 3D d'après Grosdidier *et al.* [46].

Des analyses similaires par analyse d'images ont été effectuées pour les états initiaux M3 et M4. La fraction volumique et la taille moyenne des précipités γ' sont respectivement de 42 % et de 146 nm ($\pm$ 53 nm) pour l'état M3 et de 42-46 % et de 700-1680 nm pour l'état M4. A noter que les diffractogrammes de rayons X enregistrés pour les états M3 et M4 ne sont pas exploitables quantitativement en raison d'une trop grande taille de grains.

Les paramètres de maille des phases γ, γ' et de l'alliage moyen $(\gamma + \gamma')$ déterminés par la diffraction des rayons X sont reportés dans le tableau 3.2 pour les deux microstructures M1 et M2. Les valeurs obtenues après dissolution chimique de la matrice γ par Wlodek *et al.* [17], c'est-à-dire les valeurs libres de contrainte (de cohérence) sont aussi données dans le tableau 3.2. Quelle que soit la taille des précipités, les phases γ et γ' sont respectivement en compression et en traction par rapport aux valeurs libres de contrainte avec des paramètres proches entre les deux états. Le paramètre de maille moyen $(\gamma + \gamma')$ déterminé par la loi des mélanges est aussi similaire pour les deux microstructures et l'état libre de contrainte. Le désaccord paramétrique est de $-8,4 \times 10^{-4}$ pour l'état microstructural M1 à petits précipités et de $-1,2 \times 10^{-3}$ pour l'état M2 à gros précipités.

Une dissolution de la matrice γ a été réalisée afin de déterminer les paramètres de maille libres de contrainte des phases γ et γ' sur les états microstructuraux M1 à petits précipités et M2 à gros précipités. Le protocole utilisé est décrit dans [174] et a été mis en place dans le

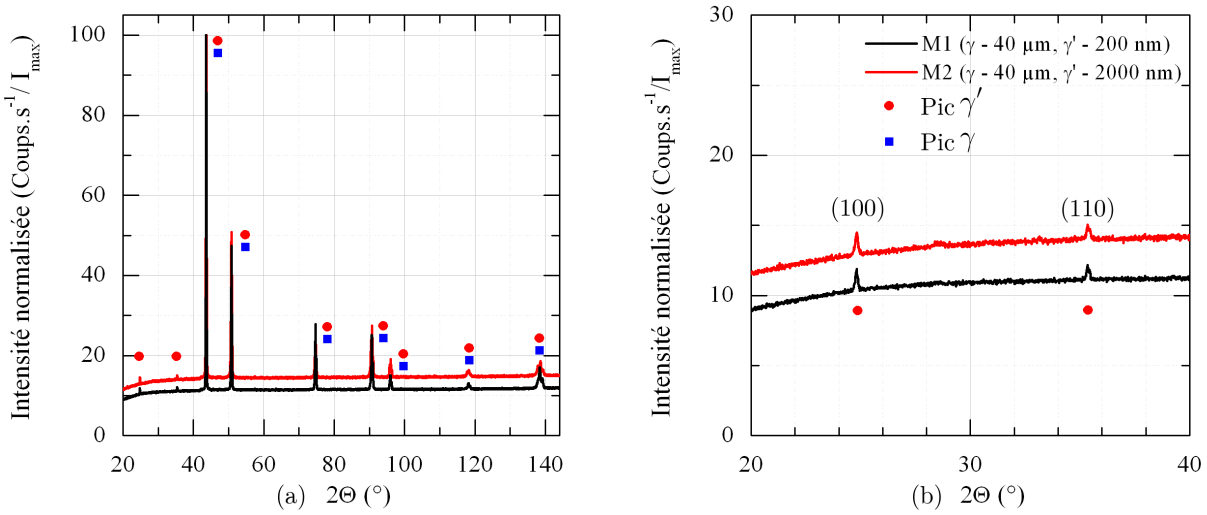


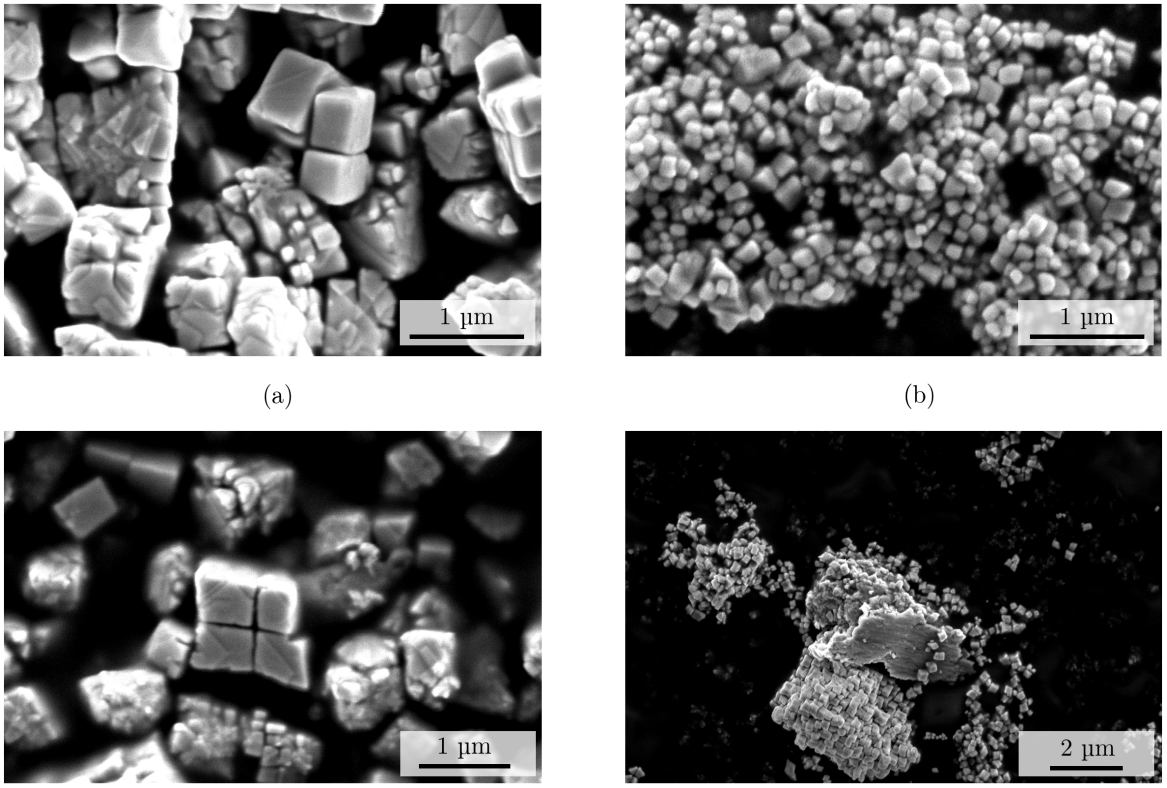
FIGURE 3.6 – (a) Diffractogrammes avec une anode en cuivre pour les états microstructuraux M1 (noir) et M2 (rouge). (b) Zoom sur les pics de surstructure (100) et (110), appartenant à la phase γ'.

TABLEAU 3.2 – Paramètres de maille moyens des phases γ et γ' ainsi que de l'alliage moyen $(\gamma + \gamma')$ pour les états microstructuraux M1 et M2 et les valeurs libres de contrainte de l'alliage N18 [17]. (*) Le paramètre de maille moyen de l'alliage moyen pour les états M1 et M2 est déterminé en considérant une seule phase pour l'affinement Rietveld. Pour l'état non contraint, ce paramètre est déterminé en utilisant la loi des mélanges.

	M1 (γ – 40 µm, γ' – 200 nm)	M2 (γ – 40 µm, γ' – 2000 nm)	Etat non contraint [17]
Paramètre de maille de la phase γ (Å)	3,5932	3,5948	3,5980
Paramètre de maille de la phase γ' (Å)	3,5902	3,5905	3,5873
Paramètre de maille de l'alliage moyen* $(\gamma + \gamma')$ (Å)	3,5923	3,5930	3,5917

cadre du stage de master de Guernaoui [145]. La difficulté principale rencontrée a été d'isoler les poudres de précipités γ'. Comme illustrés sur la figure 3.7a, nous obtenons une poudre isolée et partiellement enveloppée par la matrice γ pour la microstructure M2 à gros précipités γ' lorsqu'une densité de courant de 12,5 mA.cm^{-2} est imposée. Pour l'état microstructural M1 à petits précipités γ', la poudre obtenue est constituée d'agglomérats de précipités γ' et de matrice γ (Figure 3.7b). Lorsqu'on augmente la densité de courant d'un facteur 2 (30 mA.cm^{-2}), nous obtenons de nouveaux des agglomérats de précipités γ' et de matrice γ (Figure 3.7c-d).

Les paramètres de maille et les fractions volumiques déterminés par affinement Rietveld sont reportés dans le tableau 3.3. Nous pouvons constater qu'à même condition expérimentale, une taille de précipités γ' différente conduit à des résultats différents. Ainsi, la quantité de matrice γ dissoute est plus importante lorsque la taille des précipités γ' est grande. Les paramètres de maille des précipités γ' et de la phase γ sont plus élevés dans le cas de la microstructure à gros précipités en comparaison à la microstructure à petits précipités. Modifier la densité de courant conduit également à des paramètres de maille différents. Nous pensons que les écarts de paramètre de maille constatés sont attribués à la dissolution plus ou moins avancée de la matrice γ. C'est pourquoi, dans la suite, nous utilisons les valeurs libres de contrainte déterminées par Wlodek *et al.* [17] pour l'alliage moyen $(\gamma + \gamma')$ et les phases γ et γ' pour les microstructures à petits et gros précipités.



(a) (b) (c) (d)

FIGURE 3.7 – Micrographies MEB en mode électrons secondaires après une dissolution avec une densité de courant (a-b) de 12,5 mA.cm^{-2} et (c-d) de 30 mA.cm^{-2} pour les états microstructuraux M2 (colonne de gauche) et M1 (colonne de droite).

TABLEAU 3.3 – Paramètres de maille et fractions volumiques des phases γ et γ' pour les états microstructuraux M1 à petits précipités et M2 à gros précipités après dissolution.

		M1 (γ - 40 µm, γ' - 200 nm)		M2 (γ - 40 µm, γ' - 2000 nm)	
		paramètre de maille (Å)	fraction volumique (%)	paramètre de maille (Å)	fraction volumique (%)
12,5 mA.cm^{-2}	phase γ'	3,5906	53	3,5954	70
	phase γ	3,5913	47	3,5983	30
30 mA.cm^{-2}	phase γ'	3,5863	50	3,5906	86
	phase γ	3,5953	50	3,6068	14

3.1.3 Dureté

La figure 3.8 présente l'évolution de la dureté (sous une charge de 50 g) en fonction de la distance depuis le bord de l'échantillon pour les quatre états microstructuraux. Les profils de dureté sont similaires pour les microstructures possédant une même taille de précipités γ' ($T_{\gamma'}$), c'est-à-dire pour les états microstructuraux M1 et M3 ($T_{\gamma'}$ = 200 nm) et les états microstructuraux M2 et M4 ($T_{\gamma'}$ = 2000 nm). Les duretés moyennes pour les microstructures à petits précipités et gros précipités sont respectivement de 460(± 14) HV et de 390(± 12) HV. Les valeurs entre

parenthèse sont les écarts-types. La dureté diminue donc lorsque la taille des précipités augmente, comme reporté par Wlodek *et al.* sur le superalliage René 88DT [175].

Olovsjö *et al.* rapportent une diminution de 40 HV lorsque la taille moyenne des grains γ diminue de 127 µm à 32 µm pour le superalliage Waspaloy [176]. Des écarts comparables sont reportés par Yoshiba *et al.* pour les alliages Inconel 751 et 781 [177]. Cependant, il est à noter que l'obtention de ces tailles de grains a nécessité des mises en solution soit en « subsolvus » ou en « supersolvus ». Dans le cas d'une mise en solution en « subsolvus », il peut subsister des précipités γ' primaires, sans impact notable sur la dureté si l'on se réfère aux travaux de Jackson *et al.* sur l'alliage Udimet 720Li [178]. En se basant sur l'écart de 40 HV pour une différence de 95 µm sur la taille des grains [176], dans notre cas, la différence de taille de grains γ de 20 µm devrait conduire à une différence inférieure à 10 HV sur les valeurs de dureté.

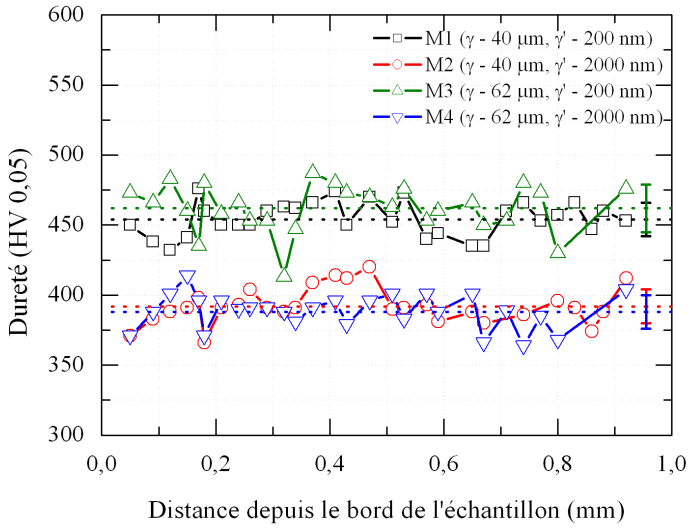


FIGURE 3.8 – Evolution de la dureté en fonction de la distance depuis le bord de l'échantillon pour les quatre états microstructuraux.

3.1.4 Traction monotone

Des essais de traction à deux vitesses de déformation (10^{-3} s^{-1} et 10^{-5} s^{-1}) ont été effectués à 450°C et 650°C dans le but d'étudier l'effet de la taille des grains et de la taille des précipités sur le comportement monotone. Ces deux températures représentent les températures caractéristiques à l'alésage et la jante du disque de turbine haute pression situé à la sortie de la chambre de combustion d'un moteur d'avion.
Les figures 3.9a-b illustrent l'évolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie pour l'ensemble des microstructures. Les trois principales caractéristiques observées sont :

- Les courbes de traction sont très proches lorsque la taille de précipités est similaire (M1 & M3 et M2 & M4).
- La limite d'élasticité est plus faible pour les microstructures à gros grains et l'allongement et la contrainte à rupture sont plus importants.
- La présence d'un effet Portevin-Le Chatelier est observée à 450°C pour une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1}.

Effet Portevin-Le Chatelier. Des sauts de contraintes sont observés à 450°C pour une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} car la mobilité des dislocations est freinée par divers obstacles. La

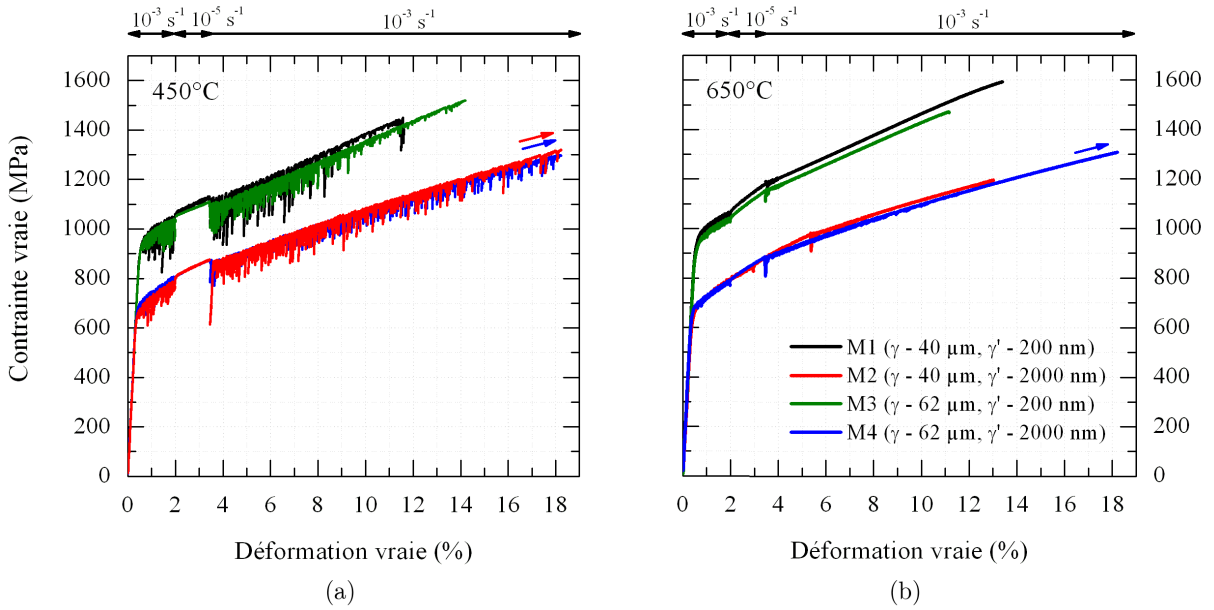


FIGURE 3.9 – Courbes de contrainte vraie en fonction de la déformation vraie pour les quatre états microstructuraux (a) à 450°C et (b) à 650°C. Les flèches indiquent les essais non rompus.

déformation plastique est localement plus faible et entraine des instabilités de la contrainte macroscopique. Un effet inverse de viscosité est par ailleurs observé puisque nous observons un décrochage de +20 MPa lorsque la vitesse de déformation passe de 10^{-3} s^{-1} à 10^{-5} s^{-1}. Cet effet a été préalablement observé dans les travaux de thèse de Boittin [16]. A 650°C et pour une vitesse de déformation de 10^{-5} s^{-1} à 450°C, l'effet Portevin-Le Chatelier n'est plus présent. Il existe donc des gammes de température et de vitesse pour lequelles ces instabilités de contraintes existent sur le superalliage N18 [16].

Limite d'élasticité à 0,2 %. La limite d'élasticité, tout comme la valeur de dureté Vickers donnée plus haut, est très proche pour les états microstructuraux M1 & M3 et M2 & M4. Elle diffère d'environ 270 MPa (28 %) lorsque la taille des précipités augmente d'un facteur 10 et ne dépend pas de la température étudiée (Tableau 3.4). L'effet de la taille des grains sur la limite d'élasticité est masqué par leur disparité. En effet, malgré des tailles moyennes de grains de 40 µm et 62 µm, les distributions sont relativement étendues puisqu'elles sont comprises respectivement entre 5-150 µm et 5-205 µm. L'effet d'une distribution étalées sur la limite d'élasticité a été reporté par Brogdon *et al.* sur le superalliage Waspaloy [53]. La loi empirique d'Hall-Petch ne semble donc pas vérifier dans nos microstructures. Nous noterons que la relation empirique $R_{0,2\%} = HV/3$ proposée par Tabor [179], permettant de relier la valeur de la dureté Vickers à la limite d'élasticité $R_{0,2\%}$, n'est également pas vérifiée pour la microstructure M1 à température ambiante. En effet, les mesures de dureté conduiraient à une valeur de 1500 MPa alors que celle mesurée est de 1030 MPa. Cette relation n'a pas été directement vérifiée pour les trois autres microstructures. Cependant, nous avons montré que la dureté à température ambiante et les limite d'élasticité à 450°C et 650°C pour les microstructures M1 et M3 avec des petits précipités γ' sont égales. Nous pouvons donc supposer que la relation proposée par Tabor n'est pas non plus vérifiée pour la microstructure M3. Pour les microstructures à gros précipités (M2 et M4), nous pouvons supposer que la limite d'élasticité à température ambiante est inférieure à celle des microstructures à petits précipités γ' (<1030 MPa), puisque c'est le cas à 450°C et 650°C. Les mesures de dureté avec cette relation empirique donnent une limite d'élasticité à température ambiante de 1300 MPa, ce qui est supérieure à 1030 MPa, la limite d'élasticité des microstructures à petits précipités γ'. Cette relation n'est donc pas verifiée pour l'ensemble de nos microstructures.

Allongement et contrainte vraie à rupture. L'allongement à rupture est de l'ordre de 15 % pour les microstructures à petits précipités et de 50 % pour les microstructures à gros précipités quelle que soit la température considérée (Tableau 3.4). La contrainte à rupture est plus élevée d'environ 20 % pour les microstructures à gros précipités. Ces résultats sont à interpréter avec précaution puisqu'un seul essai par état microstructural et par température a été réalisé. Ces tendances sont cependant reportées par plusieurs auteurs dans les superalliages N18 [16], KM4, SR3 [32] et Udimet 720Li [51]. Pour les gros précipités, la contrainte nécessaire aux dislocations pour franchir les précipités est moins élevée que pour les petits précipités. Ces dislocations s'accumulent aux joints de grains. La contrainte locale est donc répartie sur l'ensemble du grain. A l'inverse, pour les petits précipités, la contrainte locale est répartie de manière hétérogène dans le grain, ce qui entraine un faible allongement à rupture.

Module d'Young. Les valeurs des modules d'Young sont comparables pour les quatre microstructures à 450°C et à 650°C. En moyenne sur les quatre microstructures, sa valeur est de 192 GPa à 450°C et de 182 GPa à 650°C. La valeur du module diminue avec la température quelle que soit la microstructure considérée. Pour la microstructure M1 où sa valeur est déterminée à température ambiante, nous constatons une diminution de 26 GPa entre la température ambiante et 650°C.

TABLEAU 3.4 – Récapitulatif des modules d'Young (E), des limites d'élasticité ($R_{0,2\%}$), des contraintes vraies à rupture (R_m) et des allongements vraies à rupture (ε_r) obtenus à 450°C et 650°C pour les quatre états microstructuraux. (*) Essais non rompus.

	M1 (γ–40 µm, γ'–200 nm)			M2 (γ–40 µm, γ'–2000 nm)		M3 (γ–62 µm, γ'–200 nm)		M4 (γ–62 µm, γ'–2000 nm)	
	T_{amb}*	450°C	650°C	450°C	650°C	450°C	650°C	450°C	650°C
E (GPa)	215	192	186	191	173	192	187	194	189
$R_{0,2\%}$ (MPa)	1030	936	970	676	679	948	944	687	678
R_m (MPa)	>1704	1430	1590	1826	1190	1520	1471	1788	1784
ε_r (%)	>20	12	13	49	13	14	11	52	58

3.2 Cinétique d'évolution de la phase γ'

Afin de mieux comprendre la cinétique de formation des précipités γ', nous avons enregistré simultanément la résistivité électrique et le comportement dimensionnel de l'alliage au cours de traitements thermiques contrôlés. Ces mesures ont été réalisées dans le cadre des stages de master de Benrabah et de Guernaoui [144, 145] à l'Institut Jean Lamour (Nancy).

Nous nous sommes intéressés en particulier à l'effet de la vitesse de chauffage et de la microstructure initiale sur la cinétique de dissolution et de formation de la phase γ'. Les microstructures initiales sont au nombre de 3 et sont celles que nous avons caractérisé précédemment, à savoir, M1, M2 et M4 (cf. tableau 3.1). Les évolutions de résistivité électrique sont ensuite comparées au modèle de germination-croissance-coalescence développé par Gayraud, Boittin et Perrut [8, 16]. Une discussion des principaux résultats obtenus expérimentalement et numériquement conclut cette partie.

3.2.1 Effet de la vitesse de chauffage

Deux vitesses de chauffage significativement différentes ont été appliquées pour en évaluer son impact : 2°C.min^{-1} et 60°C.min^{-1}. Les montées en température sont systématiquement suivies

d'un maintien isotherme de 1h à 1205°C et d'un refroidissement à une vitesse de 240°C.min^{-1}. Nous avons sélectionné l'état microstructural M2 (taille moyenne des grains 40 µm et de précipités 2000 nm) comme état de départ, car nous nous attendons à une cinétique de dissolution plus lente de par la taille plus grande des précipités γ'.

3.2.1.1 Cas du chauffage à 2°C.min^{-1}

La figure 3.10 illustre les évolutions de la résistivité électrique (rapportée à sa valeur à température ambiante) et du comportement dimensionnel mesurées simultanément au cours du chauffage. De manière générale, la résistivité électrique augmente progressivement entre la température ambiante et 850°C puis diminue jusqu'à 1205°C. Quatre changements de pente clairement marqués sont visibles sur la courbe de résistivité électrique et symbolisés par des traits verticaux. Un premier changement est observé entre 590°C et 650°C. Il pourrait être attribué à la dissolution des précipités γ' tertiaires car il s'agit de la seule transformation de phases recensée dans la littérature pour cette gamme de température. Après des recuits de 1000 heures à différentes températures et des analyses d'images *post mortem*, Wlodek *et al.* [17] montrent que la température du solvus des précipités γ' tertiaires est comprise entre 700°C et 760°C. La faible amplitude de variation de la résistivité électrique laisse à penser qu'une faible quantité de précipités γ' tertiaires serait concernée. Les observations microstructurales en microscopie électronique à balayage n'ont pas permis de distinguer des précipités fins dans les couloirs de matrice γ (cf. figure 3.5). Une observation à une échelle plus fine par microcopie électronique en transmission aurait été utile afin d'asseoir les mesures de résistivité électrique. Un second changement de pente est observé à 850°C, température à partir de laquelle la résistivité décroît notablement. Cette température marque le début de la dissolution des précipités γ' secondaires intragranulaires. Au vu de leur grande quantité et du nombre important d'interfaces, ces précipités γ' constituent les obstacles majoritaires à la circulation des électrons. Leur dissolution facilite la circulation des électrons dans la matrice γ et conduit donc à une diminution de la résistivité électrique. Les mesures *in situ* sur le superalliage monocristallin CMSX4 montrent une diminution de résistivité à 900°C [180]. Le troisième changement de pente est observé entre 1100°C et 1160°C. Il est attribué à la fin du processus de dissolution des précipités γ' secondaires intragranulaires et au début de dissolution des précipités γ' secondaires grossiers situés aux joints de grains (Figure 3.5). Même si la chimie de ces deux types de précipités est identique, la taille plus importante et la forme différente (équilibre local modifié par la courbure de l'interface) des précipités γ' secondaires grossiers pourrait expliquer une cinétique de dissolution plus lente malgré une probable diffusion plus rapide des éléments solutés aux joints de grains. En enfin, nous observons un dernier léger changement de pente à 1190°C que nous attribuons à la température de solvus des précipités γ', ce qui suppose que nous avons une dissolution complète des précipités γ' en imposant une vitesse de chauffage de 2°C.min^{-1}.
La mesure du comportement dimensionnel se révèle beaucoup moins sensible aux phénomènes de dissolution des différents types de précipités γ'. Nous pouvons constater une dilatation au cours du chauffage avec une augmentation progressive du coefficient de dilatation avec la température. Cette augmentation progressive traduit probablement la dissolution de la phase γ' mais ne permet pas de marquer clairement les domaines de stabilité en température.

3.2.1.2 Effet de la vitesse de chauffage (2°C.min^{-1} et 60°C.min^{-1})

Les figures 3.11a et 3.11b comparent respectivement les évolutions de la résistivité électrique au cours des chauffages à 2°C.min^{-1} et 60°C.min^{-1} et au cours des maintiens isothermes à 1205°C. L'augmentation de la vitesse de chauffage conduit à un décalage de 30°C sur le début de dissolution des précipités γ' tertiaires. Le domaine en température où la dissolution opère est aussi plus étendu. Le début de dissolution des précipités γ' secondaires intragranulaires est

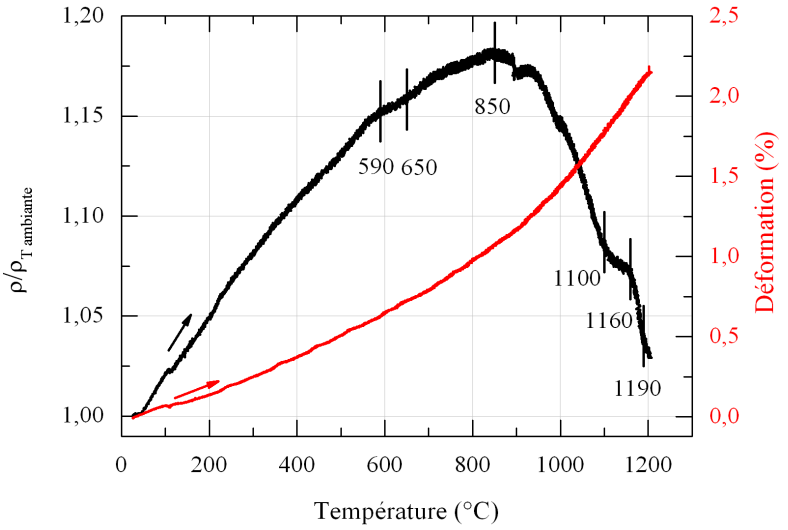


FIGURE 3.10 – Evolution de la résistivité électrique rapportée à sa valeur à la température ambiante ($\rho/\rho_{\text{Tambiante}}$) (courbe noire —) et du comportement dimensionnel (courbe rouge —) au cours d'un chauffage à 2°C.min^{-1} depuis l'état initial M2. Les traits verticaux indiquent les changements de pente.

décalé de 100°C lorsque la vitesse de chauffage augmente. Par ailleurs, dans le cas du chauffage rapide, nous remarquons l'absence du changement de pente observé entre 1100°C et 1160°C. Nous pensons que dans ce cas (chauffage à 60°C.min^{-1}), la dissolution des précipités γ' est non complète durant l'étape du chauffage et de fait se traduit par l'absence de ce changement de pente.

Au cours du maintien isotherme, la valeur de la résistivité est constante pour une vitesse de chauffage 2°C.min^{-1}, confirmant ainsi une dissolution complète de la phase γ' à l'issue de la phase de chauffage. En revanche, la résistivité électrique varie au cours du maintien isotherme pour une vitesse de chauffage de 60°C.min^{-1}. En effet, la résistivité électrique diminue dès les premiers instants du maintien isotherme pendant 2 minutes puis augmente et diminue de nouveau. La résistivité électrique se stabilise après 42 minutes de maintien isotherme, marquant ainsi la fin de la dissolution des précipités γ'. Nous attribuons cette séquence à la fin de dissolution des précipités γ' et à la dissolution des précipités γ' grossiers. Il s'agit de la même séquence identifiée lors du chauffage lent.

Les deux échantillons chauffés avec une vitesse lente (2°C.min^{-1}) et rapide (60°C.min^{-1}) puis maintenus à 1205°C pendant 1 heure sont ensuite refroidis à une vitesse de 240°C.min^{-1}. Les évolutions de résistivité électrique correspondantes sont présentées sur la figure 3.12. Les températures de début de précipitation des précipités γ' secondaires (1155°C) et tertiaires (660°C) sont similaires pour les deux échantillons. On notera qu'un sous-refroidissement de 40°C est nécessaire pour déclencher la précipitation des précipités γ' secondaires. A titre d'exemple, Thibault observe un sous-refroidissement de 25°C dans le cas du superalliage NR6 pour un refroidissement à 3°C.min^{-1} [33]. La présence de deux populations de précipités γ' à l'issue du refroidissement à 240°C.min^{-1} est confirmée par les observations au microscope électronique à balayage. Nous observons en effet sur les figures 3.13a-b des précipités avec une forme cuboïdale et une taille d'environ 300 nm (précipités γ' secondaires) ainsi que des précipités de forme sphérique et de taille inférieure à 50 nm dans les couloirs de matrice (précipités γ' tertiaires). Nous constatons aussi une forte diminution de la quantité de précipités γ' secondaires grossiers aux joints de grains (Figure 3.13d) en comparaison à l'état initial (Figure 3.13c). Cette diminution de taille des précipités γ' grossiers est liée à la vitesse du refroidissement appliquée dans notre étude (240°C.min^{-1}), laquelle est supérieure à celle appliquée pour obtenir la microstructure M2

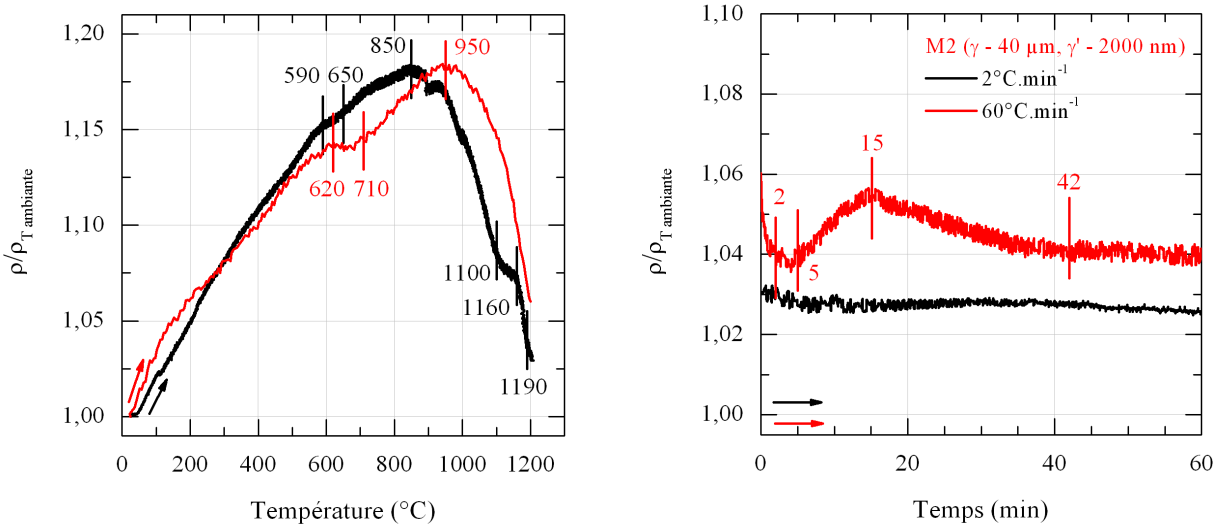


FIGURE 3.11 – (a) Evolution de la résistivité électrique rapportée à la valeur à la température ambiante ($\rho/\rho_{\text{Tambiante}}$) pour un chauffage à 2°C.min^{-1} et à 60°C.min^{-1} depuis un état initial M2. (a) Au chauffage. (b) Au cours du maintien isotherme à 1205°C pendant 1 heure. Les traits verticaux indiquent les changements de pente pour les deux vitesses dans leur couleur respective.

(7°C.min^{-1} puis trempe à l'air).

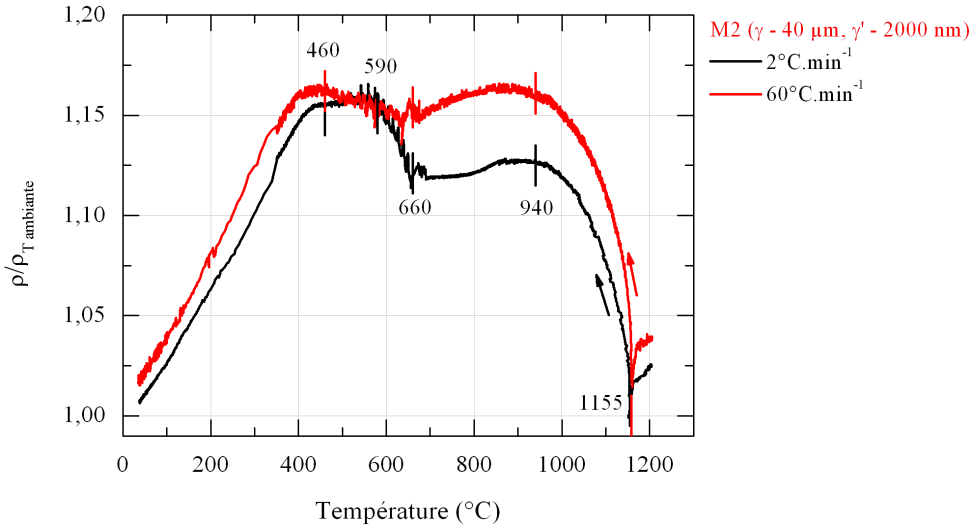


FIGURE 3.12 – Evolution de la résistivité électrique rapportée à sa valeur à la température ambiante ($\rho/\rho_{\text{Tambiante}}$) au cours du refroidissement à 240°C.min^{-1} pour deux échantillons M2 chauffés à 2°C.min^{-1} et 60°C.min^{-1} puis maintenus 1h à 1205°C. Les traits verticaux indiquent les changements de pente.

3.2.1.3 Comparaison à la modélisation

Dans la suite, l'évolution de la résistivité électrique est confrontée au modèle de germination - croissance - coalescence calibré pour le superalliage N18 [16]. Il permet de prédire l'évolution de la taille et de la fraction volumique pour les différentes populations de précipités γ' au cours d'un traitement thermique imposé.
Ce modèle est basé sur la théorie classique de germination et sur les lois de croissance/coalescence de Lifshitz - Slyozov – Wagner (LSW). La germination est homogène c'est-à-dire qu'il n'y a pas

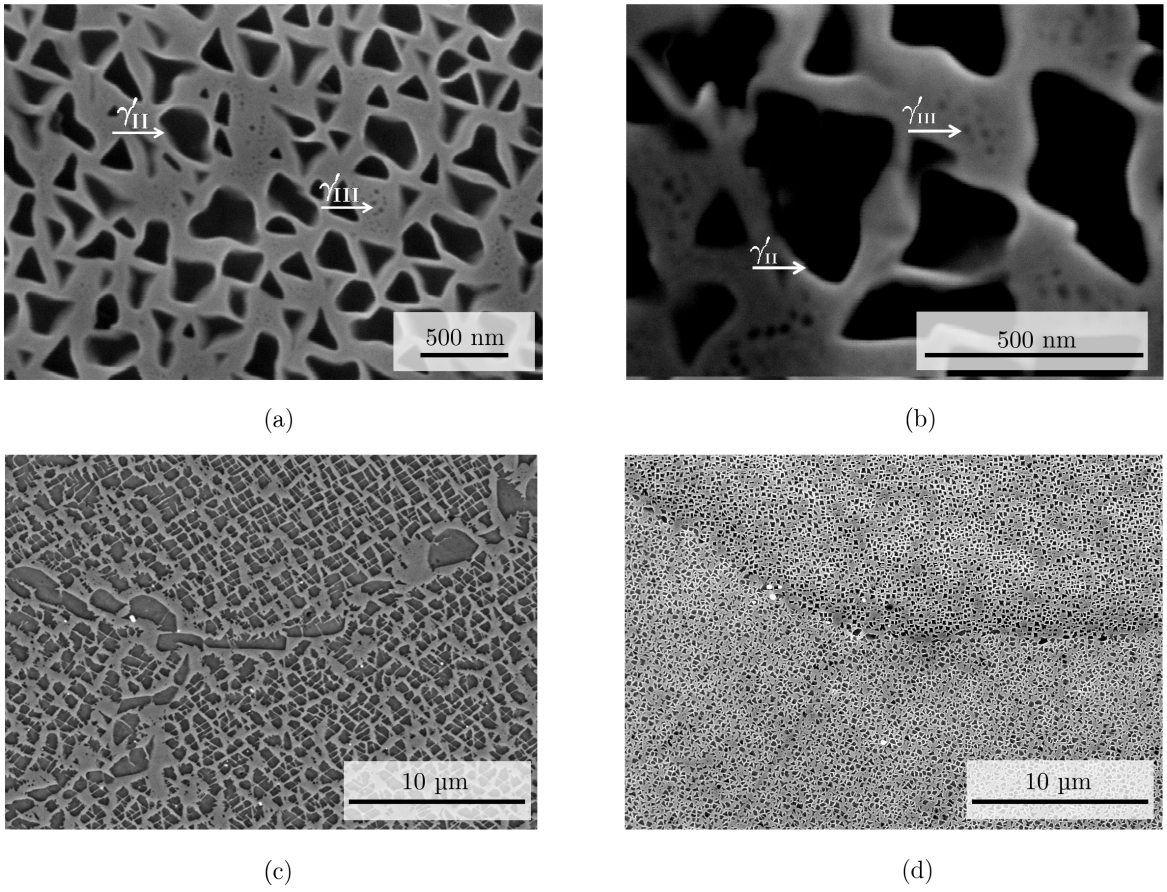


FIGURE 3.13 – Micrographies obtenues par microscopie électronique à balayage en mode électrons secondaires illustrant la double précipitation de l'état M2 (a) et les précipités γ' tertiaires (b) en intragranulaire après le cycle thermique suivant : chauffage à 1°C.min^{-1} - maintien de 1h à 1205°C - refroidissement à 240°C.min^{-1}. Micrographie proche d'un joint de grains (c) avant le cycle thermique et (d) après cycle thermique.

de sites préférentiels de germination. Cette hypothèse suppose l'absence de défauts (joints de grains, dislocations, ...) pouvant accélérer la vitesse de germinations. Même si dans le modèle, les équations sont basées sur une germination homogène, le fait de calibrer le modèle avec des données expérimentales permet de rendre compte, d'une manière effective, d'une germination hétérogène même si la précipitation des précipités γ' aux joints de grains et des précipités γ' primaires n'est donc pas prise en compte.
Pour décrire la croissance/coalescence, nous avons pris la loi LSW et supposé que la teneur en élément soluté dans la matrice est homogène loin de l'interface matrice/précipité. Par conséquent, les précipités, assimilés à des sphères, n'interagissent pas chimiquement. Par ailleurs, le modèle ne prend pas en compte l'énergie élastique due au désaccord paramétrique entre les phases γ et γ'. Les équations de base du modèle sont décrites dans l'annexe E.

Chauffage. Avant d'appliquer le modèle au chauffage, nous avons reproduit numériquement le chemin thermique utilisé expérimentalement pour générer la microstructure M2 (taille moyenne des grains = 40 µm et taille moyenne de précipités = 2000 nm). Cette étape est nécessaire car le modèle ne permet pas de sélectionner un état microstructural initial. Le modèle prédit la présence de précipités γ' secondaires et tertiaires dont les fractions volumiques sont respectivement de 46 % et 1,7 %.

La figure 3.14 compare les évolutions de résistivité électrique et de fractions volumiques des différentes populations de précipités γ' prédites par le modèle au cours des chauffages à 2°C.min^{-1} et 60°C.min^{-1} depuis l'état initial M2. Pour la vitesse de chauffage de 2°C.min^{-1} (Figure 3.14a), le modèle prévoit une dissolution des précipités γ' tertiaires entre 907°C et 980°C et une dissolution des précipités γ' secondaires à partir de 912°C. Il prévoit aussi l'apparition puis la dissolution vers 800°C des précipités γ' quaternaires de taille moyenne de 7 nm. Un critère sur la taille de précipités γ' est utilisé par le modèle pour différencier les différentes populations. Numériquement, nous observons des précipités γ' quaternaires. En réalité, ces précipités correspondent physiquement à des précipités γ' tertiaires avec des tailles très petites. Par la suite, nous ferons abstraction des précipités γ' quaternaires. La comparaison mesures-modélisation montre :

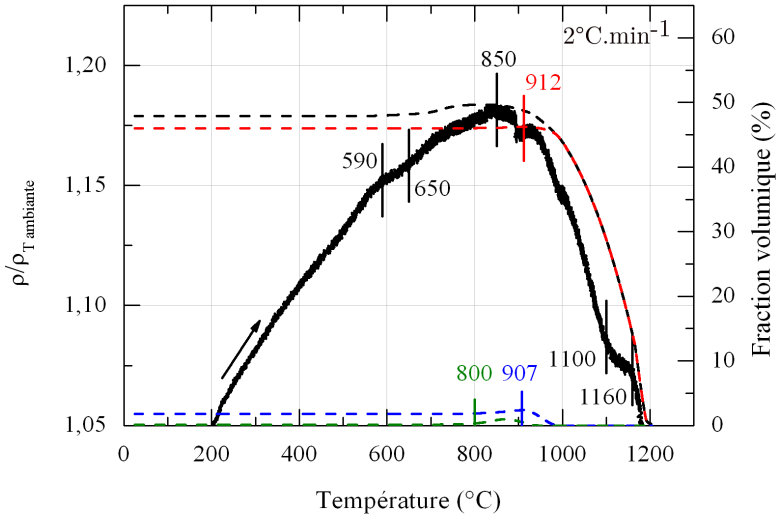
- un bon accord concernant la cinétique de dissolution des précipités γ' secondaires puisque le modèle prédit une fraction de phase γ' égale à 0,19 % à l'issue du chauffage ;
- un décalage des valeurs du modèle de +317°C et de +62°C sur la température de dissolution des précipités γ' tertiaires et secondaires ;
- la présence théorique d'une population de précipités γ' quaternaires.

Pour la vitesse de chauffage de 60°C.min^{-1} (Figure 3.14b), le modèle prédit bien une dissolution partielle des précipités secondaires avec une cinétique de dissolution proche de celle mesurées par résistivité électrique. La température de début de dissolution des précipités secondaires est en bon accord avec les mesures (950°C vs. 930°C). En revanche, le décalage d'environ 310°C pour la température de dissolution des précipités γ' tertiaires subsiste. La modélisation prédit la présence de 0,64 % de phase γ' après 2 minutes et une dissolution complète de la phase γ' (fraction volumique <0,1 %) après 13 minutes 45 secondes de maintien isotherme à 1205°C. Le temps expérimental est de 42 minutes.

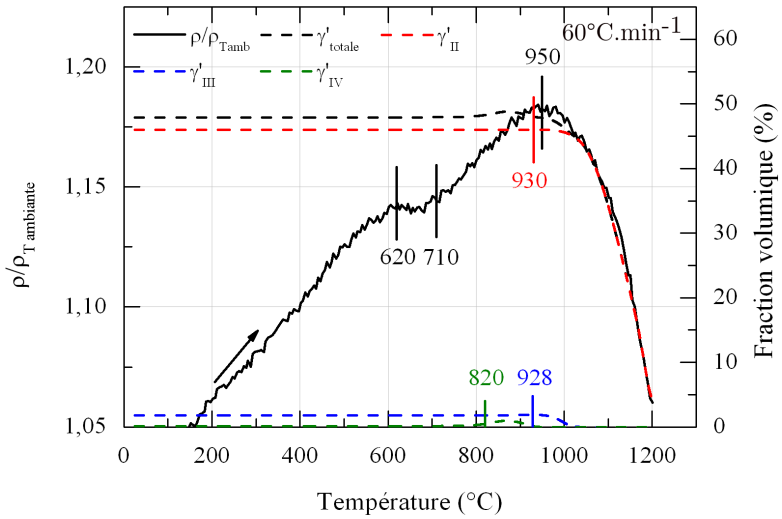
Refroidissement. La figure 3.15 compare les évolutions de la résistivité éléctrique et des fractions volumiques des différentes populations de précipités γ' prédites au cours du refroidissement à 240°C.min^{-1}. Pour rappel, la complémentarité des mesures de résistivité électrique et des observations microstructurales au MEB a permis de montrer que les précipités γ' secondaires se forment à partir de 1155°C et les précipités γ' tertiaires à partir de 660°C. Ces deux températures sont prédites à 1176°C et à 923°C par le modèle. On obtient donc une différence modèle-expérience de 22°C sur la température de début de précipitation des précipités γ' secondaires et de 263°C pour les précipités γ' tertiaires. Les tailles et les fractions volumiques prédites et mesurées par analyse d'images, des précipités γ' secondaires et tertiaires sont rassemblées dans le tableau 3.5. L'accord modélisation-expérience est plutôt bon sur la taille et la fraction volumique des précipités γ' secondaires déterminées par analyse d'images. En revanche, la difficulté d'une analyse statistique sur les précipités γ' tertiaires ne permet pas de valider leur taille et leur fraction volumique mais seulement leur présence. Ces aspects ont déjà été validés de la même façon par Boittin dans ses travaux de thèse [16].

TABLEAU 3.5 – Comparaison des paramètres microstructuraux obtenus expérimentalement et numériquement après une vitesse de chauffage à 2°C.min^{-1} suivie d'un maintien isotherme à 1205°C pendant 1 heure et d'un refroidissement à 240°C.min^{-1} depuis l'état initial M2.

	Précipités γ' secondaires		Précipités γ' tertiaires	
	Taille	Fraction volumique	Taille	Fraction volumique
Expérimentale	100 – 400 nm	38(5) %	<50 nm	indéterminée
Modèle	100 nm	46,40 %	10 nm	1,80 %



(a)



(b)

FIGURE 3.14 – Evolutions de la résistivité électrique rapportées à la valeur à la température ambiante ($\rho/\rho_{\text{Tambiante}}$) et des fractions volumiques prédites pour les différentes populations de précipités γ' au cours du chauffage (a) à 2°C.min^{-1} et (b) à 60°C.min^{-1} depuis l'état initial M2.

3.2.2 Effet de la microstructure initiale

Nous avons étudié l'effet de la microstructure initiale (taille de grains T_γ, taille de précipités $T_{\gamma'}$) sur la dissolution des précipités γ' lors d'un chauffage à 60°C.min^{-1} et d'un maintien à 1205°C en mesurant de nouveau la réponse électrique des microstructures M1, M2 et M4. Les évolutions au chauffage sont présentées sur la figure 3.16a et celles au cours du maintien isotherme à 1205°C sur la figure 3.16b.
Lors du chauffage, le changement de pente attribué à la dissolution des précipités γ' tertiaires pour l'état initial M2 (T_γ = 40 µm et $T_{\gamma'}$ = 2000 nm) entre 620°C et 710°C est clairement visible pour la microstructure à gros grains M4 (T_γ = 62 µm et $T_{\gamma'}$ = 2000 nm) alors qu'il l'est moins pour la microstructure à petits précipités M1 (T_γ = 40 µm et $T_{\gamma'}$ = 200 nm). A ce stade, il est difficile d'expliquer les raisons d'une telle variabilité. A plus haute température, la dissolution des précipités γ' secondaires commence à 885°C pour la microstructure à gros grains et gros précipités (M4), à 950°C dans celle à petits grains et gros précipités (M2) et enfin à 980°C

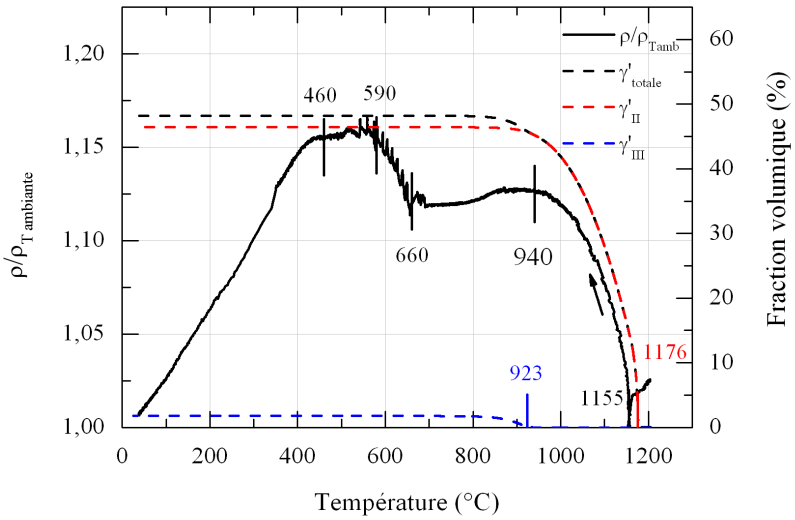


FIGURE 3.15 – Evolution de la résistivité électrique rapportée à sa valeur à la température ambiante ($\rho/\rho_{\text{Tambiante}}$) et des fractions volumiques prédites pour les différentes populations de précipités γ' au cours d'un refroidissement à 240°C.min^{-1} après un traitement « supersolvus » d'une heure à 1205°C.

pour celle à petits grains et petits précipités (M1). La température de début de dissolution des précipités γ' secondaires diminue donc lorsque leur taille augmente (cf. la comparaison de l'état M1 et M2). En revanche, celle de l'état M4 avec une grande taille des grains, est discutable. En effet, au cours du chauffage, seulement la phase γ' évolue et la taille des grains ne change pas. Cette dernière ne peut donc pas avoir un effet sur les températures de début de dissolution. La courbe de résistivité de l'état M4 présente soit un artéfact de mesure soit plusieurs phénomènes physiques que nous ne savons pas expliquer aujourd'hui.

La figure 3.16b montre le caractère incomplet de la dissolution des précipités γ' à l'issue du chauffage à 60°C.min^{-1} pour l'ensemble des microstructures, qui présentent un comportement similaire. La dissolution des précipités γ' est complète pour des durées comprises entre 33 minutes et 42 minutes.

La comparaison modélisation-mesures au chauffage a été réalisée pour les microstructures M1 et M2, car le modèle ne tient pas en compte de la taille des grains γ. Cette comparaison est présentée sur la figure 3.17a pour la microstructure M1 (T_γ = 40 µm et $T_{\gamma'}$ = 200 nm) et rappelée sur la figure 3.17b pour la microstructure M2 (T_γ = 40 µm et $T_{\gamma'}$ = 2000 nm). D'un point de vue de la modélisation, le chemin thermique appliqué pour générer la microstructure M1 n'engendre pas de précipités γ' tertiaires, ce qui est en accord avec les mesures de résistivité électrique. Numériquement, la température de début de dissolution des précipités γ' secondaires augmente lorsque leur taille augmente. En effet, on s'attend à une température de dissolution des petits précipités γ' plus basse que celle des gros précipités car la courbure de l'interface a pour conséquence de modifier l'énergie élastique, l'équilibre chimique local à l'interface γ/γ' et la force motrice de dissolution. Le modèle prévoit un début de dissolution des précipités γ' secondaires à partir de 890°C pour la microstructure à petits précipités (M1) et 930°C pour la microstructure à gros précipités (M2). Expérimentalement, cette température pour l'état M1 (à petits précipités γ') est superieure de 30°C en comparaison à celles de l'état M2 (à gros précipités γ'), ce qui est en contradiction avec le modèle. Un écart respectif de +90°C et de -20°C est donc obtenu entre les températures de dissolution prédites et mesurées pour les états M1 et M2. Enfin, le modèle prévoit, à l'inverse des résultats expérimentaux, une dissolution complète de la phase γ' à l'issue du chauffage pour l'état initial M1. Pour la microstructure M2, le modèle prévoit une dissolution complète après 13 minutes et 45 secondes de maintien isotherme contre 42 minutes

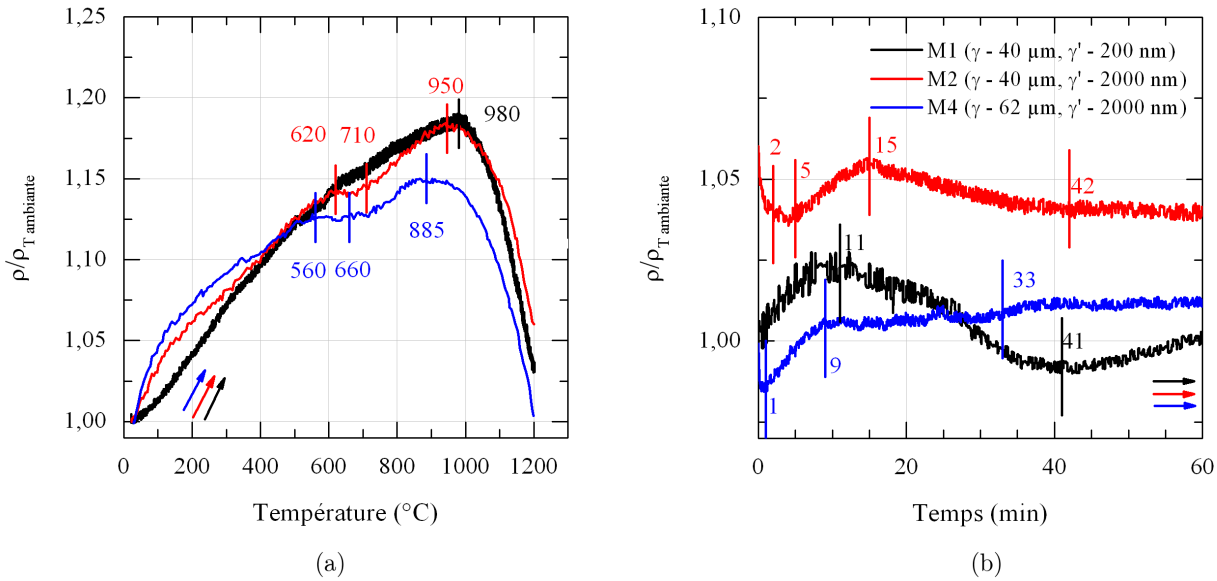


FIGURE 3.16 – Evolution de la résistivité électrique rapportée à la valeur à la température ambiante ($\rho/\rho_{\text{Tambiante}}$) depuis les états initiaux M1, M2 et M4 au cours (a) du chauffage à 60°C.min^{-1} et (b) du maintien isotherme à 1205°C.

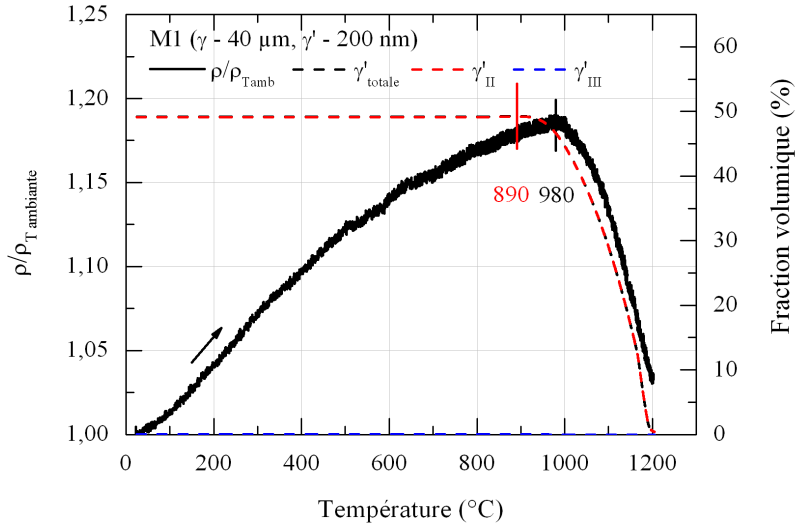
expérimentalement.

3.2.3 Discussion

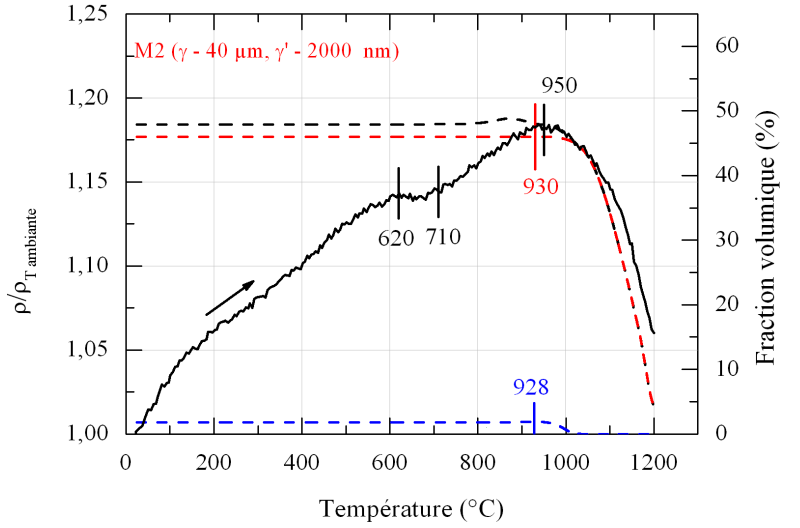
Dans ce travail, nous avons montré que la résistivité électrique est un excellent traceur pour suivre *in situ* les séquences de précipitation et de dissolution des précipités γ' (secondaires et tertiaires) dans le cas de l'alliage N18. Nous avons déterminé les températures de début de dissolution et de précipitation des précipités γ' secondaires et tertiaires au cours du chauffage et du refroidissement. Nous avons par la suite comparé les évolutions de résistivité à un modèle de germination-croissance-coalescence.
Tout d'abord, nous allons comparer les données de résistivité et les températures de début de dissolution et de précipitation avec celles reportées dans la littérature. Ensuite, nous discuterons de l'apport des mesures vis-à-vis de la modélisation.

Pour rappel, les mesures ayant été réalisées dans le cadre de stages de fin d'étude, les aspects de reproductibilité et de dispersion des résultats n'ont pas été complètement testés. Par exemple, les mesures réalisées avec des échantillons cylindriques ou parallélépipédiques ne donnent pas exactement les mêmes formes de courbes. Un écart de température entre les deux bornes de mesure peut occasionner une différence de potentiel supplémentaire modifiant ainsi la valeur absolue de la résistivité électrique. Ou encore, les éventuelles hétérogénéités microstructurales peuvent modifier les domaines de transformation en température ainsi que leur amplitude. Les résultats présentés dans ce manuscrit doivent donc être consolidés par des mesures de répétabilité et des observations microstructurales *post mortem* (MEB et/ou MET). Ces remarques ne doivent pas cacher l'originalité et la performance du montage utilisé. En effet, des mesures combinées de dilatométrie et de résistivité électrique *in situ* lors de cycles thermiques à haute température (> 1200°C) n'est pas chose courante.

Des études concernant des mesures *in situ* de résistivité électrique peuvent être divisées en trois catégories. La première catégorie fait état de la faisabilité du montage sans toutefois associer les évolutions de la résistivité électrique à des modifications microstructurales [181–184]. La



(a)



(b)

FIGURE 3.17 – Evolution de la résistivité électrique rapportée à la valeur de la température ambiante ($\rho/\rho_{\text{Tambiante}}$) et des fractions volumiques prédites pour les différentes populations de précipités γ' au cours du chauffage à 60°C.min^{-1} (a) depuis l'état initial M1 et (b) l'état initial M2.

deuxième catégorie concerne les mesures *in situ* de résistivité électrique au cours de maintien isotherme entre 500°C et 700°C [185–187] ou au cours du chauffage [180] afin d'observer la cinétique de formation de la phase γ'. D'autres études concernent des mesures *post mortem* de résistivité électrique pour caractériser les cinétiques de formation de la phase γ' dans des superalliages à base de nickel ainsi que les taux de défauts présents dans le matériau. Dans ces études, il s'agit de mesurer la résistivité électrique du matériau à température ambiante après différents temps et températures de maintien [188–190].

Parmi ces études, nous pouvons nous comparer aux travaux de Roeburck *et al.*, reportant des évolutions similaires de résistivité électrique *in situ* au cours du chauffage sur le superalliage monocristallin CMSX4 [180]. Dans ce travail, la diminution de la résistivité électrique à 800°C est attribuée de manière générale à la dissolution de la phase γ'. Dit autrement, les températures de dissolution des différentes populations n'ont pas pu être différenciées. Dans notre cas, nous attribuons cette diminution à la dissolution des précipités γ' secondaires en particulier.

Puisque nos mesures de résistivité électrique ne sont pas directement comparables aux données de la littérature, nous comparons les températures de début de dissolution et de précipitation des précipités γ'_{II} avec celles de la littérature au cours du chauffage et du refroidissement.
Au chauffage, ces données ne sont pas disponibles pour l'alliage N18. C'est pourquoi, nous avons fait une comparaison avec d'autres alliages. La figure 3.18a représente la différence entre la température de solvus [1] et la température de début de dissolution des précipités γ' secondaires en fonction de la vitesse de chauffage pour l'alliage N18 (ce travail) et l'alliage AD730 *(Ni - 15,7Cr - 8,5Co - 4,0Fe - 3,1Mo - 2,25Al - 3,4Ti (wt%)*, alliage biphasé γ-γ' [191]. Pour une vitesse donnée (60°C.min^{-1}), cet écart diminue de 30°C lorsque la taille des précipités γ' secondaires passe de 2000 nm à 200 nm. La comparaison avec l'alliage AD730 montre que l'écart de température diminue avec la vitesse de chauffage. Les températures de début de précipitation des précipités γ' secondaires déterminées avec la résistivité pour différentes vitesses de chauffage vont donc dans le sens des données de la littérature. D'un point de vue technique, les mesures *in situ* d'analyse thermique différentielle sur l'alliage AD730 n'ont pas permis d'identifier ces températures de dissolution pour des vitesses plus lentes (10°C.min^{-1} et 15°C.min^{-1}) alors qu'avec la résistivité électrique, cette difficulté n'est pas rencontrée. La résistivité électrique permet donc d'étudier un large éventail de vitesse de chauffage.

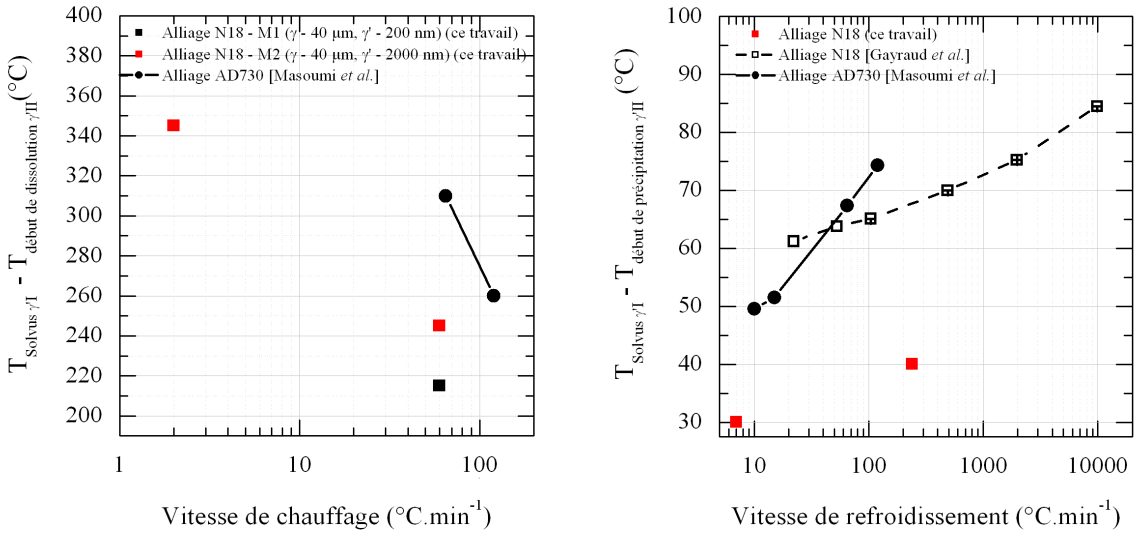


FIGURE 3.18 – Différence entre la température de solvus et la température de début de dissolution des précipités γ' secondaires en fonction de : (a) la vitesse de chauffage ; (b) la vitesse de refroidissement.

Une comparaison similaire est effectuée au cours du refroidissement. La figure 3.18b reporte la différence entre la température de solvus et la température de début de précipitation des précipités γ' secondaires en fonction de la vitesse de refroidissement après un maintien isotherme en « supersolvus » de 1h à 1205°C [2]. Nos valeurs sont comparées à celles reportées dans la littérature pour l'alliage N18 (mesure par dilatométrie) après un maintien isotherme en « subsolvus » de 4 heures à 1165°C [8, 41] et pour l'alliage AD730 (mesure par analyse thermique différentielle) après un maintien en « supersolvus » d'une minute à 1200°C [191]. Comme nous l'avons montré dans le paragraphe 3.2.1.1, la dilatométrie est insensible au changement de phase au cours du chauffage. En revanche, au cours du refroidissement, le début de précipitation des précipités γ'

1. La température de solvus est la température de dissolution des précipités γ' primaires à l'équilibre.
2. La température de dissolution pour une vitesse de refroidissement de 7°C.min^{-1} est obtenue après un maintien de 4h à 1205°C dans les travaux de stage de Guernaoui [145].

secondaires est clairement visible à la fois dans les travaux de Gayraud *et al.* (Figure 3.19a) et dans nos mesures de comportement dimensionnel (Figure 3.19b). Quel que soit l'alliage ou la température du maintien isotherme, le sous refroidissement nécessaire pour activer la germination augmente avec la vitesse de refroidissement. Lorsque nous comparons l'alliage N18 après un maintien en « subsolvus » et en « supersolvus », nous montrons qu'il faut un sous refroidissement plus important pour l'alliage traité en « subsolvus ». Par exemple, ce sous refroidissement est de 40°C pour l'alliage N18 après un maintien en « supersolvus » et de 67°C après un maintien en « subsolvus » pour une vitesse de refroidissement de 60°C.min^{-1}. La comparaison avec l'alliage AD730 montre que la germination est plus rapide dans l'alliage N18 de notre étude. Cette comparaison montre que les températures de début de précipitation des précipités γ' déterminées avec la résistivité électrique sont en cohérence avec les données de la littérature.

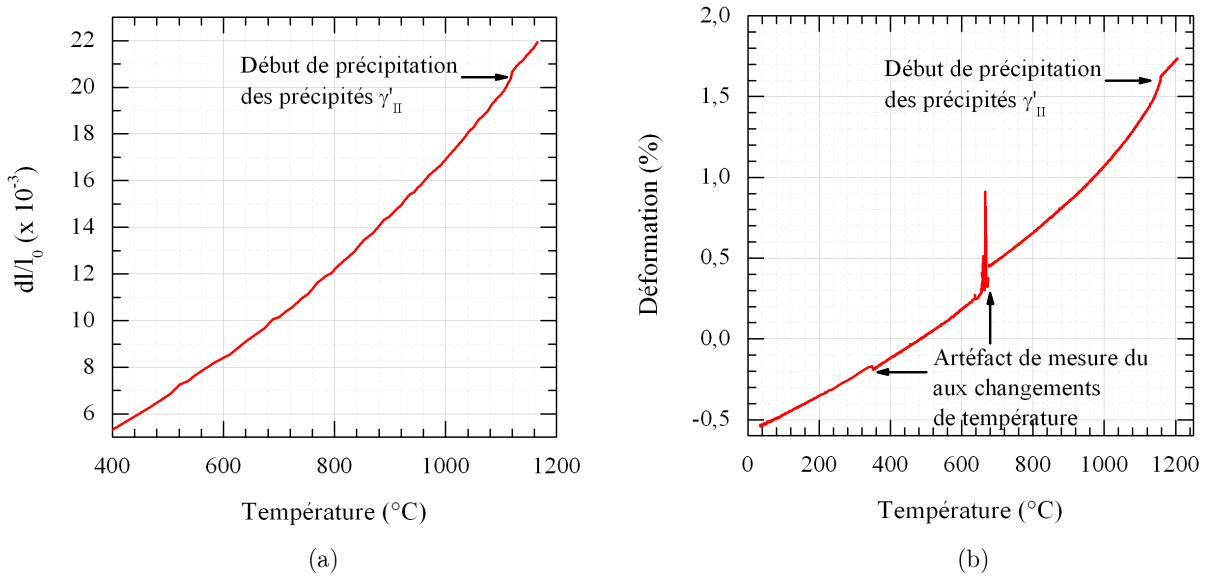


FIGURE 3.19 – Evolution du comportement dimensionnel (a) issue des travaux de Gayraud *et al.* [41] et (b) de nos mesures au cours du refroidissement à 240°C.min^{-1}.

Les données expérimentales disponibles concernant la précipitation des précipités γ' secondaires sont nombreuses. Par contre, peu de travaux ont permis de quantifier finement les domaines de dissolution et de précipitation des précipités γ' tertiaires à cause du manque de sensibilité des techniques *in situ* comme la dilatométrie ou l'analyse thermique différentielle. En revanche, des analyses *post mortem* sont effectuées pour déterminer ces températures. Après des recuits de 1000 heures à différentes températures, Wlodek *et al.* [17] montrent que la température du solvus des précipités γ' tertiaires est comprise entre 700°C et 760°C. Nos mesures *in situ* sur plusieurs échantillons montrent qu'avec un refroidissement de 240°C.min^{-1}, le début de précipitation commence à 660°C. Au chauffage, le début de dissolution est proche de 590°C et de 620°C pour des vitesses respectivement de 2°C.min^{-1} et 60°C.min^{-1}, si on associe les variations de pente observées sur les courbes de résistivité électrique à la dissolution de précipites γ' tertiaires. En prenant des données thermodynamiques et cinétiques de la littérature, Gayraud *et al.* [8] prévoient une température de précipitation à 830°C. Rappelons que les effets élastiques entre la matrice et les précipités n'ont pas été pris en compte dans son modèle et que les coefficients de diffusion considérés sont ceux de l'alliage binaire Ni-Al. Des études en cours montrent que ces ingrédients contribuent à diminuer la température de début de précipitation des précipités γ' tertiaires d'environ 250°C [144].

Dans ce travail, les mesures de résistivité électrique sur l'alliage N18 ont été confrontées à un modèle de germination-croissance-coalescence initialement développé pour des microstructures à petite taille des grains obtenues avec des traitements en « subsolvus » [8, 41]. Le modèle a été enrichi en considérant des microstructures à grande taille des grains obtenues avec des traitements en « supersolvus » [16]. Le modèle permet de prédire l'évolution des fractions volumiques et des rayons moyens des précipités γ' en fonction du chemin thermique imposé. Les principales hypothèses sont (i) l'intérieur d'un grain est assimilé à un milieu infini ; (ii) L'énergie élastique liée au désaccord paramétrique entre les phases γ et γ' et la chaleur latente sont négligées ; (iii) Les précipités sont assimilés à des sphères (morphologie négligée) ; (iv) Les paramètres liés à la concentration d'équilibre, l'énergie d'interphase γ/γ', les coefficients de diffusion sont ceux déterminés dans les travaux de thèse de Gayraud et de Flageolet sur l'alliage N18 [192, 193].
Les mesures de résistivité électrique effectuées dans cette étude ont permis de tester les prédictions liées aux cinétiques de dissolution et de précipitation au cours du chauffage et de refroidissement, puisque le modèle est validé et calibré sur des données expérimentales *post mortem*.

Chauffage. La prédiction des températures de début de dissolution des précipités γ'_{II} et γ'_{III} au cours du chauffage n'avait pas été vérifiée expérimentalement avant ce travail. Pour les précipités γ'_{II}, l'écart entre la prédiction du modèle et les mesures de résistivité est inférieur à 100°C. Pour les précipités γ'_{III}, cet écart excède 250°C. Au cours du chauffage, le modèle prédit correctement la cinétique de dissolution des précipités γ'_{II}. En revanche, les temps de dissolution sont surestimés par le modèle au cours du maintien isotherme.
Benrabah [144] montre que la prise en compte dans le modèle d'un terme traduisant l'existence d'effets élastiques conduirait à :

- des fractions volumiques des microstructures initiales (avant chauffage) différentes. Par exemple, pour l'état microstructural M2, la fraction volumique des précipités γ' secondaires passe de 46 % à 49 % et celle des précipités γ' tertiaires de 1,7 % à 0,3 % ;
- l'absence de précipités quaternaires dans la microstructure initiale au cours du chauffage ;
- une diminution de 250°C de la température de début de dissolution des précipités γ' tertiaires. Elle passerait ainsi de 907°C à 740°C contre 650°C expérimentalement ;
- une diminution de 5°C de la température de début de dissolution des précipités γ' secondaires.

Refroidissement. Les données expérimentales obtenues *post mortem* dans ce travail confirment les prédictions obtenues par le modèle en termes de fraction volumique et de taille de précipités γ'_{II} pour une vitesse de 240°C.min^{-1} (Tableau 3.5). Cette partie du modèle avait déjà été validée [16, 192]. En revanche, nos mesures *in situ* permettent de déterminer les domaines d'existence en température des précipités γ'_{II} et γ'_{III} pour lequel le modèle n'est pas calibré. La figure 3.15 montre que (i) la température de début de précipitation des précipités γ' secondaires est légèrement surestimée dans le modèle (ΔT = 21°C) ; (ii) La fin de précipitation des précipités γ' secondaires est en bon accord pour une vitesse de refroidissement de 240°C.min^{-1} ; (iii) Les températures de début de précipitation des précipités γ' tertiaires sont surestimées d'environ 300°C. Des tests, à ce stade préliminaire, nous permettent de penser que la prise en compte des effets élastiques dans le modèle pourrait réduire cet écart en dessous de 100°C [144].

3.3 Effets du grenaillage, d'un maintien isotherme et de la fatigue sur l'état microstructural et la dureté

Dans cette partie, nous nous intéressons aux effets des traitements thermiques et mécaniques (grenaillage, maintien isotherme et fatigue) sur les états microstructuraux M1 à M4 et leur dureté

(Tableau 3.6). Les caractérisations ont été réalisées en utilisant la microscopie électronique à balayage et la microdureté.

TABLEAU 3.6 – Caractéristiques des traitements mécaniques et thermomécaniques appliqués aux différentes microstructures.

Etat	Microstructure	Surface grenaillée
grenaillé	M1 (γ – 40 µm, γ' – 200 nm)	plane
grenaillé	M2 (γ – 40 µm, γ' – 2000 nm)	plane
grenaillé	M3 (γ – 62 µm, γ' – 200 nm)	plane
grenaillé	M4 (γ – 62 µm, γ' – 2000 nm)	plane
grenaillé	M1 (γ – 40 µm, γ' – 200 nm)	cylindrique
grenaillé + maintien isotherme à 450°C	M1 (γ – 40 µm, γ' – 200 nm)	cylindrique
grenaillé + essai de fatigue interrompu à 450°C	M1 (γ – 40 µm, γ' – 200 nm)	cylindrique
non grenaillé + essai de fatigue interrompu à 450°C	M1 (γ – 40 µm, γ' – 200 nm)	cylindrique

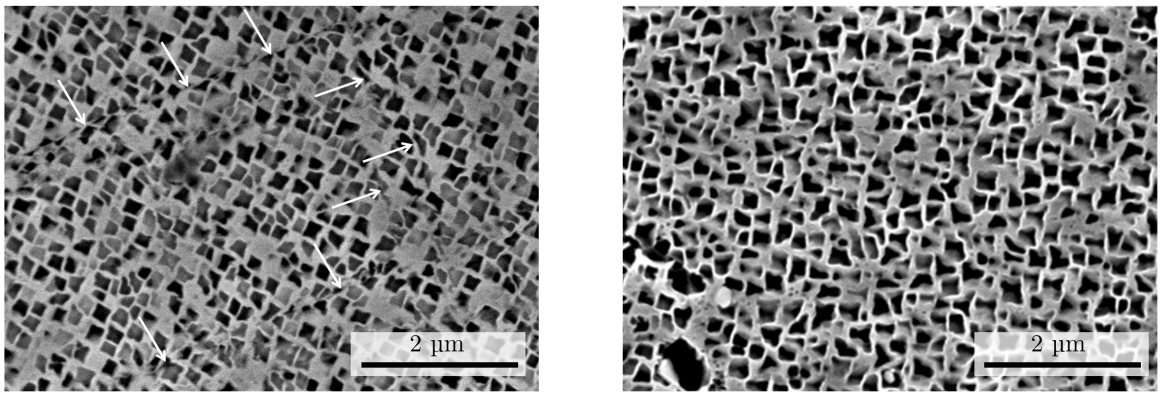
3.3.1 Grenaillage

3.3.1.1 Etat microstructural

Les conditions de grenaillage sont décrites en détail dans le paragraphe 2.1 du chapitre 2 (cf. page 35). Les mécanismes de déformation associés au grenaillage sont différents selon la taille des précipités γ'. Pour les microstructures contenant des précipités fins (M1 et M3), les micrographies réalisées dans la profondeur affectée présentent des lignes de glissement rectilignes (pas de partie déviée observée) traversant les précipités γ' secondaires (Figure 3.20). Ces lignes sont facilement discernables sur les premiers 200 µm de profondeur puis disparaissent progressivement en s'éloignant du bord grenaillé. La faible désorientation ($< 4°$) de part et d'autre des lignes déterminée par des mesures EBSD suppose que ces lignes ne correspondent pas à du maclage. Nous pouvons également constater que plusieurs systèmes de glissement sont activés mais le nombre et la nature des systèmes activés n'ont pas été déterminés. Si l'on se réfère à la littérature, l'apparition des lignes de glissement après grenaillage, dépendant de l'orientation des grains, est au préalable observée par Tufft *et al.* sur le superalliage René 88DT avec une taille de précipités γ' de 140 nm [75]. Pour les microstructures à gros précipités (M2 et M4), les microstructures ne présentent pas de lignes de glissement en proche surface. L'arrangement des précipités paraît cependant plus chahuté sur une profondeur proche de 300 µm lorsqu'on compare les micrographies en proche surface et à cœur des échantillons (Figure 3.21). Même si des observations à une échelle plus fine n'ont pas été réalisées, ces premières observations microstructurales suggèrent que les dislocations contournent les précipités, laissant au passage une boucle fermée sur le contour (mécanisme d'Orowan).

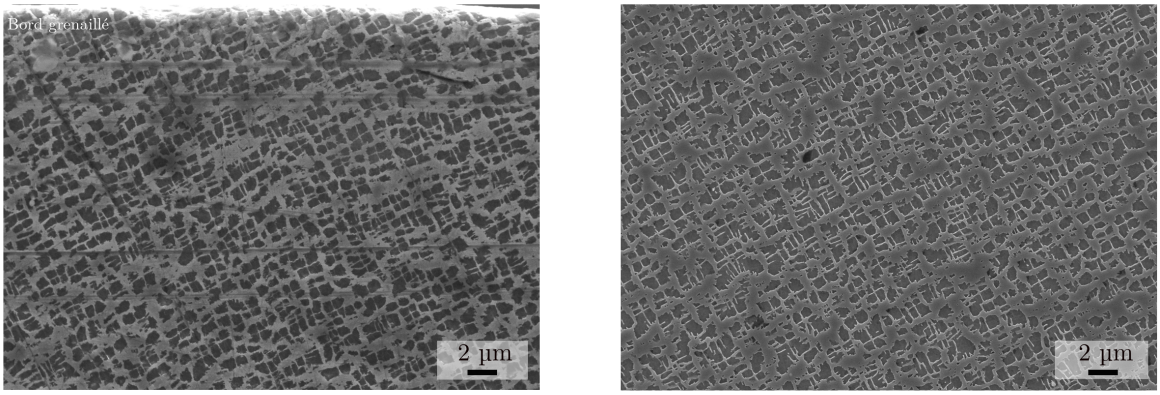
L'analyse qualitative des diffractogrammes de rayons X réalisés sur la surface grenaillée des quatre microstructures n'a pas révélé de variation de la fraction volumique des phases à l'issue du grenaillage. Ces diffractogrammes sont obtenus avec un rayonnement en laboratoire avec une profondeur de pénétration de l'ordre de 10 µm. La figure 3.22a compare les diffractogrammes [1] complets avant et après grenaillage pour l'état microstructural M1. L'étude qualitative des pics de surstructure (100) et (110) montre que leur intensité est comparable avant et après grenaillage (Figure 3.22b). De plus, la largeur à mi-hauteur des pics de surstructure est identique pour les deux états mécaniques. La figure 3.22c représente les pics fondamentaux (111) et (200). Nous observons un élargissement des pics après grenaillage, du aux micro-contraintes introduits par le

1. Ces diffractogrammes ont été obtenus après soustraction du bruit de fond puis normalisation par rapport au pic de diffraction le plus intense (111).



(a) (b)

FIGURE 3.20 – Micrographies MEB en mode électrons secondaires de l'état microstructural M1 (γ - 40 µm, γ' – 200 nm) après grenaillage et attaque chimique préférentiellement des précipités γ' secondaires (a) à 40 µm du bord grenaillé et (b) à coeur de l'échantillon.



(a) (b)

FIGURE 3.21 – Micrographies MEB en mode électrons secondaires de l'état microstructural M2 (γ - 40 µm, γ' – 2000 nm) après grenaillage et attaque chimique révélant les précipités γ' secondaires (a) proche du bord grenaillé et (b) à coeur de l'échantillon.

grenaillage. De nombreux auteurs montrent, qu'à l'issue du grenaillage, la largeur à mi-hauteur (FHWM) est beaucoup plus importante proche du bord grenaillé (par exemple [68,69]). L'intensité maximale du pic fondamental (200) est plus faible après grenaillage avec une diminution de 24 % et la position du pic est décalée vers les bas angles 2Θ.
En se basant sur la diffraction des rayons X et l'analyse d'image, Cruchley *et al.* et He *et al.* n'observent pas de diminution de la fraction volumique de phase γ' après grenaillage [73, 74]. En revanche, Jilai *et al.* ont montré une diminution de la fraction volumique de 45 % à 25 % après grenaillage dans le superalliage René 95 [72], sans explication apparente. Si l'on se réfère à la littérature, plusieurs auteurs ont observé un allongement des précipités γ' secondaires en proche surface dans les superalliages RR1000 et K417 pour des tailles de précipités γ' secondaires proches de 100 nm et 1000 nm, et sans changement de fraction volumique analysée par analyse d'images et DRX [73, 74]. La dissolution de la phase γ' à des températures proche de l'ambiante nous semble toutefois peu probable dans un superalliage malgré l'apport important d'un écrouissage de surface par grenaillage.

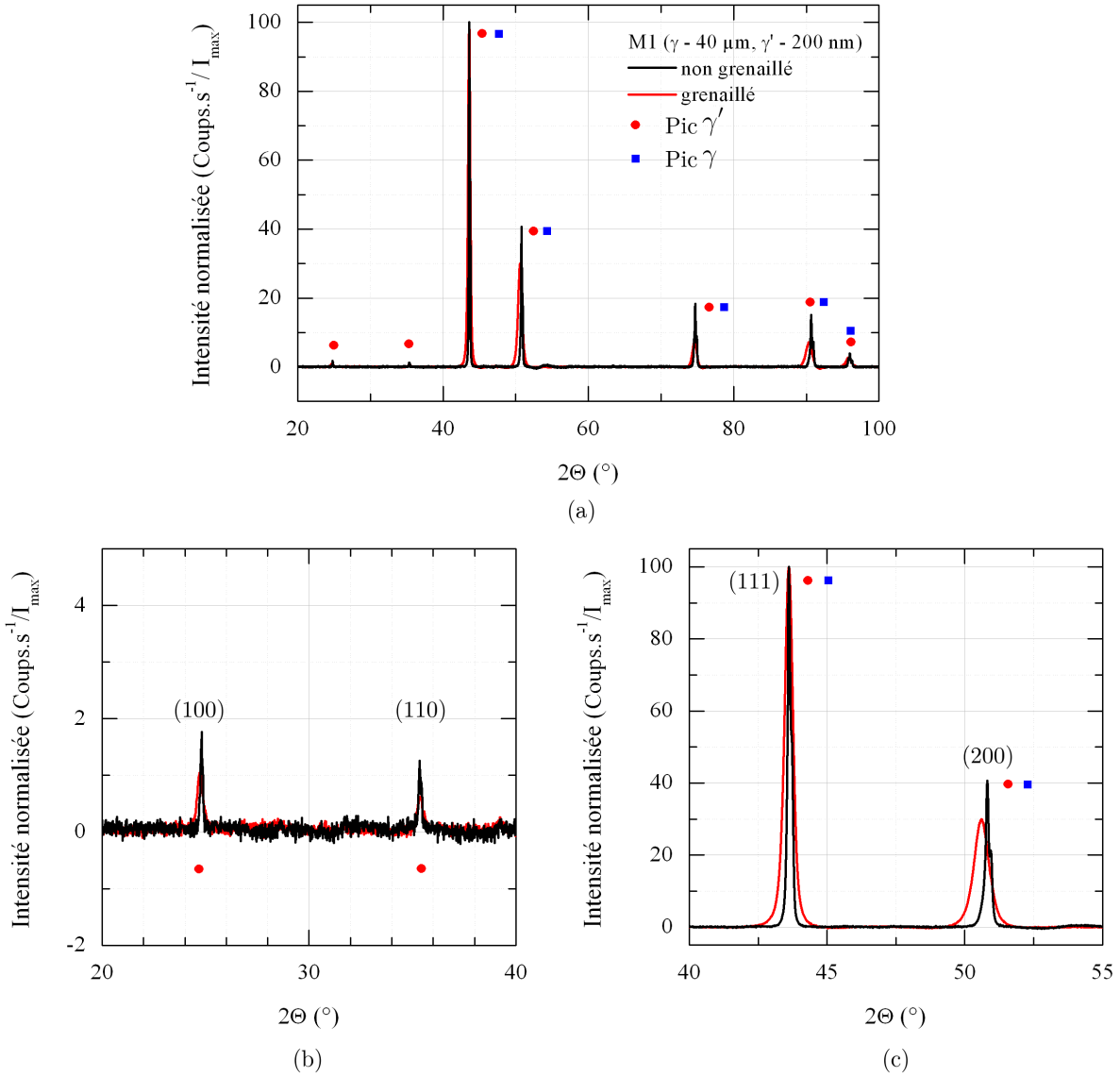


FIGURE 3.22 – (a) Diffractogrammes avec une anode en cuivre pour l'état microstructural M1 non grenaillé (noir) et grenaillé (rouge). (b) Zoom sur les pics de surstructure (100) et (110) et (c) sur les pics fondamentaux (111) et (200).

3.3.1.2 Microdureté

La figure 3.23 présente les profils de dureté en fonction de la profondeur depuis le bord grenaillé pour les quatre états microstructuraux avant et après grenaillage. Les profils pour les états non grenaillés ont été discutés dans le paragraphe 3.1.3. La valeur de la dureté en proche surface est quasiment identique pour l'ensemble des états microstructuraux grenaillés (610 HV pour les microstructures M1 et M3 à petits précipités et 600 HV pour celles M2 et M4 à gros précipités) alors qu'elle diffère en l'absence de grenaillage (460 HV pour M1 et M3, 390 HV pour M2 et M4). L'augmentation de la dureté en surface est due aux contraintes de compression et à la déformation plastique introduite par le grenaillage. Les impacts successifs des billes en surface de l'échantillon provoquent une accumulation de déformation plastique et augmentent par conséquent la densité des dislocations. Le mouvement de ces dislocations est rendu ainsi de plus en plus difficile de part de leur nombre croissant : on parle d'un durcissement par écrouissage. La diminution de la dureté en s'éloignant de la surface est liée au taux de déformation accumulé et

la densité de dislocations qui diminuent. Les valeurs identiques de dureté en surface suggèrent un taux de recouvrement [1] important. Les déformations supplémentaires introduites ne plastifient plus le matériau et le taux de dislocation n'évolue plus en augmentant le temps d'exposition [62].

Par ailleurs, la profondeur affectée par le grenaillage est plus importante pour les microstructures à gros précipités (500 µm) en comparaison à celles à petits précipités (400 µm). Cette caractéristique est souvent utilisée pour définir la profondeur affectée par le grenaillage (superalliages RR1000 [67,68,74], Udimet 720Li [69,76,80], Inconel 718 [78]). L'évolution de la dureté, qui est généralement associée à l'évolution de la déformation plastique ou de l'écrouissage (par exemple [67,68]), témoignent donc des niveaux plus importantes de déformation plastiques et/ou de contraintes résiduelles pour les microstructures à gros précipités γ'. Ceci indique que le mouvement de dislocations est plus aisé pour ces microstructures, permettant une accumulation de dislocations plus élevée.
Puisque la dureté est sensible à la fois à l'écrouissage et aux contraintes résiduelles, il est nécessaire de comparer les profils de contraintes résiduelles à ceux de dureté pour obtenir des résultats qualitatifs concernant l'évolution de la déformation plastique après grenaillage.

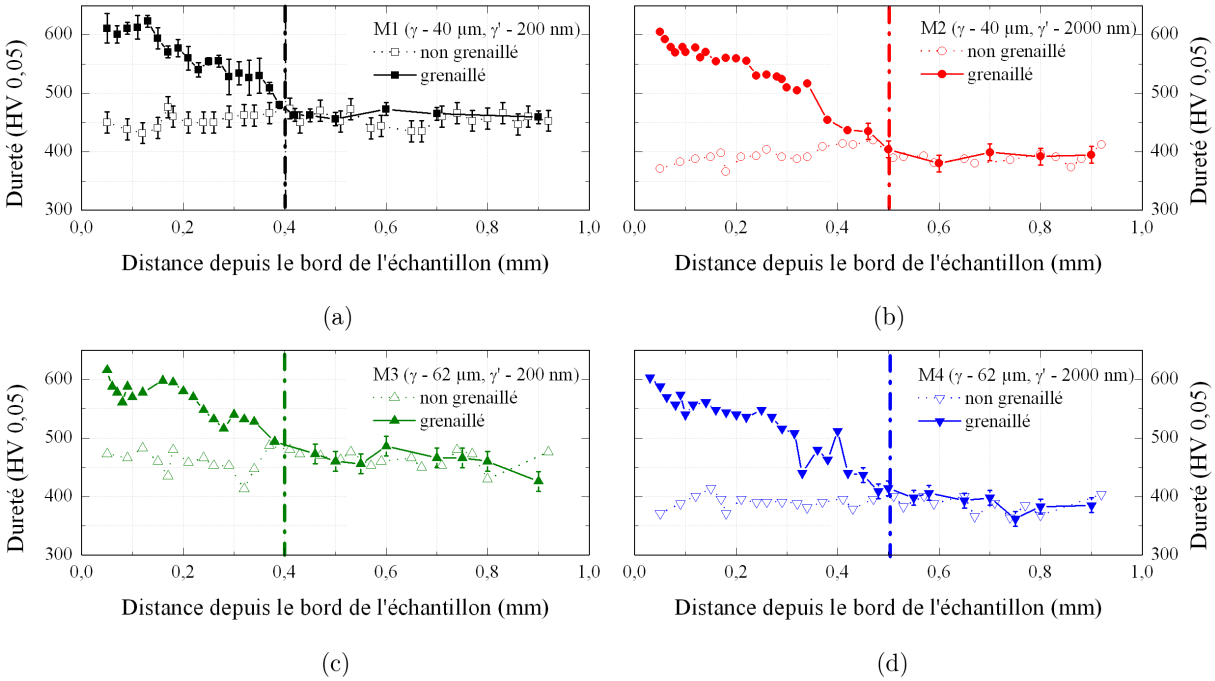


FIGURE 3.23 – Profils de dureté en fonction de la distance depuis le bord de l'échantillon avant et après grenaillage pour les quatre états microstructuraux. (a) M1 : γ - 40 µm, γ' - 200 nm, (b) M2 : γ - 40 µm, γ' - 2000 nm, (c) M3 : γ - 62 µm, γ' - 200 nm et (d) M4 : γ - 62 µm, γ' - 2000 nm. Les incertitudes sont déterminées qu'à coeur de l'échantillon pour les microstructures M2 à M4.

3.3.2 Effet des traitements thermiques et thermomécaniques sur la dureté

Sur les figures 3.24a et 3.24b sont portées respectivement les profils de dureté d'échantillons grenaillés M1 après un maintien isotherme de 1h40 à 450°C et après un essai de fatigue à 450°C interrompu à 300 cycles et sont comparés aux échantillons bruts de grenaillage. Nous pouvons constater que les profils de dureté sont sensiblement identiques à l'issue du maintien isotherme ou de l'essai de fatigue en comparaison à l'état brut de grenaillage. Ces résultats supposent que les contraintes résiduelles et/ou les déformations plastiques introduites par le grenaillage restent

1. Le pourcentage de surface impactée. Ce paramètre dépend directement de la durée du grenaillage.

inchangées. La figure 3.24b montre aussi que l'état non grenaillé suivi du même essai de fatigue présente un profil de dureté similaire à l'état microstructural M1 non grenaillé (Figure 3.8) avec une dureté moyenne de 460 HV. Ces résultats sont similaires à ceux obtenus par Luo *et al.* sur le superalliage Udimet 720Li [76] pour des états grenaillés suivis d'un essai de fatigue à température ambiante et à 600°C avec des niveaux de contraintes imposées de 1030 MPa et de 1390 MPa.

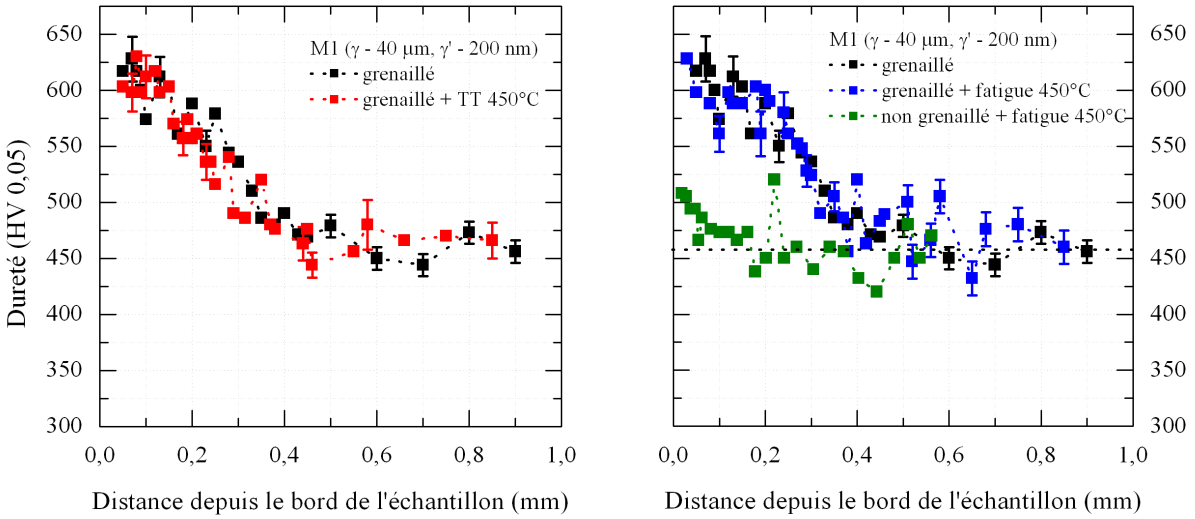


FIGURE 3.24 – Comparaison des profils de dureté : (a) effet d'un maintien isotherme à 450°C depuis l'état M1 grenaillé ; (b) effet d'un essai de fatigue à 450°C interrompu à 300 cycles depuis un état M1 grenaillé et non grenaillé.

3.4 Bilan

Un des objectifs de ce travail de thèse a été de fabriquer des microstructures modèles significativement différentes en termes de taille des grains et de précipités γ' secondaires à partir d'un disque de turbine en alliage N18 ayant subi un traitement standard. L'objectif visé pour la taille des grains a été d'atteindre 50 µm et 100 µm en partant d'une taille de 5-10 µm. En utilisant les résultats de la littérature pour différents alliages et le savoir-faire développé à l'ONERA, une trentaine de traitements thermiques a été testé dans ce travail. La complémentarité des techniques de caractérisation a permis de montrer que :

- La taille moyenne des grains maximale obtenue (62 µm) est proche de la taille de poudres tamisées avec un seuil maximum de 53 µm avant leur mise en forme. Nous avons donc retenu des microstructures avec une taille moyenne des grains de 40 µm et de 62 µm.
- L'application d'un palier en « subsolvus » avant un palier en « supersolvus » permet de s'affranchir de la croissance anormale de certains grains. Nos observations au MEB n'ont pas permis de visualiser les particules aux « PPB » ainsi que les limites des poudres initiales. Il nous est donc encore difficile d'expliquer clairement l'origine de la croissance des grains avec un traitement en « subsolvus » au préalable ainsi que les facteurs limitant la croissance de la taille des grains.
- L'obtention d'une seule population de précipités γ' de taille moyenne de 200 nm ou 2000 nm est contrôlée par la vitesse de refroidissement depuis la mise en solution en « supersolvus ». Dans les deux cas, la fraction volumique de phase γ' est proche de 40 %. Pour les microstructures obtenues, les valeurs de limite d'élasticité et de dureté Vickers sont tributaires de la taille des précipités. La limite d'élasticité de l'alliage diminue de 28 %

lorsque la taille des précipités augmente d'un facteur 10 indépendamment de la température (450°C ou 650°C). De même, la dureté Vickers diminue de 15 % lorsque la taille des précipités augmente d'un facteur 10. En revanche, l'écart de taille moyenne des grains γ n'impacte pas ces grandeurs mécaniques, en raison de la dispersion de taille comprise entre 5 et 205 µm. Pour avoir un effet marqué de la taille de grain, une distribution en taille des poudres initiales plus resserrée serait nécessaire lors de l'opération de tamisage.

- Pour des échantillons grenaillés par ultrason dans les mêmes conditions, la valeur de dureté en surface des échantillons est la même pour tous les états microstructuraux suggérant un taux de recouvrement important dû à l'opération de grenaillage. La profondeur affectée par le traitement est plus importante d'environ 100 µm pour les microstructures à gros précipités (500 µm). En complément, les observations au MEB réalisées en proche surface ont permis de montrer que les précipités γ' sont cisaillés au passage des dislocations lorsqu'ils sont de petites tailles et probablement contournés par les dislocations dans le cas inverse (gros précipités).
- Les profils de dureté restent inchangés à l'issue d'un maintien isotherme de 1h40 à 450°C ou d'un essai de fatigue à 450°C interrompu à 300 cycles.

Le suivi des cinétiques de dissolution et de précipitation de la phase γ' à l'aide de mesures *in situ* de résistivité électrique et de dilatométrie a été le second point abordé dans ce travail. Pour rappel, peu de travaux portent, d'un point de vue expérimental, sur les aspects cinétiques en raison de la difficulté de suivre en continu les changements de phases. Les seuls travaux tirés de la littérature porte (i) sur des mesures *post mortem* de la résistivité électrique après différents temps et températures de vieillissement, (ii) ou au cours d'un maintien isotherme ou de chauffage *in situ* afin de déterminer la cinétique de formation de la phase γ'. La réponse électrique de l'alliage N18 a permis de différencier les températures de début de dissolution et de précipitation des différentes populations de précipités γ' (secondaires, tertiaires) ainsi que leur cinétique. En revanche, la réponse dilatométrique n'a pas permis de préciser aussi finement ces différentes grandeurs. L'analyse de la réponse électrique a permis de montrer que :

- Pour l'état microstructural contenant des petits grains γ et principalement des gros précipités γ' secondaires, une vitesse de chauffage de 60°C.min^{-1} conduit à un décalage de 30°C sur le début de dissolution des précipités γ' tertiaires et de 100°C sur le début de dissolution des précipités γ' secondaires par rapport à une vitesse de chauffage de 2°C.min^{-1}. A la fin de l'étape de chauffage, la dissolution des précipités γ' secondaires est partielle et ce n'est qu'après 2 minutes de maintien à 1205°C que la dissolution est complète. Les précipités γ' secondaires grossiers localisés aux joints de grains se dissolvent quant à eux qu'après 33 minutes alors qu'ils se dissolvent complètement au cours du chauffage lorsque la vitesse de chauffage appliquée est de 2°C.min^{-1}.
- Lorsque qu'un refroidissement à 240°C.min^{-1} est appliqué à l'issue du maintien isotherme à 1205°C, les températures de début de précipitation des précipités γ' secondaires et tertiaires sont respectivement de 1155°C et 660°C. Un sous-refroidissement de 40°C est nécessaire pour déclencher le début de précipitation des précipités γ' secondaires.
- La température de dissolution des précipités γ' secondaires est tributaire de leur taille. Ainsi, au cours d'un chauffage à 60°C.min^{-1}, le début de dissolution des précipités γ' secondaires a lieu à une température plus basse pour la microstructure à petite taille des grains et précipités (950°C) en comparaison à la microstructure à petite taille des grains et gros précipités (980°C).

Les réponses électriques enregistrées ont été confrontées à un modèle de germination - croissance - coalescence développé par Gayraud, Boittin et Perrut pour l'alliage N18 [8,16]. Il permet de prédire l'évolution de la taille et de la fraction volumique pour les différentes populations de précipités γ' au cours d'un traitement thermique imposé. Au cours de la phase de chauffage, la

comparaison mesures-modélisation montre un bon accord concernant la dissolution des précipités γ' secondaires et le caractère complet ou partiel de la dissolution à la fin du chauffage. Un décalage sur la température de dissolution des précipités γ' secondaires et tertiaires obtenu avec le modèle est observé. L'écart absolu entre les températures expérimentales et prédites est respectivement de 62°C et de 317°C pour une vitesse de chauffage de 2°C.min^{-1} et de 20°C et de 292°C pour une vitesse de chauffage de 60°C.min^{-1}. Au cours d'un refroidissement, la température de début de précipitation des précipités γ' secondaires est légèrement surestimée avec le modèle (ΔT<25°C). La fin de précipitation des précipités γ' secondaires est en bon accord pour la vitesse de 240°C.min^{-1}. Au même titre qu'au chauffage, nous avons constaté un écart important entre la modélisation et l'expérience concernant le domaine de précipitation des précipités γ' tertiaires puisque leurs températures de début et de fin de précipitation sont surestimées d'environ 300°C. Une étude en cours nous laisse penser que la prise en compte des effets élastiques dans le modèle pourrait réduire ces écarts de température observés pour les précipités γ' tertiaires et modifier leurs fractions volumiques.

4 Détermination des déformations et des contraintes résiduelles

Sommaire

4.1 Etude préliminaire 100
4.1.1 Effet de la géométrie sur la dureté 100
4.1.2 Effet de la préparation des échantillons 101
4.2 Etats microstructuraux avant grenaillage 101
4.2.1 Effet de la taille des précipités γ' sur le champ des déformations déviatoriques 102
4.2.1.1 Cas de la microstructure à petits précipités (M1) 102
4.2.1.2 Comparaison avec la microstructure à gros précipités (M2) . . 104
4.2.2 Détermination des tenseurs complets des déformations et des contraintes 105
4.2.2.1 Tenseurs complets des déformations 105
4.2.2.2 Influence de la taille des précipités γ' 112
4.2.2.3 Tenseurs complets des contraintes 115
4.2.3 Synthèse 115
4.3 Evolution du champ de déformations et de contraintes résiduelles . 116
4.3.1 Champs de déformations élastiques déviatoriques résiduelles 116
4.3.1.1 Etat grenaillé 116
4.3.1.2 Redistribution des déformations après un maintien isotherme à 450°C 121
4.3.1.3 Redistribution des déformations après un essai de fatigue oligocyclique à 450°C 123
4.3.2 Détermination du tenseur complet des déformations élastiques résiduelles 125
4.3.2.1 Etat grenaillé 125
4.3.2.2 Etat grenaillé suivi d'un essai de fatigue oligocyclique à 450°C 128
4.3.3 Discussion 128
4.3.3.1 Etat non grenaillé 129
4.3.3.2 Etat grenaillé 129
4.3.3.3 Etat grenaillé suivi d'un maintien isotherme à 450°C 130
4.3.3.4 Etat grenaillé suivi d'un essai de fatigue oligocyclique à 450°C 131
4.4 Influence de la microstructure sur les déformations et les contraintes résiduelles après grenaillage 132
4.4.1 Mesure par la méthode des « $\sin^2\psi$ » 133
4.4.1.1 Evolution des contraintes résiduelles 133
4.4.1.2 Evolution de la largeur à mi-hauteur 136
4.4.2 Mesure par microdiffraction Laue 136
4.4.3 Comparaison des résultats obtenus avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » et la microdiffraction Laue 138
4.5 Bilan 146

Dans ce chapitre, nous cherchons à caractériser l'état de déformation et de contrainte à l'échelle des phases avant et après un traitement de grenaillage puis leur redistribution à l'issue d'un maintien en température ou d'un essai de fatigue à 450°C.

Après un travail préalable de l'impact de la géométrie d'éprouvette et de la préparation de la surface des échantillons sur la dureté et le champ de déformation, nous avons caractérisé les champs de déformations élastiques déviatoriques et complètes avant grenaillage en utilisant la microdiffraction Laue couplée à des mesures de l'énergie des réflexions. Ensuite, nous avons étudié l'effet des traitements thermiques et thermomécaniques sur les champs de déformations et de contraintes. Enfin, l'effet de la microstructure (taille des grains γ et des précipités γ') est abordé.

4.1 Etude préliminaire

4.1.1 Effet de la géométrie sur la dureté

Nous avons utilisé deux géométries de surface grenaillée : des échantillons cylindriques grenaillés sur leur pourtour ou géométrie dite « cylindrique » (Paragraphes 4.2 et 4.3) et des échantillons cylindriques dont l'une des deux surfaces planes est grenaillée ou géométrie dite « plane » (Paragraphe 4.4). La géométrie plane a été utilisée pour faciliter les mesures avec la méthode des « $\sin^2\psi$ ». Nous utiliserons respectivement les termes « cylindrique » et « plane » pour distinguer ces deux géométries.
Nous avons tout d'abord vérifié que les conditions de grenaillage utilisées pour ces deux géométries occasionnaient les mêmes duretés. Pour obtenir des conditions comparables, le temps de grenaillage appliqué sur une surface cylindrique de diamètre 6,22 mm doit être 3,2 fois plus long que pour une surface plane d'après les travaux de thèse de Morançais [10].
La figure 4.1 montre que les profils de dureté sont similaires pour les deux géométries dans le cas de la microstructure M1. Ce résultat a été vérifié uniquement pour cette microstructure.

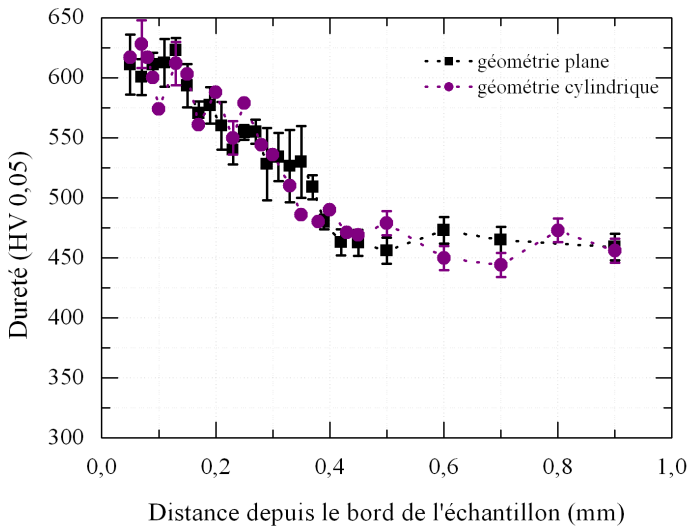


FIGURE 4.1 – Profils de dureté depuis le bord grenaillé pour un échantillon grenaillé de géométrie plane et cylindrique, cas de la microstructure M1.

4.1.2 Effet de la préparation des échantillons

Par la suite, nous avons verifié l'effet de la préparation des échantillons sur les champs des déformations.
Comme illustré sur la figure 4.2a, nous avons constaté qu'à l'issue d'un polissage électrolytique de la surface de l'échantillon, les joints de grains étaient marqués. Ce marquage pourrait être à l'origine d'une relaxation des déformations. Afin de vérifier cette hypothèse, deux échantillons préparés différemment ont été caractérisés par microdiffraction Laue : un premier échantillon poli mécaniquement jusqu'à une granulométrie de 0,25 µm et le second poli également mécaniquement puis électrolytiquement pendant 20 minutes pour enlever une couche de matière supplémentaire d'environ 20 µm. Les figures 4.2b et 4.2c présentent les cartographies d'orientation et de déformation déviatorique ($\varepsilon^{\mathrm{d}}{}_{\mathrm{xx}}$) pour ces deux états. Les états de déformation sont comparables avec des niveaux compris entre 0 et $0,5 \times 10^{-3}$. Les résultats montrent que la relaxation du champ de déformations due au polissage électrolytique est donc inférieure à la sensibilité de la mesure qui est de 2×10^{-4}. Elle est donc négligeable devant celles introduites par le processus de fabrication et la modification de la microstructure par traitement thermique. Dans ce manuscrit, nous considérons donc que le polissage électrolytique ne modifie pas l'état des déformations et des contraintes. Classiquement, un polissage électrolytique est effectué après un polissage mécanique dans la littérature. Par souci de comparaison, ce polissage électrolytique sera tout de même appliqué sur l'ensemble de nos échantillons polis mécaniquement.

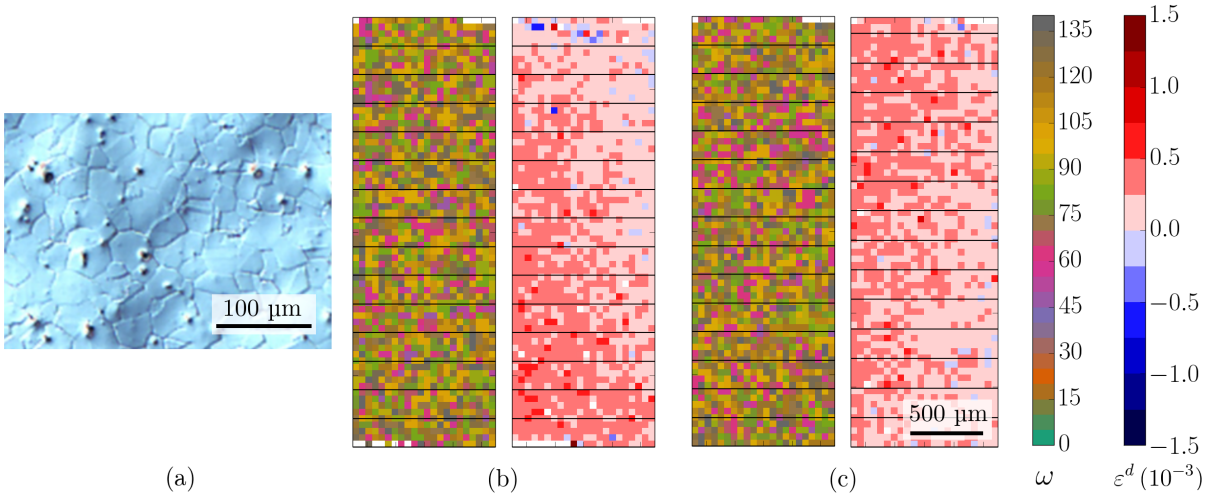


FIGURE 4.2 – (a) Micrographie obtenue par microscopie optique après polissage électrolytique. Cartographies (3×1 mm^2 avec un pas de 0,05 mm) d'orientation des grains (ω) et de déformation déviatorique ($\varepsilon^{\mathrm{d}}{}_{\mathrm{xx}}$) pour (b) l'état poli mécaniquement jusqu'à une granulométrie de 0,25 µm et (c) pour l'état poli mécaniquement et électrolytiquement pendant 20 minutes. Ces deux champs de déformations sont obtenus en considérant l'indexation des réflexions fondamentales du cliché de diffraction ($\gamma + \gamma'$).

4.2 Etats microstructuraux avant grenaillage

Dans cette partie, nous traitons des champs de déformations et de contraintes résiduelles associés aux états microstructuraux M1 (petits précipités) et M2 (gros précipités) avant grenaillage. Ces deux microstructures possèdent la même taille moyenne de grains (40 µm).
Les échantillons ont été prélevés dans des éprouvettes de fatigue non sollicitées mécaniquement et thermiquement. La géométrie de l'échantillon et le repère cylindrique local ($\hat{\mathrm{e}}_{\mathrm{r}}$, $\hat{\mathrm{e}}_{\theta}$, $\hat{\mathrm{e}}_{\mathrm{z}}$) dans lesquels sont exprimés les champs sont schématisés sur la figure 4.3. Pour chaque point de la surface analysée, les directions $\hat{\mathrm{e}}_{\mathrm{r}}$, $\hat{\mathrm{e}}_{\theta}$, $\hat{\mathrm{e}}_{\mathrm{z}}$ correspondent respectivement aux directions radiale, circonférentielle et normale.

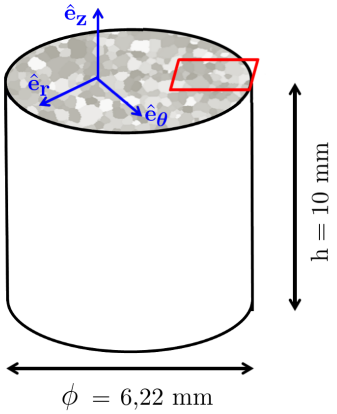


FIGURE 4.3 – Géométrie de l'échantillon et repère cylindrique local ($\hat{e}_r$, $\hat{e}_\theta$, $\hat{e}_z$) dans lequel est exprimé les déformations. La surface analysée est représentée approximativement par un rectangle rouge.

4.2.1 Effet de la taille des précipités γ' sur le champ des déformations déviatoriques

4.2.1.1 Cas de la microstructure à petits précipités (M1)

La figure 4.4a représente les cartographies d'orientation des grains et des composantes du tenseur déviatorique des déformations élastiques obtenues par l'indexation des réflexions fondamentales, associées aux phases γ et γ'. Leur indexation permet d'obtenir les déformations de l'alliage moyen ($\gamma + \gamma'$) puisque ces deux phases ont une relation d'orientation cube-cube. Le bord et le centre de l'échantillon sont situés respectivement à gauche et à droite des cartographies. Les lignes d'iso-rayons sont espacées de 100 µm. L'orientation des grains dans le repère cylindrique ($\hat{e}_r$, $\hat{e}_\theta$, $\hat{e}_z$) est calculée avec la représentation axe-angle (cf. page 56). Ici, seul l'angle est représenté sur la figure 4.4. La cartographie d'orientation contient plus de 125 grains analysés en utilisant un critère de désorientation supérieur à 5° tout comme dans les analyses EBSD présentées au chapitre 3. Il est à noter que même si la taille des pixels sur les cartographies est de 50 µm, la taille du faisceau est inférieure à 1 µm. Comme la taille moyenne des grains est de 40 µm, beaucoup de grains sont manquants sur les cartographies grossières. C'est pourquoi, la cartographie d'orientation est dominée par des grains avec une taille supérieure à 200 µm. La taille moyenne des grains de 40 µm n'est donc pas visible sur ces cartographies.
Pour les six composantes du tenseur déviatorique, les valeurs des déformations sont comprises entre $-0,5 \times 10^{-3}$ et $+0,5 \times 10^{-3}$ au centre de l'échantillon. Des amplitudes de déformation pouvant atteindre $+2 \times 10^{-3}$ sont visibles dans une couche d'épaisseur 400 µm proche du bord de l'échantillon (à gauche). Elles sont trés probablement associées à l'usinage des éprouvettes.
L'indexation des réflexions de surstructure associées à la phase γ' a permis d'obtenir les déformations déviatoriques élastiques de la phase γ'. Leur analyse donne des déformations élastiques (Figure 4.4b) similaires à celles obtenues pour l'alliage moyen (Figure 4.4a). Nous pouvons donc supposer que les niveaux des déformations déviatoriques de la phase γ sont comparables à ceux de la phase γ'. Par conséquent, les déformations mesurées sont plus représentatives du procédé de fabrication et de la croissance des grains que des déformations de cohérence dues au désaccord paramétrique entre les phases γ et γ'.

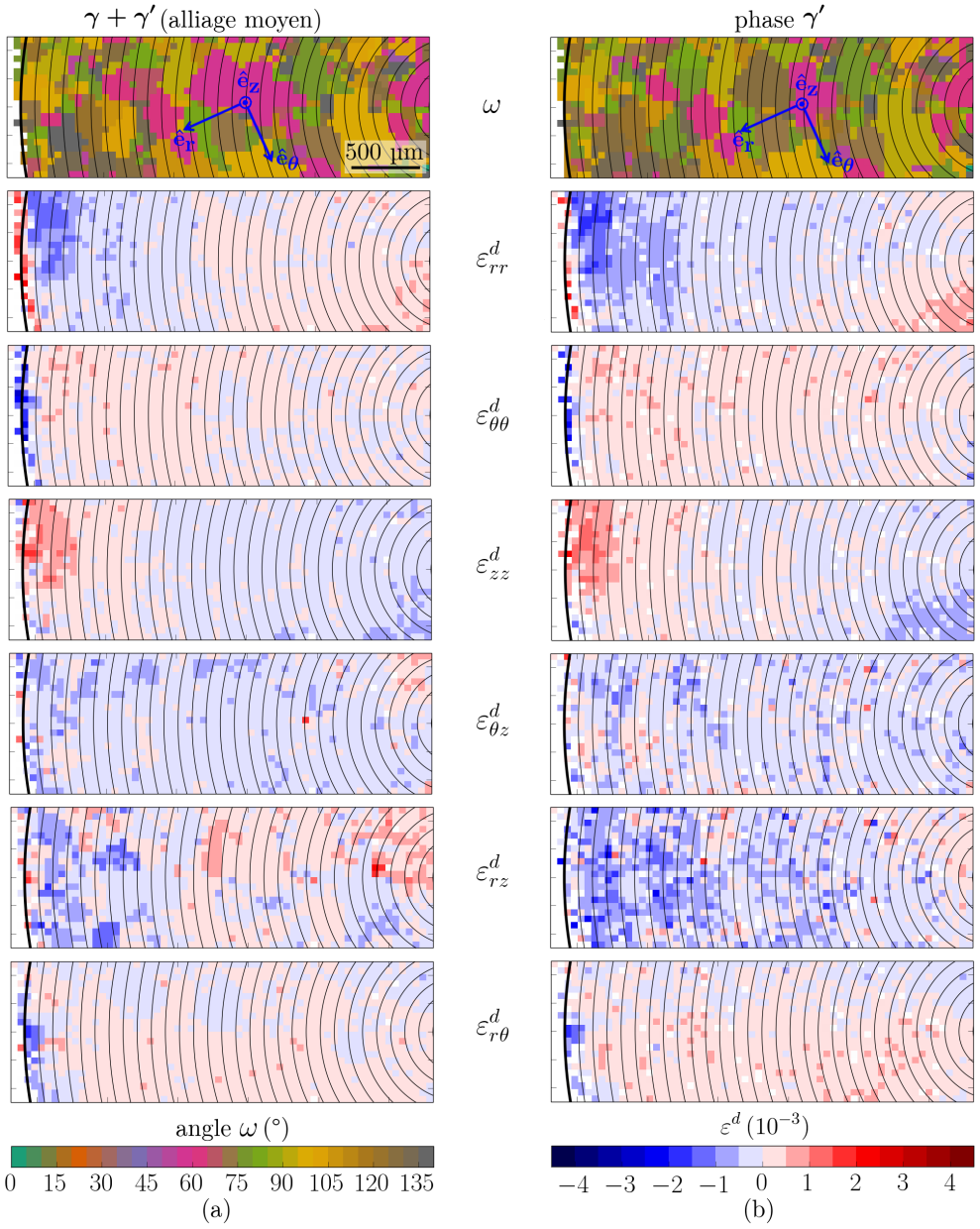


FIGURE 4.4 – Cartographies (3×1 mm^2 avec un pas de 0,05 mm) d'orientation des grains dans la représentation axe-angle (ω) et des six composantes du tenseur déviatorique de déformations pour l'état microstructural M1 avant grenaillage. Résultats obtenus à partir de l'analyse (a) des réflexions fondamentales (alliage moyen) et (b) des réflexions de surstructure (phase γ'). Le bord de l'échantillon est situé à gauche. Les lignes d'iso-rayons sont espacées de 100 µm. Les déformations sont exprimées dans le repère cylindrique local ($\hat{e}_r$, $\hat{e}_\theta$, $\hat{e}_z$).

4.2.1.2 Comparaison avec la microstructure à gros précipités (M2)

Les figures 4.5a et 4.5b présentent les cartographies d'orientation des grains et des composantes du tenseur déviatorique des déformations obtenues respectivement à partir de l'indexation des réflexions fondamentales et de surstructure pour l'état microstructural M2 (gros précipités). Comme précédemment, les déformations de la phase γ' (Figure 4.5b) montrent des niveaux similaires à ceux de l'alliage moyen (Figure 4.5a). Les cartographies correspondant aux composantes ($\varepsilon^{\mathrm{d}}{}_{\mathrm{rr}}$, $\varepsilon^{\mathrm{d}}{}_{\theta\theta}$, $\varepsilon^{\mathrm{d}}{}_{\mathrm{zz}}$ et $\varepsilon^{\mathrm{d}}{}_{\mathrm{r}\theta}$) du tenseur déviatorique sont comparables à celles obtenues sur la figure 4.4a pour la microstructure M1 à petits précipités. En revanche, les composantes de cisaillement $\varepsilon^{\mathrm{d}}{}_{\mathrm{rz}}$ et $\varepsilon^{\mathrm{d}}{}_{\theta\mathrm{z}}$ présentent des fluctuations d'amplitude plus élevées ($\pm 1 \times 10^{-3}$) pour la microstructure M2 à gros précipités. Robach *et al.* [194] ont montré sur un échantillon de germanium non contraint que l'incertitude de mesure sur les composantes $\varepsilon^{\mathrm{d}}{}_{\mathrm{xz}}$ et $\varepsilon^{\mathrm{d}}{}_{\mathrm{yz}}$ sont deux fois plus importantes que les autres composantes à cause de la configuration de la mesure, où ($\hat{\mathrm{e}}^{\mathrm{S}}_1$, $\hat{\mathrm{e}}^{\mathrm{S}}_2$, $\hat{\mathrm{e}}^{\mathrm{S}}_3$) est le repère échantillon (figure 2.13 du chapitre 2). Cependant, ces fluctuations ne sont pas décelées sur les cartographies précédentes associées à l'état microstructural M1 avec une petite taille de précipités (Figure 4.4). De fait, un mauvais positionnement de l'échantillon lors de la mesure est privilégié. En résumé, les états microstructuraux M1 et M2 avant grenaillage ne présentent pas de différences de déformations déviatoriques supérieures à la sensibilité de la mesure pour l'alliage moyen et la phase γ'. De nouveau, les déformations des phases γ et γ' sont probablement très proches.

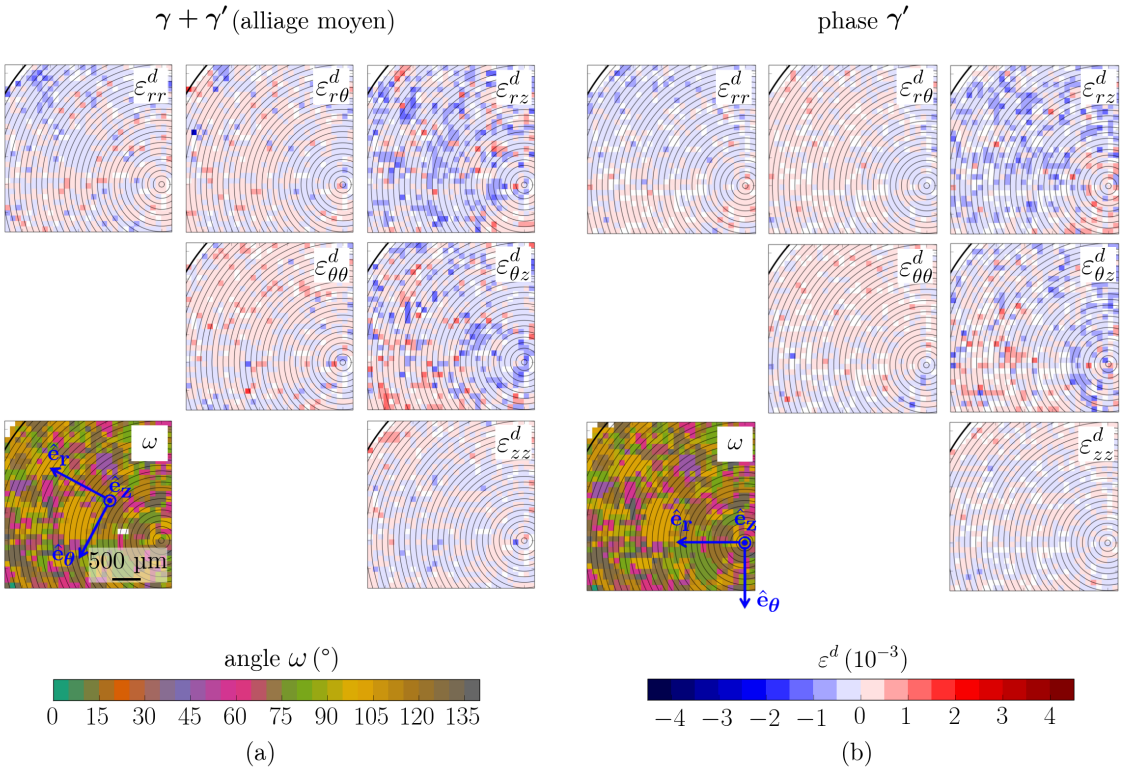


FIGURE 4.5 – Cartographies (2×2 mm^2 avec un pas de 0,05 mm) d'orientation des grains dans la représentation axe-angle (ω) et des six composantes du tenseur déviatorique de déformations avant grenaillage pour l'état microstructural M2 (a) de l'alliage moyen ($\gamma+\gamma'$) et (b) de la phase γ'. Le bord de l'échantillon est situé à gauche. Les lignes d'iso-rayons sont espacées de 100 µm. Les déformations sont exprimées dans le repère cylindrique local ($\hat{\mathrm{e}}_\mathrm{r}$, $\hat{\mathrm{e}}_\theta$, $\hat{\mathrm{e}}_\mathrm{z}$).

4.2.2 Détermination des tenseurs complets des déformations et des contraintes

Nous avons effectué des mesures de microdiffraction Laue en mode polychromatique couplées à la mesure d'énergie d'au moins une réflexion afin d'obtenir le tenseur complet des déformations. La mesure de l'énergie en mode polychromatique a été enregistrée à l'aide d'un détecteur ponctuel et par la méthode du filtre « arc-en-ciel » (méthode « Rainbow » en anglais). Pour des raisons de clarté, nous utiliserons dans la suite la terminologie « méthode ponctuelle » et « méthode Rainbow » pour différencier les deux techniques.
Tout d'abord, nous décrivons la méthodologie pour l'obtention des tenseurs complets de déformations avec les deux méthodes dans le cas de l'état M2 à gros précipités. Puis, ces méthodes sont appliquées pour l'état microstructural M1 à petits précipités afin d'évaluer l'effet de la taille des précipités sur le tenseur complet des déformations.

4.2.2.1 Tenseurs complets des déformations

Avant d'appliquer l'une ou l'autre des méthodes, il est nécessaire d'estimer l'orientation des phases γ et γ'. Pour ce faire, nous avons enregistré un cliché de Laue (Figure 4.6a) dans une zone proche du centre de l'échantillon M2 puis indexé ce cliché en considérant une maille cubique simple (c.s.) et une maille cubique à face centrée (c.f.c.). Les réflexions fondamentales et de surstructure sont indiquées respectivement par des cercles et des carrés sur la figure 4.6a. A noter que la zone sondée est inférieure à celle d'un grain γ, c'est-à-dire que le cliché de Laue est constitué des taches de diffraction d'un seul grain. Nous observons une superposition d'une dizaine de réflexions fondamentales avec celles de surstructure (par ex : la réflexion fondamentale [400] est confondue avec celle de surstructure [300]). Pour une maille c.f.c., la matrice d'orientation du réseau réciproque est déterminée avec 21 réflexions fondamentales :

$$[m]^{fond.}_{c.f.c.} = \begin{bmatrix} -0,80847 & 0,11866 & 0,57611 \\ 0,27953 & -0,78496 & 0,55407 \\ 0,51817 & 0,60980 & 0,60187 \end{bmatrix}_{(\mathbf{e}_1,\mathbf{e}_2,\mathbf{e}_3)} . \tag{4.1}$$

Pour une maille c.s., lorsqu'on utilise les 82 réflexions fondamentales et de surstructure, la matrice d'orientation a la forme suivante :

$$[m]^{fond.+super.}_{c.s.} = \begin{bmatrix} -0,80847 & 0,11873 & 0,57610 \\ 0,27954 & -0,78483 & 0,55422 \\ 0,51817 & 0,60972 & 0,60182 \end{bmatrix}_{(\mathbf{e}_1,\mathbf{e}_2,\mathbf{e}_3)} . \tag{4.2}$$

En omettant les réflexions fondamentales qui sont communes aux phases γ et γ' dans l'analyse du cliché, on obtient la matrice d'orientation du réseau réciproque de la phase γ' (61 réflexions de surstructure) :

$$[m]^{super.}_{c.s.} = \begin{bmatrix} -0,80847 & 0,11868 & 0,57613 \\ 0,27954 & -0,78480 & 0,55424 \\ 0,51817 & 0,60984 & 0,60174 \end{bmatrix}_{(\mathbf{e}_1,\mathbf{e}_2,\mathbf{e}_3)} . \tag{4.3}$$

La différence entre les coefficients m_{ij} des équations 4.2 et 4.3 est inférieure à 1×10^{-4}. L'angle de désorientation est de l'ordre de 0,14 mrad entre les matrices 4.2 et 4.3 et de 0,10 mrad entre les matrices 4.1 et 4.2, confirmant ainsi une relation d'orientation cube-cube entre les phases γ et γ'.

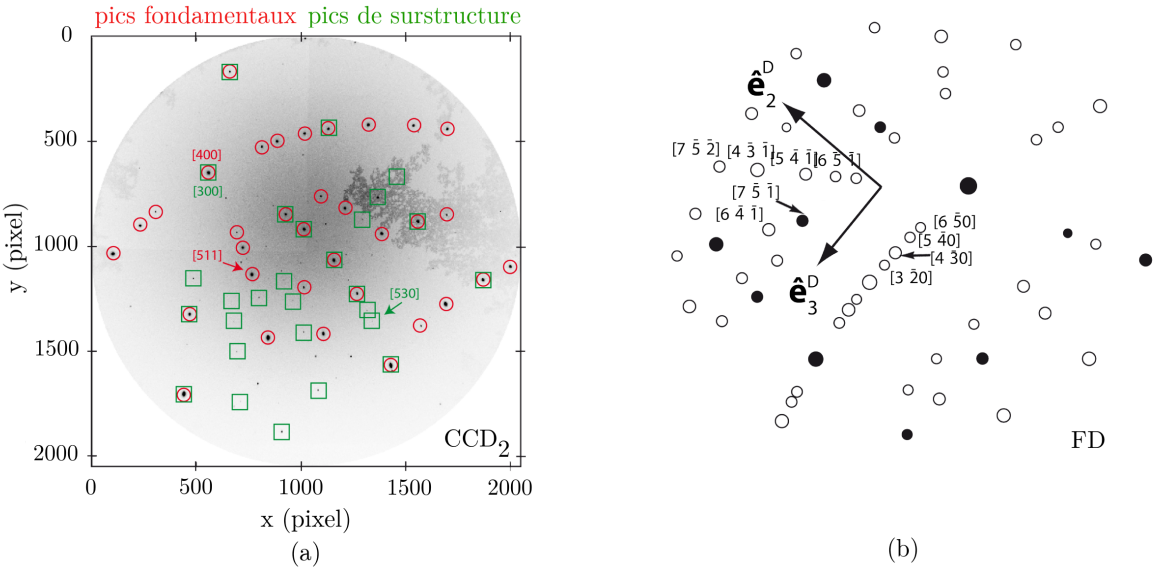


FIGURE 4.6 – (a) Cliché de Laue (Caméra CCD_2 sur la figure 2.13) d'une zone proche du centre pour l'état microstructural M2. Les cercles rouges et les carrés verts correspondent respectivement aux réflexions fondamentales et de surstructure issues du même grain γ. Les flèches indiquent deux réflexions de diffraction étudiées avec la méthode « Rainbow ». (b) Cliché de Laue simulé en direction du détecteur à dispersion d'énergie (FD) situé sur le côté de l'échantillon en direction de $\hat{e}_1^D$ (cf. figure 2.13 page 54). Les symboles pleins correspondent aux réflexions fondamentales et les symboles vides aux réflexions de surstructure. Le repère $\hat{e}_i^D$ (i = 2, 3) est lié à la translation yz du détecteur ponctuel. Les réflexions indexées sont celles accessibles dans la plage de déplacement et de la gamme d'énergie du détecteur. Les flèches indiquent deux réflexions étudiées avec la méthode « ponctuelle ».

Méthode « ponctuelle » [180]. Les spectres de fluorescence enregistrés le long de la direction de diffraction $[7\bar{5}1]$ et avec un décalage de 2°C par rapport à cette direction sont présentés sur la figure 4.7. Le pic de Bragg $(7\bar{5}1)$ est proche du canal 1900. Les autres pics correspondent à la fluorescence des éléments chimiques présents dans l'alliage. L'énergie du pic de Bragg est déterminée en suivant la procédure de calibration décrite en détail dans le chapitre 2 (Page 58).

En raison de la relation d'orientation cube-cube entre les mailles cristallographiques des phases γ et γ', les angles de Bragg des réflexions fondamentales des deux phases sont identiques. En revanche, la différence entre les paramètres de maille des deux phases peut être quantifiée par la différence d'énergie des réflexions sous réserve d'une résolution en énergie du détecteur suffisante.
La figure 4.8 présente les spectres de fluorescence associés à la réflexion fondamentale $(7\bar{5}1)$ et de surstructure $(4\bar{3}0)$, indiquées par des flèches. Nous avons fait le choix de déterminer l'énergie des spectres par ajustement avec une fonction gaussienne. Sur la figure 4.8a, un seul pic de diffraction est visible à $E_{7\bar{5}1} = 18937$ eV. La résolution en énergie du détecteur (∼150 eV) n'est pas suffisante pour déconvoluer les phases γ et γ'. L'énergie de la réflexion de surstructure $(4\bar{3}0)$ est de 12020 eV (Figure 4.8b). L'incertitude sur la position du pic de Bragg conduit à une erreur supérieure à 5 eV sur l'énergie du pic pour les réflexions fondamentales et de surstructure et une précision proche de 1×10^{-3} Å sur les paramètres de maille calculés. Une analyse en considérant plusieurs pics de diffraction [104] n'est pas possible dans notre cas sur les réflexions fondamentales (Figure 4.6) car une seule réflexion est accessible dans la plage de déplacement du détecteur.

Le tableau 4.1 résume les valeurs des six paramètres de la maille cristalline obtenus (a_i, α_i avec i = 1, 2, 3) avec le cliché de Laue de la figure 4.6 et les énergies mesurées pour les réflexions $(7\bar{5}1)$ (fondamentale) et $(4\bar{3}0)$ (surstructure). La différence de paramètre de maille, en supposant

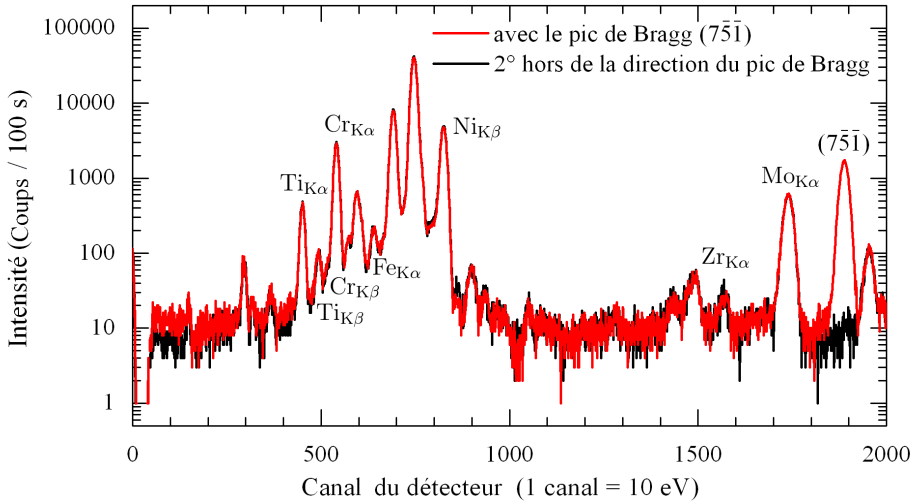


FIGURE 4.7 – Spectres de fluorescence enregistrés avec le détecteur ponctuel à dispersion d'énergie (méthode « ponctuelle ») le long de la direction de diffraction [7$\bar{5}\bar{1}$] et décalé de 2°C par rapport à cette direction de diffraction pour une grain γ proche du centre de l'échantillon M2 à gros précipités. Les éléments chimiques sélectionnés pour la calibration sont indiqués sur les pics de fluorescence.

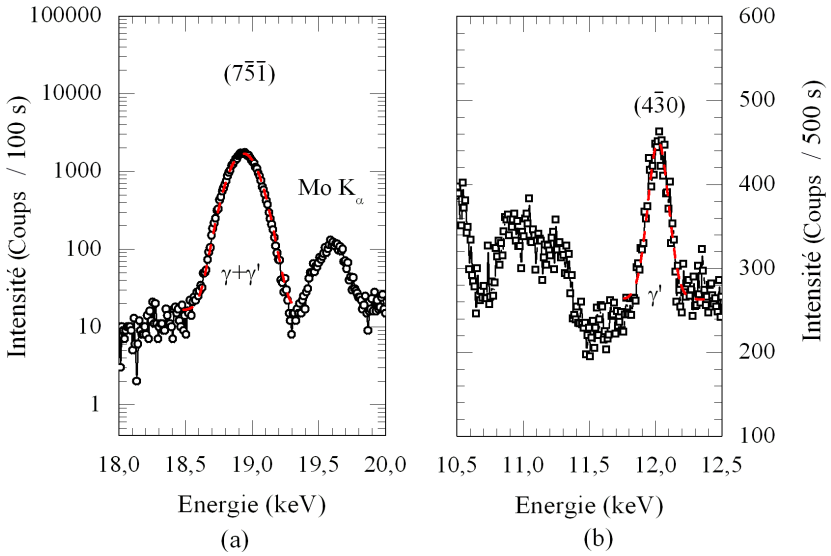


FIGURE 4.8 – Spectres de fluorescence déterminés avec la méthode « ponctuelle » associés (a) à la réflexion fondamentale (7$\bar{5}\bar{1}$) et (b) à la réflexion de surstructure (4$\bar{3}$0) pour un grain γ proche du centre de l'échantillon M2 à gros précipités. Les énergies ont été déterminées par ajustement avec une fonction gaussienne (profils en rouge).

un maille cubique entre l'alliage moyen et la phase γ' ($\bar{a}_{\gamma+\gamma'} - \bar{a}_{\gamma'}$), est de $3,4 \times 10^{-3}$ Å.

Les calculs des tenseurs complets de déformations élastiques liés à l'alliage moyen et à la phase γ' [valeurs des paramètres de maille libre de contraintes de chaque phase (Tableau 2.7 du chapitre 2 [17])] donnent en unité 10^{-3} dans le repère lié à la maille cristalline :

$$\varepsilon^{\gamma+\gamma'} = \begin{pmatrix} 1,1 & 0,0 & -0,1 \\ 0,0 & 0,4 & 0,2 \\ -0,1 & 0,2 & -0,3 \end{pmatrix}_{(\mathbf{a}_1,\mathbf{a}_2,\mathbf{a}_3)} \tag{4.4}$$

$$\varepsilon^{\gamma'} = \begin{pmatrix} 2,0 & -0,1 & -0,1 \\ -0,1 & 1,2 & -0,1 \\ -0,1 & -0,1 & 0,6 \end{pmatrix}_{(\mathbf{a}_1,\mathbf{a}_2,\mathbf{a}_3)}, \tag{4.5}$$

TABLEAU 4.1 – Caractéristiques des réflexions fondamentales et de surstructure étudiées par la méthode « ponctuelle » pour un grain γ proche du centre de l'échantillon M2 à gros précipités. Les paramètres de maille (a_i, α_i avec i = 1, 2, 3) sont déterminés avec la procédure décrite dans le chapitre 2. Les incertitudes données entre parenthèses sont associées à l'incertitude sur l'énergie de la réflexion.

Méthode « ponctuelle »												
(*hkl*)	2θ (deg.)	Energie (eV)	FWHM (eV)	Phase	Sym. crys.	$\|\|\mathbf{a}_1\|\|$ (Å)	$\|\|\mathbf{a}_2\|\|$ (Å)	$\|\|\mathbf{a}_3\|\|$ (Å)	α_1 (deg.)	α_2 (deg.)	α_3 (deg.)	$V^{1/3}$ (Å)
$(7\bar{5}\bar{1})$	104,091	18937(5)	206(1)	$\gamma+\gamma'$	c.f.c.	3,5963(9)	3,5933(9)	3,5909(9)	89,980(0)	90,010(0)	90,004(0)	3,5935(9)
$(4\bar{3}0)$	91,765	12020(5)	163(8)	γ'	c.s.	3,5928(15)	3,5899(15)	3,5877(15)	89,992(0)	90,001(0)	90,004(0)	3,5901(15)

avec une incertitude de $\pm\ 0,2 \times 10^{-3}$ sur les composantes diagonales correspondant aux incertitudes associées à la valeur de l'énergie mesurée.

Méthode « Rainbow » [107]. Comme mentionné précédemment, nous avons également appliqué la méthode « Rainbow » au même point de mesure. La figure 4.9 présente les profils d'intensité de la réflexion fondamentale (511) et de surstructure (530). A titre d'information, la position des deux pics de diffraction (511) et (530) est indiquée par une flèche sur le cliché de Laue de la figure 4.6a. La diminution en intensité associée aux phases γ et γ' est clairement visible sur la figure 4.9a. Les deux minimas sont séparés de 27 eV avec une largeur des pics proche de 20 eV. Sans pouvoir apporter une explication, nous constatons que cette largeur est plus faible pour le pic de surstructure (1 eV).

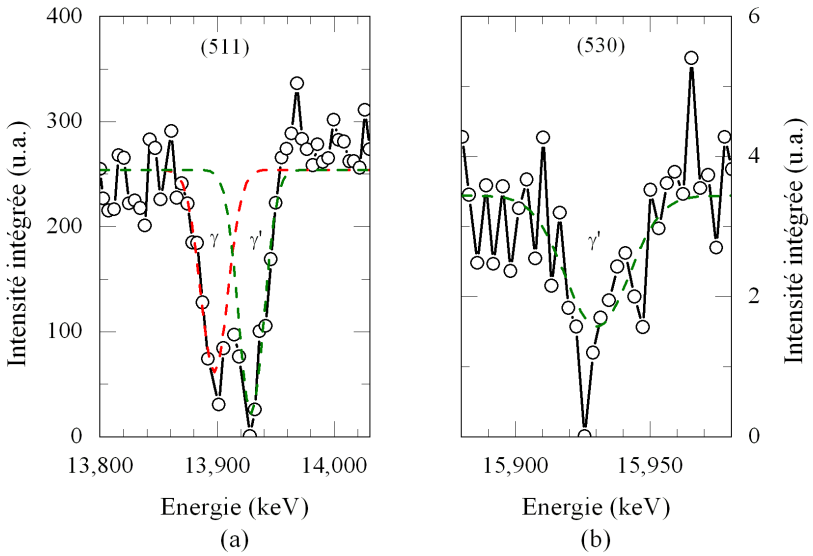


FIGURE 4.9 – Intensité intégrée en fonction de l'énergie (méthode « Rainbow ») pour un grain γ proche du centre de l'échantillon M2 à gros précipités (a) réflexion fondamentale (511) et (b) réflexion de surstructure (530). Les énergies ont été déterminées par ajustement avec une fonction gaussienne (profils en rouge et vert).

Les valeurs des paramètres de maille déterminés de la figure 4.9 sont reportés dans le tableau 4.2. Le désaccord paramétrique entre les deux phases est de $7,5 \times 10^{-3}$ Å. La différence de paramètre de maille de la phase γ' est de $2,2 \times 10^{-3}$ Å ($\Delta a/a = 6 \times 10^{-4}$) selon qu'il est mesuré avec une réflexion fondamentale (511) ou celle de surstructure (530).

Nous analysons tout d'abord la fluctuation des résultats lorsqu'on analyse une dizaine de réflexions *khl* pour une position de mesure donnée (Figure 4.6a). Les trois longueurs de la maille

TABLEAU 4.2 – Caractéristiques des réflexions fondamentales et de surstructure étudiées par la méthode « Rainbow » pour un grain γ proche du centre de l'échantillon M2 à gros précipités. Les paramètres de maille (a_i, α_i avec i = 1, 2, 3) sont déterminés avec la procédure décrite dans le chapitre 2. Les valeurs données entre parenthèses sont associées à l'incertitude sur l'énergie de la réflexion.

Méthode « Rainbow » (*hkl*)	2θ (deg.)	Energie (eV)	FWHM (eV)	Phase	Sym. crys.	$\|\|\mathbf{a}_1\|\|$ (Å)	$\|\|\mathbf{a}_2\|\|$ (Å)	$\|\|\mathbf{a}_3\|\|$ (Å)	α_1 (deg.)	α_2 (deg.)	α_3 (deg.)	$V^{1/3}$ (Å)
(511)	80,162	13904(2)	21(3)	γ	c.f.c.	3,5986(5)	3,5956(5)	3,5932(5)	89,980(0)	90,010(0)	90,004(0)	3,5958(5)
(511)	80,162	13932(2)	21(3)	γ'	c.s.	3,5914(6)	3,5885(6)	3,5863(6)	89,992(0)	90,001(0)	90,004(0)	3,5887(6)
(530)	78,362	15931(2)	2(2)	γ'	c.s.	3,5936(5)	3,5906(5)	3,5885(5)	89,992(0)	90,001(0)	90,004(0)	3,5909(5)
moyenne sur dix réflexions	–	–	–	γ	c.f.c.	3,5991(25)	3,5961(25)	3,5938(25)	89,980(0)	90,010(0)	90,004(0)	3,5963(25)
moyenne sur dix réflexions	–	–	–	γ'	c.s.	3,5914(25)	3,5885(25)	3,5864(25)	89,992(0)	90,001(0)	90,004(0)	3,5877(25)

cristalline $||a_i||$ (i = 1, 2, 3) sont représentées par des symboles pleins sur la figure 4.10 pour les phases γ et γ'. Pour chaque jeu de paramètres de maille, les lignes horizontales continues et les barres d'erreur correspondent respectivement à la valeur moyenne et à l'écart-type. Ces valeurs moyennes sont reportées dans le tableau 4.2. La précision sur l'énergie du pic de diffraction est de 1-2 eV, ce qui conduit à une incertitude comprise entre 2×10^{-4} Å et 4×10^{-4} Å sur la valeur des paramètres de maille. Malgré cette résolution, les paramètres de maille calculés s'étalent sur 5×10^{-3} Å en considérant les dix réflexions *hkl*, soit une précision de $2,5 \times 10^{-3}$. L'écart-type est de 5×10^{-4} Å pour la phase γ et de 4×10^{-4} Å pour la phase γ'. Une analyse similaire sur un monocristal de germanium non contraint a conduit à des paramètres de maille s'étalant sur 3×10^{-3} Å. Ceci montre que la dispersion des valeurs de paramètres de maille dans notre alliage est principalement liée à l'instrumentation et à l'analyse des données plutôt qu'à un champ élastique de cohérence entre les deux phases.

Les paramètres de maille avec la méthode « ponctuelle » sont également reportés sur la figure 4.10 (symboles vides). La précision sur les valeurs des paramètres de maille de la phase γ' est comparable à celle obtenue avec la méthode « Rainbow ». Dans le cas de la méthode « ponctuelle », une seule réflexion a pu être analysée. Nous pouvons supposer que l'incertitude sur les paramètres de maille augmentera avec une analyse à plusieurs réflexions comme c'est le cas avec la méthode « Rainbow ».
Enfin, les résultats moyens sur les dix réflexions reportés sur le tableau 4.2 (méthode « Rainbow ») laissent à penser que la maille cristalline a une symétrie orthorhombique car la valeur de $|\, a_2 - a_1 \,|$ est de 2×10^{-3} Å et celle de $|\, a_3 - a_1 \,|$ de 3×10^{-3} Å. Cependant, nous ne pouvons pas confirmer cette hypothèse car dans le cas d'un monocristal non contraint de germanium possédant une symétrie cubique, l'écart à la symétrie cubique $|\, (a_i - a_1)/a_1 - 1 \,|$ (i = 2, 3) est proche de 5×10^{-4}. Cet écart est équivalent à une erreur de 3×10^{-3} Å sur les valeurs des paramètres de maille.

Avec les valeurs moyennes sur les dix réflexions $||a_1||$, $||a_2||$ et $||a_3||$ reportées dans le tableau 4.2 et la procédure décrite dans le chapitre 2, les tenseurs complets des déformations élastiques dans le repère du cristal pour les phases γ et γ' sont donnés par les matrices suivantes (en unité 10^{-3}) :

$$\varepsilon^{\gamma} = \begin{pmatrix} 0,3 & -0,1 & -0,1 \\ -0,1 & -0,5 & 0,2 \\ -0,1 & 0,2 & -1,2 \end{pmatrix}_{(\mathbf{a}_1,\mathbf{a}_2,\mathbf{a}_3)} \tag{4.6}$$

$$\varepsilon^{\gamma'} = \begin{pmatrix} 1,1 & 0,1 & -0,1 \\ 0,1 & 0,3 & 0,1 \\ -0,1 & 0,1 & -0,3 \end{pmatrix}_{(\mathbf{a}_1,\mathbf{a}_2,\mathbf{a}_3)} . \tag{4.7}$$

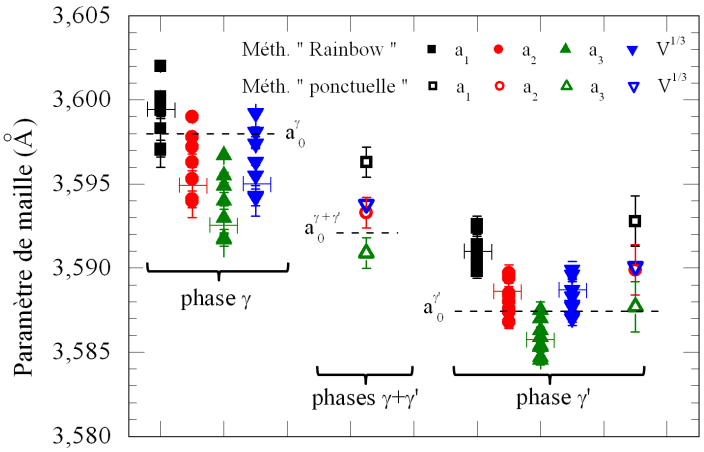


FIGURE 4.10 – Paramètres de maille déterminés avec la mesure d'énergie par un détecteur de fluorescence (Méthode « ponctuelle ») et par la méthode « Rainbow » sur dix réflexions pour un grain γ proche du centre de l'échantillon M2 à gros précipités. Les valeurs a_0 correspondent aux paramètres de maille non contraints déterminés par Wlodek *et al.* [17] (ligne horizontale pointillée).

avec une incertitude de $\pm\ 0,7 \times 10^{-3}$ sur les composantes diagonales correspondant aux incertitudes associées à la valeur de l'énergie mesurée.

En supposant que la maille cristalline est cubique ($\bar{a}$), les paramètres de maille moyens sur les dix réflexions pour les phases γ et γ' sont respectivement de 3,5963 Å et de 3,5888 Å. Avec cette hypothèse, les déformations calculées pour les phases γ et γ' sont respectivement de -3×10^{-4} et de 5×10^{-4}, avec une incertitude de $\pm\, 7 \times 10^{-4}$. La différence de $7,5 \times 10^{-3}$ Å entre les paramètres de maille des deux phases conduit à un désaccord paramétrique négatif $\delta_c = 2(\bar{a}_{\gamma'} - \bar{a}_{\gamma})/(\bar{a}_{\gamma'} + \bar{a}_{\gamma})$ de -2×10^{-3}.
Enfin, la comparaison des tenseurs de déformations de la phase γ n'est pas immédiate avec la méthode « ponctuelle » puisqu'elle ne permet pas d'obtenir directement ce tenseur. En revanche, il est possible de comparer les tenseurs de déformations complets de la phase γ'. En considérant les erreurs introduites par la mesure d'énergie, les valeurs des composantes diagonales sont comparables avec une déformation positive dans la direction a_1 et quasi nulle dans les directions a_2 et a_3.

Nous regardons maintenant l'hétérogénéité de paramètre de maille à l'intérieur d'un grain en analysant les réflexions fondamentales $(\bar{3}13)$ et de surstructure $(\bar{4}23)$. Les réflexions analysées sont différentes de la figure 4.9 puisque cette partie a été effectuée pendant une autre compagne de mesure. La figure 4.11 reporte les paramètres de maille des phases γ et γ' déterminés pour sept points de mesure dans un même grain de la microstructure à gros précipités (M2). Les lignes continues horizontales correspondent aux paramètres de maille moyens et l'amplitude des barres d'erreur à l'écart-type. Les paramètres de maille de la phase γ' sont calculés soit à partir d'une réflexion fondamentale $(\bar{3}13)$, soit à partir d'une réflexion de surstructure $(\bar{4}23)$ du cliché de Laue. Une différence de $3,0 \times 10^{-4}$ Å est obtenue entre les deux considérations confirmant ainsi que l'un des deux minima observé sur le profil d'intensité associé à la réflexion fondamentale est bien lié à la phases γ' (cf. figure 4.9a pour le profil de la réflexion fondamentale (511)).

Synthèse. En résumé, les mesures d'énergie en mode polychromatique avec deux méthodes sur un alliage biphasé avec une différence de paramètre de maille entre les phases proche de 10^{-3} Å mènent aux remarques suivantes :

- Avec le détecteur ponctuel, la présence de nombreux éléments d'alliage facilite la calibration des spectres de fluorescence. La calibration en énergie doit être effectuée sur chaque spectre.

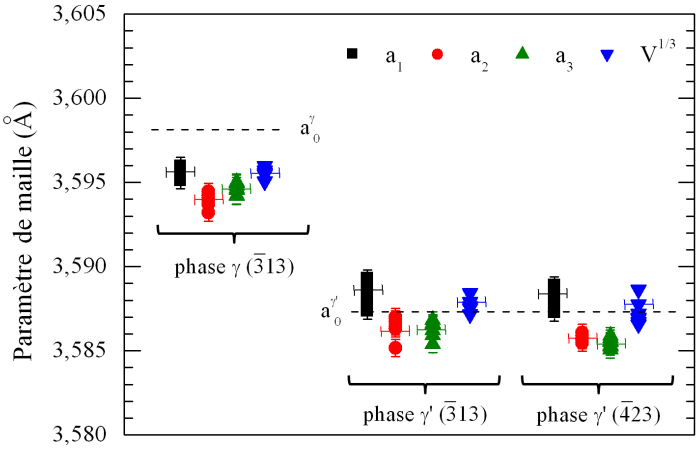


FIGURE 4.11 – Paramètres de maille déterminés par la méthode « Rainbow » sur sept positions dans un même grain proche du centre de l'échantillon M2. Ils sont déterminés pour les phases γ et γ' avec la déconvolution de la réflexion fondamentale $(\bar{3}13)$ et pour la phase γ' avec la réflexion de surstructure $(\bar{4}23)$. Les valeurs a_0 correspondent aux paramètres de maille non contraints déterminés par Wlodek *et al.* [17].

Les incertitudes sur les paramètres de maille pour l'alliage moyen et la phase γ' sont proches de $\pm 2 \times 10^{-3}$ Å ($\Delta a/a = 6 \times 10^{-4}$). La résolution de 150 eV du détecteur n'est pas suffisante pour déconvoluer les contributions des phases γ et γ' lorsque l'analyse est faite sur une réflexion fondamentale. De fait, l'exploitation des réflexions fondamentales permet seulement de déterminer les paramètres de maille et le tenseur complet de déformations élastiques de l'alliage moyen. En revanche, l'analyse des réflexions de surstructure conduit à ceux de la phase γ'. D'un point de vue expérimental, les réflexions fondamentales et de surstructure ne sont pas toujours accessibles pour chaque position de l'échantillon à cause de la plage de déplacement limitée du détecteur, de l'ombrage causé par le porte échantillon et de la symétrie du cristal analysée. Pour une utilisation en mode automatique, la mesure de l'énergie de plusieurs réflexions nécessiterait de réaliser des cartographies de spectres de fluorescence avec un temps de comptage de 100 secondes par point, soit un temps d'acquisition supérieur à 10 heures.

- Avec la méthode « Rainbow », la calibration de l'énergie est réalisée avec les taches de diffraction collectées sur un monocristal de germanium non contraint. Une des différences essentielles en comparaison à la méthode « ponctuelle » est qu'il est possible de séparer les contributions des phases γ et γ' et de fait d'obtenir le tenseur complet des déformations élastiques des phases γ et γ'. Avec la caméra utilisée dans ce travail, une centaine de clichés de Laue est enregistrée en 30 minutes, ce qui permet d'obtenir de nombreux profils présentant des diminutions d'intensité (ou « dips » en anglais). Ces derniers permettent d'effectuer une analyse à plusieurs « dips » et d'avoir une meilleure confiance sur la précision des paramètres de maille et des tenseurs complets des déformations. La précision sur l'énergie mesurée est proche de 2 eV contre 5 eV avec la méthode « ponctuelle », ce qui équivaut à une incertitude de 5×10^{-4} Å sur les valeurs de paramètres de maille au lieu de 2×10^{-3}. Cependant, les incertitudes sur les paramètres de maille avec une analyse à plusieurs réflexions sont proches de $\pm 2,5 \times 10^{-3}$ Å en raison de l'étalement des valeurs des paramètres de maille. Elles sont donc comparables avec celle de la méthode « ponctuelle ». Elles conduisent à une incertitude proche de 1×10^{-3} sur les composantes diagonales du tenseur complet de déformations. Si la taille des grains est suffisamment grande pour conserver le volume diffractant, les incertitudes sur les paramètres de maille pourraient être diminuées en analysant seulement des réflexions associées à la même profondeur de pénétration du faisceau incident dans le matériau.

4.2.2.2 Influence de la taille des précipités γ'

Afin d'étudier la sensibilité de la mesure d'énergie à la taille des précipités γ', la même démarche expérimentale a été suivie pour l'étude de la microstructure M1 dont la taille moyenne de précipités γ' est de 200 nm. Pour rappel, une taille moyenne de précipités γ' de 2000 nm conduit à des paramètres de maille des phases γ et γ' proches de ceux non contraint et à un désaccord paramétrique de $7,5 \times 10^{-3}$ Å.

Méthode « ponctuelle ». La figure 4.12 présente les spectres de fluorescence enregistrés avec la méthode « ponctuelle » pour les réflexions fondamentales $(7\bar{5}\bar{3})$ et $(\bar{1}7\bar{3})$ de grains situés des échantillons M2 et M1. Pour les deux microstructures, les spectres de fluorescence sont associés à l'alliage moyen $(\gamma + \gamma')$. Il n'est pas possible de déconvoluer les phases γ et γ' puisque la largeur à mi-hauteur est de 41 eV et de 48 eV respectivement pour les microstructures M1 et M2 et la résolution du détecteur est de 150 eV.

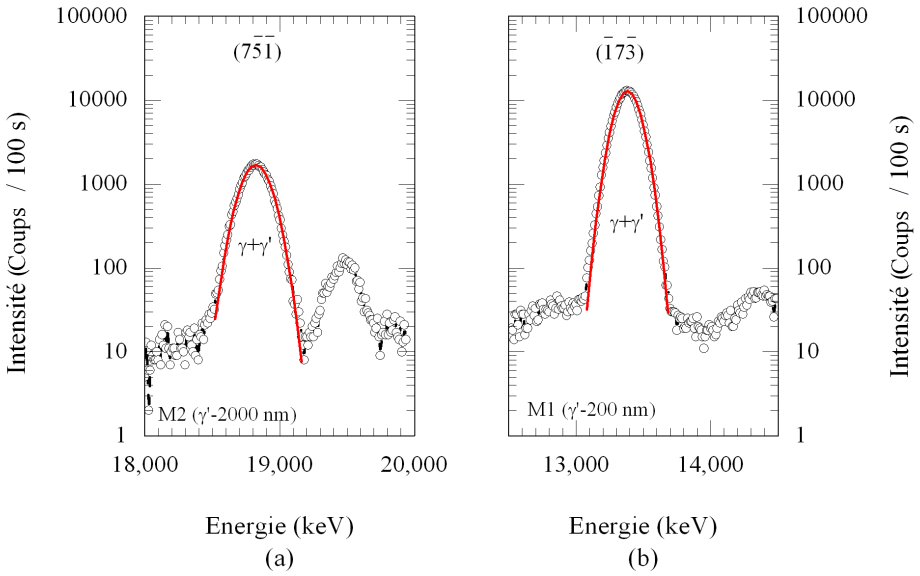


FIGURE 4.12 – Influence de la taille de précipités γ' sur le spectre de fluorescence enregistré avec la méthode « ponctuelle » pour les microstructures (a) M2 avec une taille moyenne de précipités γ' de 2000 nm et (b) M1 avec une taille moyenne de précipités γ' de 200 nm. Les courbes rouges représentent les ajustements par une fonction gaussienne.

Le tableau 4.3 rassemble les paramètres de maille (a_i, angles α_i avec i = 1, 2, 3) et le paramètre de maille en supposant une maille cristalline cubique ($\bar{a} = V^{1/3}$) déterminé par la méthode « ponctuelle » dans trois grains de l'état microstructural M1 et trois grains de l'état microstructural M2. Pour l'état microstructural M1, nous avons déterminé les paramètres de maille de l'alliage moyen et de la phase γ' pour le grain numéroté 2, puisque pour les autres grains, les deux types de réflexions (fondamentale et surstructure) n'étaient pas présents simultanément dans la plage de déplacement du détecteur. Pour l'état microstructural M2, cela a été possible pour les grains numérotés 1 et 3. Pour l'état microstructural M1, nous pouvons constater que la différence de paramètre de maille en supposant une maille cristalline cubique entre l'alliage moyen et la phase γ' (grain n°2) est de $9,3 \times 10^{-3}$ Å. Pour l'état microstructural M2, cette différence est de $3,4 \times 10^{-3}$ Å dans le grain n°1 et de $3,7 \times 10^{-3}$ Å dans le grain n°3. Comme la fraction volumique de la phase γ' est proche de 45 %, la différence de paramètre de maille entre les phases γ et γ' vaut qualitativement le double de ces valeurs.

TABLEAU 4.3 – Caractéristiques des réflexions fondamentales et de surstructure étudiées par la méthode « ponctuelle » pour plusieurs grains des états microstructuraux M1 (200 nm) et M2 (2000 nm). Les paramètres de maille (a_i, α_i avec i = 1, 2, 3) sont déterminés avec la procédure décrite dans le chapitre 2. Les valeurs entre parenthèses correspondent à l'incertitude sur l'énergie des réflexions.

Micro.	Grain	Phase	(*hkl*)	2θ (deg.)	Energie (eV)	$\|\|\mathbf{a}_1\|\|$ (Å)	$\|\|\mathbf{a}_2\|\|$ (Å)	$\|\|\mathbf{a}_3\|\|$ (Å)	α_1 (deg.)	α_2 (deg.)	α_3 (deg.)	$\overline{a} = V^{1/3}$ (Å)	$\overline{a}_{\gamma+\gamma'} - \overline{a}_{\gamma'}$ (Å)
M1	1	$\gamma+\gamma'$	$(\bar{1}7\bar{3})$	103,501	16869(6)	3,5962(13)	3,5947(13)	3,5929(13)	89,998(0)	89,996(0)	89,992(0)	3,5946(13)	–
M1	2	$\gamma+\gamma'$	$(31\bar{5})$	99,003	13416(4)	3,5988(11)	3,5957(11)	3,5930(11)	89,980(0)	90,020(0)	89,997(0)	3,5958(11)	$9,3 \times 10^{-3}$
M1	2	γ'	$(31\bar{6})$	91,001	16442(5)	3,5895(11)	3,5864(11)	3,5837(11)	89,980(0)	90,020(0)	89,997(0)	3,5865(11)	
M1	3	γ'	$(\bar{2}35)$	106,930	13238(3)	3,5981(9)	3,5941(9)	3,5904(9)	89,987(0)	90,015(0)	90,006(0)	3,5941(9)	–
M2	1	$\gamma+\gamma'$	$(7\bar{5}1)$	104,091	18937(5)	3,5963(9)	3,5933(9)	3,5909(0)	89,980(0)	90,010(0)	90,004(0)	3,5935(9)	$3,4 \times 10^{-3}$
M2	1	γ'	$(4\bar{3}0)$	91,765	12020(5)	3,5928(15)	3,5815(15)	3,5877(15)	89,992(0)	90,001(0)	90,004(0)	3,5901(15)	
M2	2	$\gamma+\gamma'$	$(3\bar{7}1)$	100,95	17164(4)	3,5968(8)	3,5968(9)	3,5967(8)	89,997(0)	90,130(0)	89,999(0)	3,5967(8)	–
M2	3	$\gamma+\gamma'$	(517)	104,600	18880(12)	3,5961(23)	3,5943(23)	3,5930(23)	89,995(0)	90,005(0)	89,995(0)	3,5945(23)	$3,7 \times 10^{-3}$
M2	3	γ'	(416)	104,600	16356(4)	3,5924(8)	3,5906(8)	3,5893(8)	89,995(0)	90,005(0)	89,995(0)	3,5908(8)	

Méthode « Rainbow ». La figure 4.13 présente les profils d'intensité (« dips ») mesurés par la méthode « Rainbow » pour les réflexions fondamentales $(5\bar{1}1)$ et $(7\bar{1}1)$ des mêmes grains que ceux analysés avec la méthode ponctuelle (Figure 4.13a). Les atténuations d'intensité (« dips ») associées aux phases γ et γ' sont clairement visibles. Pour l'état microstructural M1 à petits précipités (Figure 4.13b), les « dips » appartenant aux phases γ et γ' ne peuvent pas être déconvolués. La largeur à mi-hauteur de la réflexion $(5\bar{1}1)$ est de 17 eV. Nous pouvons donc supposer que la différence d'énergie entre les deux réflexions des phases γ et γ' sous la réflexion $(5\bar{1}1)$ est inférieure à 17 eV, ce qui correspond à une différence de paramètre de maille inférieure à 2×10^{-3} Å.

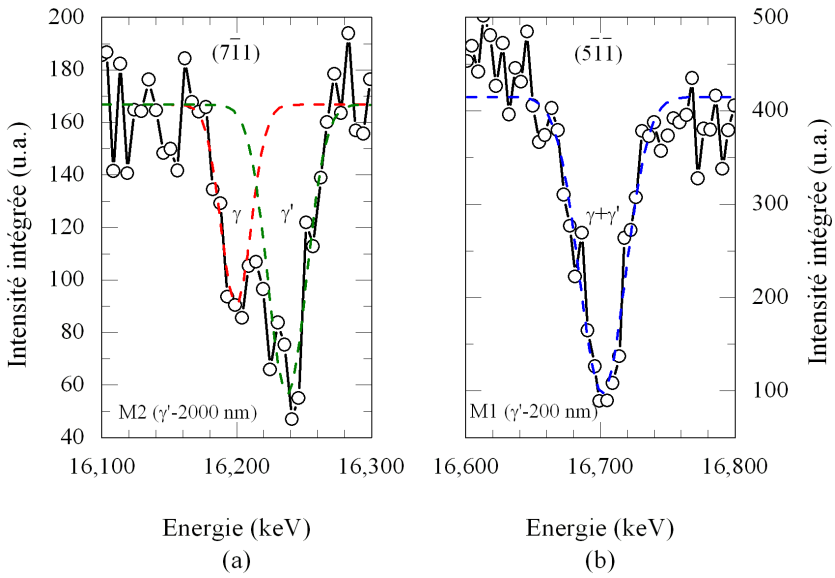


FIGURE 4.13 – Influence de la taille des précipités γ' sur le profil d'intensité (« dips ») mesuré avec la méthode « Rainbow » pour les microstructures (a) M2 avec une taille moyenne de précipités γ' de 2000 nm et (b) M1 avec une taille moyenne de précipités γ' de 200 nm. Les courbes rouge, verte et bleue représentent les ajustements par une fonction gaussienne.

Les paramètres de maille moyens calculés en supposant une maille cristalline cubique ($\overline{a} = V^{1/3}$) avec une analyse à plusieurs réflexions sont donnés dans le tableau 4.4. Même si un seul grain est étudié pour l'état microstructural M1, la tendance qualitative constatée par la méthode « ponctuelle » est confirmée mais avec une meilleur précision de mesure : la différence de para-

TABLEAU 4.4 – Caractéristiques des réflexions fondamentales et de surstructure et les paramètres de maille moyens en supposant une maille cristalline cubique ($\overline{a} = V^{1/3}$) étudiées par la méthode « Rainbow » pour plusieurs grains des états microstructuraux M1 (200 nm) et M2 (2000 nm). Les valeurs entre parenthèses correspondent à l'incertitude sur l'énergie des réflexions.

Microstructure	Grain	Phase	$\overline{a} = V^{1/3}$ (Å)	$\overline{a}_\gamma - \overline{a}_{\gamma'}$ (Å)	δ_c
M1	2	γ	3,5938(15)	2×10^{-3}	$-5,6 \times 10^{-4}$
M1	2	γ'	3,5918(15)		
M2	1	γ	3,5964(25)	$7,7 \times 10^{-3}$	$-2,1 \times 10^{-3}$
M2	1	γ'	3,5887(15)		
M2	2	γ	3,5985(15)	$8,5 \times 10^{-3}$	$-2,3 \times 10^{-3}$
M2	2	γ'	3,59(15)		

mètre de maille entre les deux phases est proche de 2×10^{-3} Å pour l'état microstructural M1 à petits précipités γ' et est proche de 8×10^{-3} Å pour l'état microstructural M2 à gros précipités γ'. Nous pouvons également noter que le paramètre de maille de la phase γ est proche de sa valeur non contrainte pour la microstructure M2 à gros précipités, contrairement à celui de la phase γ' pour la microstructure M1 à petits précipités. Le désaccord paramétrique contraint δ_c est de $-5,6 \times 10^{-4}$ pour l'état microstructural M1 et de $-2,2 \times 10^{-3}$ pour l'état microstructural M2.

Les tenseurs complets des déformations élastiques résiduelles de chaque phase obtenus pour le grain 2 de l'état microstructural M1 sont (unité 10^{-3}) :

$$\varepsilon^{\gamma'}_{c.s.} = \begin{pmatrix} 1,2(\pm 0,8) & -0,1(\pm 0,2) & 0,3(\pm 0,2) \\ -0,1(\pm 0,2) & 1,2(\pm 0,8) & -0,1(\pm 0,2) \\ 0,3(\pm 0,2) & -0,1(\pm 0,2) & 1,2(\pm 0,8) \end{pmatrix}_{(\mathbf{a}_1,\mathbf{a}_2,\mathbf{a}_3),\, M1} \tag{4.8}$$

$$\varepsilon^{\gamma}_{c.f.c.} = \begin{pmatrix} -1,2(\pm 0,8) & -0,1(\pm 0,2) & 0,3(\pm 0,2) \\ -0,1(\pm 0,2) & -1,2(\pm 0,8) & -0,1(\pm 0,2) \\ 0,3(\pm 0,2) & -0,1(\pm 0,2) & -1,2(\pm 0,8) \end{pmatrix}_{(\mathbf{a}_1,\mathbf{a}_2,\mathbf{a}_3),\, M1} \tag{4.9}$$

et pour le grain 2 de l'état microstructural M2 (unité 10^{-3}) :

$$\varepsilon^{\gamma'}_{c.s.} = \begin{pmatrix} 0,8(\pm 0,7) & 0,1(\pm 0,2) & -0,1(\pm 0,2) \\ 0,1(\pm 0,2) & 0,8(\pm 0,7) & -0,1(\pm 0,2) \\ -0,1(\pm 0,2) & -0,1(\pm 0,2) & 0,8(\pm 0,7) \end{pmatrix}_{(\mathbf{a}_1,\mathbf{a}_2,\mathbf{a}_3),\, M2} \tag{4.10}$$

$$\varepsilon^{\gamma}_{c.f.c} = \begin{pmatrix} 0,1(\pm 0,7) & 0,1(\pm 0,2) & -0,1(\pm 0,2) \\ 0,1(\pm 0,2) & 0,1(\pm 0,7) & -0,1(\pm 0,2) \\ -0,1(\pm 0,2) & -0,1(\pm 0,2) & 0,1(\pm 0,7) \end{pmatrix}_{(\mathbf{a}_1,\mathbf{a}_2,\mathbf{a}_3),\, M2} . \tag{4.11}$$

Ces résultats montrent qu'une différence de paramètre de maille de 2×10^{-3} Å (pour l'état microstructural M1) conduit à une déformation hydrostatique $|(\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} + \varepsilon_{zz})/3|$ proche de $1,2 \times 10^{-3}$ en valeur absolue (négative pour la phase γ et positive pour la phase γ'). Pour une différence de paramètre de maille proche de 8×10^{-3} Å (pour l'état microstructural M2), la déformation hydrostatique est quasiment nulle pour la phase γ et est proche de $0,8\,(\pm 0,7) \times 10^{-3}$ pour la phase γ'.

4.2.2.3 Tenseurs complets des contraintes

Les constantes d'élasticité d'un monocristal de superalliage N18 polycristallin n'étant pas connues, elles ont dû être calculées en utilisant les trois approximations (Voigt [147], Reuss [146] et Kröner [149]) présentées dans le chapitre 2 et reportées dans le tableau 4.5. La différence de contraintes dans le repère du cristal pour les deux bornes (Voigt et Reuss) est de l'ordre de 10 MPa. Une incertitude de 10^{-3} sur la déformation conduit à une incertitude de 200 MPa sur la contrainte quelles que soient les constantes d'élasticité. Cette incertitude sur la contrainte totale est probablement suffisante pour caractériser l'effet des traitements de surface introduisant des niveaux élevés de contraintes résiduelles comme le grenaillage. La limite d'élasticité à température ambiante est en effet d'environ 1200 MPa dans les superalliages à base de nickel utilisés sur les disques de turbines à haute pression (1030 MPa dans le cas de l'état microstructural M1). Cependant, cette précision n'est pas suffisante pour étudier les contraintes de cohérence entre les phases. Pour cela, une précision de l'ordre de quelques MPa est nécessaire. Nous avons montré précédemment que l'incertitude sur la déformation est essentiellement due à l'étalement des valeurs des paramètres de maille (Figure 4.13). Une précision proche de 5×10^{-4} sur les paramètres de maille et donc une précision de 20-30 MPa devrait être atteinte en améliorant le traitement des données avec la méthode « Rainbow ».

TABLEAU 4.5 – Coefficients du tenseur des rigidités (GPa) du monocristal de l'alliage N18 calculés à partir de $E = 216$ GPa, $\nu = 0{,}3$ et $A = 2{,}8$ dans le cas des modèles de Voigt, Reuss et Kröner.

	Voigt	Kröner	Reuss
c^{C}_{11} (GPa)	233	239	248
c^{C}_{12} (GPa)	153	150	146
c^{C}_{44} (GPa)	112	124	143

4.2.3 Synthèse

Nous avons étudié l'influence de la taille des précipités sur les champs de déformations élastiques déviatoriques et totales avant grenaillage avec la microdiffraction Laue couplée à la mesure d'énergie en mode polychromatique. Ces mesures ont été réalisées sur les états microstructuraux M1 ($\gamma = 40$ µm ; $\gamma' = 200$ nm) et M2 ($\gamma = 40$ µm ; $\gamma' = 2000$ nm). La caractérisation de la déformation déviatorique donne des champs de déformations similaires pour l'alliage moyen et la phase γ' quelle que soit la taille des précipités considérée. L'investigation des champs totaux de déformations et de contraintes est plus complexe. L'incertitude obtenue sur les paramètres de maille avec les deux méthodes est de $\pm\,2,5\times10^{-3}$ Å, conduisant à une incertitude de 1×10^{-3} sur les déformations. Dans le cas de la microstructure à petits précipités, la différence de paramètre de maille est inférieure à 2×10^{-3} Å. La dilatation est proche de $-1,5\times10^{-3}$ pour la phase γ et de $+1,5\times10^{-3}$ pour la phase γ'. Cette amplitude de déformation correspond à environ 1/3 de la limite d'élasticité du matériau. Dans le cas de la microstructure à gros précipités, la différence de paramètre de maille est proche de 8×10^{-3} Å et la dilatation est inférieure à 1×10^{-3} pour les deux phases. Les incertitudes sur ces valeurs sont trop élevées pour mettre en exergue une différence sur les déformations élastiques totales entre les deux tailles de précipités considérées (200 nm et 2000 nm).

4.3 Evolution du champ de déformations et de contraintes résiduelles

Dans cette partie, nous nous intéressons tout d'abord au champ des déformations élastiques déviatoriques introduit par le grenaillage pour l'état microstructural M1 (T_γ = 40 µm, $T_{\gamma'}$ = 200 nm) puis à sa redistribution après un maintien isotherme et/ou un essai de fatigue oligocyclique à 450°C (Paragraphe 4.3.1). Nous discutons ensuite des résultats de mesure des tenseurs complets associés aux états grenaillé et grenaillé suivi d'un essai de fatigue (Paragraphe 4.3.2). Cette partie se conclue par une discussion sur l'évolution des champs de contraintes résiduelles déviatoriques et des champs de désorientations cristallines (KAM).

Comme auparavant, les échantillons caractérisés dans cette partie ont une géométrie cylindrique (Figure 4.14). Ils sont prélevés dans des éprouvettes de fatigue de microstructure M1 ayant subi divers traitements thermiques et thermomécaniques (cf. tableau 4.6). Deux types de cartographie sont réalisés par microdiffraction Laue : des cartographies larges avec un pas de 50 µm et des cartographies fines avec un pas de 5 µm proche du bord grenaillé des échantillons.

Référence	Etat
M1 non grenaillé	non grenaillé
M1 grenaillé	grenaillé
M1 grenaillé + TT	grenaillé + maintien isotherme à 450°C
M1 grenaillé + fatigué	grenaillé + essai de fatigue interrompu à 450°C
M1 non grenaillé + fatigué	non grenaillé + essai de fatigue interrompu à 450°C

TABLEAU 4.6 – Résumé des différents traitements thermiques et thermomécaniques.

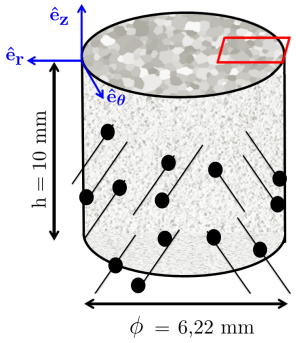


FIGURE 4.14 – Géométrie des échantillons et repère cylindrique local ($\hat{e}_r$, $\hat{e}_\theta$, $\hat{e}_z$).

4.3.1 Champs de déformations élastiques déviatoriques résiduelles

4.3.1.1 Etat grenaillé

Les mesures sont réalisées sur la section transverse d'une éprouvette de fatigue cylindrique grenaillée uniformément sur son pourtour. Les tenseurs de déformations et de contraintes sont exprimés dans le repère cylindrique local ($\hat{e}_r$, $\hat{e}_\theta$, $\hat{e}_z$). L'axe radial $\hat{e}_r$ correspond à la direction moyenne du grenaillage et la direction $\hat{e}_z$ est normale à la section transverse (cf. figure 4.14).

La figure 4.15 représente les cartographies larges (5 × 2 mm^2) d'orientation des grains γ et des six composantes du tenseur déviatorique des déformations élastiques obtenues par l'indexation des réflexions fondamentales. Le bord de l'échantillon correspond à la dernière ligne de contour en gras à gauche des cartographies. Les flèches indiquent la direction moyenne du grenaillage par rapport au bord de l'échantillon.

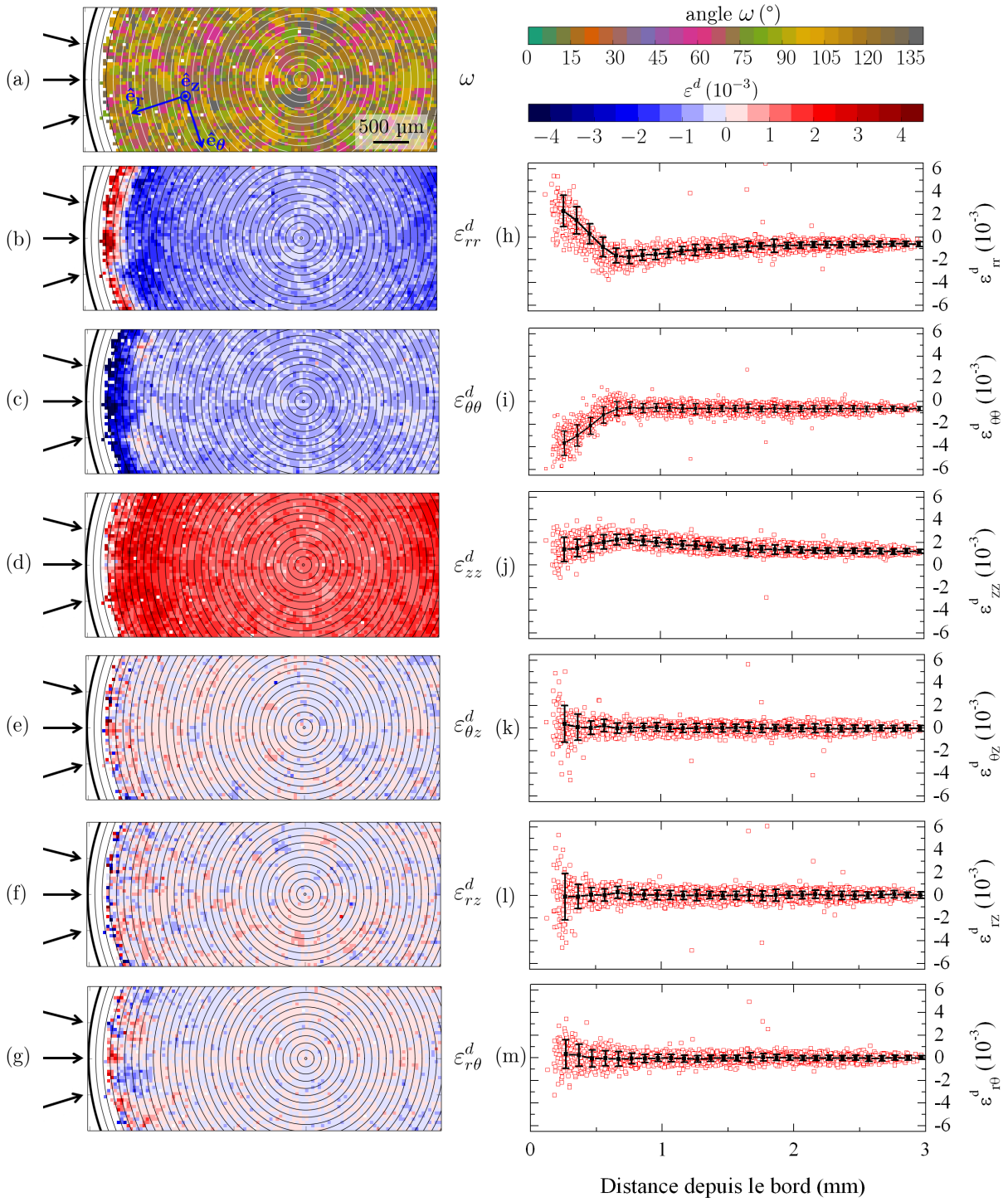


FIGURE 4.15 – Cartographies larges (5×2 mm^2 avec un pas de 0,05 mm) obtenues en considérant les réflexions fondamentales ($\gamma+\gamma'$) du cliché de Laue de l'échantillon grenaillé (M1 grenaillé). (a) Cartographie d'orientation des grains dans la représentation axe-angle. (b)-(g) Six composantes du tenseur déviatorique de déformations de l'alliage moyen ($\gamma+\gamma'$). Les flèches sur le bord de l'échantillon indiquent la direction moyenne du grenaillage. (h)-(m) Les valeurs individuelles de déformation (symboles rouges) et moyennes le long des lignes d'iso-rayon espacées de 100 µm. Les barres d'erreur correspondent aux écarts-types. Les déformations sont données en unité de 10^{-3} et dans le repère cylindrique local ($\hat{e}_r$, $\hat{e}_\theta$, $\hat{e}_z$) représenté sur la figure (a).

Dans la zone blanche de 300 µm de large depuis le bord de l'échantillon, la maille cristalline est fortement déformée, ce qui conduit à un étalement des taches de diffraction du cliché de Laue et à une réduction de leur intensité, comme illustré sur la figure 4.16a. Pour le cliché à 0,28 mm du bord grenaillé, nous observons que les taches de diffraction sont constituées de plusieurs maxima locaux (Figure 4.16c). Cela rend la détermination de la positions des taches plus difficiles et imprécises que dans le cas où il n'y a qu'un seul maximum (Figures 4.16b et 4.16d). Dans cette zone blanche de 300 µm, la précision sur la position des taches de diffraction et donc sur la déformation est insuffisante ($< 10^{-3}$).

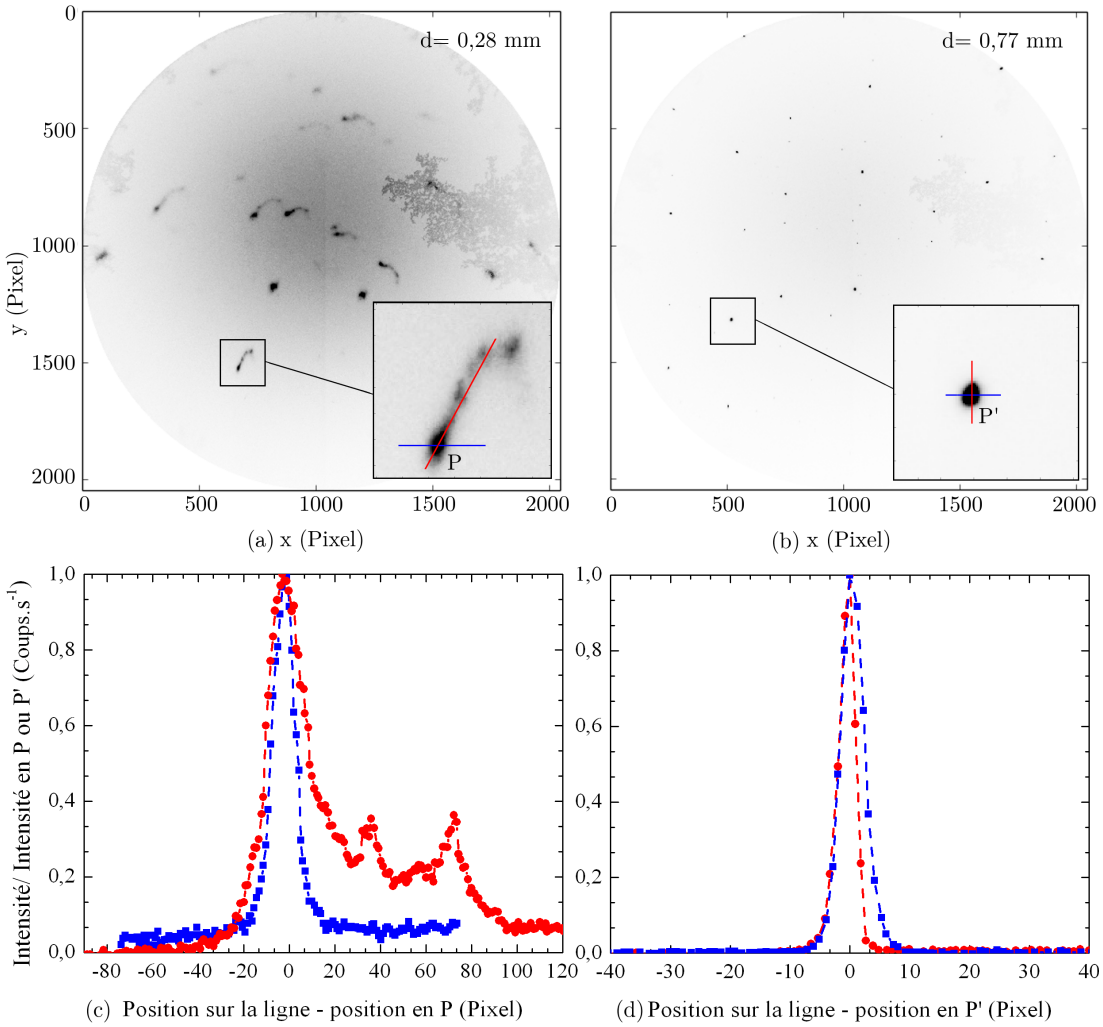


FIGURE 4.16 – Clichés de Laue (a) à 0,28 mm et (b) à 0,77 mm du bord grenaillé. (c)-(d) Profils d'intensité le long des lignes bleues et rouges. Les points P et P' correspondent aux pixels avec l'intensité maximale.

Tout comme l'état microstructural M1 non grenaillé (Figure 4.4 du paragraphe 4.2.1.1), la cartographie grossière d'orientation de l'état microstructural M1 grenaillé présente beaucoup de grains manquants (Figure 4.15a). C'est pourquoi, la taille moyenne des grains observée n'est pas représentative de celle déterminée dans le chapitre 3.
En comparaison à l'état microstructural M1 non grenaillé, nous pouvons constater que le grenaillage modifie fortement les composantes diagonales du tenseur déviatorique de déformations (ε^{d}_{rr}, $\varepsilon^{d}_{\theta\theta}$, ε^{d}_{zz}) et faiblement les composantes de cisaillement.
Pour les composantes diagonales, les champs des déformations sont modifiés sur toute la surface analysée de l'échantillon et dépendent principalement de la distance au centre. Les valeurs

moyennes des déformations déviatoriques sur les lignes d'iso-rayon sont représentées sur les figures 4.15h-j. Cette représentation permet de constater que les trois composantes diagonales ont un comportement différent : $\varepsilon^{d}{}_{rr}$ est positive proche du bord grenaillé et devient négative après 400 µm, alors que les composantes $\varepsilon^{d}{}_{\theta\theta}$ et $\varepsilon^{d}{}_{zz}$ sont respectivement négatives et positives. L'écart-type sur la valeur de la déformation est proche de $0,5 \times 10^{-3}$.
Pour les composantes de cisaillement, les valeurs de déformation varient entre -5×10^{-3} et $+5 \times 10^{-3}$ pour des distances comprises entre 300 µm et 800 µm depuis le bord de l'échantillon (Figures 4.15e-g). En revanche, les niveaux de déformation varient entre $-0,5 \times 10^{-3}$ et $+5 \times 10^{-3}$ entre 800 µm de distance et le centre de la surface de l'échantillon. Nous pouvons constater que les trois composantes de cisaillement sont proches de zéro en moyenne (Figures 4.15k-m), mais avec de fortes fluctuations entre chaque grain ($\pm 5 \times 10^{-3}$) pour des distances comprises entre 300 µm et 800 µm depuis le bord de l'échantillon (Figures 4.15e-g).

Les cartographies avec un pas de 5 µm enregistrées proche du bord grenaillé sont présentées sur la figure 4.17 pour l'alliage moyen et pour la phase γ'. Pour cette série de mesures, les taches de diffraction étaient suffisamment intenses pour déterminer l'orientation des grains (Figure 4.17a) dans la couche fortement écrouie de 300 µm. Cependant, la forme étalée des taches n'a pas permis d'atteindre une précision de 2×10^{-4} sur les valeurs des déformations. Ceci correspond de nouveau à la zone blanche sur les cartographies. Il est à noter que cette difficulté d'exploitation est également rencontrée par analyse EBSD [67,68]. Qualitativement, les champs de déformations pour les composantes $\varepsilon^{d}{}_{rr}$ et $\varepsilon^{d}{}_{\theta\theta}$ semblent similaires à ceux obtenus avec un pas de mesure de 50 µm (Figures 4.17b-c et 4.18a-b). En revanche, à l'échelle du grain, l'analyse souligne clairement l'hétérogénéité des déformations dans les grains et proche des joints de grains. Pour la composante de cisaillement $\varepsilon^{d}{}_{r\theta}$ (Figures 4.17d et 4.17g), le champ de déformation est fortement affecté par la microstructure sous-jacente tout comme les deux autres composantes de cisaillement (non montrées). Les niveaux de déformation ne dépendent plus de la distance au bord grenaillé car des déformations positives et négatives sont observées entre deux grains adjacents et proches des joints de grains. Les composantes $\varepsilon^{d}{}_{rr}$ et $\varepsilon^{d}{}_{\theta\theta}$ représentées par les courbes 4.18a-b montrent de nouveau une dépendance de la distance depuis le bord grenaillé. Dans le cas de la composante $\varepsilon^{d}{}_{r\theta}$, la figure 4.18c montre que les déformations sont comprises entre $-5,5 \times 10^{-3}$ et 5×10^{-3} pour des distances depuis le bord grenaillé comprises entre 0,3 et 0,45 mm. La déformation moyenne sur les lignes d'iso-contour est quant à elle nulle pour la composantes $\varepsilon^{d}{}_{r\theta}$. L'analyse des taches de surstructure associées à la phase γ' (Figures 4.17e-g) montre que les champs des déformations déviatoriques sont similaires à ceux de l'alliage moyen (Figures 4.17b-d). Une différence d'environ 2×10^{-3} est tout de même observée sur la composante $\varepsilon^{d}{}_{rr}$ du grain indiqué par une flèche sur les figures 4.17b et 4.17e. Nous pensons que les précipités dans ce grain sont déformés différemment par rapport aux autres grains qui sont cisaillés (cf. chapitre 3, page 92), entrainant localement une différence de contrainte critique résolue. Cette hypothèse n'est toutefois pas vérifiée dans le cadre de ce travail.

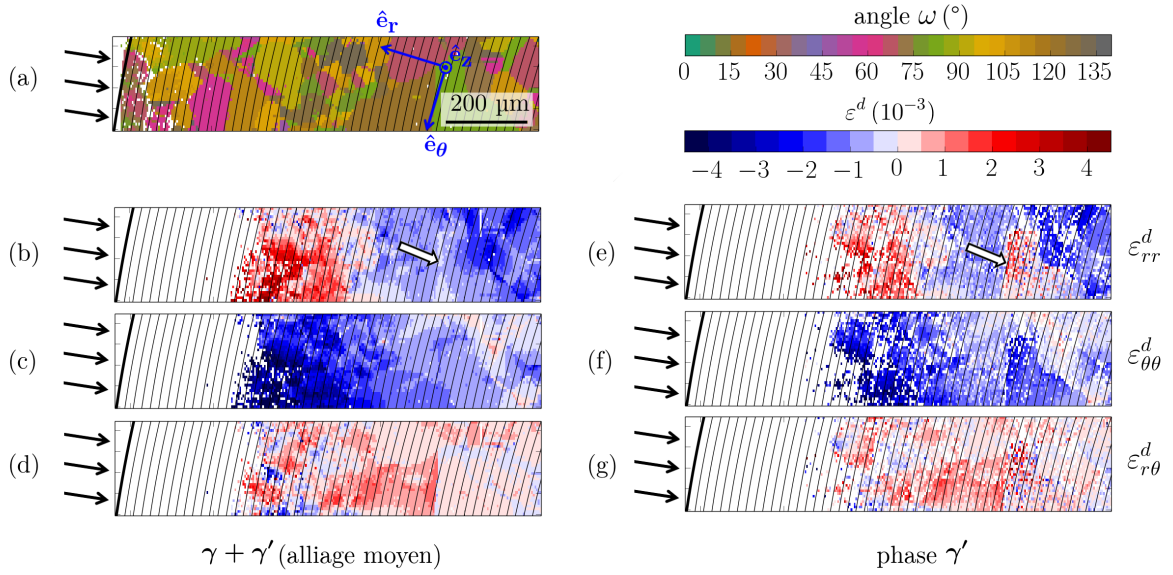


FIGURE 4.17 – Cartographies fines (1 × 0,25 mm^2 avec un pas de 0,005 mm) de l'état grenaillé (M1 grenaillé). (a) Cartographies d'orientation des grains et (b)-(g) des trois composantes du tenseur déviatorique des déformations obtenues avec l'analyse des réflexions fondamentales ($\gamma + \gamma'$) et (e)-(g) des réflexions de surstructure (phase γ'). Le bord grenaillé de l'échantillon est situé à gauche des cartographies. Les flèches indiquent la direction moyenne du grenaillage. Les composantes du tenseur de déformation sont représentées dans le repère cylindrique local ($\hat{e}_r$, $\hat{e}_\theta$, $\hat{e}_z$), représenté en (a). Les lignes d'iso-rayon sont espacées de 20 µm.

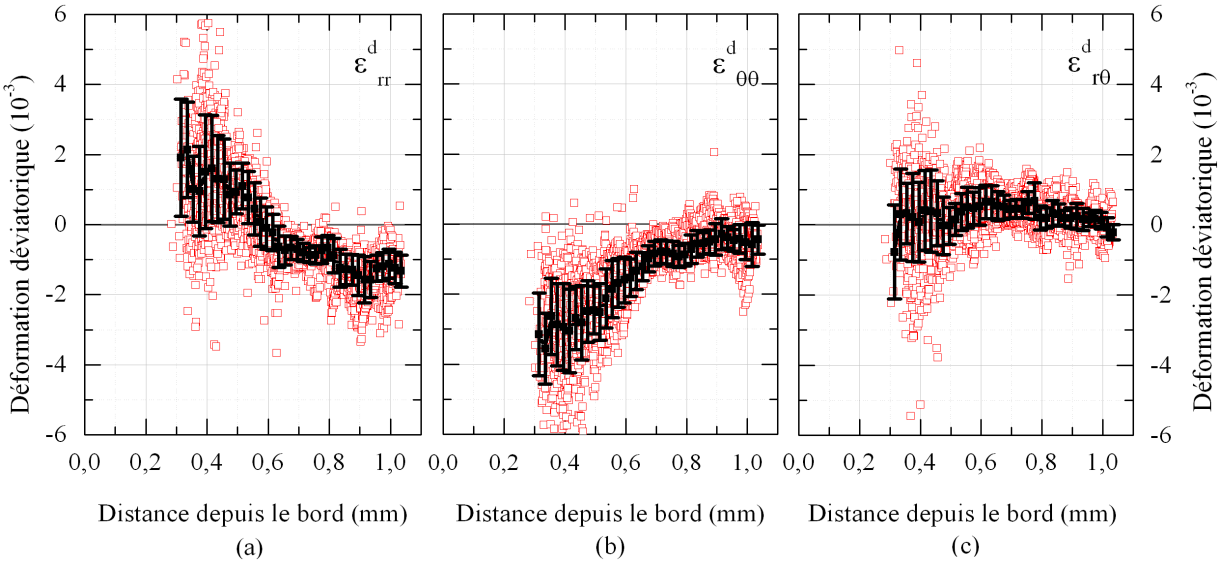


FIGURE 4.18 – Composantes des déformations déviatoriques élastiques pour l'alliage moyen en fonction de la distance depuis le bord grenaillé pour un état grenaillé (M1 grenaillé) obtenues à partir des cartographies 4.17b-d. Les barres d'erreur correspondent aux écarts-types. Les déformations sont données en unité 10^{-3} et dans le repère cylindrique local ($\hat{e}_r$, $\hat{e}_\theta$, $\hat{e}_z$) représenté sur la figure 4.17a.

4.3.1.2 Redistribution des déformations après un maintien isotherme à 450°C

La redistribution des déformations déviatoriques introduites par le grenaillage a été caractérisée après un maintien isotherme de 1h40 à 450°C (état nommé M1 grenaillé + TT dans le tableau 4.6). Pour rappel, cette température est représentative de celle rencontrée au centre d'un disque de turbine haute pression de moteur d'avion (zone d'alésage) [195, 196]. De la même manière que précédemment, des cartographies de déformations larges et fines ont été réalisées. La figure 4.19 présente les valeurs individuelles et moyennées sur les lignes d'iso-rayons des six composantes du tenseur déviatorique de déformation de la cartographie large. Par souci de comparaison, nous avons aussi reporté les profils moyennés obtenus pour l'état grenaillé.
Les évolutions des composantes diagonales (${\varepsilon^{\mathrm{d}}}_{\mathrm{rr}}$, ${\varepsilon^{\mathrm{d}}}_{\theta\theta}$, ${\varepsilon^{\mathrm{d}}}_{\mathrm{zz}}$) sont similaires à celles obtenues pour l'état grenaillé avec des niveaux de déformation légèrement plus faibles et des fluctuations de déformations plus élevées (Figures 4.17a-c). Par exemple, les niveaux des déformations associés à la composante ${\varepsilon^{\mathrm{d}}}_{\mathrm{rr}}$ sont compris entre -2×10^{-3} et -1×10^{-3} entre 0,3 et 1 mm du bord grenaillé après maintien isotherme et entre -2×10^{-3} et $-1,5 \times 10^{-3}$ avant maintien isotherme. Les composantes de cisaillement moyennes sont similaires à l'état grenaillé avec une dispersion plus large sur toute la profondeur de l'échantillon. Par exemple, l'écart-type de ${\varepsilon^{\mathrm{d}}}_{\theta z}$ à 1 mm depuis le bord grenaillé est de 1×10^{-3} après maintien isotherme et contre $0,5 \times 10^{-3}$ avant maintien.
Enfin, comme pour l'état grenaillé, l'analyse des réflexions de surstructure (phase γ') conduit à des niveaux de déformations proches de ceux obtenus avec l'alliage moyen, comme illustré sur la figure 4.20. Les quelques données quantitatives dans la couche fortement écrouie par le grenaillage sont très probablement liées à des effets de restauration au cours du maintien isotherme à 450°C.

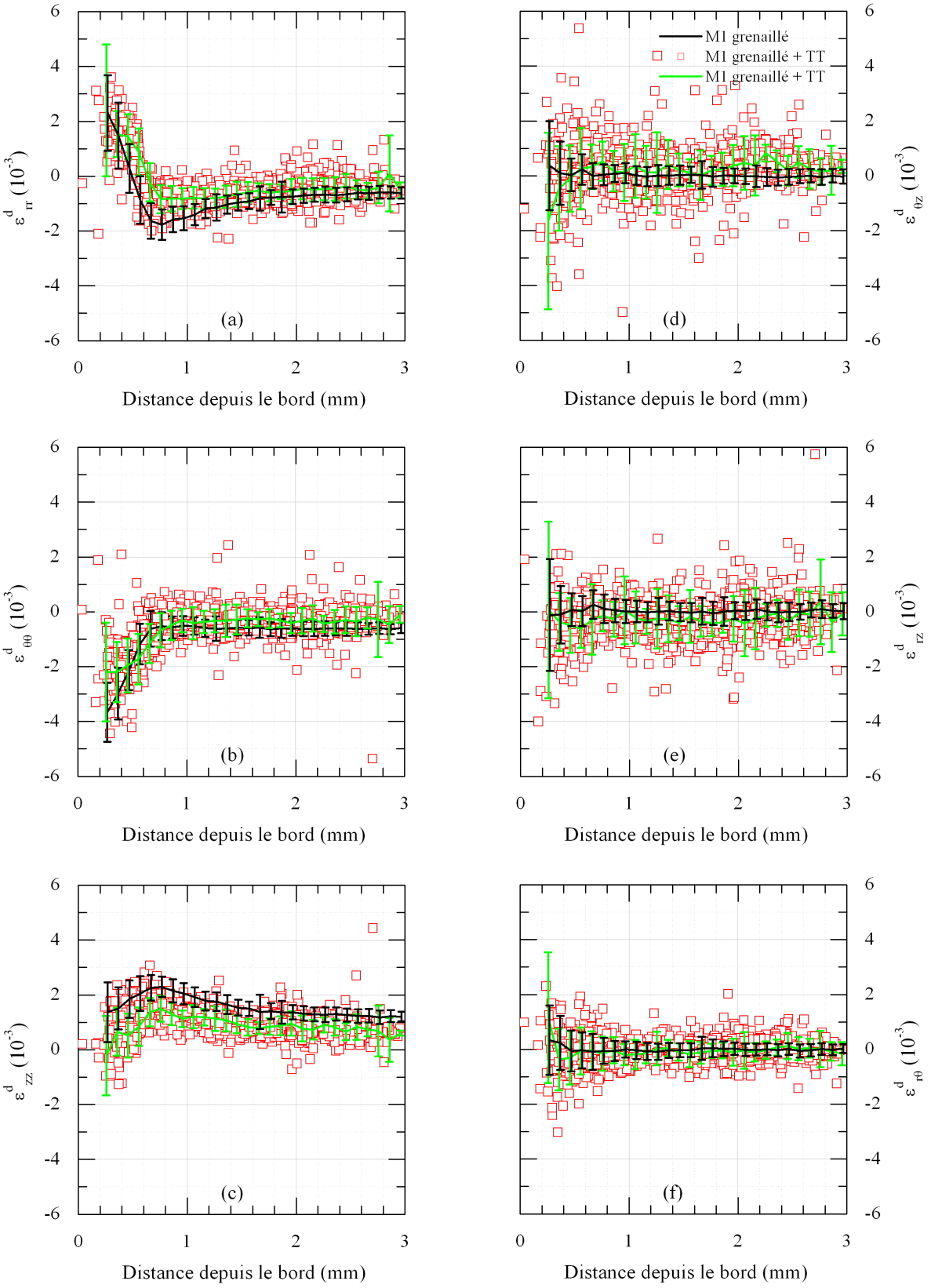


FIGURE 4.19 – Composantes du tenseur des déformations déviatoriques élastiques pour l'alliage moyen en fonction de la distance depuis le bord grenaillé de l'échantillon pour un état grenaillé suivi d'un maintien isotherme de 1h40 à 450°C (M1 grenaillé + TT). Les lignes vertes, les barres d'erreur et les symboles rouges représentent respectivement les moyennes, les écarts-types obtenus sur les lignes d'iso-rayon et les valeurs individuelles de déformation. Les profils moyennés de l'état grenaillé (M1 grenaillé, figure 4.15) sont représentés par des lignes noires.

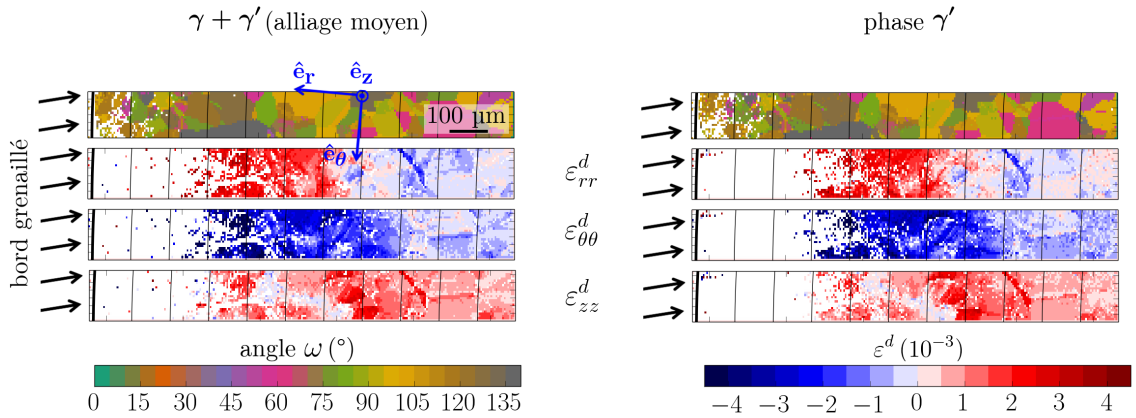


FIGURE 4.20 – Cartographies fines ($1 \times 0{,}125$ mm^2 avec un pas de 0,005 mm) d'orientation des grains et des composantes diagonales du tenseur déviatorique de déformations obtenues avec l'analyse des réflexions fondamentales ($\gamma + \gamma'$) (gauche) et des réflexions de surstructure (phase γ') (droite). Le bord grenaillé est à gauche et représenté par une ligne d'iso-rayon et épaisse. Les lignes d'iso-rayon sont espacées de 200 µm. Le repère ($\hat{e}_r$, $\hat{e}_\theta$, $\hat{e}_z$) est celui dans lequel les composantes de tenseur déviatorique des déformations sont exprimées.

4.3.1.3 Redistribution des déformations après un essai de fatigue oligocyclique à 450°C

L'axe de sollicitation en fatigue est le long de la direction $\hat{e}_z$ du repère cylindrique (Figure 4.14). Les conditions de sollicitation en fatigue sont décrites en Annexe G.2.1 et correspondent à un régime pour lequel une déformation plastique est accumulée à chaque cycle (Figure G.3 de l'annexe G.2.1). L'essai est interrompu après 300 cycles (environ 1h40 d'essai) soit à 25 % de la durée de vie pour une éprouvette non grenaillée (Annexe F et [5]). Pour faciliter l'interprétation de l'évolution des champs de déformations introduites par grenaillage, un échantillon non grenaillé soumis aux mêmes conditions de fatigue a également été caractérisé (état M1 non grenaillé + fatigué) par microdiffraction Laue. Les cartographies larges (3×1 mm^2) d'orientation des grains γ et de composantes de déformations déviatoriques de l'alliage moyen sont présentées sur la figure 4.21.
Pour l'état grenaillé et fatigué (Figures 4.21a-g), peu de caractéristiques du champ de déformations introduites par grenaillage (Figure 4.15) subsistent après l'essai de fatigue. Nous retrouvons la couche de 300 µm fortement écrouie proche du bord de l'échantillon. Excepté entre 300 µm et 800 µm du bord grenaillé, des déformations hétérogènes sont observées sur toute la cartographie. Les niveaux de déformations sont compris entre -2×10^{-3} et 2×10^{-3} et en moyenne proche de zéro. Les grains sous-jacents ne sont pas vraiment identifiables à cause des fluctuations de déformation importantes entre pixels voisins. Ces fluctuations signifient que la répartition spatiale des déformations à l'intérieur des grains est clairement hétérogène. Il est par ailleurs intéressant de remarquer qu'il n'y a pas de trace de la direction de sollicitation ($\hat{e}_z$) sur les cartographies de déformations résiduelles de l'échantillon grenaillé puis fatigué.
Les cartographies de l'état non grenaillé et fatigué montrent un comportement différent par rapport à l'état grenaillé + fatigué (Figures 4.21h-n). L'amplitude des variations de déformations est plus forte et mieux corrélée à la microstructure. La composante ε^d_{zz}, correspondant à l'axe de sollicitation, présente une déformation homogène proche de -1×10^{-3} quelle que soit la zone considérée. Les composantes ε^d_{rr} et $\varepsilon^d_{\theta\theta}$ présentent respectivement de fortes disparités comprises entre $-0,5 \times 10^{-3}$ et 2×10^{-3} et entre $-1,5 \times 10^{-3}$ et $1,5 \times 10^{-3}$. Ce comportement est similaire à celui observé pendant un essai de traction uniaxial dans un superalliage à base de nickel [128].

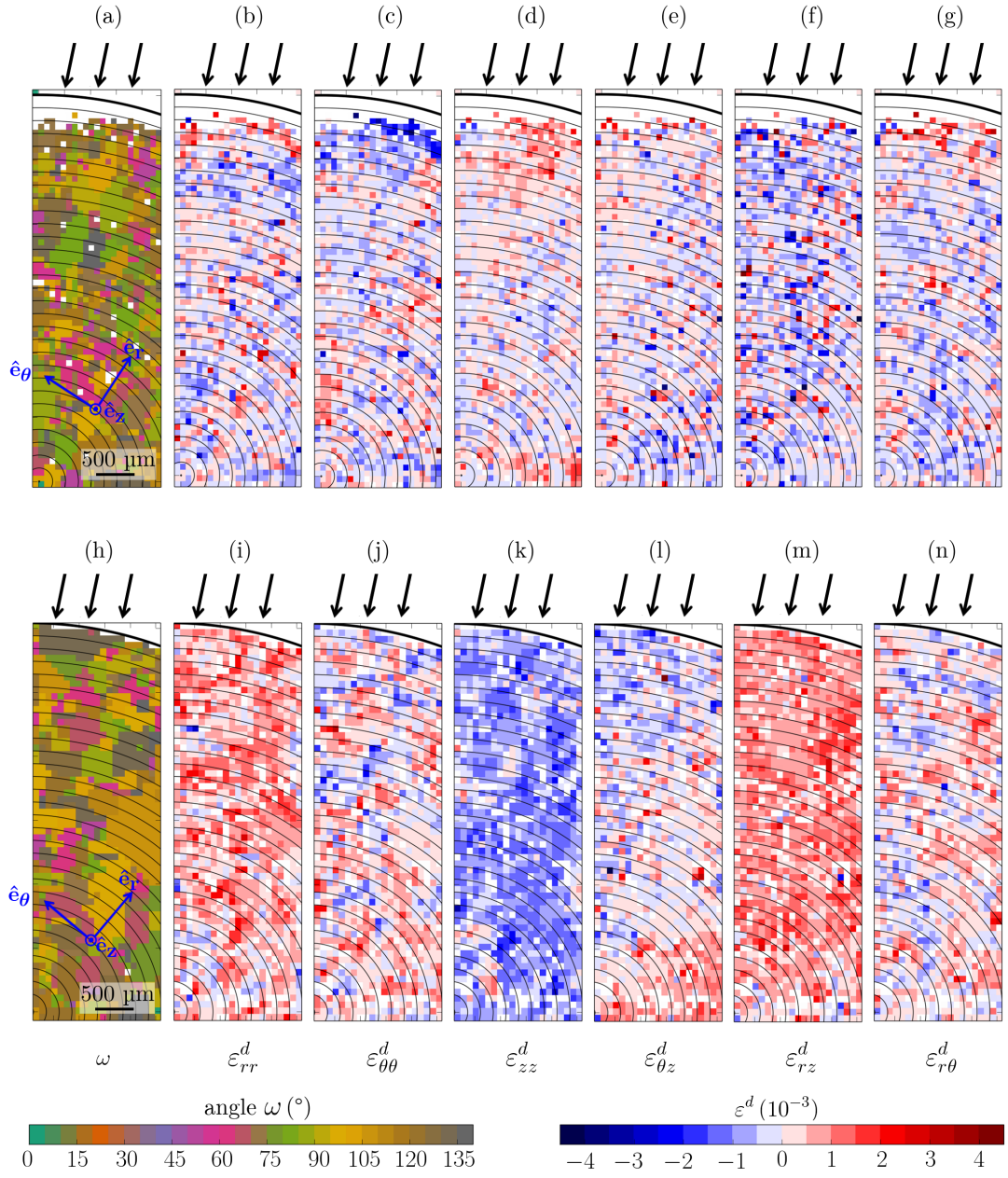


FIGURE 4.21 – Cartographies larges (3×1 mm^2 avec un pas de 0,05 mm) d'orientation des grains γ et de déformations déviatoriques obtenues pour l'alliage moyen ($\gamma+\gamma'$). (a)-(g) Pour l'état grenaillé puis soumis à un essai de fatigue interrompu à 300 cycles à 450°C (état M1 grenaillé + fatigué). (h)-(n) Pour l'état non grenaillé et soumis aux mêmes conditions de fatigue (état M1 non grenaillé + fatigué). Le bord des échantillons est situé en haut des cartographies. Les flèches indiquent la direction moyenne du grenaillage. Les lignes d'iso-rayon sont espacées de 100 µm.

Les cartographies fines enregistrées au voisinage du bord de l'échantillon grenaillé et fatigué (Figure 4.22a) révèlent elles aussi de fortes modifications en comparaison à l'état grenaillé (Figure 4.20). Seul, l'épaisseur de la couche écrouie est similaire à l'état grenaillé dans laquelle des effets de restauration dus à la température se produisent (Figure 4.22). De plus, la corrélation entre la déformation et la microstructure après grenaillage + fatigue (Figure 4.22a) ou après fatigue uniquement (Figure 4.22b) est plus visible sur les cartographies fines contrairement à l'état grenaillé (Figure 4.17). En résumé, les champs des déformations déviatoriques qui dépendaient principalement de la distance au centre de l'échantillon juste après l'opération de grenaillage, sont redistribués par l'essai de fatigue de manière hétérogène et peuvent être corrélés à la forme des grains γ de la microstructure. Les champs de déformation après fatigue sont significativement différents avant et après grenaillage.

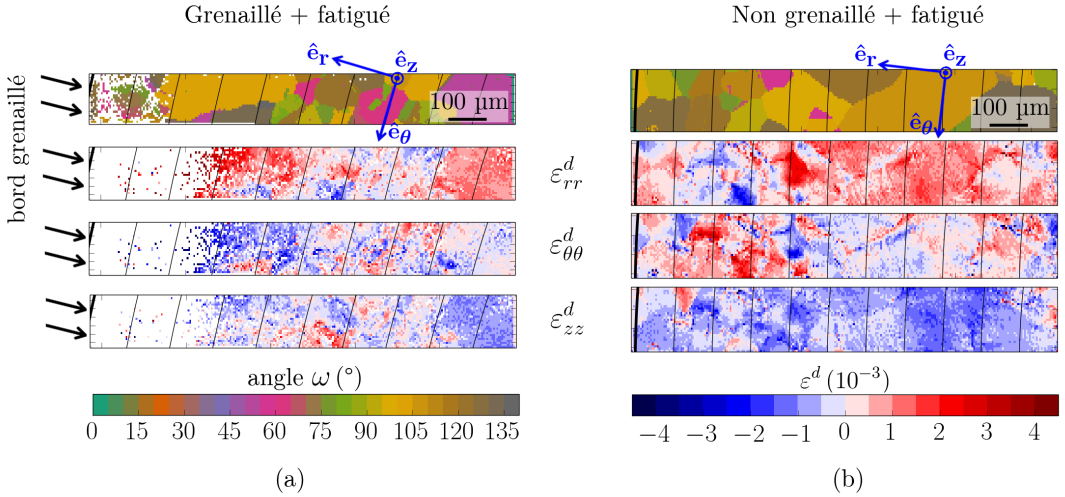


FIGURE 4.22 – Cartographies fines (1 × 0,125 mm^2 avec un pas de 0,005 mm) de (a) l'état grenaillé suivi d'un essai de fatigue et (b) non grenaillé suivi d'un essai de fatigue. Cartographies d'orientation des grains et des composantes diagonales du tenseur déviatorique des déformations obtenues en considérant l'analyse des réflexions fondamentales ($\gamma + \gamma'$).

4.3.2 Détermination du tenseur complet des déformations élastiques résiduelles

Les mesures d'énergie sont réalisées avec le détecteur ponctuel localisé sur le côté de l'échantillon (Figure 2.13). En principe, pour chaque position de l'échantillon, au moins une réflexion fondamentale et une de surstructure sont recherchées dans la plage de déplacement du détecteur pour déterminer les composantes du tenseur complet des déformations associées respectivement à l'alliage moyen ($\gamma+\gamma'$) et à la phase γ'. Cependant, en pratique, deux limitations déjà discutées au paragraphe 4.2.2.1 sont rencontrées : (i) les deux types de réflexions ne sont pas accessibles pour chaque position de mesure (ii) et les pics de Bragg peuvent être superposés aux pics de fluorescence des éléments chimiques de l'alliage. En conséquence, pour la plupart des positions, l'énergie d'un seul pic de Bragg a été déterminée.

4.3.2.1 Etat grenaillé

Les figures 4.23a-c présentent les paramètres $||a_i||$ (i = 1, 2, 3) de la maille cristalline en fonction de la distance depuis le bord grenaillé de l'échantillon. Les symboles vides correspondent à la phase γ' et les symboles pleins à l'alliage moyen ($\gamma + \gamma'$). Pour seulement deux positions de l'échantillon référencées par les numéros « 1 » et « 2 » de la figure 4.23, les énergies d'une

réflexion fondamentale et de surstructure sont mesurées simultanément. Pour ces deux positions, les paramètres de maille sont proches, montrant que la cohérence des phases γ et γ' n'est pas grandement affectée par le grenaillage lorsque la distance depuis la surface de l'échantillon est entre 700 µm et 1900 µm. Pour certaines positions, les paramètres de maille sont calculés avec deux réflexions fondamentales ou alors avec deux réflexions de surstructure. La précision sur les valeurs des paramètres de maille est de l'ordre de 1-2 $\times 10^{-3}$ Å pour toutes les positions. Les fluctuations sur les valeurs des paramètres de maille par rapport à ceux non contraints [17], symbolisés par une ligne horizontale, sont dues à la présence de déformations résiduelles et à la différence d'orientation de la maille par rapport à la direction du grenaillage. Les profils des déformations élastiques totales calculés à partir des paramètres de maille et de l'orientation de la maille cristalline et exprimés dans le repère de l'échantillon, sont présentés sur les figures 4.23d-f. Seules les composantes diagonales sont montrées puisque les tenseurs déviatoriques et complets sont mathématiquement égaux pour les composantes de cisaillement (cf. matrices 4.5 et 4.5 de le paragraphe 4.2.2.1). L'évolution des déformations est similaire pour la phase γ' (symboles vides) et l'alliage moyen (symboles pleins). Pour les distances supérieures à 1 mm, les amplitudes de déformations sont inférieures à 2×10^{-3}. Pour les deux positions référencées « 1 » et « 2 », la différence de déformation entre l'alliage moyen et la phase γ' est inférieure à $1,5 \times 10^{-3}$. Cette valeur est similaire à celle calculée pour un échantillon de référence non grenaillé (cf. tableau 4.4). Les déformations les plus importantes sont observées pour des distances inférieures à 0,5 mm.

A des fins de comparaison, les valeurs moyennes et les écarts-types obtenus à partir des cartographies des déformations déviatoriques de la figure 4.15 sont aussi présentés respectivement par les lignes et les barres d'erreur sur les figures 4.23d-f. Les croix représentent les déformations déviatoriques calculées pour les points de mesure d'énergie à partir des déformations complètes. Ces valeurs sont proches des valeurs moyennes de déformations déviatoriques, ce qui montre que les points de mesure d'énergie sont représentatifs du comportement moyen décrit dans le paragraphe 4.3.1.1. Nous observons que les comportements des composantes totales et déviatoriques sont grossièrement similaires. La différence est inférieure à 1-2 $\times 10^{-3}$. La composante $\varepsilon^{\mathrm{d}}{}_{\mathrm{rr}}$ est positive puis devient négative au-delà de 0,5 mm de distance, alors que les composantes $\varepsilon^{\mathrm{d}}{}_{\theta\theta}$ et $\varepsilon^{\mathrm{d}}{}_{\mathrm{zz}}$ sont respectivement négatives et positives quelle que soit la distance au bord grenaillé de l'échantillon.

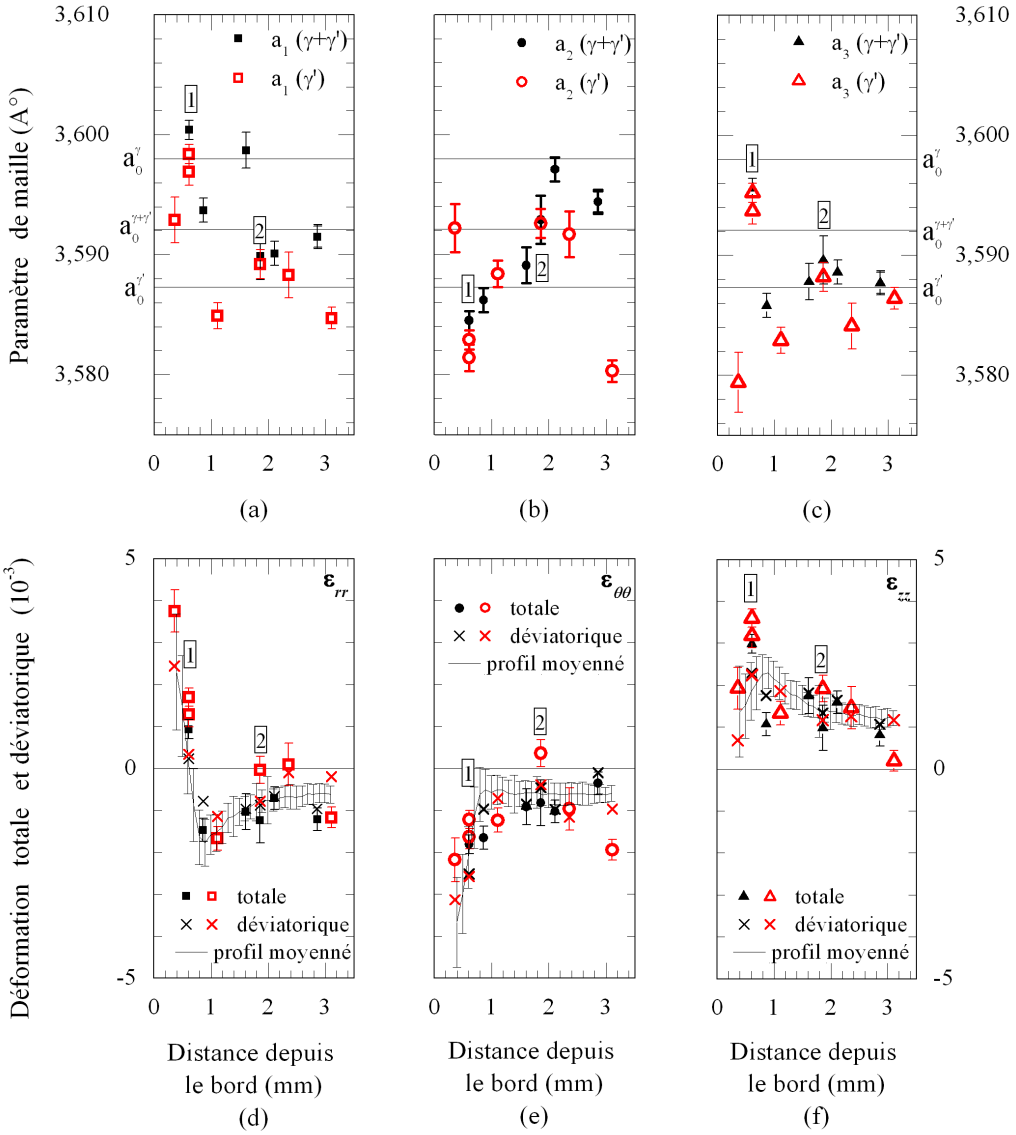


FIGURE 4.23 – (a)-(c) Paramètres de maille pour l'alliage moyen (symboles pleins) et la phase γ' (symboles vides) en fonction de la distance depuis le bord grenaillé de l'échantillon M1 grenaillé. Les lignes horizontales correspondent aux paramètres de maille non contraints de l'alliage moyen et des phases γ et γ' reportés par Wlodek *et al.* [17]. (d)-(f) Composantes totales et déviatoriques de déformation. Les symboles correspondent aux valeurs de déformations totales obtenues à partir des mesures d'énergie, vides pour la phase γ' et pleins pour l'alliage moyen ($\gamma + \gamma'$). Les lignes et les barres d'erreur sont les valeurs moyennes et les écarts-types des déformations déviatoriques des cartographies de la figure 4.15.

4.3.2.2 Etat grenaillé suivi d'un essai de fatigue oligocyclique à 450°C

Les composantes diagonales du tenseur total de déformations associées à l'état grenaillé puis fatigué (état M1 grenaillé + fatigué) sont présentées sur la figure 4.24 pour l'alliage moyen (symboles pleins) et la phase γ' (symboles vides). Comme précédemment, les lignes correspondent aux valeurs de déformations déviatoriques moyennées sur les lignes d'iso-rayons (Figures 4.21b-d). Nous pouvons constater que l'essai de fatigue en température conduit à diminuer le gradient de déformation introduit par le grenaillage. En effet, les valeurs de déformations complètes fluctuent entre -2×10^{-3} et 2×10^{-3} et évoluent de façon similaire à la déformation déviatorique moyenne. Pour les grains étudiés, la déformation de la phase γ' est proche de celle de l'alliage moyen. Ce type de comportement est proche de l'état de référence (Paragraphe 4.2.2.1) non grenaillé et/ou sollicité en fatigue. Ces évolutions suggèrent que les déformations résiduelles et donc les contraintes résiduelles dans la couche écrouie ont probablement dû relaxer significativement pour des raisons d'équilibre mécanique.

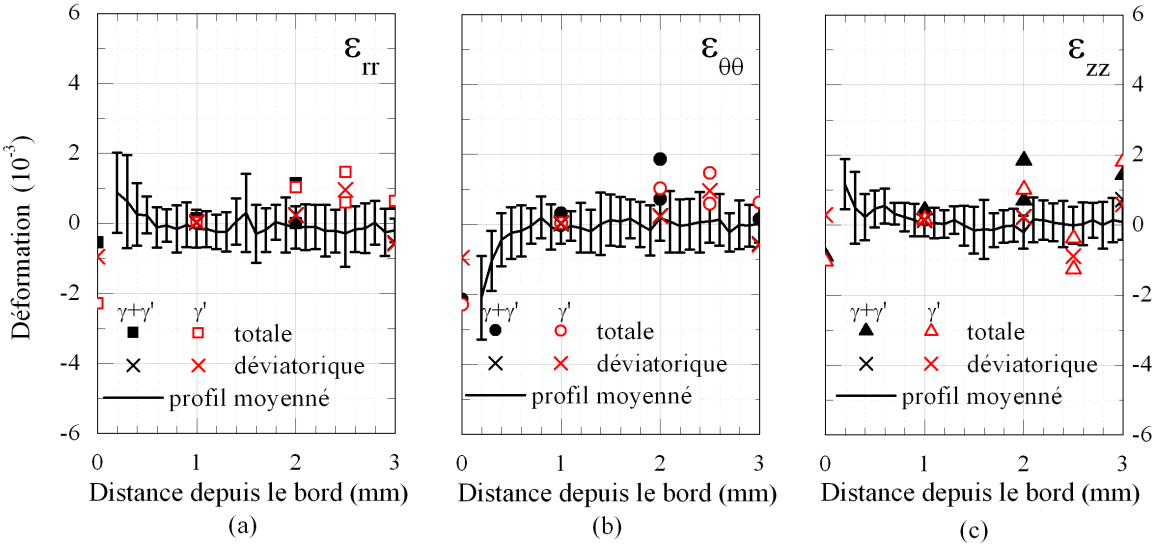


FIGURE 4.24 – Composantes de déformations déviatoriques (unité 10^{-3}) en fonction de la distance depuis le bord grenaillé de l'échantillon pour un état grenaillé suivi d'un essai de fatigue (état M1 grenaillé + fatigué). Les lignes et les barres d'erreur sont les valeurs moyennes et les écarts-types des déformations déviatoriques obtenus avec les cartographies de la figure 4.21 en réalisant une moyenne des valeurs individuelles sur les lignes d'iso-rayons.

4.3.3 Discussion

Dans les paragraphes précédents, nous avons présenté les déformations élastiques déviatoriques et totales associées aux différents états étudiés. Comme explicité dans le chapitre 2, les mesures de microdiffraction Laue permettent aussi d'obtenir l'orientation des cristallites avec une résolution angulaire qui peut atteindre 0,01°. Dans cette partie, nous comparons les cartographies de contraintes résiduelles déviatoriques calculées à partir des champs de déformation précédemment discutés aux cartographies des désorientations cristallines (KAM pour « Kernel Average Misorientation » en anglais) calculées à partir des mêmes clichés de diffraction. Dans la littérature, les valeurs de KAM sont généralement associées aux densités de « dislocations géométriquement nécessaires » (« Geometrically Necessary Dislocations » en anglais).

Dans nos mesures, les champs des déformations déviatoriques sont identiques pour l'alliage moyen et la phase γ'. Seules les différences sur les constantes d'élasticité monocristallines des

phases peuvent donner lieu à des différences de contraintes déviatoriques. Même si en pratique de telles différences existent [197,198], les modules d'élasticité du monocristal de superalliage N18 n'étant pas connues, une différenciation entre phases introduirait une incertitude supplémentaire par rapport au modèle utilisé pour les estimer (cf. chapitre 2, Tableau 2.8). Les contraintes sont donc calculées avec les déformations de l'alliage moyen ($\gamma + \gamma'$) et une seule série de modules d'élasticité en considérant l'approximation de Kröner [149]. Mathématiquement, les contraintes déviatoriques suivent les mêmes tendances que les déformations déviatoriques correspondantes : les déformations négatives et positives mènent respectivement à des contraintes de compression et de traction.

4.3.3.1 Etat non grenaillé

Le KAM est généralement déterminé à partir de cartographies d'orientation dont le pas de la cartographie est largement inférieur à la taille des grains [199, 200]. Dans notre cas, le pas de mesure est de 0,005 mm, excepté pour l'état de référence non grenaillé pour lequel le pas de mesure est de 0,05 mm. La figure 4.25 confronte les cartographies de KAM et de contraintes déviatoriques individuelles de l'alliage moyen pour l'état non grenaillé. A l'exception de la couche de 100 µm depuis le bord de l'échantillon pour laquelle les désorientations sont comprises entre 0,06° et 0,2°, la valeur du KAM est inférieure à 0,02° dans l'échantillon non grenaillé. Les contraintes résiduelles déviatoriques sont quant à elles comprises entre -200 MPa et 200 MPa (Figures 4.25b-e). Ces valeurs sont comparables à celles tirées de la littérature sur des polycristaux de nickel avant un essai de traction [129].

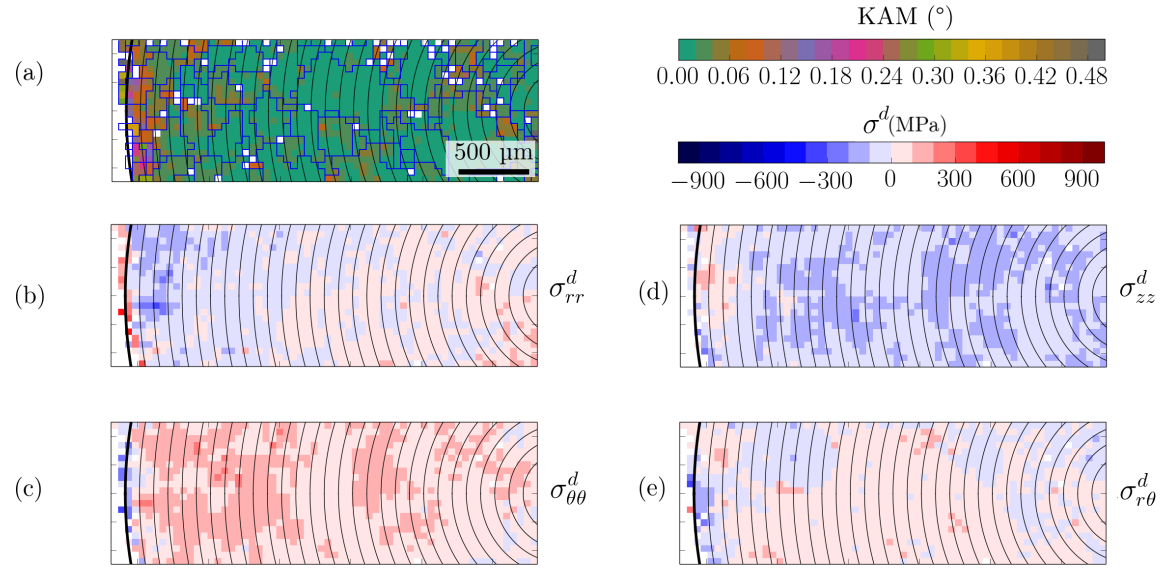


FIGURE 4.25 – (a) Cartographies larges (3 × 1 mm^2 avec un pas de 0,05 mm) de KAM et (b)-(e) de contraintes résiduelles déviatoriques de l'alliage moyen pour l'état non grenaillé (état M1 non grenaillé). Les joints de grains en bleu sont superposés à la cartographie de désorientation.

4.3.3.2 Etat grenaillé

La figure 4.26 présente les cartographies larges de contraintes résiduelles déviatoriques (σ^{d}_{rr}, $\sigma^{d}_{\theta\theta}$, σ^{d}_{zz}, $\sigma^{d}_{r\theta}$) et la cartographie fine de « Kernal Average Misorientation » (KAM) pour l'état grenaillé (état M1 grenaillé). Pour mieux visualiser les faibles désorientations cristallines, nous avons limité l'angle maximal de la barre d'échelle à 0,5°. Cette valeur correspond typiquement à la résolution d'une cartographie EBSD standard au microscope électronique à balayage. On peut

délimiter trois zones sur la cartographie de KAM : une première couche de 300 µm d'épaisseur avec des désorientations supérieures à 0,5° ; une deuxième couche de 300 µm d'épaisseur où les désorientations sont comprises entre 0° et 0,5° et enfin plus en profondeur ; une couche où les désorientations ne sont décelables qu'aux joints de grains. Lorsqu'on les compare à celles des contraintes, on constate que la première couche correspond à celle dans laquelle il n'est pas possible d'obtenir des valeurs précises de contrainte à cause de l'astérisme des taches de diffraction (zone blanche). La fin de la deuxième couche correspond à la distance pour laquelle la composante $\sigma^{\mathrm{d}}{}_{\mathrm{rr}}$ passe par zéro, la composante $\sigma^{\mathrm{d}}{}_{\theta\theta}$ devient quasiment nulle et la composante $\sigma^{\mathrm{d}}{}_{\mathrm{r}\theta}$ est comprise entre -300 MPa et 300 MPa. Cette comparaison entre les cartographies de KAM et de contraintes résiduelles montre que la définition de la profondeur affectée par le grenaillage diffère selon la résolution utilisée pour la caractérisation des désorientations cristallines ou la composante de contrainte résiduelle. Lorsqu'on s'appuie sur une cartographie EBSD, nous estimons cette profondeur à 300 µm alors qu'elle passe à 600 µm à partir d'une cartographie HR-EBSD tout comme la composante de contrainte $\sigma^{\mathrm{d}}{}_{\theta\theta}$. L'écart s'accentue lorsque l'on considère la composante de contrainte $\sigma^{\mathrm{d}}{}_{\mathrm{rr}}$ puisque nous obtenons une profondeur d'environ 900 µm.

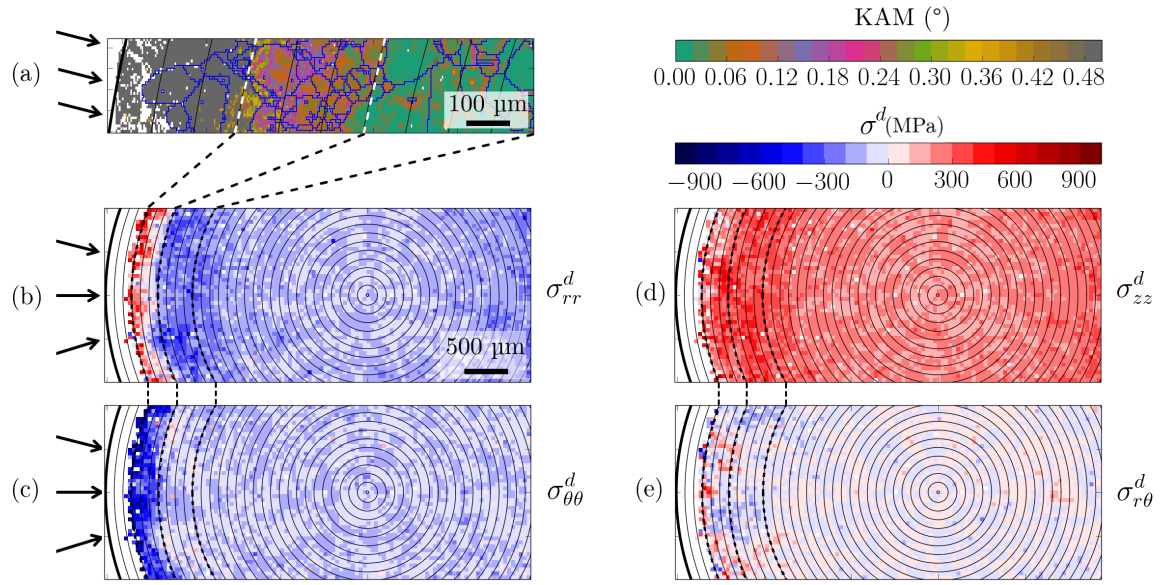


FIGURE 4.26 – (a) Cartographies fines (1 × 0,25 mm^2 avec un pas de 0,005 mm) de KAM et (b)-(e) larges (5 × 2 mm^2 avec un pas de 0,05 mm) de contraintes déviatoriques de l'alliage moyen pour l'état grenaillé (état M1 grenaillé). Les joints de grains en bleu sont superposés à la cartographie de désorientation.

4.3.3.3 Etat grenaillé suivi d'un maintien isotherme à 450°C

A l'issue d'un maintien isotherme à 450°C pendant 1h40 (état nommé M1 grenaillé + TT dans le tableau 4.6), nous avons montré que le gradient de déformations déviatoriques est conservé mais avec des niveaux plus faibles par rapport à l'état M1 grenaillé. Le maintien isotherme à 450°C conduit donc à relaxer les déformations et les contraintes déviatoriques résiduelles introduites par le grenaillage (Figures 4.27b-e). Cette relaxation a été observée par plusieurs auteurs avec des niveaux dépendant de la température et du temps du maintien. Pour les températures comprises entre 350°C et 600°C, la grande partie de la relaxation des contraintes se produit pendant la première heure de maintien isotherme et concerne la zone fortement écrouie proche du bord grenaillé [11, 80]. La relaxation des contraintes au cours d'un maintien isotherme est due aux mouvements de défauts. D'après les travaux de Viereck *et al.* [64] sur le superalliage $NiCr_{22}Co_{12}Mo_9$, la relaxation des contraintes résiduelles pour des durées de maintien courtes dans la gamme de température 400°C-600°C est principalement liées aux glissements de défauts

activés thermiquement et interagissant avec les obstacles à courte portée, comme des carbures et des dislocations. En conséquence, la relaxation des contraintes est moindre en dehors de la couche fortement écrouie.
Même s'il est impossible de déterminer les contraintes dans une couche préalablement écrouie de 300 µm proche du bord grenaillé, les données plus précises obtenues dans cette couche après traitement thermique reflètent un état restauré (ou partiellement) et vont dans le sens de la littérature. L'évolution des contraintes en dehors de la couche préalablement écrouie nous laisse penser que le maintien de 1h40 à 450°C a relaxé une partie des contraintes introduites par le grenaillage dans cette zone.

A l'issue d'un maintien isotherme à 450°C, la désorientation cristalline évolue peu en comparaison à l'état grenaillé (Figures 4.26a et 4.27a), ce qui est en accord avec les profils de dureté (cf. figure 3.24). De nombreux auteurs montrent que même si les contraintes résiduelles relaxent significativement après un maintien isotherme pour des températures comprises entre 350°C et 600°C, la relaxation des micro-contraintes nécessite une diminution du nombre de défauts [64,81], qui reste négligeable à 450°C. C'est d'ailleurs ce qui a été observé par Viereck *et al.* à 400°C pour l'alliage $NiCr_{22}Co_{12}Mo_9$.

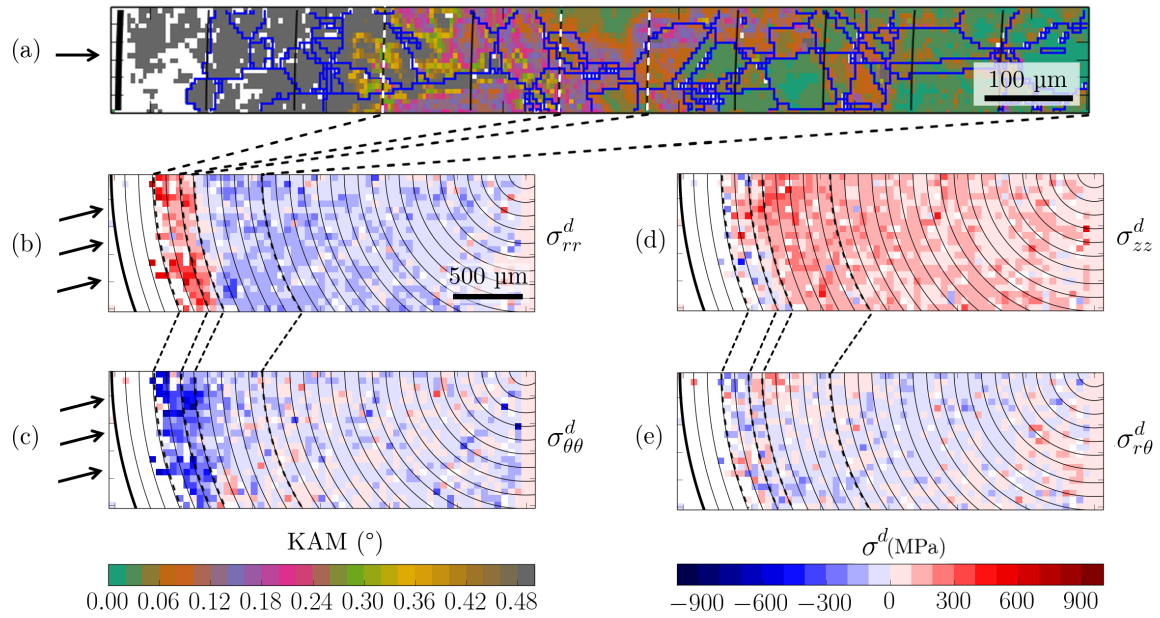


FIGURE 4.27 – (a) Cartographies fines ($1 \times 0{,}125$ mm^2 avec un pas de 0,005 mm) de KAM et (b)-(e) larges (3×1 mm^2 avec un pas de 0,05 mm) de contraintes déviatoriques de l'alliage moyen pour l'état grenaillé suivi d'un maintien isotherme (état M1 grenaillé + TT). Les joints de grains en bleu sont superposés à la cartographie de désorientation.

4.3.3.4 Etat grenaillé suivi d'un essai de fatigue oligocyclique à 450°C

La cartographie des désorientations cristallines à l'issue du grenaillage et de l'essai de fatigue oligocyclique à 450°C est présentée sur la figure 4.28a. Lorsqu'on la compare à celle correspondant à l'état grenaillé (Figure 4.26a), nous observons que les distributions des désorientations sont très proches jusqu'à une distance de 0,7 mm depuis le bord grenaillé. Au-delà, des désorientations avec des amplitudes supérieures à 0,05° sont clairement visibles pour l'état grenaillé et fatigué. En se basant sur les observations en microscopie électronique à balayage, Messé *et al.* [67] montrent que la désorientation des grains ainsi que la microstructure de dislocations restent quasiment identiques après une sollicitation en fatigue d'un état grenaillé. Ils observent aussi peu d'évolution

de la microstructure de dislocations après un essai de fatigue alors que les contraintes résiduelles ont fortement relaxé. Encore une fois, on peut supposer qu'il y a un effet de la fatigue sur les désorientions des cristallites de manière intra- et inter-granulaire mais que la résolution angulaire des cartographies ESBD n'est pas suffisante pour l'observer. La figure 4.28 montre aussi qu'il est beaucoup plus difficile de faire un lien direct entre la distribution des désorientations cristallines et la distribution des contraintes résiduelles comme nous l'avons fait pour l'état grenaillé.

On considère généralement que, macroscopiquement, les contraintes résiduelles introduites par la grenaillage relaxent au cours de l'essai de fatigue [11, 15, 77, 80, 83]. Les cartographies des figures 4.26 et 4.28 montrent qu'ils s'agit plus d'une redistribution hétérogène que d'un phénomène de relaxation, les amplitudes de contraintes déviatoriques pouvant atteindre la limite d'élasticité du matériau partout dans l'échantillon.

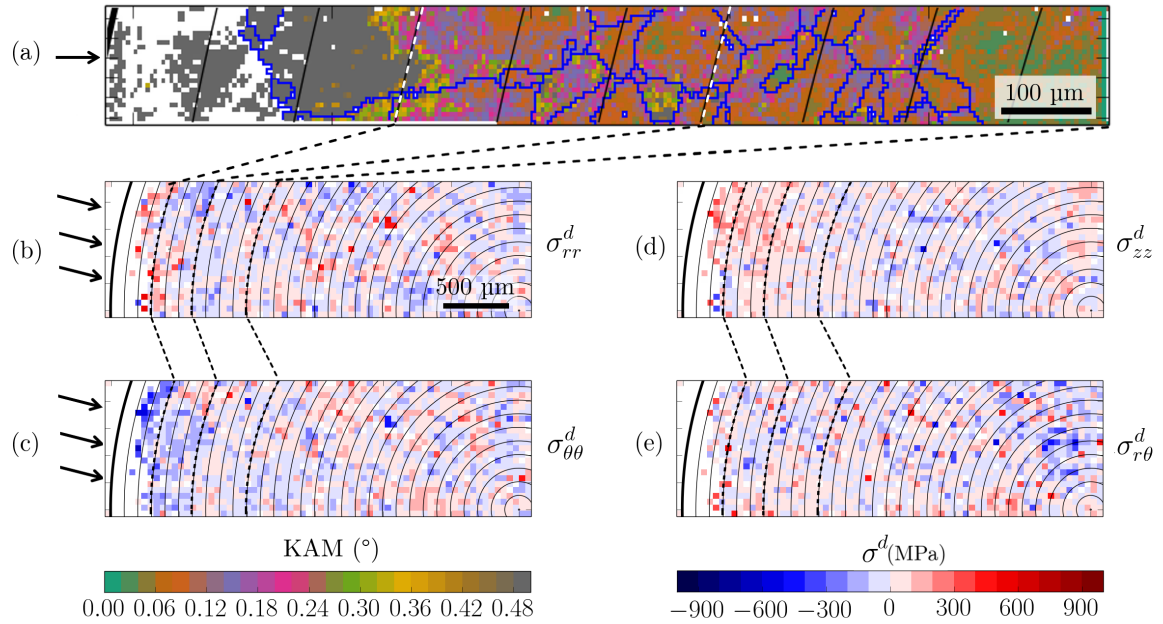


FIGURE 4.28 – (a) Cartographies fines (1 × 0,125 mm^2 avec un pas de 0,005 mm) de KAM et (b)-(e) larges (3 × 1 mm^2 avec un pas de 0,05 mm) de contraintes déviatoriques de l'alliage moyen pour l'état grenaillé suivi d'un essai de fatigue interrompu (état M1 grenaillé + fatigue). Les joints de grains en bleu sont superposés à la cartographie de désorientation.

4.4 Influence de la microstructure sur les déformations et les contraintes résiduelles après grenaillage

Dans cette partie, nous nous intéressons à l'effet des tailles des grains γ et des précipités γ' sur les champs de déformations et de contraintes introduites par le grenaillage. L'ensemble des états microstructuraux (M1 à M4) a été caractérisé avec la méthode conventionnelle des « $\sin^2\psi$ » et la microdiffraction Laue. Par rapport aux résultats précédent (Paragraphes 4.2 et 4.3) obtenus à partir d'échantillons cylindriques grenaillés sur le pourtour (géométrie dite « cylindrique »), nous discutons ici des mesures réalisées pour des échantillons cylindriques dont l'une des deux surfaces planes est grenaillée (géométrie dite « plane »). Avec la méthode conventionnelle des « $\sin^2\psi$ », la mesure s'effectue sur la surface grenaillée et le profil de contraintes résiduelles est obtenu par enlèvements successifs de matière (Figure 4.29a) alors qu'avec la microdiffraction Laue, la mesure est réalisée sur une coupe transverse (rectangle rouge sur la figure 4.29b). Un repère fixe ($\hat{e}_x$, $\hat{e}_y$, $\hat{e}_z$) commun aux deux géométries de mesure est utilisé pour exprimer les composantes

des tenseurs des déformations élastiques et des contraintes résiduelles (Figure 4.29). A des fins de comparaison, le repère cartésien ($\hat{e}_x$, $\hat{e}_y$, $\hat{e}_z$) dans lequel sont exprimés les composantes des tenseurs des déformations et des contraintes est choisi tel que la direction $\hat{e}_x$ correspond à la normale à la surface grenaillée et la direction $\hat{e}_z$ à la normale à la surface libre pour des mesures de microdiffraction Laue (cf. figure 4.29). La direction $\hat{e}_y$ est contenue dans le plan de la surface grenaillée pour les deux géométries de mesure.

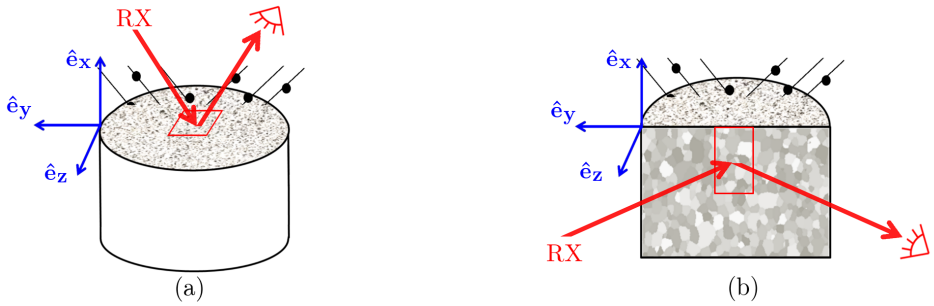


FIGURE 4.29 – Géométries de mesure et repères pour les échantillons de géométrie plane utilisés pour exprimer les composantes des tenseurs des déformations élastiques et des contraintes résiduelles avec (a) la méthode conventionnelle des « $\sin^2\psi$ » et (b) la microdiffraction Laue. Les rectangles rouges représentent la surface analysée.

4.4.1 Mesure par la méthode des « $\sin^2\psi$ »

4.4.1.1 Evolution des contraintes résiduelles

La figure 4.30 présente les profils des six composantes du tenseur des contraintes résiduelles de l'état M1 déterminés jusqu'à une profondeur de 550 µm avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » en laboratoire. La géométrie de mesure correspond à celle de la figure 4.29a. Les corrections de Moore et Evans [160] prenant en compte les effets d'enlèvement de matière ont été appliquées (cf. équation 2.48). D'une manière générale, on obtient un profil type d'un état de contraintes planes avec égalité des composantes dans le plan de la surface grenaillée et des valeurs de contraintes proches de zéro pour la composante normale à la surface ainsi que pour les composantes de cisaillement. Les contraintes de compression augmentent quasiment linéairement de -800(± 300) MPa en surface à -1400(± 150) MPa à une profondeur de 130 µm puis diminuent pour atteindre -300(± 120) MPa pour une profondeur de 550 µm (Figure 4.30a). La valeur de contrainte maximale (en valeur absolue) est légèrement supérieure à la limite d'élasticité du matériau (non grenaillé) mesurée en traction à température ambiante (1030 MPa) mais bien en dessous de la contrainte maximale qu'il peut subir (>1700 MPa). Dans la direction du grenaillage ($\hat{e}_x$), la contrainte σ_{xx} fluctue autour de 60(± 150) MPa. Les composantes de cisaillement σ_{xy} et σ_{xz} valent respectivement 2(± 32) MPa et -6(± 36) MPa en moyenne (Figure 4.30b). On notera que les fluctuations des valeurs de la composante de cisaillement σ_{yz}, qui est dans le plan de la surface grenaillée, sont importantes (200 MPa) dans les 200 premiers micromètres de profondeur. Cette composante vaut environ -150 MPa pour les autres points de mesures. Enfin, on notera les grandes barres d'erreur qui sont associées au grand rapport taille des grains (≈ 0,04 mm) sur taille du faisceau des rayons X (≈ 2 mm^2) et surtout à la méthode de Dölle et Hauk [154] utilisée pour déterminer le tenseur total de déformations et de contraintes sans approximation de contrainte nulle dans la direction normale à la surface grenaillée. Cette hypothèse conduit à une incertitude plus importante qu'avec l'hypothèse de contrainte normale nulle ($\sigma_{xx} = 0$). Par exemple, la valeur de la contrainte σ_{yy} en surface est de -920(± 70) MPa avec l'hypothèse $\sigma_{xx} = 0$ au de lieu -800(± 300) MPa sans considérer cette hypothèse. Mathématiquement, on peut montrer qu'avec l'hypothèse de contrainte nulle, l'erreur sur les contraintes est proportionnelle à l'erreur sur les

pentes des courbes « $\ln d_{hkl}$ » en fonction de « $\sin^2\psi$ ». Sans l'hypothèse $\sigma_{xx} = 0$, l'erreur sur les contraintes est la somme des erreurs de plusieurs pentes et des ordonnées à l'origine (cf. page 49).

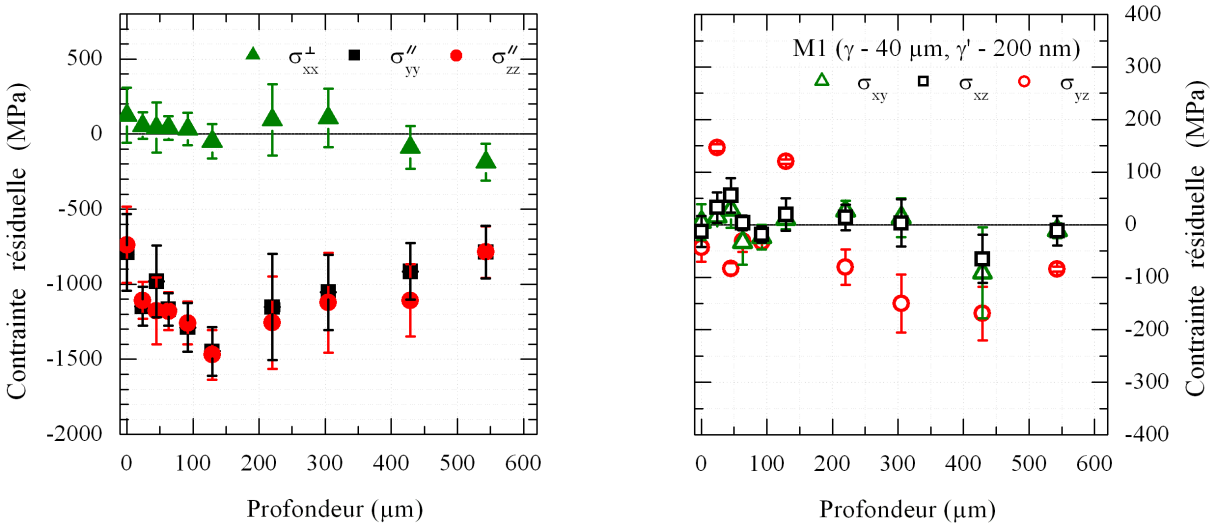


FIGURE 4.30 – Profils des composantes du tenseur des contraintes résiduelles pour l'état microstructural M1 grenaillé (γ – 40 µm, γ' – 200 nm) (a) Termes diagonaux (σ_{xx}, σ_{yy} et σ_{zz}). (b) Composantes de cisaillement (σ_{xy}, σ_{xz} et σ_{yz}).

La figure 4.31 compare les profils de contraintes résiduelles pour les quatre états microstructuraux M1, M2, M3 et M4. L'évolution des contraintes de cisaillement avec la distance est semblable pour l'ensemble des états. En effet, nous obtenons des valeurs proches de zéro pour les composantes σ_{xy} et σ_{xz} ainsi que des fluctuations importantes (200 MPa) pour la composante σ_{yz} qui traduit le cisaillement dans le plan de la surface grenaillée. Pour la microstructure avec une taille moyenne des grains de 40 µm et une taille moyenne de précipités γ' de 2000 nm, les contraintes planes valent -600(± 140) MPa en surface de l'échantillon et sont maximale -1000(± 120) MPa jusqu'à 500 µm de profondeur (en rouge sur les figures 4.31b-c). L'augmentation de la taille des précipités γ' d'un facteur 10 conduit donc à un profil beaucoup plus plat où la profondeur à partir de laquelle les contraintes de compression diminuent est décalée d'environ 200 µm. Les niveaux de contraintes sont plus faibles pour la microstructure à gros précipités. L'écart observé est du même ordre de grandeur que l'écart d'environ 250 MPa entre les valeurs de limites d'élasticité des deux microstructures mesurées lors d'un essai de traction (cf. tableau 3.4). On notera enfin que la composante de contrainte selon l'axe du grenaillage (σ_{xx}) est non nulle jusqu'à une profondeur de 400 µm avec une valeur maximale de 300(± 100) MPa. Les profils de contraintes pour les états avec une taille moyenne de grains de 62 µm (M3 et M4) présentent beaucoup plus de fluctuations que ceux correspondant aux états M1 et M2 avec une taille moyenne de grains de 40 µm. Elles sont dues au fait qu'un nombre plus limité de cristallites diffractent lors des mesures. Ces fluctuations entravent la mise en exergue d'un effet réel de la taille des précipités γ' ou de la taille des grains sur les profils de contraintes. Ce travail montre aussi la difficulté d'obtenir des valeurs précises de contrainte avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » pour les microstructures étudiées dans ce travail de thèse.

Pour résumé, l'analyse des profils de contraintes résiduelles dans la couche fortement écrouie par le grenaillage montre des comportements très similaires quels que soient les états microstructuraux. On pourra retenir que pour les microstructures à petite taille des grains, la contrainte maximale est étendue sur une profondeur plus importante lorsque les précipités sont plus gros.

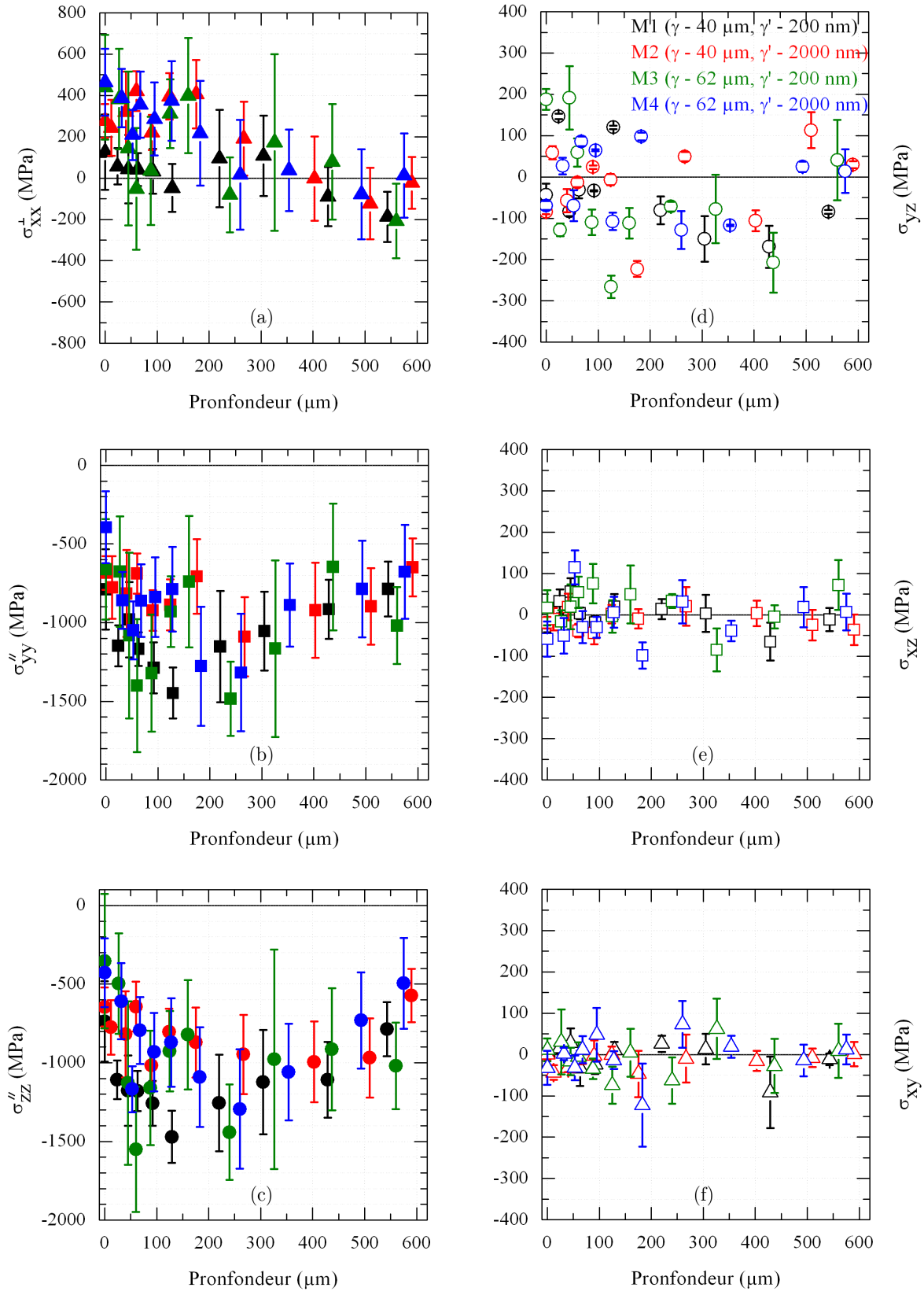


FIGURE 4.31 – Profils des six composantes du tenseur des contraintes résiduelles déterminés par la méthode des « $\sin^2\psi$ » à l'issue du grenaillage des quatre états microstructuraux.

4.4.1.2 Evolution de la largeur à mi-hauteur

L'évolution de la largeur à mi-hauteur est souvent exploitée pour caractériser qualitativement [64, 69] ou quantitativement après une calibration [70], les déformations plastiques ou micro-contraintes. La figure 4.32 présente l'évolution de la largeur à mi-hauteur du pic de diffraction {311} en fonction de la profondeur pour les quatre états microstructuraux grenaillés. Lorsqu'on compare la valeur en surface et à 500 µm, elle diminue de 1,3°C à 0,6°C pour les microstructures à petits précipités et de 1,6°C à 0,6°C pour les microstructures à gros précipités. Les évolutions sont très proches pour l'ensemble des états microstructuraux à partir d'environ 150 µm de profondeur. En surface (< 150 µm), les résultats tendent à montrer des valeurs 10 % plus importantes pour les microstructures à gros précipités.
Il est communément admis que les contributions adossées à la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction sont l'instrumentation, la microstructure (taille, morphologie, hétérogénéité chimique à l'échelle des phases, ...) et les déformations plastiques. Ici, la contribution instrumentale est identique quel que soit le point de mesure car l'ensemble des mesures a été fait dans les mêmes conditions. De fait, l'augmentation de largeur à mi-hauteur ne peut être attribuée qu'à une modification de la microstructure et/ou des déformations plastiques.
Nous avons montré au chapitre 3 que le grenaillage modifie peu les états microstructuraux (cf. page 91) en termes de taille et de morphologie des grains γ et des précipités γ'. Nous avons également montré que les fractions respectives de chacune des phases n'est pas modifiée et nous avons supposé que leur chimie ne l'était pas également. Nous attribuons donc l'élargissement aux hétérogénéités de déformations élastiques occasionnée par le grenaillage. Les différences de largeur à mi-hauteur constatées en proche surface (<150 µm) sont attribuées aux différences de déformation plastique en lien avec la taille des précipités. Pour rappel, les dislocations contournent les précipités lorsqu'ils sont grossiers et les cisaillent lorsqu'ils sont fins.

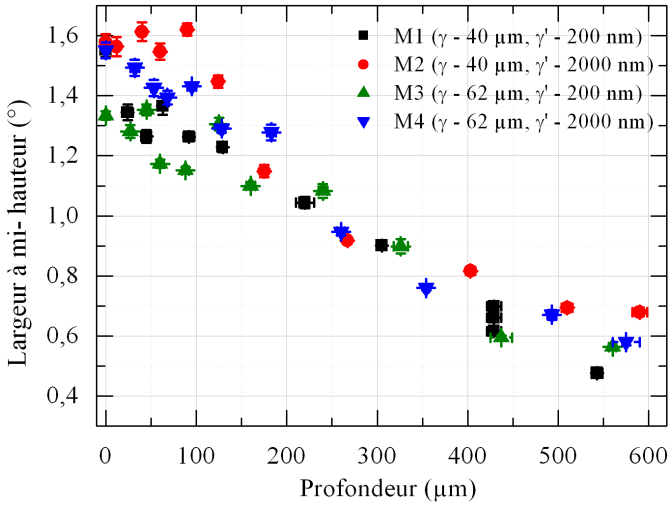


FIGURE 4.32 – Evolution de la largeur à mi-hauteur (FWHM) de la famille de plan {311} en fonction de la profondeur pour les états microstructuraux M1 (γ – 40 µm, γ' – 200 nm), M2 (γ – 40 µm, γ' – 2000 nm), M3 (γ – 62 µm, γ' – 200 nm) et M4 (γ – 62 µm, γ' – 2000 nm) après grenaillage.

4.4.2 Mesure par microdiffraction Laue

Dans la suite, nous comparons les résultats obtenus par microdiffraction Laue pour les états microstructuraux M1 et M2 grenaillés (taille moyenne des grains γ de 40 µm et des précipités γ' de 200 nm et de 2000 nm). La géométrie de mesure correspond à celle de la figure 4.29b. L'objectif est de quantifier l'influence de la taille des précipités γ' sur les champs de déformations/contraintes déviatoriques introduits par le grenaillage.

La figure 4.34 compare les cartographies d'orientation des grains et des six composantes du tenseur déviatorique des déformations élastiques pour les états microstructuraux M1 et M2 après grenaillage. Des cartographies fines de $1 \times 0,2$ mm^2 avec un pas de 0,005 mm ont aussi été enregistrées près du bord grenaillé des deux états. Elles figurent en annexe G.3 car elles sont très proches de celles obtenues pour les cartographies larges.
L'allure générale des champs des déformations associées à la microstructure M1 est proche de celle obtenue sur les éprouvettes cylindriques de diamètre 6,22 mm dont le pourtour a été grenaillé (cf. figure 4.15 page 117). Le grenaillage modifie fortement les composantes diagonales du tenseur déviatorique des déformations (ε^{d}_{xx}, ε^{d}_{yy}, ε^{d}_{zz}) et très peu les composantes de cisaillement (ε^{d}_{xy}, ε^{d}_{yz}, ε^{d}_{xz}). Pour les composantes diagonales, une forte dépendance des niveaux de déformation est observée en fonction de la distance depuis le bord grenaillé de l'échantillon. L'absence d'informations quantitatives dans la couche de surface d'épaisseur 400 µm est aussi un point commun. Cependant, en raison de la géométrie d'échantillon différente, l'équilibre mécanique n'est pas le même. Quantitativement, il existe des différences entre les déformations. Elles sont reportées sur la figure 4.33. La principale différence est observée pour la composante ε^{d}_{yy}. Elle est toujours négative pour la géométrie cylindrique et négative puis positive pour la géométrie plane.

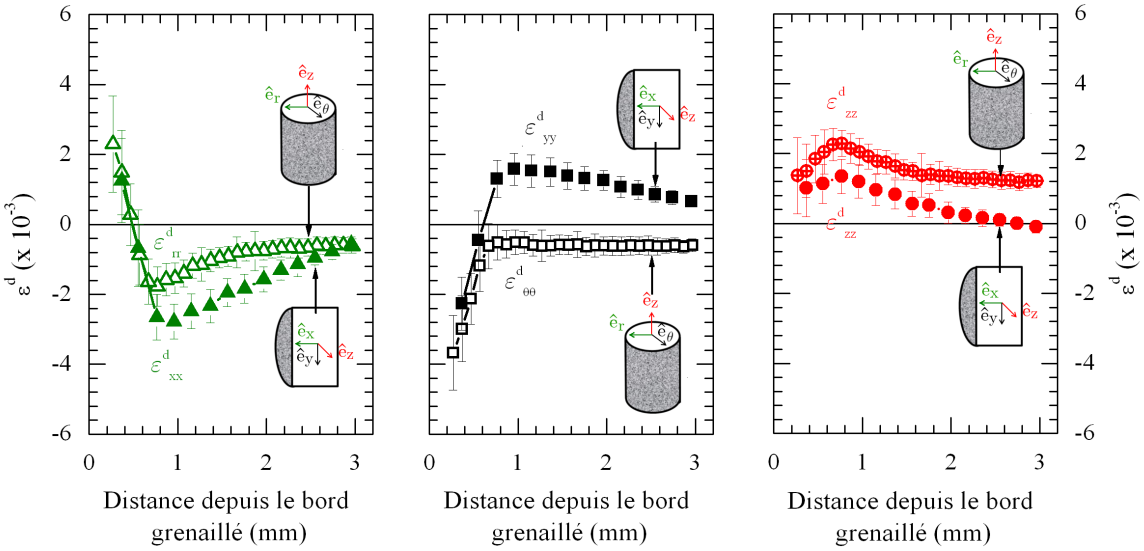


FIGURE 4.33 – Profils des déformations déviatoriques obtenus avec la microdiffraction Laue sur un échantillon de géométrie cylindrique (cf. figure 4.15) et de géométrie plane pour une microstructure M1 (cf. figure 4.35).

Pour les deux microstructures M1 et M2, les cartographies de la figure 4.34 montrent clairement que les champs de déformations déviatoriques sont affectés par le grenaillage sur des distances importantes. En effet, les niveaux de déformations des composantes diagonales sont supérieurs à $0,5 \times 10^{-4}$ jusqu'à 3,5 mm pour l'état microstructural M1 et 4 mm pour l'état microstructural M2. Si qualitativement les cartographies des états M1 et M2 possèdent plusieurs points de ressemblance, nous pouvons tout de même constater un effet de la taille des précipités qui se traduit par un décalage des valeurs. En effet, la zone de transition entre les déformations ε^{d}_{xx}, ε^{d}_{yy} positives et négatives est comprise entre 540 µm et 680 µm de profondeur pour l'état microstructural M1 alors que cette zone est comprise entre 640 µm et 780 µm pour l'état microstructural M2. Cette différence proche de 100 µm avait été aussi observée sur les profils de dureté page 94. Les lignes verticales pointillées sur la figure 4.34 indiquent la profondeur à partir de laquelle la dureté correspond à celle d'un état non grenaillé.

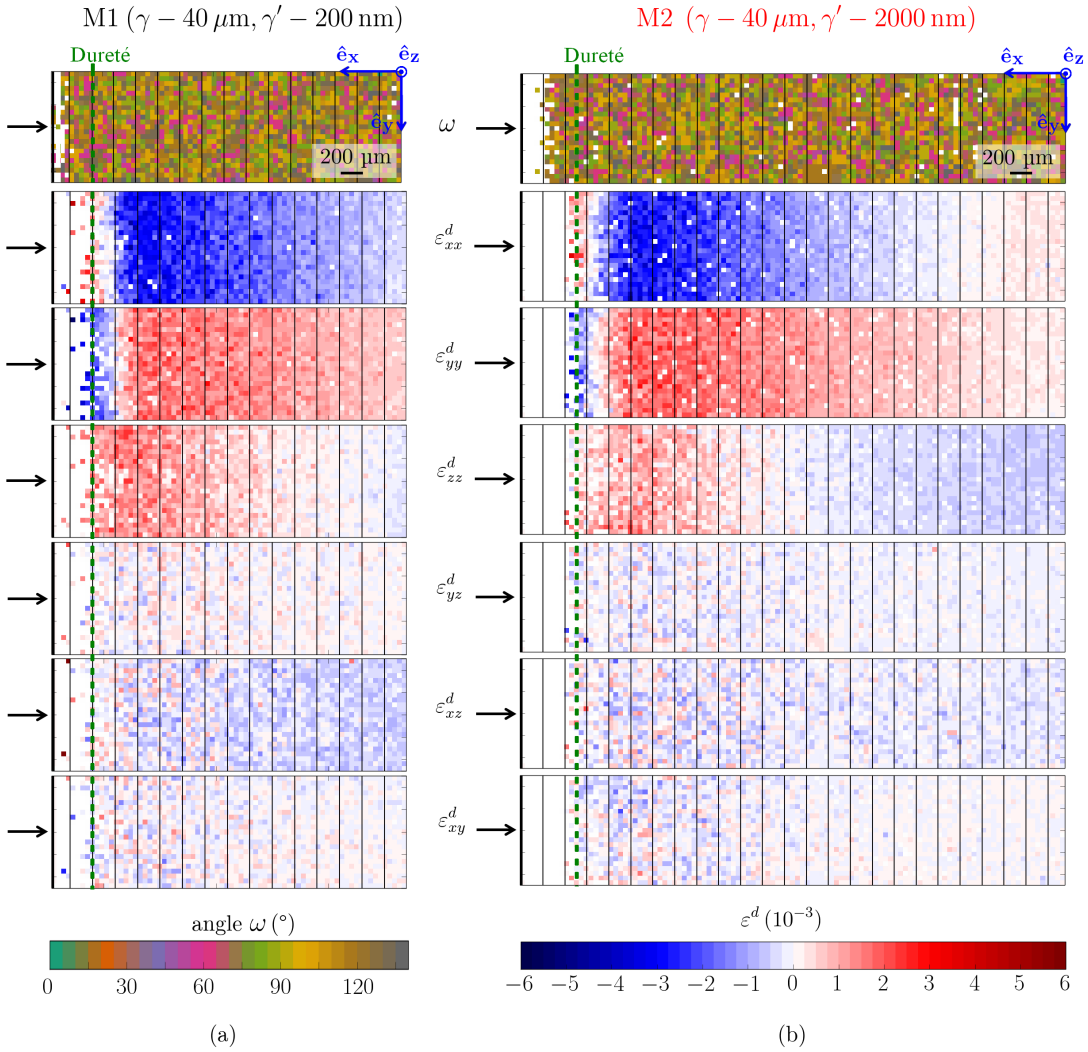


FIGURE 4.34 – Cartographies ($3,5 \times 1$ mm^2 ou 5×1 mm^2 avec un pas de 0,05 mm) d'orientation des grains γ dans la représentation axe-angle et des six composantes du tenseur déviatorique des déformations après grenaillage pour les états microstructuraux (a) M1 et (b) M2 grenaillé. Le bord grenaillé est à gauche et représenté par une ligne verticale épaisse. Chaque ligne fine verticale représente un incrément en profondeur de 200 µm. Le repère ($\hat{e}_x$, $\hat{e}_y$, $\hat{e}_z$) représente le repère dans lequel le tenseur déviatorique de déformations est exprimé.

4.4.3 Comparaison des résultats obtenus avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » et la microdiffraction Laue

Tout comme la méthode conventionnelle des « $\sin^2\psi$ », nous avons montré dans ce chapitre que la microdiffraction Laue, sous réserve d'une taille de faisceau suffisamment petite en comparaison à la taille des grains, est une méthode robuste pour la détermination des déformations élastiques. En revanche, obtenir des informations quantitatives dans la couche fortement écrouie en proche surface est difficile en raison de l'astérisme des taches de diffraction. Par ailleurs, les mesures d'énergie des réflexions ne permettent pas aujourd'hui d'obtenir une précision inférieure à 50 MPa sur les valeurs de contraintes résiduelles totales.
La méthode des « $\sin^2\psi$ » fournit quant à elle des valeurs de contraintes totales et déviatoriques dans la couche fortement écrouie et dans notre cas plus difficilement au-delà à cause de la taille des grains, laquelle est supérieure à 40 µm.
Comme nous le verrons dans la suite, il nous a été possible d'obtenir des valeurs quantitatives des

contraintes déviatoriques avec les deux méthodes sur une profondeur d'environ 300 µm. L'intérêt de la comparaison est aussi de savoir si la microdiffraction Laue permet de caractériser l'état de contrainte plane attendu à coeur du matériau et mesuré par la méthode des « $\sin^2\psi$ ». Rappelons que la géométrie de mesure est différente pour les deux techniques (cf. figure 4.29).

La figure 4.35a compare les profils des composantes diagonales du tenseur des déformations déviatoriques tirés des cartographies larges de microdiffraction Laue (Figure 4.35a) et ceux obtenus avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » pour les microstructures M1 et M2 grenaillées. La figure 4.35b compare de nouveau les profils obtenus avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » et celles tirés des cartographies fines de microdiffraction Laue proche du bord grenaillé de l'échantillon pour les microstructures M1 et M2. Pour une distance comprise entre 300 µm et 600 µm, les déformations déterminées avec les deux techniques peuvent être comparées. Nous pouvons constater que seule la composante $\varepsilon^{d}{}_{yy}$, qui est contenue à la fois dans le plan de la surface grenaillée et dans le plan de la section transverse analysée par microdiffraction Laue, posséde des valeurs comparables avec les deux techniques. Pour la composante $\varepsilon^{d}{}_{xx}$, les valeurs de déformation associées à la microdiffraction Laue sont décalées de 2×10^{-3} par rapport aux valeurs mesurées par la méthode des « $\sin^2\psi$ ». Pour la composante $\varepsilon^{d}{}_{zz}$, les valeurs et les allures du profil de déformation sont clairement différentes.

Les cartographies larges des contraintes déviatoriques déterminées à partir de celles des déformations déviatoriques (Figure 4.34) sont présentées sur la figure 4.36a. Les valeurs obtenues en considérant une moyenne à iso-distance depuis le bord grenaillé sont présentées sur la figure 4.36b (symboles pleins). Les valeurs obtenues par la méthode des « $\sin^2\psi$ » en proche surface y sont également reportées (symboles vides). Nous obtenons un décalage d'environ 250 MPa entre les deux méthodes sur la composante $\sigma^{d}{}_{xx}$ et une relaxation d'environ 500 MPa de la composante $\sigma^{d}{}_{zz}$ (µXRD) et des valeurs proches pour la composante $\sigma^{d}{}_{yy}$. Comme précédemment, les deux méthodes de mesures donnent des valeurs similaires pour la composante $\sigma^{d}{}_{yy}$ et différentes pour les composantes $\sigma^{d}{}_{xx}$ et $\sigma^{d}{}_{zz}$. Ceci est surprenant car il est difficile d'expliquer simplement pourquoi un phénomène de relaxation des contraintes au voisinage d'une surface libre ne modifierait que deux des trois composantes du tenseur des contraintes résiduelles. En conséquence, les contraintes déterminées avec la microdiffraction Laue différent sensiblement de celles déterminées avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » et ne correspondent pas à un état de contraintes planes.

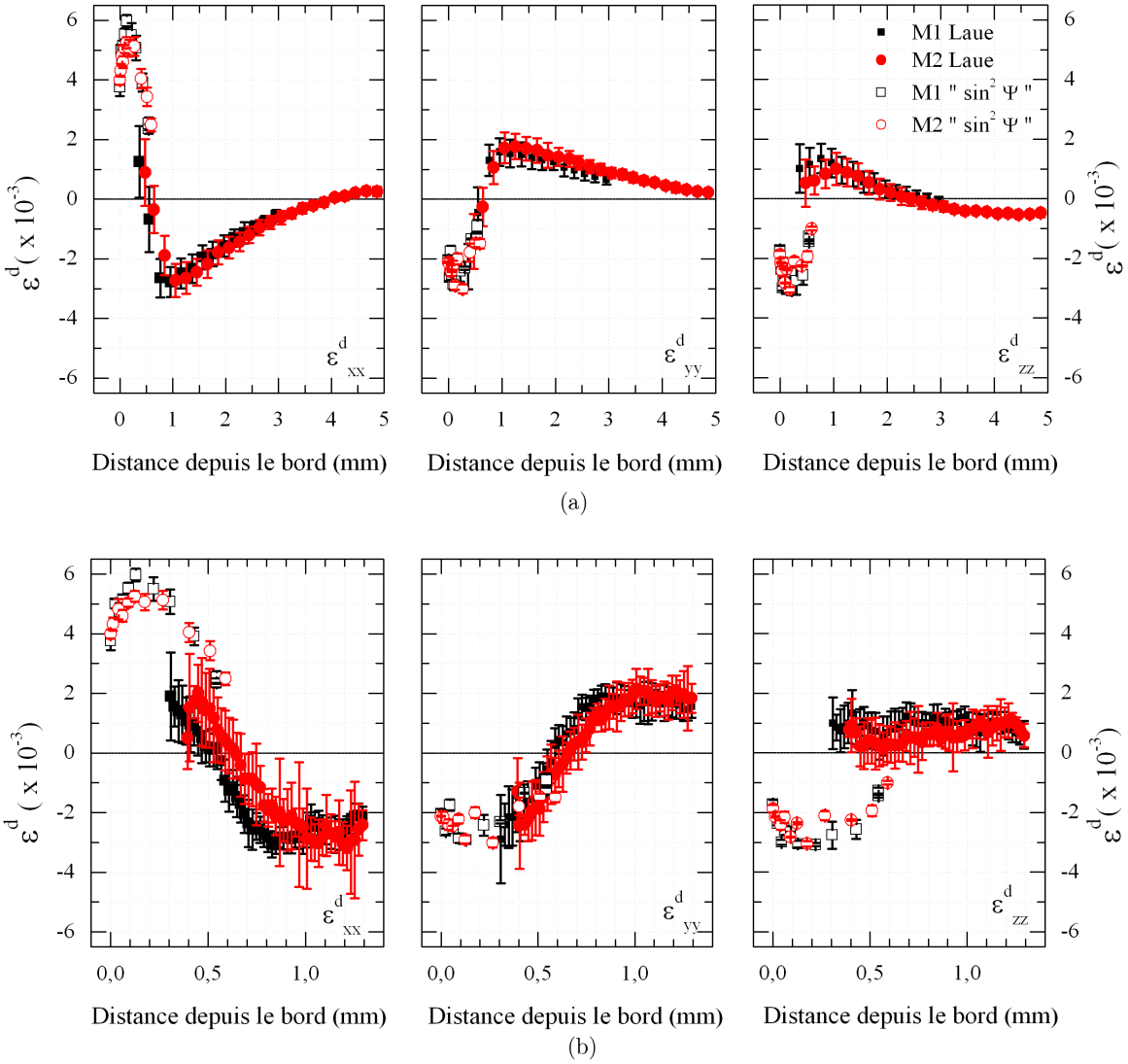


FIGURE 4.35 – Profils des composantes diagonales du tenseur des déformations déviatoriques (ε^{d}_{xx}, ε^{d}_{yy}, ε^{d}_{zz}) obtenus avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » et ceux obtenus avec les cartographies larges (a) et fines (b) de microdiffraction Laue pour les états microstructuraux M1 et M2 grenaillés.

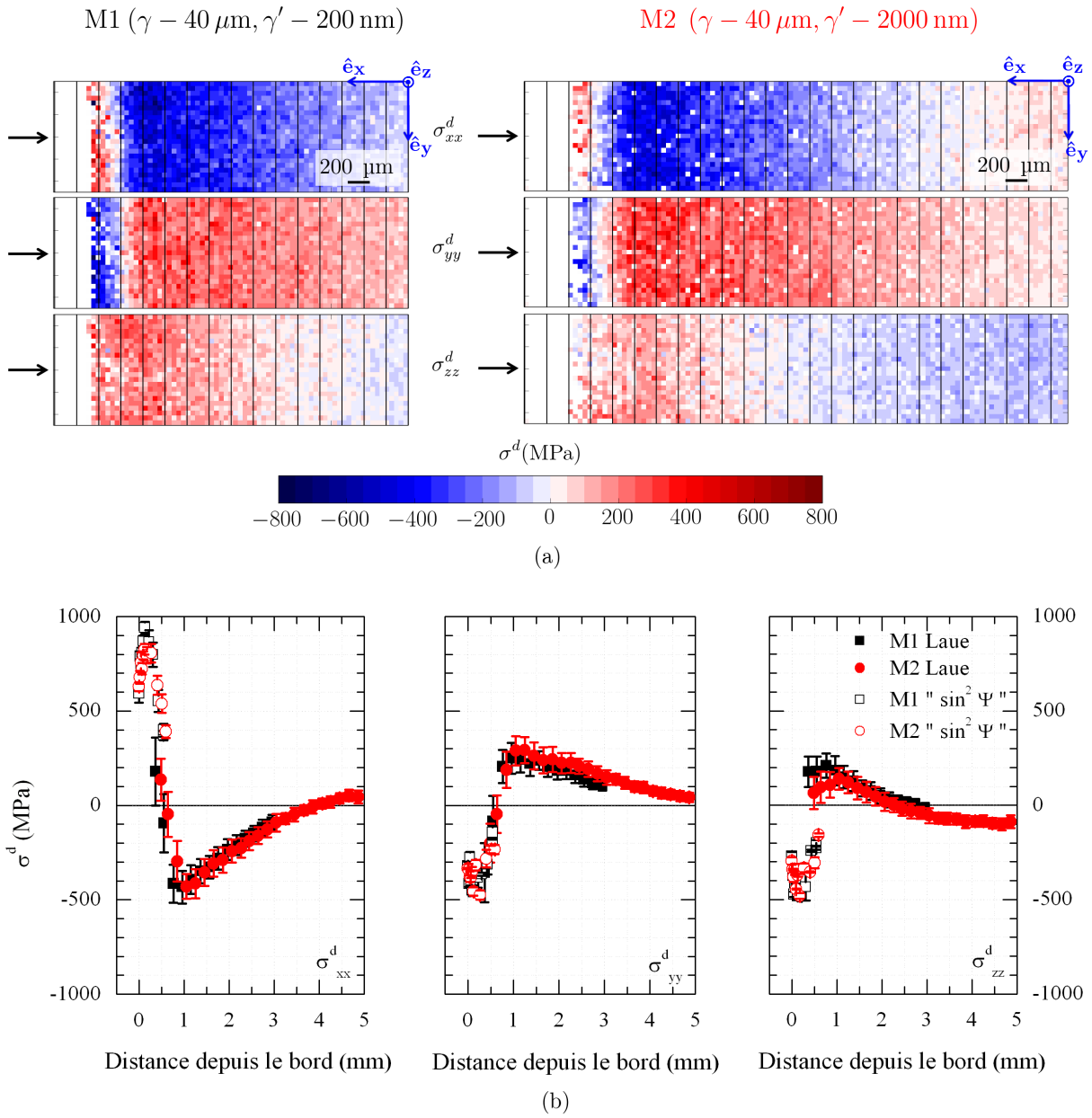


FIGURE 4.36 – (a) Cartographies ($3,4 \times 1$ mm^2 et 5×1 mm^2) des composantes diagonales du tenseur déviatorique de contraintes résiduelles obtenues par microdiffraction Laue pour les états microstructuraux M1 et M2 grenaillés. (b) Profils de contraintes déviatoriques obtenus par la méthode des « $\sin^2 \psi$ » et par la microdiffraction Laue. Le bord grenaillé est à gauche et représenté par une ligne verticale épaisse. Chaque ligne fine verticale correspond à un incrément de 200 µm. Le repère ($\hat{e}_x$, $\hat{e}_y$, $\hat{e}_z$) représente le repère dans lequel les composantes du tenseur déviatorique des contraintes sont exprimées.

Pour tenter de relier les profils de contraintes déviatoriques que nous avons déterminé avec la microdiffraction Laue à un tenseur de contraintes totales, nous avons identifié six hypothèses de travail que nous discutons par la suite :

- (i) contrainte plane ($\sigma_{xx} = 0$) dans un massif (Figure 4.37a et équation 4.12) ;
- (ii) contrainte plane ($\sigma_{xx} = 0$) avec surface de mesure libre ($\sigma_{zz} = 0$) (Figure 4.37b et équation 4.14) ;
- (iii) contrainte non plane ($\sigma_{xx} \neq 0$) ;
- (iv) contrainte non plane ($\sigma_{xx} \neq 0$) avec surface de mesure libre ($\sigma_{zz} = 0$) (Figure 4.38a) ;
- (v) contrainte plane ($\sigma_{xx} = 0$) avec un état de contrainte intermédiaire sur la surface de mesure ($0 < | \sigma_{zz} | < | \sigma_{yy} |$) (Figure 4.38b) ;
- (vi) $\sigma_{yy}(\mu\text{XRD}) = \sigma_{yy}(\sin^2\psi)$ (Equation 4.16).

(i) En principe, loin des bords de l'échantillon, le grenaillage du plan ($\hat{e}_y$, $\hat{e}_z$) conduit à un état de contraintes planes dont le tenseur total a la forme :

$$\sigma_{(i)} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{zz} = \sigma_{yy} \end{pmatrix} \tag{4.12}$$

C'est ce que nous avons observé sur les 550 premiers micromètres de la figure 4.30 obtenus avec la méthode des « $\sin^2\psi$ ». En supposant l'hypothèse des petites déformations, la partie déviatorique du tenseur 4.12 s'écrit :

$$\sigma^{d}_{(i)} = \begin{pmatrix} -\frac{2}{3}\sigma_{yy} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{1}{3}\sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{3}\sigma_{yy} \end{pmatrix} \tag{4.13}$$

Les contraintes déviatoriques $\sigma^{d}{}_{yy}$ et $\sigma^{d}{}_{zz}$ sont égales et valent 1/3 de la contrainte totale σ_{yy}. La composante $\sigma^{d}{}_{xx}$ vaut quant à elle -2/3 de la contrainte totale ($\sigma^{d}{}_{xx} = -2/3\sigma_{yy} = -2\sigma^{d}{}_{yy}$). Ces évolutions sont illustrées sur la figure 4.37a à partir d'un profil de la littérature calculé sur un échantillon plan d'épaisseur 3 mm dont une seule face a été grenaillée [201]. Par souci de comparaison, les valeurs de contraintes sont normalisées par la valeur absolue de la contrainte maximale déterminée en proche surface.

(ii) Cependant, la mesure de microdiffraction Laue est réalisée sur une surface libre de l'échantillon (direction $\hat{e}_z$). En conséquence, la composante σ_{zz} à la surface est nulle. En supposant que cette composante est nulle sur toute la profondeur, les tenseurs des contraintes totales et déviatoriques attendus sont de la forme suivante :

$$\sigma_{(ii)} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \tag{4.14}$$

$$\sigma^{d}_{(ii)} = \begin{pmatrix} -\frac{1}{3}\sigma_{yy} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{2}{3}\sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{1}{3}\sigma_{yy} \end{pmatrix} \tag{4.15}$$

Les contraintes déviatoriques $\sigma^{d}{}_{xx}$ et $\sigma^{d}{}_{zz}$ sont égales et valent -1/3 de la contrainte totale σ_{yy}. La composante $\sigma^{d}{}_{yy}$ vaut quant à elle 2/3 de la contrainte totale $\sigma^{d}{}_{yy} = 2/3\sigma_{yy} = -2\sigma^{d}{}_{xx}$. L'évolution de ces composantes est illustrée sur la figure 4.37b à partir d'un profil de la littérature

calculé sur un échantillon plan d'épaisseur 3 mm dont une seule des faces a été grenaillée [201].

Ces deux hypothèses de travail peuvent s'appliquer dans notre cas, sous réserve que la pénétration du faisceau de rayons X dans le matériau est suffisamment grande pour ne pas être sensible aux effets de relaxation des champs en surface de l'échantillon ou au contraire, suffisamment petite pour n'être sensible qu'à la surface. Les profils de contraintes déviatoriques obtenus avec les mesures par microdiffraction Laue pour l'échantillon M1 grenaillé et de géométrie plane sont de nouveau présentés sur la figure 4.37c. Les valeurs sont normalisées par celle de la contrainte maximale déterminée avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » ($|\ \sigma_{yy_\sin^2\psi max}\ |$). Les trois composantes évoluent différemment en fonction de la distance. Les hypothèses d'une contrainte plane sans effet de surface (Equation 4.13) ou avec une surface libre (Equation 4.15) ne s'appliquent pas pour l'ensemble des mesures à l'exception de trois points (flèches bleues sur la figure 4.37c) à d = 0,8 mm pour la première hypothèse et à d = 0,4 mm et d = 3,3 mm pour la seconde hypothèse.

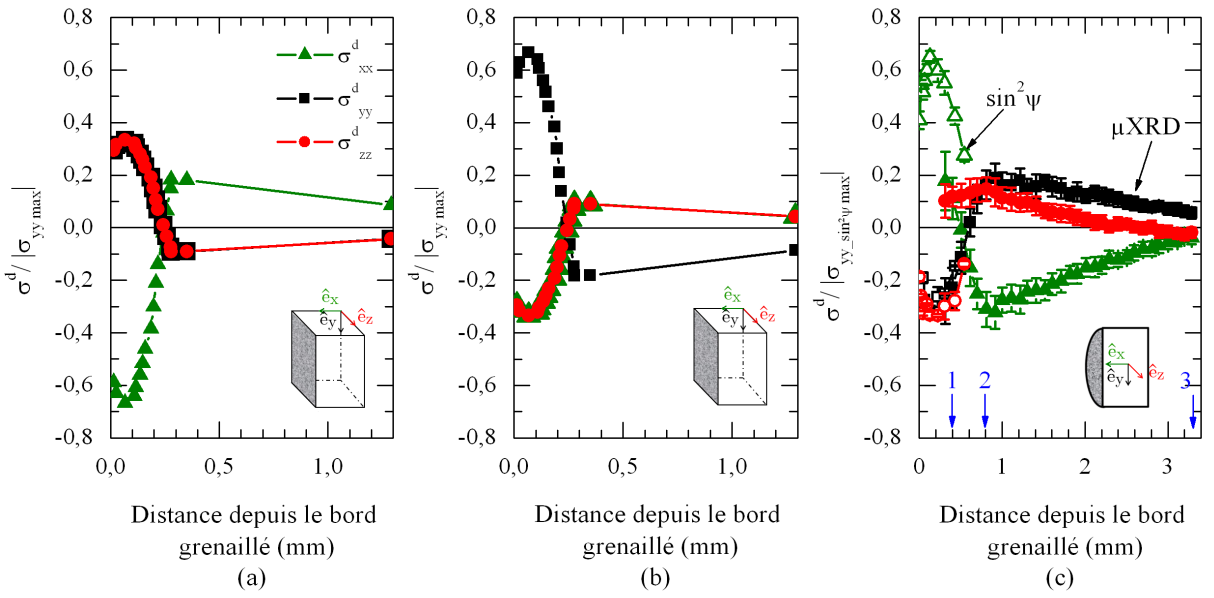


FIGURE 4.37 – Profils de contraintes déviatoriques normalisés (a) pour l'hypothèse (i) d'un massif avec $\sigma_{xx} = 0$, (b) pour l'hypothèse (ii) d'une surface libre avec $\sigma_{xx} = 0$ (d'après [201]) et (c) obtenus avec la microdiffraction Laue en considérant un échantillon de géométrie plane et une microstructure M1 après grenaillage (cf. figure 4.36).

Pour les deux hypothèses que nous venons de voir, la composante selon l'axe du grenaillage (σ_{xx}) du tenseur de contraintes est supposée nulle. Il peut donc être intéressant de supposer le cas de la composante σ_{xx} non nulle. En effet, des mesures par diffraction de neutron sur la tranche d'une plaque de superalliage Udimet 720Li de 12 mm, dont les deux cotés ont été grenaillés, ont permis de montrer que la composante σ_{xx} peut valoir quelques centaines de MPa dans l'épaisseur fortement affectée par le grenaillage [90]. Ceci a également été observé pour un superalliage monocristallin grenaillé [100] et dans notre cas avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » (cf. figure 4.31).

(iii) L'introduction d'une composante σ_{xx} dans l'équation 4.12 (contrainte non plane) ne change pas l'égalité $\sigma^d{}_{yy} = \sigma^d{}_{zz}$ sans effet de surface, ce qui n'est pas vérifiée par nos mesures à l'exception du point de mesure repéré par une flèche bleue (2) sur la figure 4.37c. Cette hypothèse n'est donc pas satisfaite.

(iv) Dans le cas de l'équation 4.14 (surface libre), l'introduction d'une composante σ_{xx} non

nulle donne $\sigma^{H} = \sigma^{d}{}_{zz}$, $\sigma_{xx} = \sigma^{d}{}_{xx} + \sigma^{H}$ et $\sigma_{yy} = \sigma^{d}{}_{yy} + \sigma^{H}$ avec σ^{H}, la partie hydrostatique du tenseur de contrainte. Les composantes du tenseur total des contraintes résiduelles calculées en considérant cette hypothèse à partir des mesures de microdiffraction Laue ainsi que celles déterminées par la méthode des « $\sin^2\psi$ » sont présentées sur la figure 4.38a. L'amplitude de la composante σ_{xx} est plus importante que celle de la composante σ_{yy} entre 0,8 mm et 2 mm. C'est pourquoi, cette hypothèse est écartée. De plus, les valeurs de la composante σ_{yy} tirées des cartographies de microdiffraction Laue sont significativement différentes de celles déterminées avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » entre 0,3 mm et 0,54 mm.

(v) Nous pouvons également supposer que le faisceau de rayons X sonde un état de contrainte intermédiaire compris entre l'hypothèse d'un massif et d'une surface libre pour la composante σ_{zz} avec $0 < |\sigma_{zz}| < |\sigma_{yy}|$ et $\sigma_{zz} \neq \sigma_{yy}$. En supposant que $\sigma_{xx} = 0$, la partie hydrostatique du tenseur vaut $\sigma^{H} = \sigma^{d}{}_{xx}$, $\sigma_{yy} = \sigma^{d}{}_{yy} + \sigma^{H}$ et $\sigma_{zz} = \sigma^{d}{}_{zz} + \sigma^{H}$. Cette configuration est présentée sur la figure 4.38b. Les profils font apparaître une zone de traction plus marquée dans laquelle les valeurs des composantes σ_{yy} et σ_{zz} sont proches. Dans la couche écrouie, la composante σ_{zz} est proche de zéro et la composante σ_{yy} vaut environ -700 MPa. Une fois encore, cette dernière diffère de la valeur déterminée par la méthode des « $\sin^2\psi$ ». Le fait que les contraintes de compression sont relaxées et que les contraintes de traction sont aussi marquées est surprenant dans le cas d'un échantillon semi-infini.

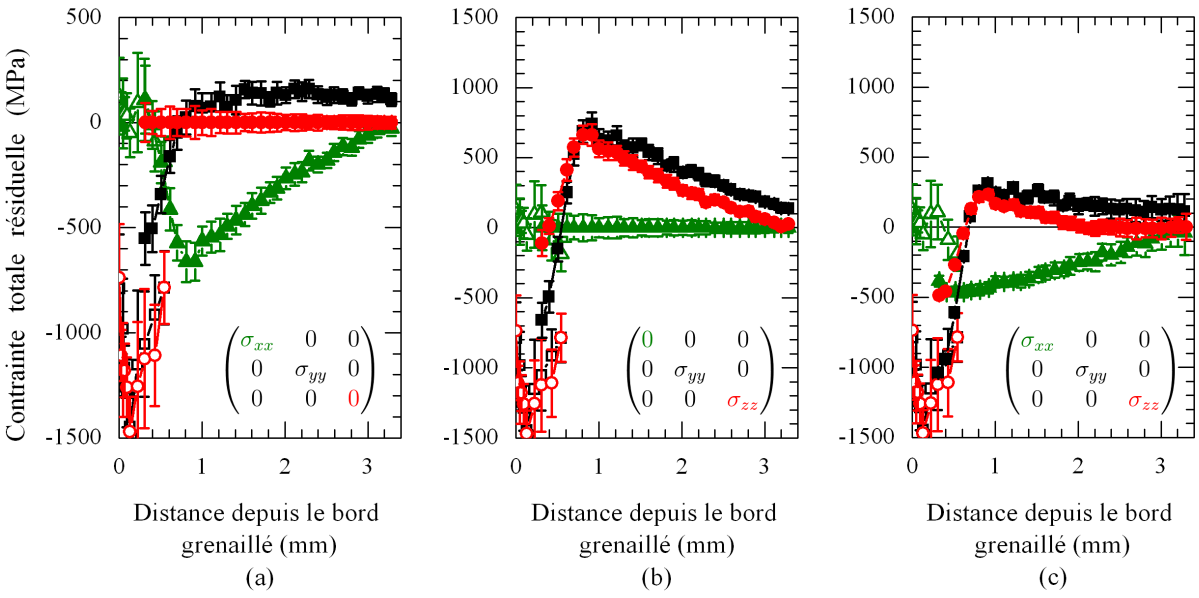


FIGURE 4.38 – Profils de contraintes totales (a) en considérant l'hypothèse (iv) d'une surface de mesure libre ($\sigma_{zz} = 0$) et $\sigma_{xx} \neq 0$, (b) en considérant l'hypothèse (v) d'un état de contrainte intermédiaire pour la composante σ_{zz} avec $0 < |\sigma_{zz}| < |\sigma_{yy}|$ et $\sigma_{xx} = 0$ et (c) en imposant le profil de σ_{xx} d'un échantillon de géométrie plane et de microstructure M1.

(vi) La dernière hypothèse est de supposer que la composante σ_{yy} déterminée par microdiffraction Laue est identique à celle déterminée par la méthode des « $\sin^2\psi$ » entre 0,3 mm et 0,54 mm, soit 4 points de mesure. Nous avons ainsi déterminé les valeurs σ^{H}, σ_{xx} et σ_{zz} pour chaque point de mesure enregistré par microdiffraction Laue. On obtient les tenseurs de

contraintes totales suivants (MPa) :

$$\begin{aligned}
\sigma_{(\mathrm{vi})}(\mathrm{d}=0,3\,\mathrm{mm}) &= \begin{pmatrix} -419 & 0 & 0 \\ 0 & -1080 & 0 \\ 0 & 0 & -527 \end{pmatrix}; \\
\sigma_{(\mathrm{vi})}(\mathrm{d}=0,4\,\mathrm{mm}) &= \begin{pmatrix} -484 & 0 & 0 \\ 0 & -982 & 0 \\ 0 & 0 & -484 \end{pmatrix}; \\
\sigma_{(\mathrm{vi})}(\mathrm{d}=0,5\,\mathrm{mm}) &= \begin{pmatrix} -711 & 0 & 0 \\ 0 & -863 & -0 \\ 0 & 0 & -493 \end{pmatrix}; \\
\sigma_{(\mathrm{vi})}(\mathrm{d}=0,54\,\mathrm{mm}) &= \begin{pmatrix} -790 & 0 & 0 \\ 0 & -790 & -0 \\ 0 & 0 & -521 \end{pmatrix}.
\end{aligned} \tag{4.16}$$

Si la composante σ_{zz} est voisine de -500 MPa, on note que la composante σ_{xx} augmente avec la distance pour atteindre des valeurs proches de la composante σ_{yy}.

L'ensemble de ces hypothèses ne permet pas de relier clairement les composantes du tenseur déviatorique des contraintes obtenues par microdiffraction Laue en surface de l'échantillon à la symétrie d'un champ de contrainte attendu.
Pour autant, des mesures *in situ* de flexion quatre points en microdiffraction Laue réalisées sur un monocristal courbé d'acier inoxydable 316L ont montré un bon accord avec les champs de contraintes attendus [202]. Des déterminations de contraintes résiduelles sur un monocristal de superalliage grenaillé ont révélé qu'il est possible d'obtenir une composante σ_{xx} négative dans la couche fortement écrouie, qui tend vers zéro avec la distance [100]. Cette hypothèse est présentée sur la figure 4.38c en imposant le profil de σ_{xx} puis en calculant les autres composantes avec le tenseur de contraintes déviatoriques déterminé par microdiffraction Laue. La valeur minimale de σ_{xx} a été choisie pour que la composante σ_{yy} soit comparable à celle déterminée avec la méthode des « $\sin^2\psi$ ». Nous trouvons de nouveau une couche en compression et une couche en traction moins marquée que sur la figure 4.38b. La composante σ_{zz} relaxe significativement dans la couche en compression et dans une moindre mesure dans la couche en traction. Pour trancher, il serait nécessaire de mesurer plus précisément l'énergie des réflexions pour des distances inférieures à 0,5 mm du bord grenaillé. Des simulations d'équilibre mécanique en présence d'une surface libre pourraient aussi permettre de mieux comprendre les effets de relaxation et de surface libre observés en microdiffraction Laue.

Pour conclure, nous rassemblons sur la figure 4.39, l'ensemble des profils des contraintes déviatoriques mesurés dans ce travail sur les échantillons grenaillés de microstructure M1 (T_γ = 40 µm, $T_{\gamma'}$ = 200 nm). On constate que la géométrie de l'échantillon affecte l'équilibre mécanique en dehors de la couche fortement écrouie. L'effet de géométrie de mesure de la méthode des « $\sin^2\psi$ » et de la microdiffraction Laue sur les champs des contraintes déviatoriques est aussi un point important soulevé par ces résultats.

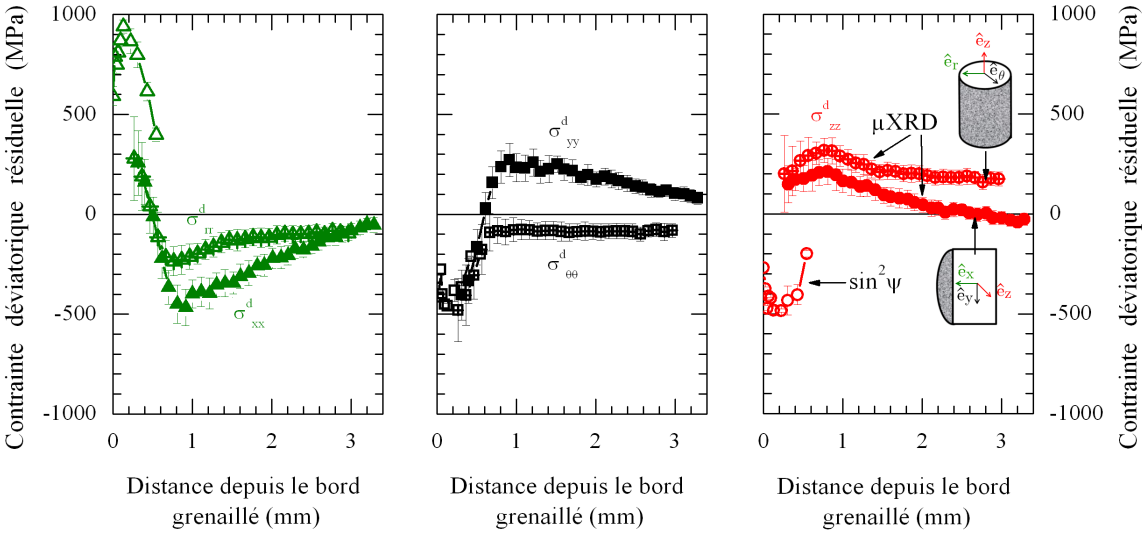


FIGURE 4.39 – Profils de contraintes déviatoriques obtenus avec la microdiffraction Laue sur un échantillon grenaillé de géométrie cylindrique (cf. figure 4.15) et sur un échantillon grenaillé de géométrie plane et microstructure M1 (cf. figure 4.36).

4.5 Bilan

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à la détermination des champs de déformations et de contraintes déviatoriques à l'échelle des phases à la suite d'un traitement de grenaillage ainsi qu'à leur redistribution après un maintien isotherme ou une sollicitation en fatigue à 450°C. Expérimentalement, nous pensons avoir exploité pleinement le potentiel des techniques à leur limite afin de déterminer le tenseur total des déformations dans les deux phases de l'alliage. Trois principaux axes ont été abordés et peuvent être résumés comme suit :

Instrumentation - mesure d'énergie et tenseur complet. La comparaison des deux méthodes (« ponctuelle » et « Rainbow ») montre qu'une meilleure précision sur l'énergie est atteint avec la méthode « Rainbow » (1-2 eV) qu'avec un détecteur ponctuel à dispersion d'énergie (10 eV). Pour les réflexions fondamentales, la résolution d'un 1-2 eV permet de déconvoluer les contributions des phases γ et γ' lorsque leur désaccord paramétrique δ est supérieur à 2×10^{-3} Å. L'incertitude obtenue sur les paramètres de maille avec les deux méthodes est cependant similaire ($\pm2,5\times10^{-3}$ Å), ce qui conduit à une incertitude de $\pm1\times10^{-3}$ sur les valeurs de déformations totales et de 250 MPa sur les valeurs de contraintes totales. Cette incertitude reste encore trop élevée pour déterminer un profil de contraintes résiduelles totales. La méthode « Rainbow » est cependant plus prometteuse car il est possible d'automatiser la mesure d'énergie d'un nombre important de réflexions (fondamentales et de surstructure) en chaque point de mesure.
Une précision de 20-30 MPa sur la contrainte devrait être atteinte en améliorant le traitement des données avec la méthode « Rainbow ». Par exemple, une voie d'amélioration peut être de changer la façon de déterminer la matrice d'orientation M (cf. équation 2.50). La procédure présentée dans le chapitre 2 montre que le coefficient manquant $||b_1||$, déterminé avec la mesure d'énergie, est directement injecté dans la matrice d'orientation M. L'erreur sur la valeur de l'énergie se propage directement dans les coefficients de la matrice d'orientation complète et donc sur les déformations. Une fois que la matrice d'orientation M et l'énergie de quelques réflexions sont connues, nous pouvons envisager un deuxième raffinement de la matrice M complète, où les positions et les énergies par rapport aux valeurs théoriques sont affinées simultanément. Ce raffinement peut probablement donner une meilleure précision sur le coefficient $||b_1||$ et donc sur

les valeurs des paramètres de maille et du tenseur total de déformations. Cette solution n'est pas proposée dans le cadre de cette thèse par faute de temps mais peut être envisagée dans la suite. Enfin, les résultats obtenus par la méthode des « $\sin^2\psi$ » permettent d'obtenir des valeurs quantitatives dans la couche fortement écrouie par le grenaillage. A ce stade, les mesures de microdiffraction Laue n'ayant pas pu être reliées aux mesures par la méthode des « $\sin^2\psi$ » pour obtenir un profil complet de contraintes résiduelles, il serait intéressant de mieux caractériser la zone fortement écrouie avec la microdiffraction Laue. La principale difficulté étant liée à l'astérisme des taches de diffraction sur le cliché Laue, l'utilisation d'une technique résolue en profondeur comme la « Differential Aperture X-Ray Microscopy » (DAXM) pourrait fournir plus de données quantitatives dans cette couche.

Effet du grenaillage et de la taille des précipités γ'. Le traitement de grenaillage conduit à des déformations déviatoriques dépendantes de la distance depuis le bord grenaillé. Les conditions de grenaillage donnent lieu à des modifications significatives des champs de déformations déviatoriques sur une profondeur d'environ 4 mm pour des échantillons de géométrie plane et sur l'ensemble de la section pour des échantillons de géométrie cylindrique.
Une comparaison des profils de dureté, de désorientation cristalline (KAM) et de contraintes déviatoriques résiduelles est présentée sur la figure bilan 4.40 pour l'état microstructural M1 grenaillé. La profondeur affectée par le grenaillage est d'environ 400 µm en considérant la dureté, 600 µm à partir des cartographies de KAM et des largeurs de pic de diffraction (« $\sin^2\psi$ ») et 4 mm d'après les champs de contraintes déviatoriques résiduelles en microdiffraction Laue. Si la détermination des champs de contraintes élastiques déviatoriques se révèle d'une très bonne sensibilité avec cette technique, les corrélations avec ceux attendus à cœur du matériau restent difficiles à quantifier. Les effets de relaxation des champs en proche surface pourraient expliquer cette différence. Une modélisation de l'équilibre mécanique dans nos échantillons pourrait permettre de savoir ce que sonde exactement le faisceau de rayons X. Une détermination des profils de déformations et de contraintes totales avec la méthode « Rainbow » pourrait aussi permettre de répondre à ces interrogations. Notons que ces difficultés n'ont pas été constatées avec des mesures *in situ* réalisées sur des monocristaux soumis à des sollicitations de flexion [202].
L'augmentation d'un facteur 10 en taille de précipités γ' conduit essentiellement à un décalage de 100 µm des profils de déformations/contraintes déviatoriques. Ce décalage est aussi observé sur les profils de dureté.

Effet des traitements thermiques et thermomécaniques sur les champs déviatoriques. Les cartographies fines et larges obtenues par microdiffraction Laue montrent qu'un maintien isotherme de 1h40 à 450°C relaxe partiellement les déformations déviatoriques et qu'une sollicitation en fatigue et en température les redistribue complètement. Viereck *et al.* [64] ont montré que la relaxation des contraintes résiduelles pour des temps de maintien courts est due aux glissements de dislocations activées thermiquement et interagissant avec les obstacles à courte portée. La comparaison avec les déformations déviatoriques d'un échantillon non grenaillé et fatigué en température dans les mêmes conditions montre, qu'après fatigue les valeurs ne sont pas équivalentes puisque les déformations sont plus importantes selon l'axe de sollicitation. L'effet du grenaillage est clairement visible sur toute la surface transverse d'éprouvettes de fatigue. Le fait de grenailler l'échantillon au préalable pourrait modifier le mode d'accumulation des contraintes de la microstructure. Les amplitudes de déformations déviatoriques sont équivalentes pour l'alliage moyen $(\gamma + \gamma')$ et la phase γ' après grenaillage ou après traitements thermiques ou mécaniques.

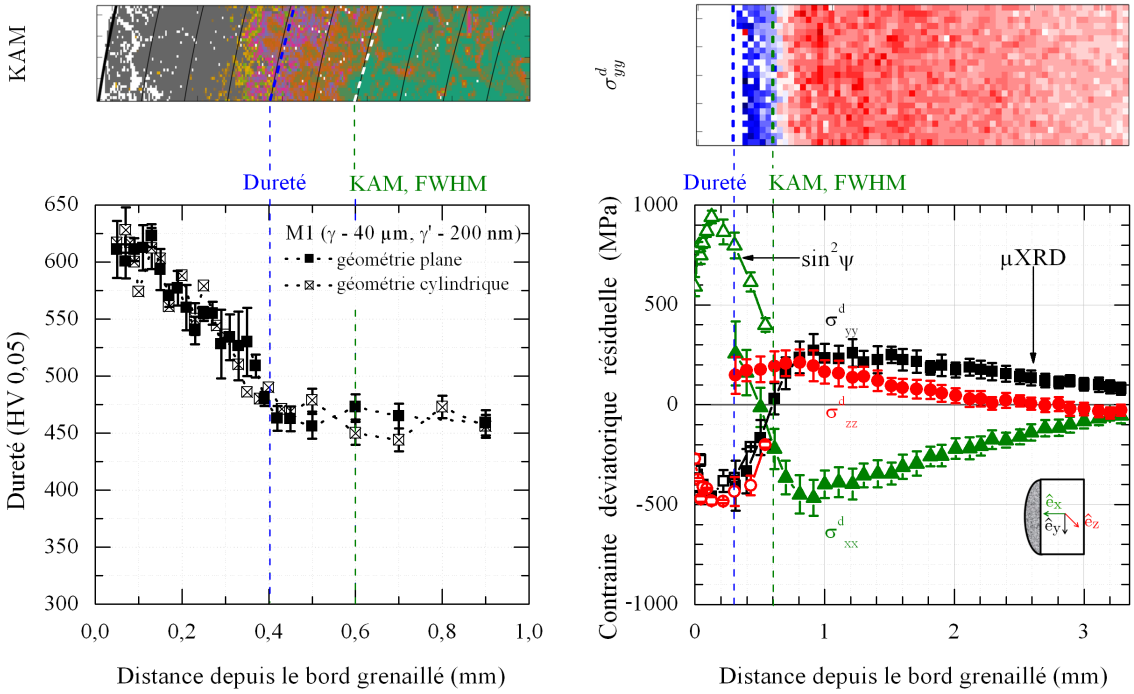


FIGURE 4.40 – Comparaison des profils de dureté, de désorientation cristalline (KAM) et de contraintes résiduelles (microdiffraction Laue et méthode des « $\sin^2\psi$ ») pour l'état microstructural M1 grenaillé.

Conclusion générale et perspectives

L'objectif principal de ce travail de thèse a été de mieux comprendre les liens entre la microstructure d'un superalliage à base de nickel N18 et les contraintes résiduelles introduites par le procédé de grenaillage. Pour cela, nous avons fabriqué quatre microstructures de tailles de grains γ et de précipités γ' significativement différentes à partir d'échantillons prélevés dans un disque de turbine élaboré par métallurgie des poudres et soumis à différents traitements thermiques. Les quatre types de microstructures retenues possèdent des tailles moyennes de grains γ de 40 µm ou de 62 µm ainsi qu'une seule population de précipités γ' de taille moyenne de 200 nm ou de 2000 nm. Afin d'évaluer l'impact de la taille de grains γ et de précipités γ' sur les champs de contraintes introduites par le traitement grenaillage, les quatre microstructures ont été grenaillées par ultrasons. L'une d'entre elles a ensuite été sollicitée en fatigue ou traitée thermiquement pour étudier les relaxations qui peuvent se produire dans le moteur en service. Les modifications microstructurales et mécaniques induites par chaque étape ont été étudiées avec différentes techniques de caractérisation : microscopie électronique à balayage, dureté, résistivité électrique, essais de traction et de fatigue, et enfin diffraction des rayons X en laboratoire et au synchrotron.

La première originalité de ce travail de thèse réside dans la fabrication de microstructures avec une taille des grains γ supérieure à 40 µm pour l'alliage N18. En particulier, un traitement de mise en solution à deux paliers (« subsolvus » puis « supersolvus ») nous a permis d'augmenter la taille moyenne des grains de 15 µm à 62 µm.
Les effets de la taille des grains et de précipités sur la dureté et les propriétés en traction en température avant grenaillage sont similaires à ceux observés dans la littérature. Les valeurs de dureté et de limite d'élasticité à 450°C et à 650°C diminuent respectivement de 17 % et de 28 % lorsque la taille des précipités γ' secondaires passe de 200 nm à 2000 nm. En raison de la forte disparité en taille dans nos microstructures, la différence de 22 µm sur la taille moyenne des grains ne permet pas d'observer d'effets marqués sur ces propriétés.
Après grenaillage, nous observons des modifications microstructurales et de dureté qui diffèrent pour les microstructures à petits (200 nm) et gros (2000 nm) précipités. Les observations en microscopie électronique à balayage proche du bord grenaillé montrent un mécanisme de déformations par cisaillement pour les microstructures à petits précipités et par contournement pour les microstructures à gros précipités. De plus, même si la valeur de dureté proche du bord grenaillé est identique pour les quatre microstructures, la profondeur affectée est d'environ 100 µm plus importante pour les microstructures à gros précipités.

Le suivi des cinétiques de dissolution et de précipitation de la phase γ' à l'aide de mesures *in situ* de résistivité électrique et de dilatométrie constitue le deuxième point marquant de ce travail. Nous avons montré que la réponse électrique de l'alliage N18 permettait de différencier clairement les températures de début de dissolution/précipitation des différentes populations de précipités γ' (secondaires et tertiaires).
Tout d'abord, nous nous sommes intéressés à l'effet de la vitesse de chauffage sur les températures de début de dissolution pour la microstructure avec une taille de grains de 40 µm et de

précipités γ' de 2000 nm. Les températures de début de dissolution des précipités γ' secondaires augmentent avec la vitesse de chauffage. Pour la vitesse de chauffage rapide (60°C.min^{-1}), la dissolution de la phase γ' est incomplète à la fin de l'étape du chauffage (1205°C). Un maintien d'une heure à 1205°C est suffisant pour dissoudre entièrement la phase γ'. Ensuite, nous nous sommes intéressés à l'influence de la microstructure initiale sur les températures de début de dissolution. La dissolution des précipités γ' secondaires au cours d'un chauffage à 60°C.min^{-1} commence à 885°C pour la microstructure avec une taille de grains de 62 µm et de précipités de 2000 nm, à 950°C pour la microstructure avec une taille de grains de 40 µm et de précipités de 2000 nm et enfin à 980°C pour la microstructure avec une taille de grains de 40 µm et de précipités de 200 nm. Au cours du refroidissement à 240°C.min^{-1}, les températures de début de précipitation des précipités γ' secondaires et tertiaires sont respectivement de 1155°C et 660°C. La comparaison des mesures de résistivité électrique avec un modèle de germination-croissance-coalescence développé par Gayraud, Boittin et Perrut pour l'alliage N18 [16] a permis de montrer qu'au cours du chauffage et du refroidissement, un bon accord mesures-modélisation est obtenu concernant la dissolution et la précipitation des précipités γ' secondaires et sur le caractère complet ou partiel de la dissolution selon la vitesse de chauffage. Un décalage d'environ 300°C est cependant observé sur la température de début de dissolution et de précipitation des précipités γ' tertiaires. Des tests, à ce stade préliminaires, nous permettent de penser que la prise en compte des effets élastiques dans le modèle pourrait réduire cet écart.

Le troisième point marquant de cette thèse est la détermination des champs des déformations et des contraintes résiduelles par la diffraction des rayons X au synchrotron avec la technique de microdiffraction Laue couplée à des mesures d'énergie des réflexions par deux méthodes (détecteur de fluorescence et filtre « arc-en-ciel »). Plus particulièrement, nous nous sommes intéressés à la détermination des tenseurs complets et déviatoriques des déformations et des contraintes dans les phases γ et γ', qui constitue l'une des principales difficultés de ce travail d'exploitation.
D'un point de vue technique, la microdiffraction Laue permet de dissocier les déformations et les contraintes déviatoriques dans la phase γ' et dans l'alliage moyen ($\gamma + \gamma'$). La précision de 2×10^{-4} sur la déformation permet de caractériser des états faiblement déformés. Le couplage de la microdiffraction Laue aux mesures d'énergie sur un alliage biphasé est un aspect original de cette thèse puisque les travaux existant portent sur des matériaux monophasés comme le germanium ou le silicium. Pour la mesure d'énergie avec un détecteur de fluorescence (méthode « ponctuelle »), nous montrons que la plage de déplacement du détecteur, l'orientation du cristal, le montage expérimental et le temps d'acquisition sont des limitations importantes sur le nombre de réflexions mesurables et sur l'automatisation de l'acquisition. Avec le filtre « arc-en-ciel », l'énergie de plusieurs réflexions peut être déterminée en même temps quelle que soient l'orientation et la symétrie du cristal avec un temps d'acquisition raisonnable (15-30 minutes). Cette méthode conduit à réduire les erreurs de mesure et de fait à une plus grande confiance dans l'analyse des données. Elle est également adaptée à une acquisition automatique et donc pour l'obtention de cartographies. L'analyse des réflexions fondamentales montre que la résolution de 1-2 eV sur l'énergie obtenue est mieux adaptée pour distinguer les phases γ et γ'. Cette distinction n'est pas possible avec le détecteur de fluorescence car la résolution de 150 eV ne permet pas de déterminer l'énergie des réflexions à moins de 10 eV près. L'incertitude sur les paramètres de maille et la déformation avec les deux méthodes est similaire et vaut respectivement $2,5 \times 10^{-3}$ Å et 1×10^{-3}. Cette incertitude sur la déformation se traduit par une erreur de 200 MPa sur les niveaux de contraintes, ce qui est supérieure aux niveaux que nous attendons sur les états faiblement déformés.
L'inconvénient majeur de la microdiffraction Laue et des mesures d'énergies sur des échantillons grenaillés est qu'il est difficile de déterminer les déformations et les contraintes sur une zone de 300-400 µm proche du bord grenaillé dû au fort écrouissage introduit par le grenaillage (astérisme des taches de diffraction). Dans cette zone, les déformations et les contraintes peuvent être

déterminées en laboratoire avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » en raison de la diminution de la taille des cristallites causée par le grenaillage.
D'un point de vue scientifique, l'utilisation de la microdiffraction Laue nous a permis de montrer que :

- Avant grenaillage, les déformations déviatoriques sont inférieures à 2×10^{-4} pour les microstructures à petits (200 nm) et à gros (2000 nm) précipités. De plus, ces déformations sont similaires pour l'alliage moyen ($\gamma + \gamma'$) et la phase γ', dues à la relation d'orientation cube-cube entre les deux phases. La détermination du tenseur complet de déformations avec les mesures d'énergie montre que la différence de paramètre de maille contraint est respectivement de 2×10^{-3} Å et de 8×10^{-3} Å pour les microstructures à petits et gros précipités. La déformation hydrostatique est de $-1,5 \times 10^{-3}$ pour la phase γ et $+1,5 \times 10^{-3}$ pour la phase γ' pour la microstructure à petits précipités. Pour la microstructure à gros précipités, cette déformation est proche de 1×10^{-3} dans les deux phases.
- Après grenaillage, les valeurs de déformations et de contraintes sont identiques pour les microstructures à petits et gros précipités. En revanche, un décalage de 100 µm est observé sur les profils de déformations et de contraintes entre ces deux microstructures. Comme avant grenaillage, les déformations et les contraintes déviatoriques dans l'alliage moyen ($\gamma+\gamma'$) et la phase γ' sont similaires après grenaillage. Les mesures en laboratoire avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » ont permis de déterminer les profils de contraintes dans la couche écrouie. Avec ces mesures, nous ne notons pas de différences significatives entre les profils de contraintes des quatre microstructures. La comparaison des tenseurs déviatoriques de déformations et de contraintes obtenues avec les deux méthodes présente des grandes différences sur deux des trois composantes diagonales. Alors que les profils de contraintes obtenus avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » via des mesures dans le plan de la surface grenaillée correspondent à un état attendu de contraintes planes, l'état de contrainte triaxial obtenu par microdiffraction Laue sur des sections transverses des échantillons montre que la pénétration du faisceau de rayons X sur une épaisseur d'environ 15 µm ne permet pas de s'affranchir des effets de relaxation des contraintes en surface des échantillons. A ce stade, des mesures de tenseurs complets avec une bonne précision et/ou une modélisation de l'équilibre mécanique en présence d'une surface libre sont nécessaires pour savoir s'il est possible d'extraire des quantités physiques représentatives des mécanismes qui se produisent à coeur du matériau.
- Dans le cas de la microstructure à petites tailles de grains (40 µm) et de précipités (200 nm), nous nous sommes intéressés à l'effet d'un maintien isotherme ou d'un essai de fatigue sur l'évolution des déformations et des contraintes introduites par le grenaillage. Après un maintien isotherme, ces déformations et ces contraintes relaxent partiellement alors, qu'une sollicitation en fatigue les redistribue complètement. La comparaison avec les champs de contraintes d'un échantillon non grenaillé et fatigué dans les mêmes conditions montre, qu'après l'essai de fatigue, les champs déviatoriques ne sont pas équivalents. Alors que pour un état uniquement fatigué, des déformations homogènes dans la direction de sollicitation sont présentes, pour un état grenaillé au préalable, la sollicitation en fatigue introduit des déformations intragranualaires hétérogènes dans toutes les directions.
- Nous avons aussi quantifié les désorientations cristallines avec la microdiffraction Laue pour observer les effets de différentes sollicitations thermiques et thermomécaniques sur la couche de surface des échantillons. La comparaison entre les mesures de dureté, de désorientations cristallines et de contraintes montre clairement que chaque grandeur n'est pas sensible aux mêmes phénomènes physiques et que la profondeur affectée par les différentes sollicitations n'est pas unique.

A ce stade, il reste quelques points à approfondir pour consolider les résultats obtenus dans ce travail de thèse. Il s'agit de :
résistivité électrique :

- (i) confirmer les résultats concernant la présence de précipités γ' tertiaires dans nos microstructures modèles par microscopie électronique en transmission ;
- (ii) étudier la répétabilité des mesures et confirmer les variations par des observations *post mortem*.

microdiffraction Laue :

- (iii) réaliser des mesures avec le filtre « arc-en-ciel » sur un échantillon grenaillé pour déterminer l'ensemble du tenseur des contraintes résiduelles avec une bonne précision ;
- (iv) extraire des cartographies de densité de dislocations en analysant les données de désorientations cristallines pour obtenir des données quantitatives de la déformation plastique.

modélisation de l'état mécanique :

- (v) utiliser la méthode des « Eigenstrains » dans la modélisation de l'équilibre mécanique d'échantillons plans grenaillés en prenant en compte les effets de géométrie et de surface libre.

essais mécaniques :

- (vi) finaliser les essais de fatigue sur les éprouvettes grenaillées avec et sans concentration de contraintes à 450°C et 650°C qui serviront de données d'entrée aux lois de comportement.

A plus longs termes, il serait intéressant (i) d'évaluer les potentialités de la « méthode du fil » (DAXM en anglais) pour déterminer des valeurs de contraintes résiduelles dans la couche fortement écrouie des échantillons grenaillés par microdiffraction Laue ; (ii) d'utiliser les cartographies de déformation déterminées pour initialiser des calculs de comportement de pièces grenaillées sollicitées en fatigue ; (iii) de réaliser des mesures d'EBSD à haute résolution et comparer les cartographies à celles obtenues dans cette étude et dans des calculs d'équilibre mécanique ; (iv) de s'intéresser de manière plus quantitative à l'évolution du signal de résistivité électrique (par exemple influence des interfaces, du taux de phase) expérimentalement ou numériquement.

Annexes

A Détermination des coefficients d'élasticité radiocristallographiques

L'objectif de cette annexe est de déterminer expérimentalement les constantes d'élasticité radiocristallographiques (S_1^{CER} et $\frac{1}{2}S_2^{CER}$) pour la détermination des contraintes en laboratoire avec la méthode des « $\sin^2\psi$ ». Ici, il ne s'agit pas de décrire la méthodologie utilisée mais de reporter les valeurs déterminées. Une description plus complète a été effectuée dans le stage de Benrabah, dans lequel ce travail de détermination a été réalisé [144].

Des essais *in situ* de traction par diffraction des rayons X à haute énergie et sous différentes températures (température ambiante, 450°C et 650°C) ont été réalisés sur la ligne ID15B du synchrotron ERSF, dont le montage est décrit dans le paragraphe 2.5.1.5. Les chargements appliqués (σ_A) lors de des essais *in situ* de traction sont résumés dans le tableau A.1 avec les températures correspondantes.

TABLEAU A.1 – Contraintes appliquées lors des essais *in situ* de traction lors de la campagne de mesure effectuée sur la ligne ID15B de l'ESRF, Grenoble.

Température	25°C				450°C				650°C		
Contrainte appliquée σ_A (MPa)	47	340	464	503	47	131	471	535	183	356	518

Dans le cadre de notre étude, nous avons choisi de traiter les familles de plans fondamentaux {111}, {311}, {331} et {420} correspondant aux phases γ de structure c.f.c. et γ' de structure c.s. Le tableau A.2 compare les valeurs obtenues avec celles tirées de la littérature pour des superalliages base nickel.

TABLEAU A.2 – Les coefficients d'élasticité radiocristallographiques S_1^{CER} et $\frac{1}{2}S_2^{CER}$ déterminés sur la ligne ID15B de l'ESRF, Grenoble.

	Plan (hkl)	S_1^{CER} (10^{-6})	S_1^{CER} littérature (10^{-6})	$\frac{1}{2}S_2^{CER}$ (10^{-6})	$\frac{1}{2}S_2^{CER}$ littérature (10^{-6})
Tempréture ambiante	{111}	-2,6 (± 0,7)	-1,2 (Inconel 625 [203]) -0,7 (Udimet 720Li [204]) -1,2 (Inconel 718 [205])	9,1 (± 0,1)	5,18 (Inconel 625 [203]) 4,4 (Udimet 720Li [204]) 5,1 (Inconel 718 [205])
	{311}	-3,3 (± 0,4)	-1,57 [203] -1,3 [204] -1,7 [205]	8,2 (± 1,1)	6,75 [203] 5,8 [204] 6,6 [205]
	{331}	-1,1 (± 0,6)	-1,25 [203] – –	5,2 (± 1,4)	5,41 [203] – –
	{420}	-1,5 (± 0,5)	-1,69 [203] – –	5,7 (± 1,2)	6,74 [203] – –
450°C	{111}	-1,8 (± 1,3)	– -1,3 (à 400°C [204]) -1,5 (à 500°C [205])	5,8 (± 4,9)	– 5,5 (à 400°C [204]) 5,7 (à 500°C [205])
	{311}	-2,7 (± 0,3)	– -1,7 (à 400°C [204]) -2,7 (à 500°C [205])	8,9 (± 0,5)	– 7,5 (à 400°C [204]) 8,1 (à 500°C [205])
	{331}	-1,9 (± 0,7)	– – –	8,1 (± 1,6)	– – –
	{420}	-0,4 (± 0,5)	– – –	7,1 (± 1,5)	– – –
650°C	{111}	-0,8 (± 1,3)	-1,5 (à 700°C [203]) -1,5 (à 600°C [204]) -1,5 (à 750°C [205])	6,1 (± 1,3)	6,5 (à 700°C [203]) 5,8 (à 600°C [204]) 7,3 (à 750°C [205])
	{311}	-1,3 (± 0,8)	-2,2 (à 700°C [203]) -2,2 (à 600°C [204]) -3,05 (à 750°C [205])	6,8 (± 1,8)	8,69 (à 700°C [203]) 8,1 (à 600°C [204]) 11,15 (à 750°C [205])
	{331}	-0,7 (± 1)	-1,98 (à 700°C [203]) – –	6,2 (± 1,0)	7,72 (à 700°C [203]) – –
	{420}	-3,12 (± 0,1)	-2,29 (à 700°C [203]) – –	13,3 (± 2,8)	8,78 (à 700°C [203]) – –

B Expression de la matrice de passage a

Le but de cette annexe est d'exprimer la matrice de passage a qui permet de passer du repère de mesure (M) au repère du cristal (C) (cf. figure 2.9 du chapitre 2) :

$$a^{\mathrm{MC}} = \left(a^{\mathrm{CM}}\right)^{-1} = \left(a^{\mathrm{CM}}\right)^{\mathrm{T}} = \left(a^{\mathrm{CM'}} \cdot a^{\mathrm{M'M}}\right)^{\mathrm{T}} \tag{B.1}$$

Les expressions des matrices de passage $\left[a^{\mathrm{CM'}}\right]$ et $\left[a^{\mathrm{M'M}}\right]$ sont données respectivement par :

$$a^{\mathrm{CM'}} = \begin{bmatrix} \frac{l^2+k^2}{\sqrt{l^2+k^2}\sqrt{h^2+k^2+l^2}} & 0 & \frac{h}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \\ \frac{-kh}{\sqrt{l^2+k^2}\sqrt{h^2+k^2+l^2}} & \frac{l}{\sqrt{l^2+k^2}} & \frac{k}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \\ \frac{-lh}{\sqrt{l^2+k^2}\sqrt{h^2+k^2+l^2}} & \frac{-k}{\sqrt{l^2+k^2}} & \frac{l}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \end{bmatrix} \tag{B.2}$$

et par :

$$a^{\mathrm{M'M}} = \begin{bmatrix} \cos\alpha & -\sin\alpha & 0 \\ \sin\alpha & \cos\alpha & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \tag{B.3}$$

D'où,

$$a^{\mathrm{CM}} = \begin{bmatrix} \frac{l^2+k^2}{\sqrt{l^2+k^2}\sqrt{h^2+k^2+l^2}} & 0 & \frac{h}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \\ \frac{-kh}{\sqrt{l^2+k^2}\sqrt{h^2+k^2+l^2}} & \frac{l}{\sqrt{l^2+k^2}} & \frac{k}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \\ \frac{-lh}{\sqrt{l^2+k^2}\sqrt{h^2+k^2+l^2}} & \frac{-k}{\sqrt{l^2+k^2}} & \frac{l}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \cos\alpha & -\sin\alpha & 0 \\ \sin\alpha & \cos\alpha & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \tag{B.4}$$

Nous obtenons alors :

$$\begin{aligned} a^{\mathrm{MC}} &= \left(a^{\mathrm{CM}}\right)^{\mathrm{T}} \\ &= \begin{bmatrix} \frac{\sqrt{l^2+k^2}}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}}\cos\alpha & \frac{-kh}{\sqrt{l^2+k^2}\sqrt{h^2+k^2+l^2}}\cos\alpha + \frac{l}{\sqrt{l^2+k^2}}\sin\alpha & \frac{-lh}{\sqrt{l^2+k^2}\sqrt{h^2+k^2+l^2}}\cos\alpha - \frac{k}{\sqrt{l^2+k^2}}\sin\alpha \\ -\frac{\sqrt{l^2+k^2}}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}}\sin\alpha & \frac{kh}{\sqrt{l^2+k^2}\sqrt{h^2+k^2+l^2}}\sin\alpha + \frac{l}{\sqrt{l^2+k^2}}\cos\alpha & \frac{lh}{\sqrt{l^2+k^2}\sqrt{h^2+k^2+l^2}}\sin\alpha - \frac{k}{\sqrt{l^2+k^2}}\cos\alpha \\ \frac{h}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} & \frac{k}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} & \frac{l}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \end{bmatrix} \end{aligned} \tag{B.5}$$

C Détermination de la matrice d'orientation M avec la microdiffraction Laue

Le but de cette annexe est de décrire la théorie permettant de déterminer la matrice M ou UB dans le logiciel *LaueTools*, représentant les vecteurs de base du réseau réciproque ($b_1/||b_1||$, $b_2/||b_1||$, $b_3/||b_1||$) dans un repère de référence $\Re^{\ell}$ [1], à partir de quatre directions de vecteurs de diffraction q_i. A partir de cette matrice, plusieurs éléments peuvent être déterminés : cinq des six paramètres de maille du réseau réciproque et réel, l'orientation des grains, le tenseur de déformations et de contraintes déviatoriques.

Dans le réseau réciproque, les vecteurs de base du réseau réciproque (b_1, b_2, b_3) sont exprimés en fonction de trois vecteurs de diffraction q_i d'indice de Miller (h_i, k_i, l_i).

$$q_i = h_{ij}\, b_j \iff b_i = h_{ij}^{-1}\, q_j \quad \text{avec } \boldsymbol{h} = \begin{bmatrix} h_1 & k_1 & l_1 \\ h_2 & k_2 & l_2 \\ h_3 & k_3 & l_3 \end{bmatrix} \tag{C.1}$$

Les normes $||b_i||$ et les produits scalaires $b_i.b_j$ des vecteurs b_i permettent de calculer les six paramètres de maille du réseau réciproque. Cependant, avec la microdiffraction Laue classique, l'énergie des pics de diffraction, c'est-à-dire les normes des vecteurs de diffraction $||q_i||$ sont inconnues ($||q_i|| = \sin\theta_i/\lambda_i$). Seuls les coordonnées des vecteurs directeurs $u_{qi} = q_i/||q_i||$ sont déterminées. Ces vecteurs directeurs permettent d'exprimer les coordonnées des vecteurs de base du réseau réciproque à une constante près grâce aux rapports $||q_2||/||q_1||$ et $||q_3||/||q_1||$ tels que :

$$\begin{bmatrix} b_1 \\ b_2 \\ b_3 \end{bmatrix}_{(u_{q1},\, u_{q2},\, u_{q3})} = ||q_1|| \begin{bmatrix} h_{11}^{-1} & h_{12}^{-1} & h_{13}^{-1} \\ h_{21}^{-1} & h_{22}^{-1} & h_{23}^{-1} \\ h_{31}^{-1} & h_{32}^{-1} & h_{33}^{-1} \end{bmatrix} . \begin{bmatrix} q_1 \\ \frac{||q_2||}{||q_1||}\, q_2 \\ \frac{||q_3||}{||q_1||}\, q_3 \end{bmatrix}_{(u_{q1},\, u_{q2},\, u_{q3})} \tag{C.2}$$

Le but est donc de déterminer les rapports $||q_2||/||q_1||$ et $||q_3||/||q_1||$. Pour cela, nous exprimons les coordonnées du quatrième vecteur de diffraction q_4 dans la base formée par les trois autres (q_1, q_2, q_3) telle que

$$q_4 = c_1 q_1 + c_2 q_2 + c_3 q_3 \tag{C.3}$$

et par définition,

$$q_4 = h_4 b_1 + k_4 b_2 + l_4 b_3 \tag{C.4}$$

Avec les équations C.1, C.3 et C.4, les coefficients c_i sont exprimés par la relation suivante dont tous les termes sont connus :

$$\begin{cases} c_1 = h_4 h_{11}^{-1} + k_4 h_{21}^{-1} + l_4 h_{31}^{-1} \\ c_2 = h_4 h_{12}^{-1} + k_4 h_{22}^{-1} + l_4 h_{32}^{-1} \\ c_2 = h_4 h_{13}^{-1} + k_4 h_{23}^{-1} + l_4 h_{33}^{-1} \end{cases} \tag{C.5}$$

1. Ce repère, lié au faisceau incident, est défini dans *LaueTools* [164] tel que le vecteur $\hat{e}_2^{\ell}$ est selon le faisceau incident k_i , le vecteur $\hat{e}_1^{\ell} = k_i$. $\hat{e}_3^{\text{cam}}$ et le vecteur $\hat{e}_3^{\ell} = \hat{e}_1^{\ell}.\hat{e}_2^{\ell}$.

La résolution du système d'équations suivant permet d'exprimer les rapports $||q_2||/||q_1||$ et $||q_3||/||q_1||$:

$$\begin{cases} \dfrac{u_{q1}.u_{q4}}{u_{q2}.u_{q4}} = \dfrac{\cos\gamma_{14}}{\cos\gamma_{24}} \\ \dfrac{u_{q1}.u_{q4}}{u_{q3}.u_{q4}} = \dfrac{\cos\gamma_{14}}{\cos\gamma_{34}} \end{cases} \tag{C.6}$$

En remplaçant les termes u_{q4} dans le système précédant avec l'équation C.3 dont les termes c_i sont connus, on obtient un système à deux équations avec deux inconnus $||q_2||/||q_1||$ et $||q_3||/||q_1||$. L'équation C.2 connue à une constant près $||q_1||$ permet donc d'exprimer les composantes des vecteurs de base du réseau réciproque dans un repère lié aux vecteurs directeurs des vecteurs de diffraction (u_{q1}, u_{q2}, u_{q3}).

Soit ($\hat{e}_i^{\ell}$, $i = 1, 3$), le repère cartésien lié au repère de référence $\Re^{\ell}$ et (u_i^{ℓ}, v_i^{ℓ}, w_i^{ℓ}) les coordonnées des vecteurs directeurs u_{qi} dans ce repère. En changeant de base, l'équation C.2 devient :

$$\begin{bmatrix} b_1 \\ b_2 \\ b_3 \end{bmatrix}_{(\hat{e}_i^{\ell})} = ||q_1|| \begin{bmatrix} h_{11}^{-1} & h_{12}^{-1} & h_{13}^{-1} \\ h_{21}^{-1} & h_{22}^{-1} & h_{23}^{-1} \\ h_{31}^{-1} & h_{32}^{-1} & h_{33}^{-1} \end{bmatrix} . \begin{bmatrix} u_1 & v_1 & w_1 \\ \frac{||q_2||}{||q_1||} u_2 & \frac{||q_2||}{||q_1||} v_2 & \frac{||q_2||}{||q_1||} w_2 \\ \frac{||q_3||}{||q_1||} u_3 & \frac{||q_3||}{||q_1||} v_3 & \frac{||q_3||}{||q_1||} w_3 \end{bmatrix} . \begin{bmatrix} \hat{e}_1 \\ \hat{e}_2 \\ \hat{e}_3 \end{bmatrix}_{(\hat{e}_i^{\ell})} \tag{C.7}$$

En divisant l'équation C.7 par la norme de $||b_1||$ afin d'introduire une dépendance en $1/||b_1||$ au lieu de $||q_1||$, on obtient alors :

$$||b_1||. \begin{bmatrix} \frac{b_1}{||b_1||} \\ \frac{b_2}{||b_1||} \\ \frac{b_3}{||b_1||} \end{bmatrix}_{(\hat{e}_i^{\ell})} = \Big[\mathrm{M}\Big] . \begin{bmatrix} \hat{e}_1 \\ \hat{e}_2 \\ \hat{e}_3 \end{bmatrix}_{(\hat{e}_i^{\ell})} \tag{C.8}$$

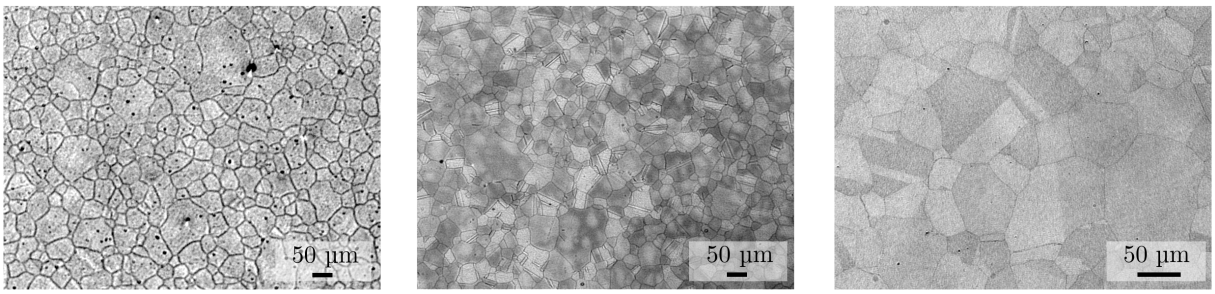
avec M, la matrice exprimant les coordonnées des vecteurs de base du réseau réciproque à une constante près $||b_1||$ dans le repère de référence $\Re^{\ell}$ et $\sqrt{{M_{11}}^2 + {M_{12}}^2 + {M_{13}}^2} = 1$.

D Compléments d'information sur les traitements de mise en solution

L'objectif de cette annexe est de présenter les traitements thermiques complémentaires de mise en solution effectués pour obtenir des microstructures avec des tailles des grains différentes.

D.1 Traitements thermiques avec des vitesses de chauffage différentes

L'étude bibliographie montre que la vitesse de chauffage antérieure au traitement de mise en solution a un impact notable sur l'hétérogénéité de la taille des grains γ, hétérogénéité qui augmente avec la vitesse de chauffage [36, 37]. Nous avons donc effectué trois traitements thermiques avec une vitesse de chauffage de 50°C.h^{-1}, de 10°C.min^{-1} et enfournée à four chaud (60-100°C.min^{-1}) suivi d'un palier de mise en solution en « supersolvus » à 1205°C pendant 4 heures et d'un refroidissement à l'air. La figure D.1 illustre les micrographies optiques obtenues pour ces trois traitements. Ces micrographies pour la vitesse de chauffage lente (50°C.h^{-1}) illustrent une hétérogénéité de la taille des grains γ. Cette hétérogénéité est moins importante pour une vitesse de chauffage de 10°C.min^{-1} et un enfournement à four chaud, même si quelques grains avec une taille supérieure à 100 µm sont observés. A l'inverse des observations effectuées par Soucail *et al.* sur l'alliage N18, nous n'observons pas de croissance anormale, dont les mécanismes sont accentués avec la vitesse de chauffage.



(a) (b) (c)

FIGURE D.1 – Micrographies optiques obtenues pour les traitements thermiques avec une vitesse de chauffage de (a) 50°C.h^{-1}, (b) 10°C.min^{-1} et (c) enfournement à four chaud (60-100°C.min^{-1}) suivi d'un palier de mise en solution à 1205°C pendant 4 heures et un refroidissement à l'air.

D.2 Traitements thermiques avec un palier de mise en solution

Différents traitements à un palier de mise en solution sont effectués à des températures au dessus de la température de solvus des précipités γ' primaires (1190°C). Trois traitements ther-

miques sont effectués à 1205°C, 1215°C et 1220°C pendant 4 heures après un enfournement à four chaud et un refroidissement à l'air. Les figures D.2a-b illustrent les micrographies obtenues pour les deux derniers traitements thermiques et la figure D.2c, celle proche d'un joint de grains triple. Les tailles des grains γ sont représentées sur la courbe D.2d et comparées à celles de la littérature [16, 17, 30]. Le traitement thermique avec un palier de mise en solution à 1205°C pendant 4 heures est utilisé pour une des familles de microstructures étudiées dans cette thèse. Les traitements à 1215°C et 1220°C semblent donner des microstructures avec une taille des grains γ plus grande que celle à 1205°C (Figure D.1d). Cependant, des porosités situées aux joints de grains triples et caractérisées par une forme allongée sont présentes dans la microstructure (Figure D.2c). Ces porosités témoignent d'une fusion de particules à bas point de fusion, caractéristique de la brûlure, appelées « incipient melting temperature » dans la littérature. Ces porosités se différentient de celles associées à la compaction des poudres, caractérisées par une forme sphérique. Notre choix de la température de mise en solution est donc limité à 1200-1205°C. La courbe D.2d illustre deux domaines de croissance de grains γ. La première croissance correspond à la dissolution des précipités γ' primaires, bloquant la croissance des grains γ pour des températures situées au dessous de la température de solvus des précipités γ' primaires. La deuxième croissance a lieu lorsque l'alliage est traité à une température supérieure à la température de brûlure. Ces deux domaines de croissance sont observés par Chang *et al.* pour l'alliage MERL76, fabriqué par métallurgie des poudres [29]. Nous avons postulé l'hypothèse selon laquelle le deuxième domaine de croissance est dû à la fusion des particules aux « PPB », frein à la croissance des grains au dessus de la température de solvus des précipités γ' primaires. Nous n'avons pas vérifié cette hypothèse.

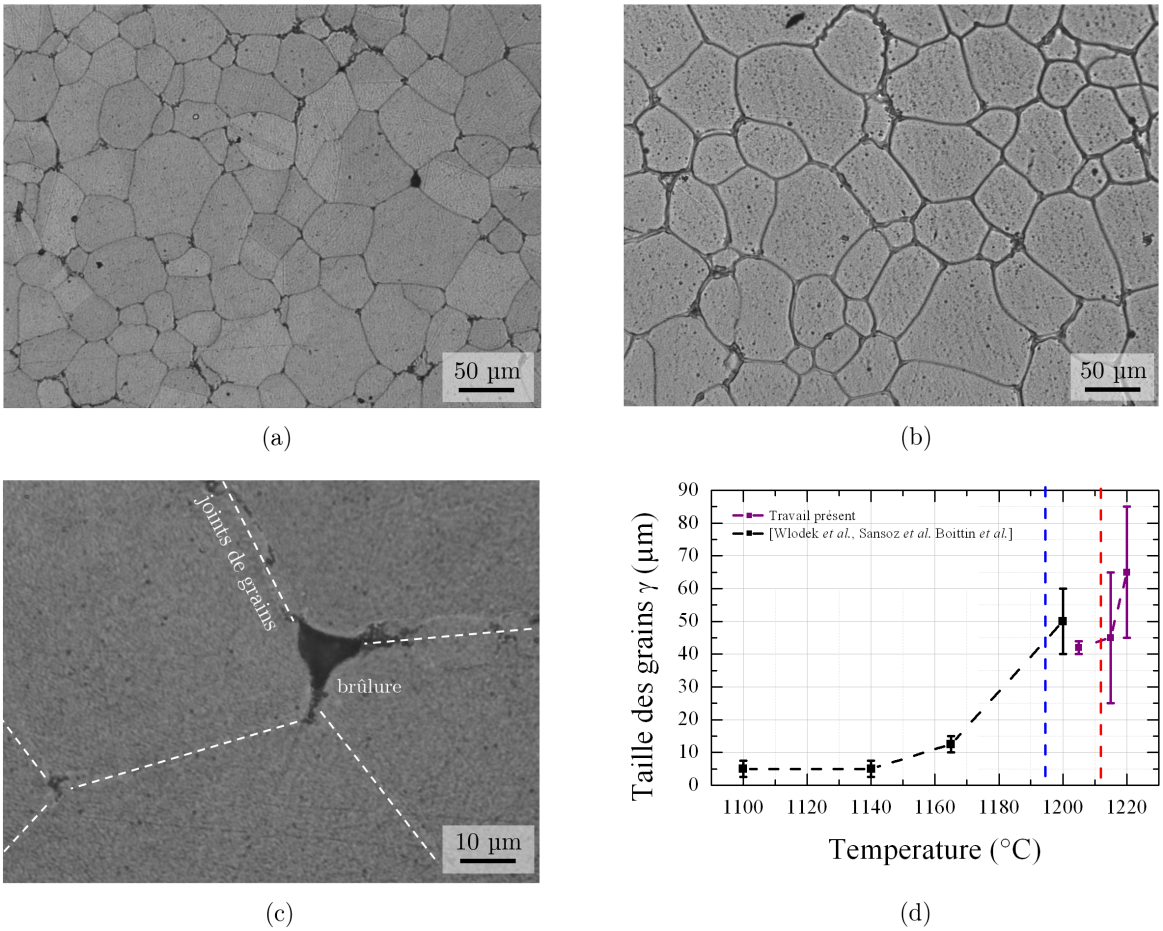


FIGURE D.2 – Micrographies obtenues par microscopie optique pour les traitements thermiques avec un palier de mise en solution à (a) 1215°C et (b) 1220°C. (c) Micrographie illustrant une brûlure située à un joint de grains triple. (d) Courbe récapitulative de la taille des grains γ en fonction de la température de mise en solution de la littérature (■) [16,17,30] et de cette étude (■). Les lignes verticales bleues et rouges représentent les températures de solvus des précipités γ' primaires ($T_{\text{solvus}\,\gamma'_I}$) et de brûlure de l'alliage N18 ($T_{\text{brûlure}}$), respectivement.

D.3 Traitements thermiques avec deux paliers de mise en solution : « subsolvus » puis « supersolvus »

Les travaux de thèse de Thibault montrent qu'un traitement thermique à double paliers de mise en solution avec un premier palier en « subsolvus » long suivi d'un palier en « supersolvus » court permet de doubler la taille moyenne des grains γ. Les choix des paramètres de traitements à deux paliers de mise en solution sont inspirés de ces travaux sur le superalliage NR6 et d'un brevet déposé par l'ONERA et SNECMA définissant les gammes de vitesse de déformation et de température requises lors du forgeage d'un disque en alliage N18 afin d'éviter une croissance anormale de grains. Le brevet définit aussi les paramètres du traitement thermique de mise en solution « supersolvus » à appliquer au disque pour éviter une croissance anormale. Un traitement en « subsolvus » compris entre $T_{\text{solvus}\,\gamma'_I}$-90°C et $T_{\text{solvus}\,\gamma'_I}$-30°C pendant 1 à 24h est à réaliser avant un traitement en « supersolvus ». Le traitement « subsolvus » doit être réalisé dans la gamme de température 1105-1165°C pour l'alliage N18. Les traitements suivants ont été réalisés :

- échantillon (a) : 1160°C/120h + 1205°C/4h ;
- échantillon (b) : 1130°C/120h + 1205°C/4h ;
- échantillon (c) : 1130°C/120h + 1205°C/120h.

Les échantillons (a), (b) et (c) sont enfournés à four chaud et refroidis à l'air avec un retour à la température ambiante entre les paliers. Deux températures du palier de mise en solution en « subsolvus » sont choisies : l'échantillon (a) en haut de la gamme de température (1160°C) et les échantillons (b) et (c) en milieu de gamme de température (1130°C). Un palier de mise en solution en « supersolvus » de 120 heures est dans le but d'étudier l'effet du temps du maintien du second palier (échantillon c). Les microstructures correspondantes ainsi que les distributions de taille des grains en nombre sont représentées sur la figure D.3.

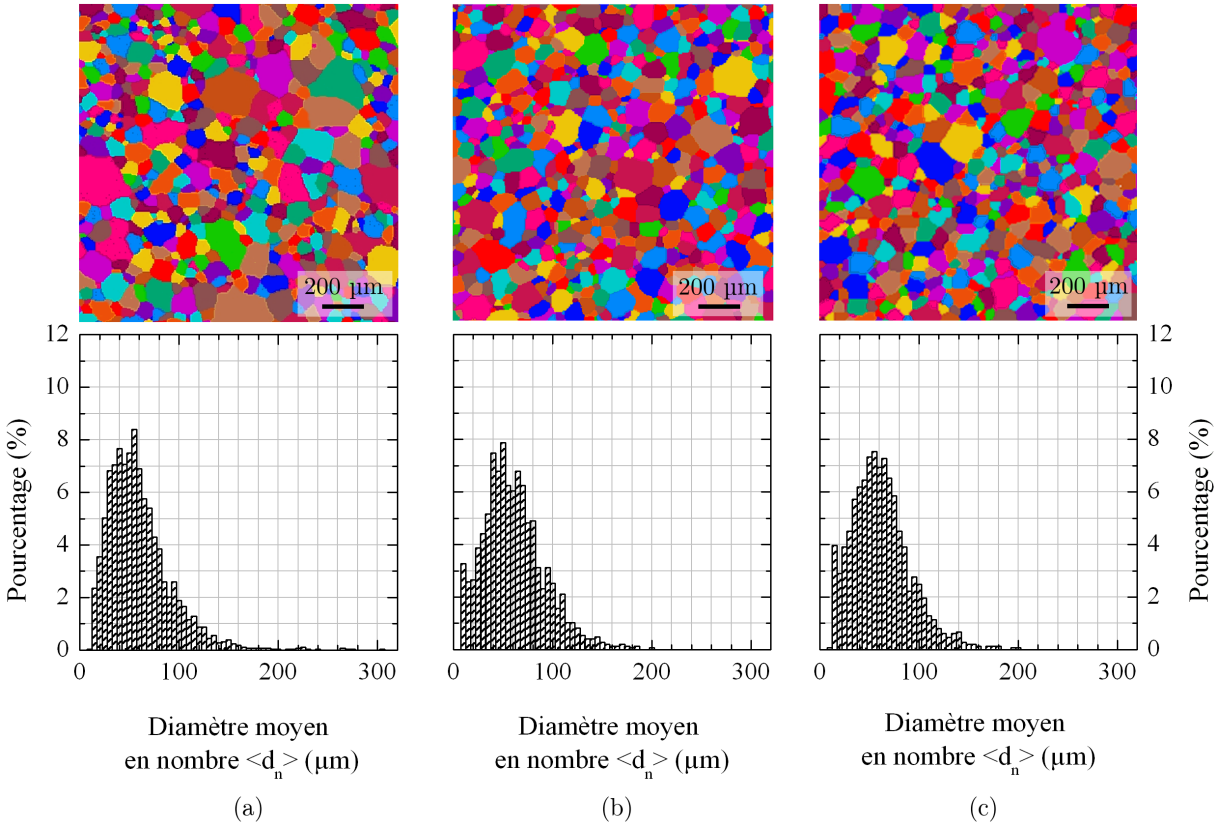


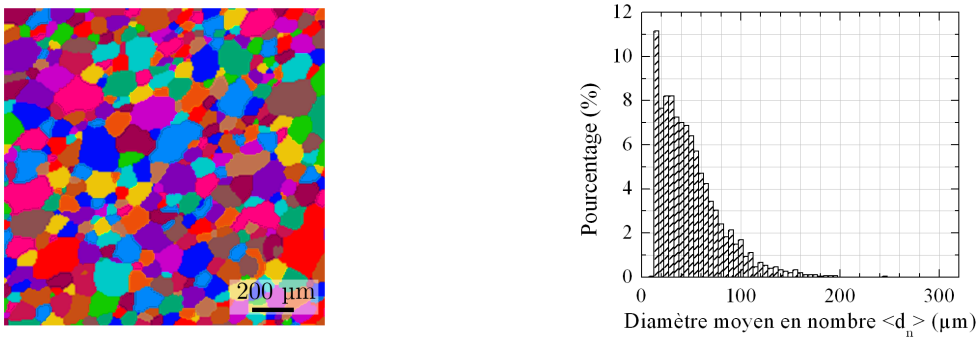
FIGURE D.3 – Cartographies obtenues par analyse EBSD et distribution en nombre de la taille des grains γ pour les traitements à (a) 1160°C/120h + 1205°C/4h, (b) 1130°C/120h + 1205°C/4h et (c) 1130°C/120h + 1205°C/120h. Les couleurs sur les cartographies sont choisies arbitrairement afin de dissocier les grains.

Les microstructures obtenues pour les trois traitements thermiques ne différent pas notablement. Les tailles moyennes des grains obtenues sont de 57 µm, de 62 µm et de 59 µm pour les échantillons (a), (b) et (c). La température du premier palier en « subsolvus » et le temps de maintien du palier en « supersolvus » ne changent pas notablement la taille moyenne des grains. En revanche, la micrographie et la distribution de l'échantillon (b) illustrent des hétérogénéités des tailles des grains γ. La taille maximale des grains obtenue est de 305 µm pour cet échantillon. Le traitement le plus satisfaisant est donc celui associé à l'échantillon (b), pour lequel la taille moyenne des grains est de 62 µm. Il s'agit du traitement thermique à deux paliers avec un palier « subsolvus » au milieu de la gamme de température recommandée par le brevet ONERA-SNECMA.
Par la suite, des essais plus complexes sont mis en oeuvre en combinant des vitesses de chauffage lentes et des traitements à deux paliers de mise en solution.

- échantillon (d) : 1130°C/120h + 1205°C/4h avec une vitesse de chauffage de 50°C.h^{-1} ;
- échantillon (e) : 1130°C/120h + 1205°C/120h avec une vitesse de chauffage de 50°C.h^{-1}.

Le refroidissement est effectué à l'air et une vitesse de chauffage de 50°C.h^{-1} pour atteindre chaque palier est appliquée. Afin de garder l'énergie pour faire bouger les grains, nous ne passons

pas par la température ambiante entre les deux paliers.
Les micrographies correspondantes sont représentées sur la figure 3.3 dans le chapitre 3. Les distributions de taille des grains en nombre pour l'échantillon (e) sont représentées sur la figure D.4.



(a) (b)

FIGURE D.4 – Cartographies obtenues par analyse EBSD et distribution en nombre de la taille des grains γ pour l'échantillon (e) : 1130°C/120h + 1205°C/120h avec une vitesse de chauffage de 50°C.h^{-1}. Les couleurs sur les cartographies sont choisies arbitrairement afin de dissocier les grains.

La micrographie de l'échantillon (d) illustre une plus grande hétérogénéité de la taille des grains γ que l'échantillon (e). Les tailles des grains γ obtenues sont similaires pour les deux traitements (48 µm). La taille des grains γ est plus petite que celle obtenue pour l'échantillon (c), pour laquelle la vitesse de chauffage est plus rapide avec un passage à l'ambiante entre les deux paliers. La vitesse de chauffage lente semble bloquer le joint de grains pour un traitement à deux paliers alors que pour un traitement à un palier, elle est à l'origine d'une mobilité des joints de grains γ (croissance anormale [36–38]).

D.4 Etude de l'influence des conditions de fabrication des poudres et des conditions de forgeage

D.4.1 Taille des poudres initiales

Takahashi *et al.* réalisent un traitement de mise en solution en « supersolvus » suivi d'un traitement « subsolvus » sur l'alliage N18 produit par SNECMA avec des refroidissements dans des bains d'huile (OQ) (1200°C/0,5h/OQ +1180°C/4h/OQ) dans le but d'augmenter la taille des grains sans avoir de croissance hétérogène [40]. La poudre initiale est tamisée à 73 µm. La taille moyenne des grains γ mesurée est proche de 80 µm. Nous réalisons deux traitements thermiques identiques aux travaux de Takahashi *et al.* :

- 1200°C pendant 30 minutes ;
- 1200°C pendant 30 minutes refroidi OQ puis 1180°C pendant 4 heures refroidi OQ.

La tableau D.1 regroupe les traitements et les tailles des grains γ mesurées par la méthode comparative et celles de Takahashi *et al.* Les tailles des grains déterminées sont similaires pour les deux traitements et sont comprises entre 31 µm et 44 µm. Ces valeurs sont très différentes de celles obtenues par Takahashi *et al.* de 60 µm et 80 µm, respectivement, dues à la taille de la poudre initiale tamisée à 73 µm dans le papier.

D.4.2 Condition de forgeage

L'entreprise Aubert et Duval possède une gamme d'alliage N18 fabriquée dans des conditions de forgeage différentes afin d'obtenir une microstructure dites « grandes » grains et sans préci-

TABLEAU D.1 – Comparaison des tailles moyennes des grains pour des alliages de N18 tamisés à 53 µm et à 73 µm

Traitement de mise en solution		Taille moyenne des grains γ (µm)	
Palier 1	Palier 2	Alliage tamisé à 53 µm	Alliage tamisé à 73 µm [40]
1200°C/0,5h/OQ	–	31-44	60
1200°C/0,5h/OQ	1180°C/4h/OQ	31-44	80

pités γ' primaires à l'état brut de forgeage. La composition nominale est celle de l'alliage N18 définie par le brevet déposé par SNECMA-ONERA-ARMINES-IMPHY [206]. Les cycles thermiques utilisés pour le forgeage ne nous sont pas communiqués par l'entreprise mais sont différents de ceux utilisés sur les ébauches de SNECMA. Des traitements thermiques sur une ébauche de cette matière sont réalisés dans le but d'obtenir des tailles des grains γ encore plus grandes que celles obtenues par nos deux traitements de mise en solution de référence (Chapitre 3) :

- Echantillon (a) : brut de forgeage ;
- Echantillon (b) : 1205°C/4h ;
- Echantillon (c) : 1130°C/120h + 1205°C/4h.

La figure D.5 illustre les microstructures obtenues pour ces trois états, à partir de la matière de SNECMA sur la première ligne et pour la matière dite à « grandes grains » d'Aubert et Duval.

Pour l'état brut de forgeage, la microstructure Aubert et Duval (échantillon (a)) illustre initialement une taille moyenne des grains γ plus grande que la microstructure SNECMA. L'état brut de forgeage de SNECMA présente des précipités γ' primaires, situés aux joints de grains triples. Les tailles de grains γ sont de 80 µm et de 5-15 µm. La microstructure brute de forgeage Aubert et Duval a une taille de grains γ plus grande que la taille maximale obtenue sur la matière SNECMA, qui est de 62 µm.
Par ailleurs, les microstructures Aubert et Duval ne montrent pas de différence notable de taille de grains γ entre l'état brut de forgeage (échantillons (a)) et les états traités (échantillons (b) et (c)). Les tailles de grains γ sont de 80 µm, de 88 µm et de 89 µm. La distribution de la taille de grains n'est pas affectée par les traitements thermiques, puisque la taille maximale des grains est de 280 µm pour les trois échantillons. Le tamisage des poudres et l'étape de forgeage jouent donc un rôle important sur la taille des grains γ maximale atteignable.

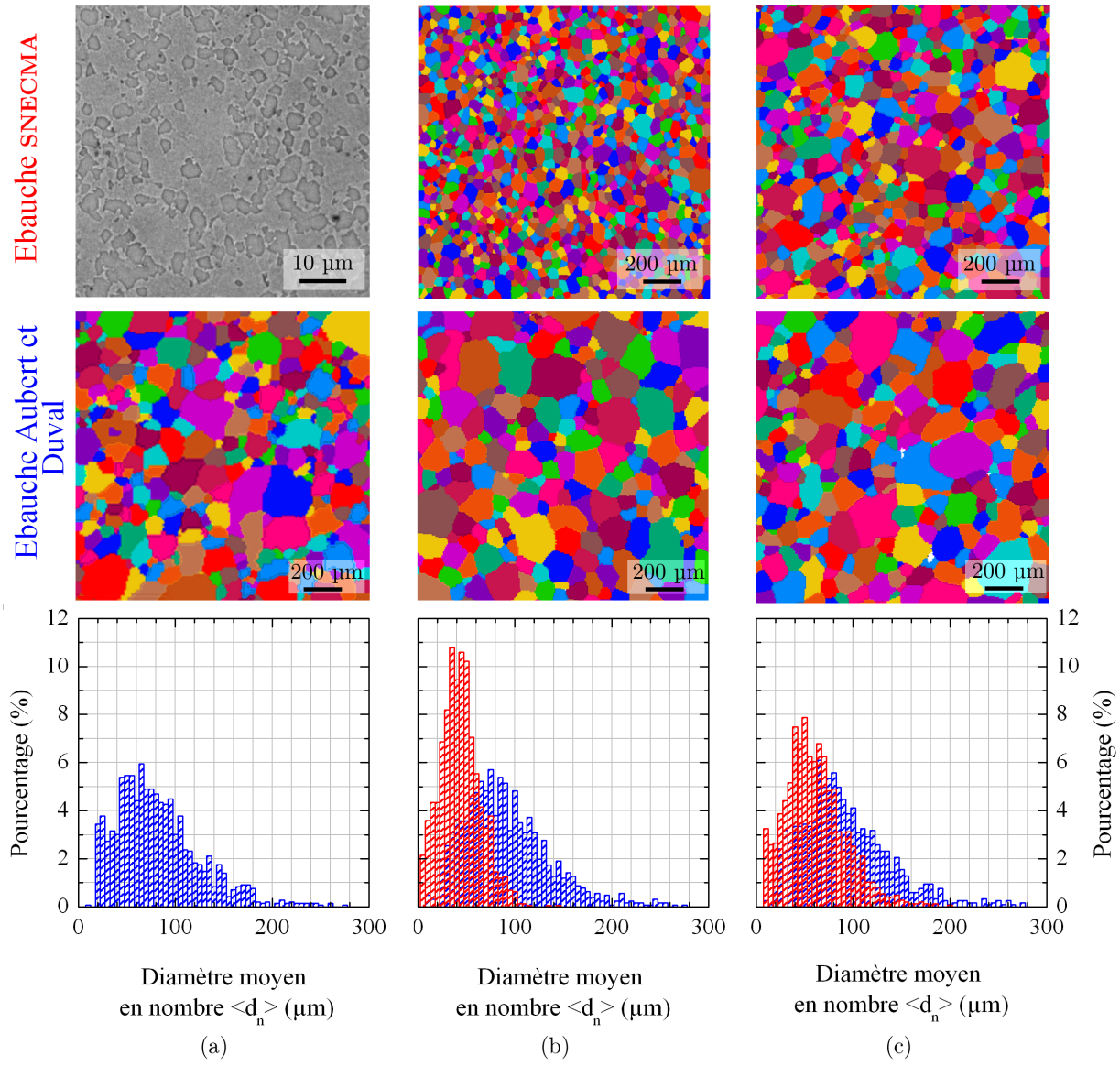


FIGURE D.5 – Cartographies obtenues par analyse EBSD et distribution en nombre de la taille de grains γ pour (a) l'état brut de forgeage, pour les traitements (b) 1205°C/4h et (c) 1130°C/120h + 1205°C/4h) à partir de la matière fournie par SNECMA (première ligne) et Aubert et Duval (deuxième ligne). Les couleurs sur les cartographies sont choisies arbitrairement afin de dissocier les grains.

E Compléments sur le modèle de germination-croissance et coalescence

Le modèle repose sur les équations de la théorie de germination. Cette étape consiste à calculer la vitesse de germination à partir de la force motrice de précipitation. Les régimes de croissance et coalescence sont ensuite traités à partir de l'équation de la diffusion et de l'effet Gibbs-Thomson.

Le taux de germination, J_n, qui correspond au nombre de particule à franchir la barrière de germination (ΔG^*) multiplié par la probabilité pour que les particules croissent. Son expression est donnée par l'équation suivante :

$$J_n = \frac{18D}{a_m^4 R^*} \left(\frac{\Delta G^*}{3\pi k_B T} \right)^{\frac{1}{2} \frac{\Delta_{G^*}}{e^{k_B T}}} \tag{E.1}$$

avec D, le coefficient de diffusion des éléments γ'-gènes dans la matrice, a_m, le paramètre de maille de la phase γ', k_B, la constante de Boltzmann, T, la température et ΔG^*, la barrière de germination donnée par l'expression suivante :

$$\Delta G^* = \frac{16\pi\sigma^3}{3\left(\Delta G_V\right)^2} \tag{E.2}$$

Le rayon critique de germination R^* est défini par :

$$R^* = \frac{2\sigma}{\Delta G_V} \tag{E.3}$$

avec, σ, l'énergie d'interphase et ΔG_V, l'énergie de formation des précipités.
L'évolution de la taille des précipités est donnée par l'équation suivante :

$$\frac{dR_i}{dt} = \frac{2d_0 D}{R_i^2} \left(\frac{R_i}{R_c^*} - 1 \right) \tag{E.4}$$

avec R_c^*, le rayon critique de germination défini par $R_c^* = \frac{2d_0}{\Delta_c}$ et d_0, la longueur capillaire.

$$d_0 = \frac{2\sigma}{k_B T c_{prec}^2} V_m c_m^{eq} \tag{E.5}$$

L'équation du mouvement qui donne l'évolution de la taille de précipités dans chaque classe de taille est :

$$\frac{\partial N_R}{\partial t} = -\frac{\partial}{\partial R} \left(N_R \frac{\partial R}{\partial t} \right) + j \tag{E.6}$$

avec, j terme source correspondant à la nucléation de précipités. j, n'est différent de zéro que pour $R = R^*$ ($j = 0$, $\forall$ R, $R \neq R^*$, $j = J_n$ pour $R = R^*$).

F Effet de la microstructure et des contraintes introduites par le grenaillage sur la durée de vie en fatigue

Des essais de fatigue oligocyclique sont réalisés à 450°C et à 650°C. Le tableau F.1 regroupe les conditions des essais à 650°C pour les quatre microstructures et à 450°C pour la microstructure M2 (T_γ - 40 µm ; $T_{\gamma'}$ - 2000 nm). Les essais 1 et 2 sont réalisés en déformation imposée jusqu'à la rupture des éprouvettes, avec une sollicitation de forme triangulaire à une vitesse constante de 10^{-3} s^{-1}, un rapport de déformation ($R_\varepsilon = \varepsilon_{min}/\varepsilon_{max}$) de 0 et une amplitude de déformation ($\Delta\varepsilon/2 = (\varepsilon_{max} - \varepsilon_{min})/2$) de 0,55 % et de 0,35 %. L'essai 3 est réalisé en déformation imposée jusqu'au cycle stabilisé (500 cycles), cycle pour lequel les contraintes maximale et minimale n'évoluent plus. La sollicitation est de forme triangulaire à une vitesse constante de 10^{-3} s^{-1}, un rapport de déformation (R_ε) de 0,6 et une amplitude de déformation ($\Delta\varepsilon/2$) de 0,2 %. A partir du 500^{ième} cycle, l'essai est réalisé en contrainte imposée avec les contraintes maximales et minimales égalent à celles du cycle stabilisé et une fréquence de 5 Hz. Ce changement de déformation à contrainte imposée permet de diminuer le temps des essais sans pour autant changer la durée de vie à rupture. Les conditions d'essais sont inspirées des travaux de thèse de Boittin sur le superalliage N18 [16] qui permettent de couvrir une large plage de durées de vie (10^2 -10^6 cycles).

TABLEAU F.1 – Tableau regroupant les conditions des essais de fatigue à 650°C pour les quatre microstructures et à 450°C pour la microstructure M2. (*) : essais en déformation imposée jusqu'à 500 cycles puis en contrainte imposée (cf. texte pour détail).

Essais	1	2	3*
Rapport de déformation : $R_\varepsilon = \varepsilon_{min}/\varepsilon_{max}$	0	0	0,6
Amplitude de déformation : $\Delta\varepsilon/2 = (\varepsilon_{max} - \varepsilon_{min})/2$	0,55 %	0,35 %	0,20 %
Vitesse de sollicitation	10^{-3} s^{-1}	10^{-3} s^{-1}	10^{-3} s^{-1} puis 5 Hz

F.1 Essais de fatigue oligocyclique

La figure F.1 représente l'amplitude de déformation ($\Delta\varepsilon/2$) en fonction de la durée de vie à rupture à 650°C pour les quatre états microstructuraux non grenaillés et pour trois niveaux de 0,55 %, de 0,35 % et de 0,2 %. Les flèches sur la figure indiquent les essais non rompus ou rompus au niveau des têtes des éprouvettes.
Pour $\Delta\varepsilon/2$ = 0,55 %, les durées de vie des quatre états microstructuraux sont très proches et sont comprises entre 645 cycles et 1120 cycles. Les durées de vie des microstructures avec une taille moyenne des grains de 40 µm (états M1 et M2) semblent être légèrement plus élèves que celles des microstructures avec une taille moyenne des grains de 62 µm (états M3 et M4). Cette observation peut être un réel effet de la taille des grains ou alors juste de la dispersion.
Pour $\Delta\varepsilon/2$ = 0,35 %, il semble que la durée de vie est tributaire de la taille des précipités.

Les durées de vie des microstructures (M1 et M3) avec des petits précipités (200 nm) sont plus grandes que celles des microstructures (M2 et M4) avec des gros précipités (2000 nm). Pour cet essai, les éprouvettes M1 ont systématiquement rompu au niveau de leurs têtes.
Pour la dernière amplitude de déformation ($\Delta\varepsilon/2$ = 0,2 %), trois des quatre essais sont interrompus avant la rupture. Aucun effet de la microstructure sur la durée de vie ne peut être déduit pour ce niveau. L'observation des faciès de rupture montre que quelle que soit la microstructure et le niveau de déformation, l'amorçage commence sur une ou plusieurs facettes de grains dont la taille est supérieure à 100 µm et proche de la surface des éprouvettes. De résultats similaires sont observés pour des essais de fatigue à 450°C pour le superalliage N18 avec la taille des grains de 40 µm [16].

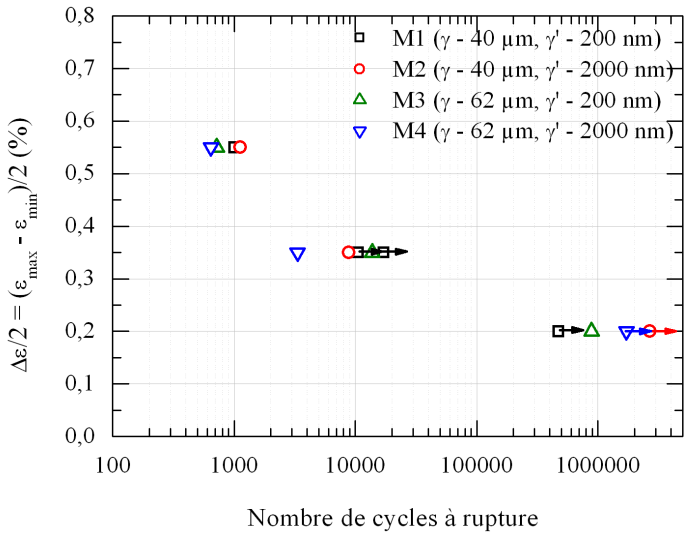


FIGURE F.1 – Amplitude de déformation ($\Delta\varepsilon/2$) en fonction de la durée de vie à 650°C pour les quatre états microstructuraux non grenaillés.

La figure F.2 compare les durées de vie à 650°C obtenues dans notre étude (microstructure à grands grains) et pour la microstructure standard de l'alliage N18 à petits grains en amplitude de déformation (Figure F.2a) et en amplitude de contrainte (Figure F.2b). Pour nos essais, l'amplitude de contrainte ($\Delta\sigma/2 = (\sigma_{max} - \sigma_{min})/2$) est calculé sur le cycle stabilisé ($500^{ième}$ cycle). Pour les amplitudes de déformation et de contrainte comprises respectivement entre 0,4 % et 0,6 % et entre 800 MPa et 1150 MPa, les durées de vie des microstructures avec une taille des grains moyenne de 10-15 µm [30,49,207] ne sont pas si différentes de celles de nos microstructures avec une taille des grains de 40 µm et de 62 µm. En revanche, pour les amplitudes de contrainte 750 MPa et 650 MPa où plusieurs essais de fatigue sont effectués, les durées de vie des microstructures à petits grains sont plus longues en moyenne mais les durées de vie minimales sont comparables à celles des microstructures avec une taille moyenne des grains de 40 µm et 62 µm. Pour les alliages fabriqués par la métallurgie des poudres, l'amorçage s'effectue majoritairement sur des inclusions céramiques avec une taille proche du pas du tamis pour des microstructures à petits grains. Pour les microstructures à grands grains, la taille moyenne des grains est proche de la taille de la poudre initiale, c'est-à-dire de pas du tamis. Lorsque les essais sont effectués sur ces microstructures, l'amorçage s'effectue sur des facettes de grains avec une taille supérieure à la taille des inclusions. En conséquence, peu d'effet de la taille des grains est observé sur la durée de vie en fatigue. En revanche, ce cas est particulier puisque pour les alliages fabriqués par la voie « coulé - forgé », la durée de vie diminue lorsque la taille des grains augmente car l'amorçage s'effectue principalement sur les facettes de grains quelle que soit la taille des grains [51].

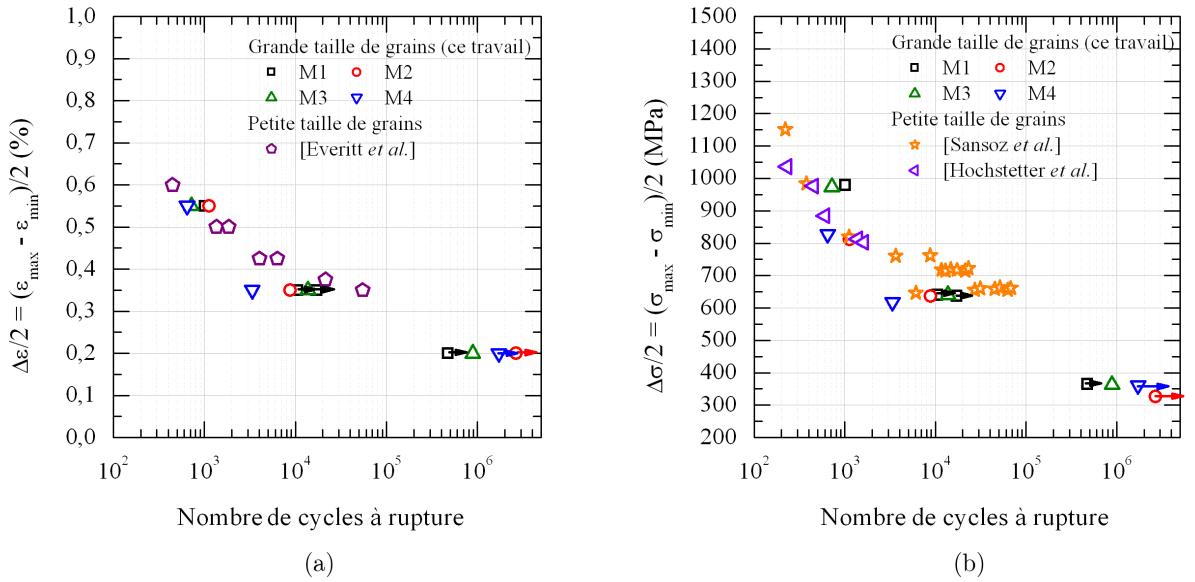


FIGURE F.2 – Durée de vie à 650°C obtenue dans notre étude (microstructure à grands grains) et pour la microstructure standard de l'alliage N18 à petits grains [30,49,207] en (a) amplitude de déformation et (b) en amplitude de contrainte.

Pour estimer les effets de la température, nous avons aussi réalisé des essais à 450°C. La figure F.3 représente l'amplitude de déformation en fonction de la durée de vie à rupture à 450°C et 650°C. Les durées de vie à 450°C obtenues dans les travaux de thèse de Boittin [16] pour la microstructure M1 et une microstructure à gros précipités similaire à notre microstructure M2 sont aussi reportées sur la figure F.3. Dans ces travaux, l'état de précipitation intragranulaire n'a pas d'impact sur la durée de vie, c'est pourquoi nous avons reporté les durées de vie de ces deux microstructures avec une seule couleur (violet). Dans ce travail, nous avons exploré les trois amplitudes de déformation uniquement pour la microstructure M2. La comparaison des essais à 450°C et 650°C montre que la durée de vie pour ces deux températures est équivalente pour les amplitudes de déformation de 0,55 % et 0,35 %. En revanche, pour l'amplitude 0,2 %, l'écart entre les durées de vie est plus important (supérieur à 1,85 millions de cycles). Les résultats sont aussi comparables à ceux des travaux de Boittin. Les deux points correspondant à la microstructure M1 ont quant à eux des durées de vie un peu plus faibles.

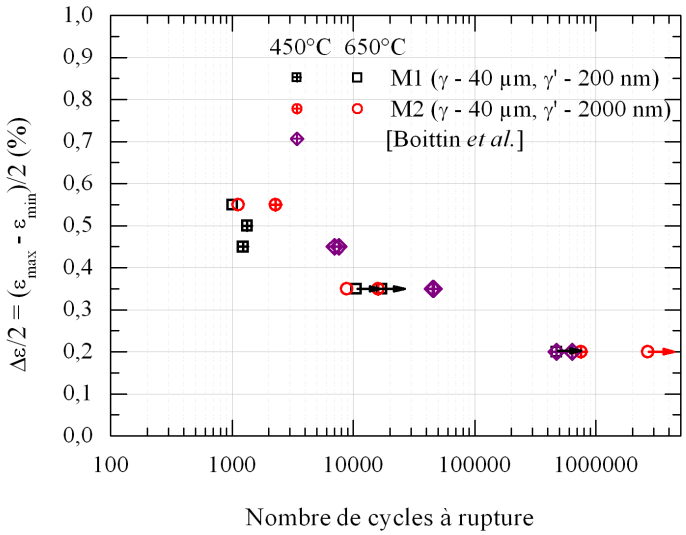


FIGURE F.3 – Amplitude de déformation ($\Delta\varepsilon/2$) en fonction de la durée de vie à 450°C et 650°C pour les états microstructuraux M1 et M2 comparé aux durées de vie à 450°C pour une microstructure avec une taille moyenne des grains de 40 µm [16].

F.2 Evolution de la durée de vie en fatigue oligocyclique à 650°C après grenaillage

Les essais de fatigue oligocyclique à 650°C sur des éprouvettes grenaillées sont réalisés pour les états microstructuraux M1 et M2 de même taille des grains avec des petits ou des gros précipités. La figure F.4 représente l'amplitude de déformation en fonction de la durée de vie à rupture pour les états non grenaillés et grenaillés.
Pour l'amplitude de déformation 0,55 %, les éprouvettes grenaillées ont une durée de vie légèrement plus élevés que les éprouvettes non grenaillées pour les deux états microstructuraux. Le grenaillage augmente la durée de vie à rupture de 500 cycles pour l'état M2. Pour l'état microstructural M1, encore une fois, la rupture a lieu sur la tête de l'éprouvette.
Pour $\Delta\varepsilon/2 = 0{,}35$ %, nous observons un effet bénéfique du grenaillage pour l'état microstructural M2. La durée de vie à rupture passe de 8790 cycles à 49000 cycles. Pour l'état microstructural M1, nous n'avons pas réussi à déterminer la durée de vie sur l'état non grenaillé pour ce niveau à cause de l'amorçage de la fissure sur les têtes des éprouvettes.
Pour la dernière amplitude de déformation, l'éprouvette M2 grenaillé a rompu au niveau des têtes des éprouvettes, ce qui empêche d'observer l'impact de grenaillage sur la durée de vie pour des niveaux de déformation faible.

Pour l'amplitude de déformation de 0,55 %, le faciès de rupture de l'état microstructural grenaillé M2 montre un amorçage sur plusieurs facettes de grains situées proche du bord de l'éprouvette et ne présente pas de différence avec celui de l'éprouvette non grenaillée. L'effet bénéfique du grenaillage sur la durée de vie que nous observons pour ce niveau de déformation est donc probablement de la dispersion de résultats. Pour l'amplitude de déformation de 0,35 %, l'amorçage commence sur une facette de grains de taille moyenne de 100 µm située au centre de l'éprouvette contrairement à l'état non grenaillé, où l'amorçage s'initie sur plusieurs facettes de grains situées proche du bord de l'éprouvette. Le grenaillage permet donc de déplacer la zone d'amorçage du bord au centre de l'éprouvette. Etant donné que les amorçages en surface sont les plus critiques pour la durée de vie, ce déplacement explique l'effet bénéfique du grenaillage pour le niveau de déformation 0,35 %.

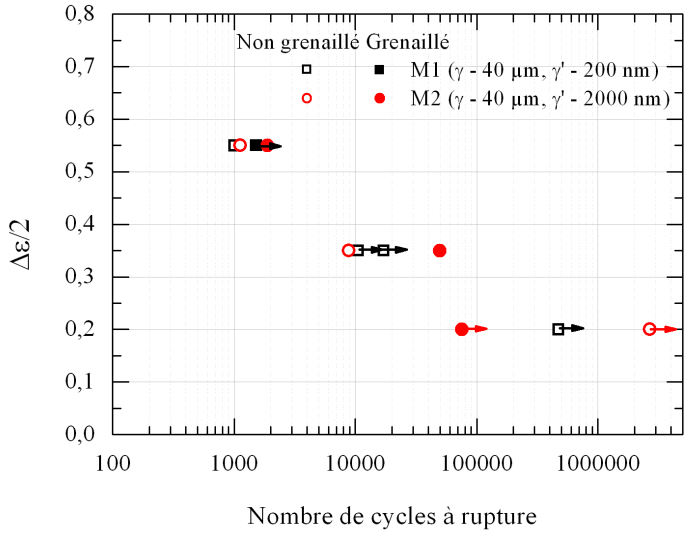


FIGURE F.4 – Amplitude de déformation imposée ($\Delta\varepsilon/2$) en fonction de la durée de vie à 650°C pour les états microstructuraux non grenaillés et grenaillés M1 et M2 à petits et gros précipités γ'.

Pour résumé, les conclusions que permettent de tirer ces essais de fatigue oligocyclique à 650°C sont (i) que la microstructure de nos échantillons a peu d'effets sur le durée de vie, (ii) que les résultats associés aux tailles moyennes des grains de 40 µm et de 62 µm sont relativement proches de ceux reportés dans la littérature pour des tailles des grains proches de 10-15 µm et (ii) que le grenaillage augmente la durée de vie à rupture pour le niveau de déformation à 0,35 %. La rupture des éprouvettes au niveau des têtes est un réel problème que nous n'avons pas résolu dans cette thèse. Les deux principales raisons pourraient être un défaut d'usinage ou un mauvais dimensionnement.

G Compléments sur les cartographies de déformations et de contraintes déviatoriques déterminées avec la microdiffraction Laue

G.1 Etat grenaillé suivi d'un maintien isotherme à 450°C pendant 1h40 (état M1 grenaillé + TT)

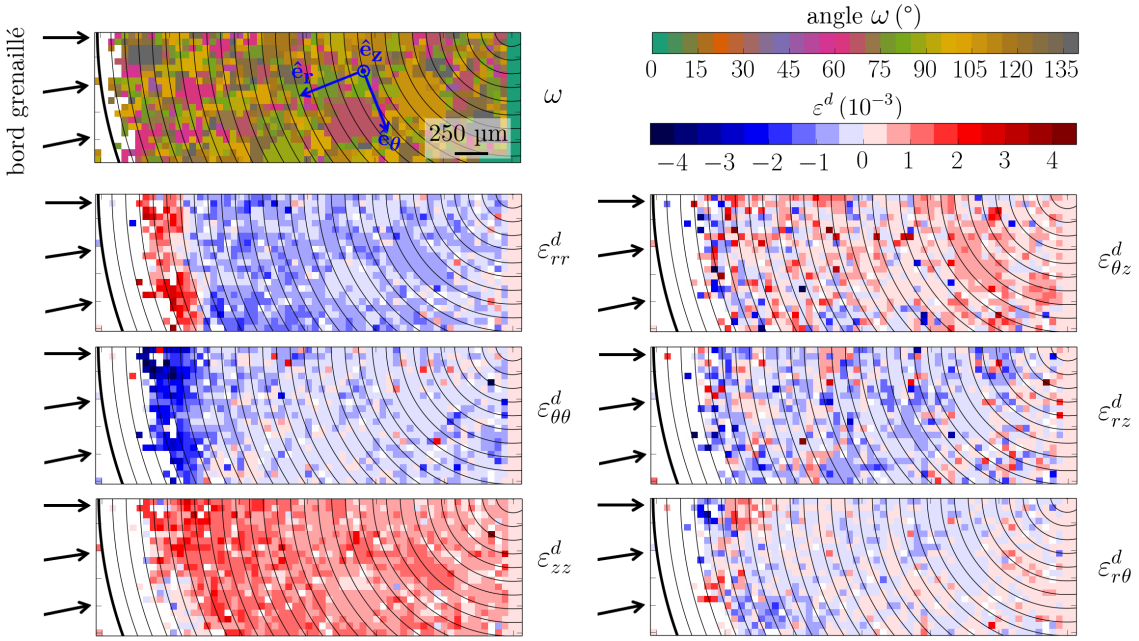


FIGURE G.1 – Cartographies larges (3×1 mm^2 avec un pas de 0,05 mm) obtenues avec l'analyse des réflexions fondamentales ($\gamma + \gamma'$). Cartographie d'orientation des grains dans la représentation axe-angle (ω) et les six composantes du tenseur déviatorique de déformations. Le bord grenaillé est à gauche et représenté par une ligne d'iso-rayon et épaisse. Chaque ligne fine d'iso-rayon représente un incrément de 100 µm. Le repère ($\hat{e}_r$, $\hat{e}_\theta$, $\hat{e}_z$) représente le repère dans lequel le tenseur déviatorique des déformations est exprimé.

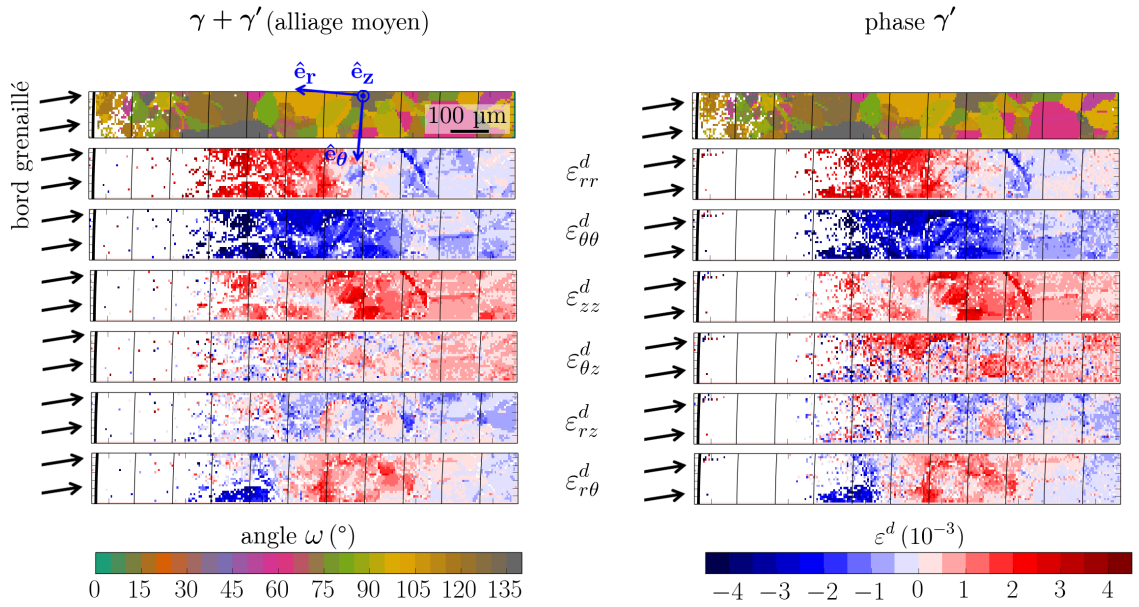


FIGURE G.2 – Cartographies fines ($1 \times 0,125$ mm^2 avec un pas de 0,005 mm) d'orientation des grains et des six composantes du tenseur déviatorique de déformations obtenus avec l'analyse des réflexions fondamentales ($\gamma + \gamma'$) (gauche) et des réflexions de surstructures (phase γ') (droite). Le bord grenaillé est à gauche et représenté par une ligne d'iso-rayon épaisse. Chaque ligne fine d'iso-rayon représente un incrément de 200 µm. Le repère ($\hat{e}_r$, $\hat{e}_\theta$, $\hat{e}_z$) représente le repère dans lequel le tenseur déviatorique des déformations est exprimé.

G.2 Etat grenaillé et non grenaillé suivi d'un essai de fatigue interrompu à 300 cycles à 450°C (états M1 grenaillé + fatigué et M1 non grenaillé + fatigué)

G.2.1 Condition de l'essai de fatigue

Les deux essais interrompus à 300 cycles pour la microdiffraction Laue sont effectués à 450°C avec une vitesse de chauffage de 25°C.min^{-1}. Les essais de fatigue sont réalisés en déformation imposée à 0,5 ($\Delta\varepsilon/2 = (\varepsilon_{max} - \varepsilon_{min})/2$), $R_\varepsilon = \varepsilon_{min}/\varepsilon_{max} = 0$, un signal triangulaire de 1 Hz et une vitesse de déformation de 10^{-1} s^{-1}. Les courbes contrainte vraie - déformation vraie pour le premier et le dernier cycle sont reportées sur la figure G.3 pour l'état microstructural M1 grenaillé et non grenaillé.

G.2.2 Cartographie fine de microdiffraction Laue de l'état grenaillé suivi d'un essai de fatigue (état M1 grenaillé + fatigué) et non grenaillé suivi d'un essai de fatigue (état M1 non grenaillé + fatigué)

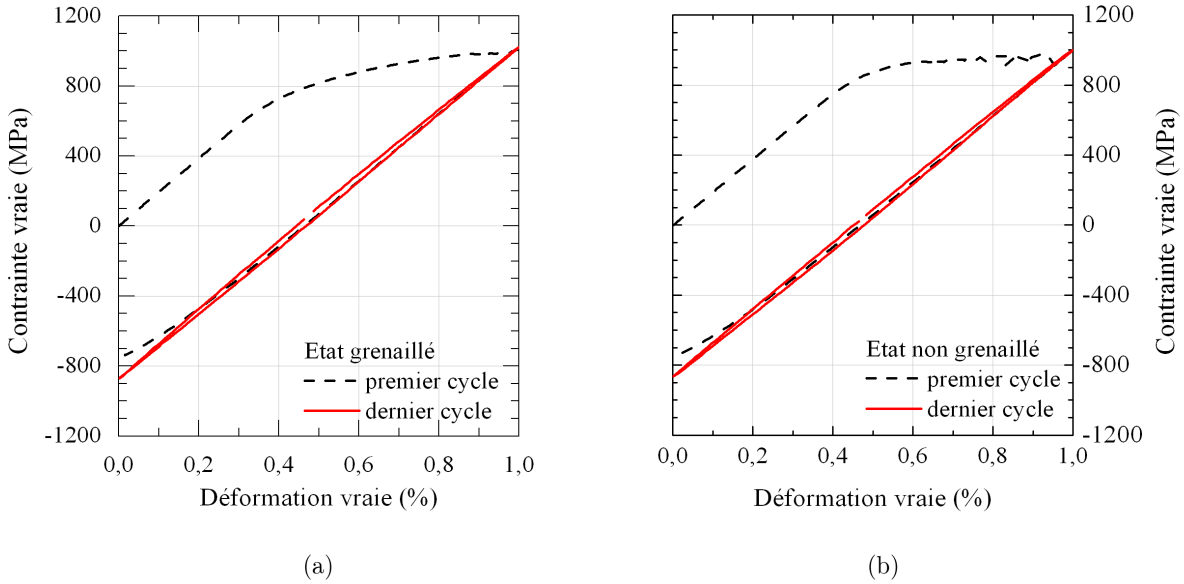


FIGURE G.3 – Courbes contrainte vraie -déformation vraie pour le premier et le dernier cycle de fatigue (a) pour l'état grenaillé et (b) non grenaillé de microstructure M1 (γ – 40 µm, γ' – 200 nm) caractérisé avec la microdiffraction Laue (cf. chapitre 4).

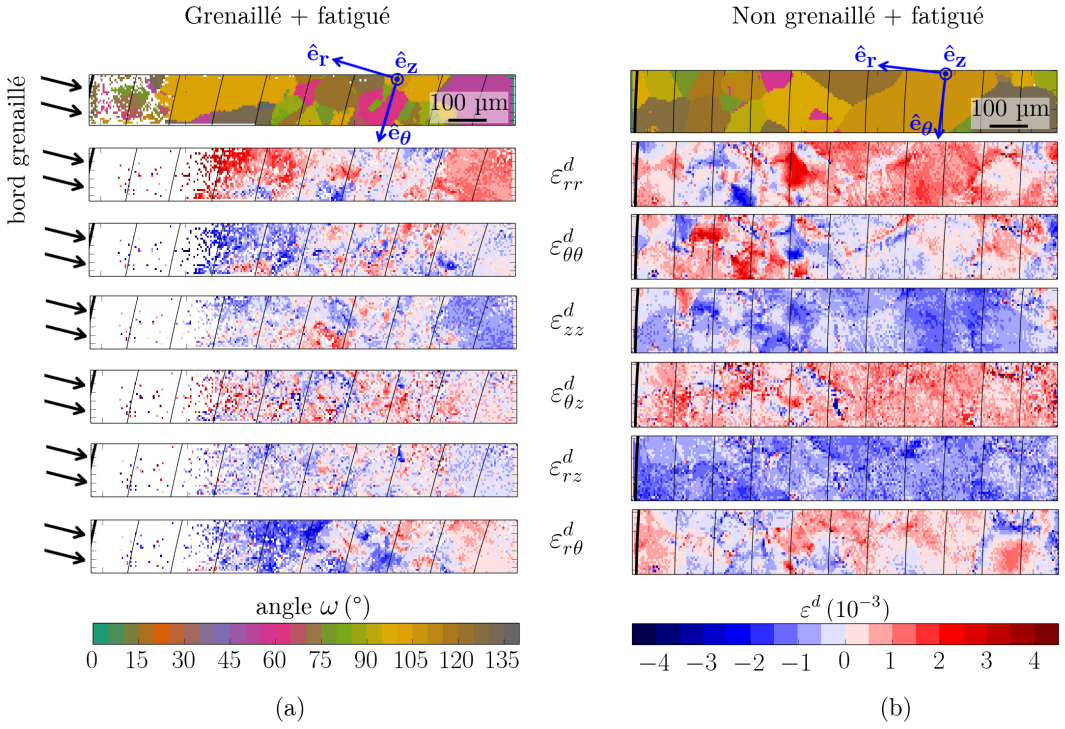


FIGURE G.4 – Cartographies fines ($1 \times 0,125$ mm^2 avec un pas de 0,005 mm) de (a) l'état grenaillé suivi d'un essai de fatigue (gauche) et (b) non grenaillé suivi d'un essai de fatigue (droite). Cartographies d'orientation des grains et des six composantes du tenseur déviatorique de déformations obtenues avec l'analyse des réflexions fondamentales ($\gamma + \gamma'$). Le bord grenaillé est à gauche et représenté par une ligne d'iso-rayon et épaisse. Chaque ligne fine d'iso-rayon représente un incrément de 200 µm. Le repère ($\hat{e}_r$, $\hat{e}_\theta$, $\hat{e}_z$) représente le repère dans lequel le tenseur déviatorique des déformations est exprimé.

G.3 Cartographie fine de déformations et contraintes déviatoriques pour les états microstructuraux M1 et M2 grenaillés

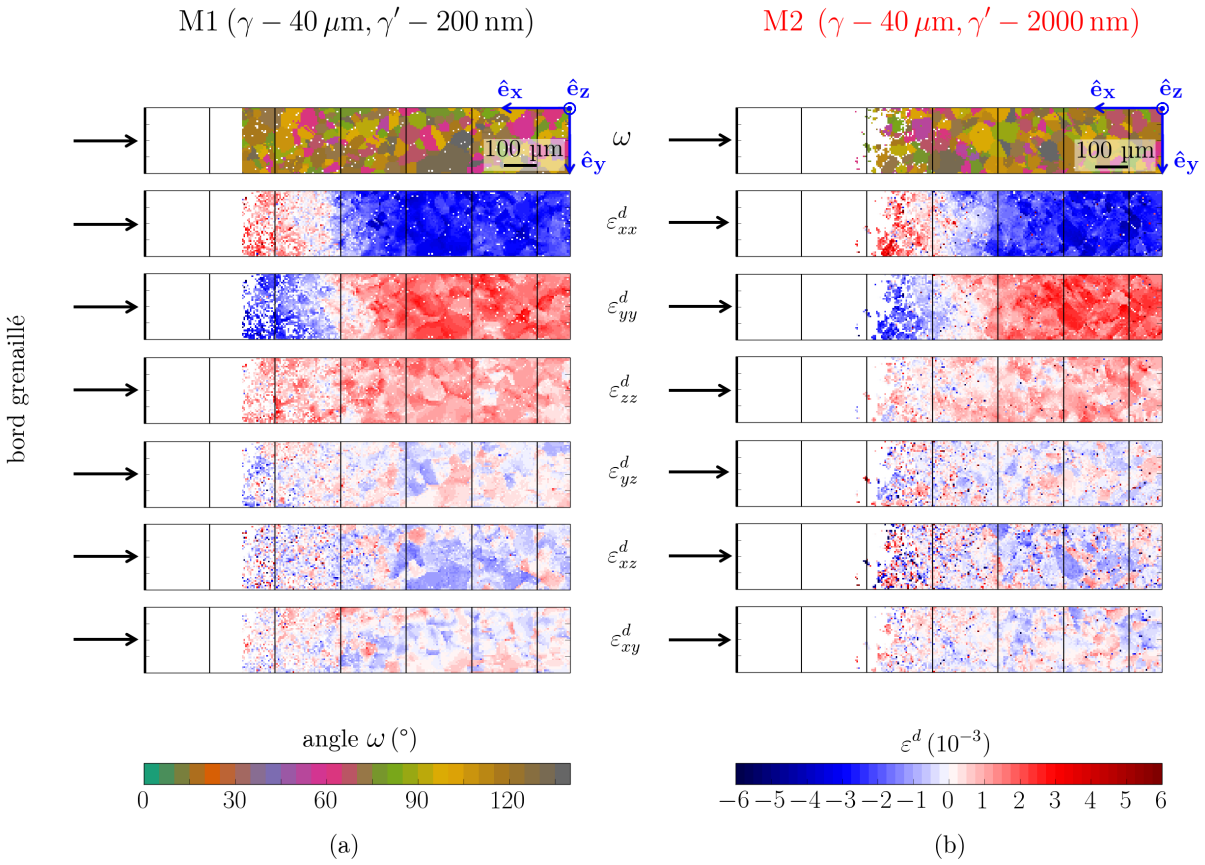


FIGURE G.5 – Cartographies ($1 \times 0,2$ mm^2 avec un pas de 0,005 mm) d'orientation des grains dans la représentation axe-angle et six composantes du tenseur déviatorique de déformations après grenaillage pour les états microstructuraux M1 (a) et M2 (b). Le bord grenaillé est à gauche et représenté par une ligne verticale et épaisse. Chaque ligne fine verticale représente un incrément de 200 µm. Le repère ($\hat{e}_x$, $\hat{e}_y$, $\hat{e}_z$) représente le repère dans lequel le tenseur déviatorique des déformations est exprimé.

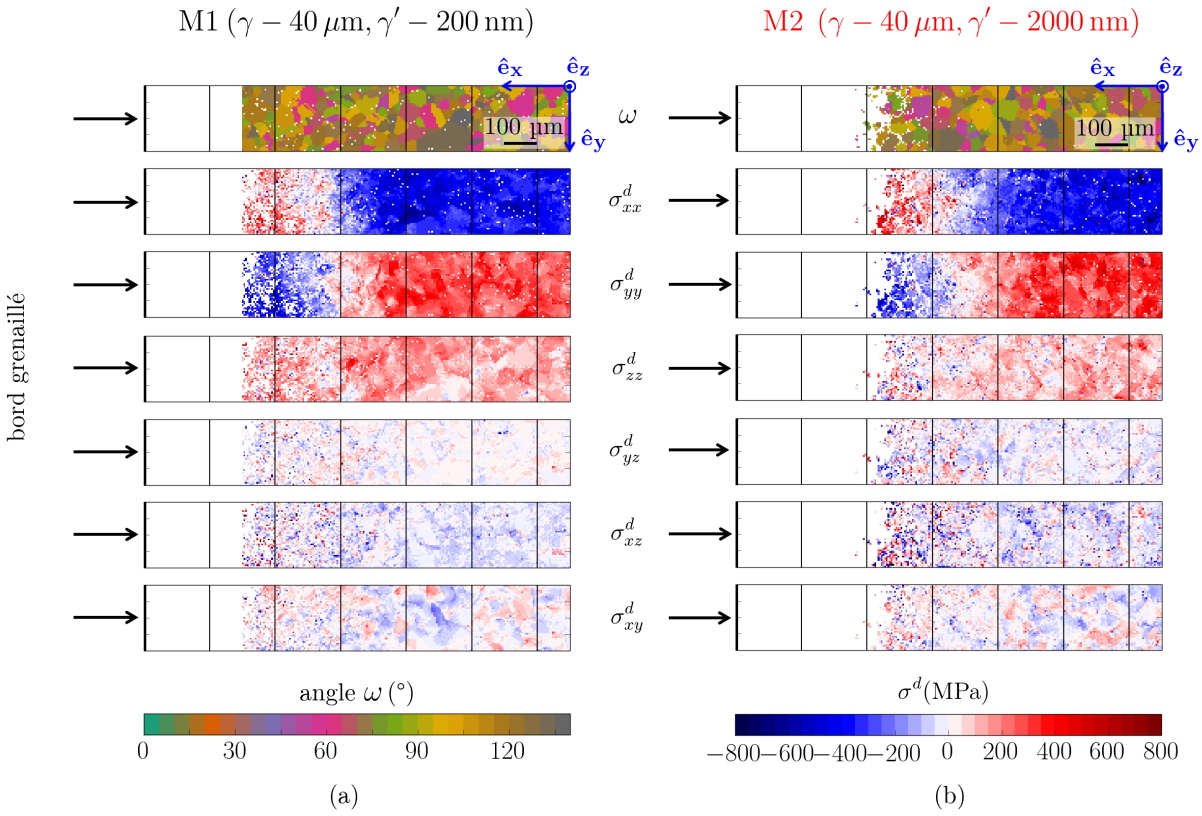


FIGURE G.6 – Cartographies ($1 \times 0,2$ mm^2 avec un pas de 0,005 mm) d'orientation des grains dans la représentation axe-angle et six composantes du tenseur déviatorique de contraintes après grenaillage pour les états microstructuraux M1 (a) et M2 (b). Le bord grenaillé est à gauche et représenté par une ligne verticale et épaisse. Chaque ligne fine verticale représente un incrément de 200 µm. Le repère ($\hat{\mathrm{e}}_\mathrm{x}$, $\hat{\mathrm{e}}_\mathrm{y}$, $\hat{\mathrm{e}}_\mathrm{z}$) représente le repère dans lequel le tenseur déviatorique des déformations est exprimé.

H Compléments sur les profils de déformations et de contraintes déterminés avec la méthode des « $\sin^2\psi$ »

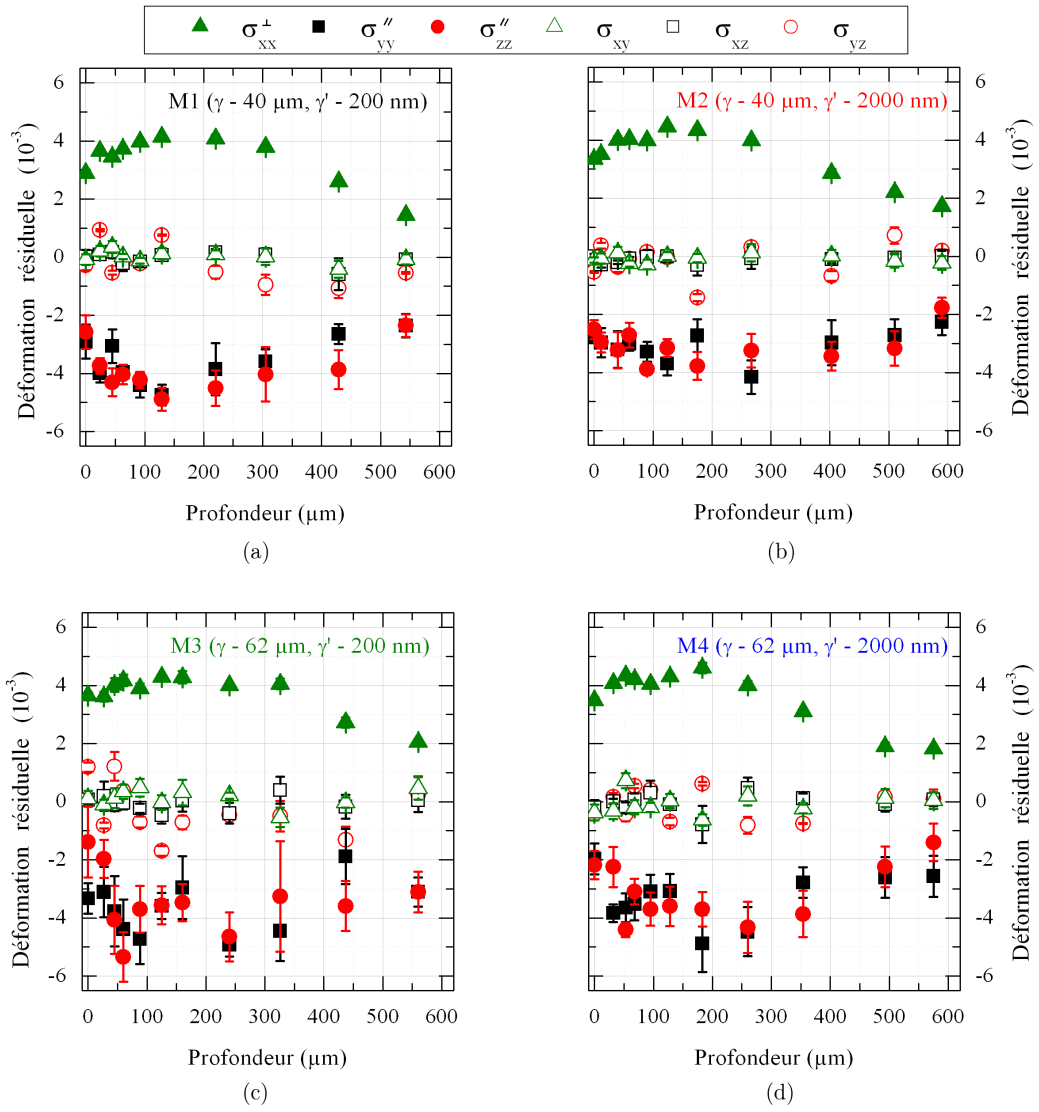


FIGURE H.1 – Profils de déformations totales et corrigées après l'enlevement de matiere [160] à l'issue du grenaillage pour les quatre états microstructuraux : (a) M1 (γ – 40 µm, γ' – 200 nm), (b) M2 (γ – 40 µm, γ' – 2000 nm), (c) M3 (γ – 62 µm, γ' – 200 nm) et (d) M4 (γ – 62 µm, γ' – 2000 nm).

Bibliographie

[1] Laboratoire d'Etude des Microstructures, Journée du LEM, Centre Port Royal, 19-21 décembre 2017.

[2] R.V. Miner, J. Gayda, and R.D. Maier. Fatigue and creep-fatigue deformation of several nickel-base superalloys at 650°C. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 13(10) :1755–1765, 1982.

[3] K.R. Bain, M.L. Gambonea, J.M. Hyzak, and M.C. Thomas. Development of damage tolerant microstructures in Udimet 720. In S. Reichman, D.N. Duhl, G. Maurer, S. Antolovich, and C. Lund, editors, *Superalloys 1988,* 13-22. TMS, Warrendale, PA, USA, 1988.

[4] R.C. Reed. *The Superalloys : Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press, 2006.

[5] G. Boittin, D. Locq, A. Rafray, P. Caron, P. Kanouté, F. Gallerneau, and G. Cailletaud. Influence of γ' precipitate size and distribution on LCF behavior of a PM disk superalloy. In E.S. Huron, R.C. Reed, M.C. Hardy, M.J. Mills, R.E. Montero, P.D. Portella, and J. Telesman, editors, *Superalloys 2012,* 167-176. TMS, Warrendale, PA, USA, 2012.

[6] J. Gayda. Dual microstructure heat treatment of a nickel-base disk alloy. Rapport technique, Glenn Research Center, NASA, 2001.

[7] D. Locq and P. Caron. On some advanced nickel-based superalloys for disk applications. *AerospaceLab*, 3 :1–9, 2011.

[8] N. Gayraud, F. Moret, and Y. Desvalley. Etude expérimentale et simulation numérique de la cinétique de précipitation γ' et de l'évolution microstructurale dans le superalliage N18 au cours de la trempe. *Journal de Physique IV*, 5(C3) :225–235, 1995.

[9] A. Morançais, M. Fèvre, P. Kanoute, S. Kruch, and M. François. Impact of residual stresses on the fatigue behavior of a nickel-based superalloy. In *Materials Science Forum* 768, 747-754. Trans Tech Publications, 2014.

[10] A. Morançais. *Effet du grenaillage sur la durée de vie des aubes monocristallines de turbine*. Thèse de doctorat, Université de Technologie de Troyes, 2016.

[11] W. Cao, M. Khadhraoui, B. Brenier, J.Y. Guédou, and L. Castex. Thermomechanical relaxation of residual stress in shot peened nickel base superalloy. *Materials Science and Technology*, 10(11) :947–954, 1994.

[12] D.J. Buchanan and R. John. Relaxation of shot-peened residual stresses under creep loading. *Scripta Materialia*, 59(3) :286–289, 2008.

[13] R. John, D.J. Buchanan, M.J. Caton, and S.K. Jha. Stability of shot peen residual stresses in IN100 subjected to creep and fatigue loading. *Procedia Engineering*, 2(1) :1887–1893, 2010.

[14] M. Khadhraoui, W. Cao, L. Castex, and J.Y. Guédou. Experimental investigations and modelling of relaxation behaviour of shot peening residual stresses at high temperature for nickel base superalloys. *Materials Science and Technology*, 13(4) :360–367, 1997.

[15] A. Evans, S.B. Kim, J. Shackleton, G. Bruno, M. Preuss, and P.J. Withers. Relaxation of residual stress in shot peened Udimet 720Li under high temperature isothermal fatigue. *International Journal of Fatigue*, 27(10-12) :1530–1534, 2005.

[16] G. Boittin. *Expérimentation numérique pour l'aide à la spécification de la microstructure et des propriétés mécaniques d'un superalliage base Ni pour les applications moteurs.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011.

[17] S.T. Wlodek, M. Kelly, and D. Alden. The structure of N18. In S.D. Antolovich, R.W. Stusrud, R.A. MacKay, D.L. Anton, T. Khan, R.D. Kissinger, and D.L. Klarstmm, editors, *Superalloys 1992,* 467-476. TMS, Warrendale, PA, USA, 1992.

[18] E. Cadel, D. Lemarchand, S. Chambreland, and D. Blavette. Atom probe tomography investigation of the microstructure of superalloys N18. *Acta Materialia*, 50(5) :957–966, 2002.

[19] B. Flageolet, P. Villechaise, M. Jouiad, and J. Mendez. Ageing characterization of the powder metallurgy superalloy N18. In K.A. Green, T.M. Pollock, H. Harada, T.E. Howson, R.C. Reed, J.J. Schirra, and S. Walston, editors, *Superalloys 2004,* 371-379. TMS, Warrendale, PA, USA, 2004.

[20] M.C. Hardy, B. Zirbel, G. Shen, and R. Shankar. Developing damage tolerance and creep resistance in a high strength nickel alloy for disc applications. In K.A. Green, T.M. Pollock, H. Harada, T.E. Howson, R.C. Reed, J.J. Schirra, and S. Walston, editors, *Superalloys 2004,* 83-90. TMS, Warrendale, PA, USA, 2004.

[21] D. Furrer and H. Fecht. Ni-based superalloys for turbine discs. *Journal of The Minerals, Metals and Materials Society*, 51(1) :14–17, 1999.

[22] J.Y. Guedou, J.C. Lautridou, and Y. Honnorat. N18, powder metallurgy superalloy for disks : Development and applications. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2(4) :551–556, 1993.

[23] C. Ducrocq, A. Lasalmonie, and Y. Honnora. N18, a new damage tolerant PM superalloy for high temperature. In S. Reichman, D.N. Duhl, G. Maurer, S. Antolovich, and C. Lund, editors, *Superalloys 1988,* 63-72. TMS, Warrendale, PA, USA, 1988.

[24] J. Radavich and D. Furrer. Assement of russian P/M superalloy EP741NP. In K.A. Green, T.M. Pollock, H. Harada, T.E. Howson, R.C. Reed, J.J. Schirra, and S. Walston, editors, *Superalloys 2004,* 381-390. TMS, Warrendale, PA, USA, 2004.

[25] M.R. Jahangiri, S.M.A. Boutorabi, and H. Arabi. Study on incipient melting in cast Ni base IN939 superalloy during solution annealing and its effect on hot workability. *Materials Science and Technology*, 28(12) :1402–1413, 2012.

[26] R.K. Sidhu, O.A. Ojo, and M.C. Chaturvedi. Sub-solidus melting of directionally solidified René 80 superalloy during solution heat treatment. *Journal of Materials Science*, 43(10) :3612–3617, 2008.

[27] H.S. Lee, D.H. Kim, D.S. Kim, and K.B. Yoo. Microstructural changes by heat treatment for single crystal superalloy exposed at high temperature. *Journal of Alloys and Compounds*, 561 :135–141, 2013.

[28] A.M.A. Mohamed, F.H. Samuel, and S. Al-Kahtani. Influence of Mg and solution heat treatment on the occurrence of incipient melting in Al–Si–Cu–Mg cast alloys. *Materials Science and Engineering : A*, 543 :22–34, 2012.

[29] M. Chang, A.K. Koul, and C. Cooper. Damage tolerance of P/M turbine disk materials. In R.D. Kissinger, D.J. Deye, D.L. Anton, A.D. Cetel, M.V. Nathal, T. M. Pollock, and D.A. Woodford, editors, *Superalloys 1996,* 677-685. TMS, Warrendale, PA, USA, 1996.

[30] F. Sansoz. *Propagation des petites fissures de fatigue dans les zones de concentration de contraintes dans le superalliage N18.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2002.

[31] D. Locq. CARNOT SURCOUF Rapport ONERA RF 3/20003 DMSM. Rapport technique, ONERA, avril 2015.

[32] J.J. Schirra, P.L. Reynolds, E.S. Huron, K. R. Bain, and D.P. Mourer. Effect of Microstructure (and heat treatment) on the 649°C properties of advanced P/M superalloy disk materials. In K.A. Green, T.M. Pollock, H. Harada, T.E. Howson, R.C. Reed, J.J. Schirra, and S. Walston, editors, *Superalloys 2004,* 341-350. TMS, Warrendale, PA, USA, 2004.

[33] K. Thibault. *Influence de la microstructure sur le glissement inter granulaire lors du fluage d'un superalliage pour disques.* Thèse de doctorat, Université de Grenoble, 2012.

[34] M. Soucail, F. Passilly, H. Octor, and M. Marty. Recristallisation et contrôle de la taille de grain de l'alliage N18. Rapport technique, ONERA, 1994.

[35] G. Lemaitre. Influence de la granulométrie sur l'évolution microstructurale et mécanique d'un superalliage base nickel, l'Astroloy, élaboré par la métallurgie des poudres. Rapport de master, C.N.A.M Paris, 1992.

[36] M. Soucail, F. Passilly, H. Octor, and M. Marty. Recristallisation et contrôle de la taille de grain de l'alliage N18. Rapport technique, ONERA, Janvier 1995.

[37] M. Soucail, F. Passilly, H. Octor, and M. Marty. Recristallisation et contrôle de la taille de grain de l'alliage N18. Rapport technique, ONERA, Janvier 1996.

[38] M. Soucail, M. Marty, and H. Octor. Development of coarse grain structures in a powder metallurgy nickel base superalloy N18. *Scripta Materialia*, 34(4) :519–525, 1996.

[39] Y.P.M. Desvalles, J.M.P.M. Franchet, M. Marty, H. Octor, F. Passilly, and M. Soucail. Procède de traitement thermique d'un superalliage à base de nickel, 1997.

[40] S. Takahashi, S. Nishkiori, M. Hosoya, M. Arai, M. Takekawa, and K. Tahara. Development of turbine disk materials for aircraft engines. In *Proceedings of the International Gas Turbine Congress*, 2003.

[41] N. Gayraud, F. Moret, X. Baillin, and P. Mosser. Precipitation kinetics in N18 P/M superalloy : experimental study and numerical modelling. *Journal de Physique IV*, 03(C7) :271–276, 1993.

[42] J.R. Groh. Effect of coolling rate from solution heat treatment on Waspaloy microstructure and properties. In R.D. Kissinger, D.J. Deye, D.L. Anton, A.D. Cetel, M.V. Nathal, T. M. Pollock, and D.A. Woodford, editors, *Superalloys 1996,* 621-626. TMS, Warrendale, PA, USA, 1996.

[43] W. Milligan, E. Orth, J. Schirra, and M. Savage. Effects of microstructure on the high temperature constitutive behavior of IN 100. In K.A. Green, T.M. Pollock, H. Harada, T.E. Howson, R.C. Reed, J.J. Schirra, and S. Walston, editors, *Superalloys 2004,* 331-339. TMS, Warrendale, PA, USA, 2004.

[44] P.R. Bhowal, E.F. Wright, and E.L. Raymond. Effects of cooling rate and γ' morphology on creep and stress-rupture properties of a powder metallurgy superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 21(6) :1709–1717, 1990.

[45] R.A. Ricks, A.J. Porter, and R.C. Ecob. The growth of γ' precipitates in nickel-base superalloys. *Acta Metallurgica*, 31(1) :43–53, 1983.

[46] T. Grosdidier, A. Hazotte, and A. Simon. Precipitation and dissolution processes in γ/γ' single crystal nickel-based superalloys. *Materials Science and Engineering : A*, 256(1-2) :183–196, 1998.

[47] S.K. Jain, B.A. Ewing, and C.A. Yin. The development of improved performance PM Udimet 720 Turbine Disks. In T.M. Pollock, RD. Kissinger, R.R. Bowman, K.A. Green, M. McLean, S. Olson, and J.J. Schirra, editors, *Superalloys 2000,* 785-794. TMS, Warrendale, PA, USA, 2000.

[48] R.B. Frank and R.K. Mahidhara. Effect of heat treatment on mechanical properties and microstructure of Alloy 901. In S. Reichman, D.N. Duhl, G. Maurer, S. Antolovich, and C. Lund, editors, *Superalloys 1988,* 23-32. TMS, Warrendale, PA, USA, 1988.

[49] G. Hochstetter. *Propagation des fissures à haute température dans le superalliage N18 pour disques de turbomachines. Interactions entre la nature des sollicitations mécaniques et des effets d'oxydation.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1994.

[50] F. Torster, G. Baumeister, J. Albrecht, G. Lütjering, D. Helm, and M.A. Daeubler. Influence of grain size and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of the nickel-base superalloy Udimet 720Li. *Materials Science and Engineering : A*, 234 :189–192, 1997.

[51] J. Albrecht. Comparing fatigue behavior of titanium and nickel-based alloys. *Materials Science and Engineering : A*, 263(2) :176–186, 1999.

[52] C. Raisson and J.H. Davidson. N18, a new generation PM superalloy for critical turbine components. In *High temperature Materials for Power Engineering*, 1990.

[53] M.L. Brogdon and A.H. Rosenberger. Evaluation of the influence of grain structure on the fatigue variability of Waspaloy. In R.C. Reed, K.A. Green, P. Caron, T.P. Gabb, M.G. Fahrmann, E.S. Huron, and S.A. Woodard, editors, *Superalloys 2008,* 583-588. TMS, Warrendale, PA, USA, 2008.

[54] S. Berbenni, V. Favier, and M. Berveiller. Impact of the grain size distribution on the yield stress of heterogeneous materials. *International Journal of Plasticity*, 23(1) :114–142, 2007.

[55] J.L. Castagné. Durcissement par des précipités ordonnés. *Journal de Physique Colloques*, 27(C3) :233–239, 1966.

[56] W. Huther and B. Reppich. Interaction of dislocations with coherent, stree-free ordered particles. *Zeitschrift für Metallkunde*, 69(10) :628–634, 1978.

[57] Information sur http ://deuns.chez.com/sciences/matiere/disloc34.html, vu le 1 septembre 2017.

[58] T.P. Gabb, P.T. Kantzos, J. Telesman, J. Gayda, C.K. Sudbrack, and B. Palsa. Fatigue resistance of the grain size transition zone in a dual microstructure superalloy disk. *International Journal of Fatigue*, 33(3) :414–426, 2011.

[59] J. Miao, T.M. Pollock, and J. Wayne Jones. Crystallographic fatigue crack initiation in nickel-based superalloy René 88DT at elevated temperature. *Acta Materialia*, 57(20) :5964–5974, 2009.

[60] N. Spath, V. Zerrouki, P. Poubanne, and J.Y. Guedou. 718 Superalloy Forging Simulation : A Way to Improve Process and Material Potentialities. In *5th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives 2010*, 2001.

[61] V. Subramanya Sarma, M. Sundararaman, and K. A. Padmanabhan. Effect of γ' size on room temperature low cycle fatigue behaviour of a nickel base superalloy. *Materials Science and Technology*, 14(7) :669–675, 1998.

[62] J. Barralis, L. Castex, and G. Maeder. Précontraintes et traitements superficiels. Rapport technique, Technique de l'ingénieur, 1999.

[63] P. Forget, J.L. Strudel, M. Jeandin, J. Lu, and L. Castex. Laser shock surface treatment of Ni-based superalloys. *Materials and Manufacturing Processes*, 5(4) :501–528, 1990.

[64] D. Viereck, D. Löhe, O. Vöhringer, and E. Macherauch. Relaxation of residual stresses in a nickel-base superalloy due to dislocation creep. *Strength of Metals and Alloys*, 1 :14–19, 1991.

[65] B. Décamps, M. Condat, T. Puig, and C. Bourda. Shearing of γ' precipitates in Waspaloy deformed by laser shock. *Physica Status Solidi (a)*, 125(1) :7–11, 1991.

[66] C. Bourda, T. Puig, B. Decamps, and M. Condat. Deformation of a γ/γ' Waspaloy after laser shock. In *Proceedings Volume 1502, Industrial and Scientific Uses of High-Power Lasers,* 148-159, 1991.

[67] O.M.D.M. Messé, S. Stekovic, M.C. Hardy, and C.M.F. Rae. Characterization of plastic deformation induced by shot-peening in a Ni-base superalloy. *Journal of The Minerals, Metals and Materials Society*, 66(12) :2502–2515, 2014.

[68] B.J. Foss, S. Gray, M.C. Hardy, S. Stekovic, D.S. McPhail, and B.A. Shollock. Analysis of shot-peening and residual stress relaxation in the nickel-based superalloy RR1000. *Acta Materialia*, 61(7) :2548–2559, 2013.

[69] D.J. Child, G.D. West, and R.C. Thomson. Assessment of surface hardening effects from shot peening on a Ni-based alloy using electron backscatter diffraction techniques. *Acta Materialia*, 59(12) :4825–4834, 2011.

[70] K.A. Soady, B.G. Mellor, G.D. West, G. Harrison, A. Morris, and P.A.S. Reed. Evaluating surface deformation and near surface strain hardening resulting from shot peening a tempered martensitic steel and application to low cycle fatigue. *International Journal of Fatigue*, 54 :106–117, 2013.

[71] W. Renzhi, Z. Xuecong, S. Deyua, and Y. Yuanfa. Shot-peening of superalloys and its fatigue properties at elevated temperature. In *Proceedings of the 1st International Conference for Shot Peening,* 395-403, 1981.

[72] R. Jilai, W. Renzhi, and L. Xiangbin. Investigation on shot peening strengthening of René 95 powder alloy. In *Proceedings of the 6th International Conference for Shot Peening,* 338-347, 1996.

[73] W.F. He, Y.H. Li, Q.P. Li, H.L. Liu, Y.Q. Li, and R.J. Liu. The effects of laser shock peening on fatigue life in Ni-based superalloy. In *Advanced Materials Research,* 135, 209-214. Trans Tech Publications, 2010.

[74] S. Cruchley, M.P. Taylor, H.E. Evans, P. Bowen, M.C. Hardy, and S. Stekovic. Microstructural characterisation of high temperature oxidation of nickel base superalloy RR1000 and the effect of shot-peening. In E.S. Huron, R.C. Reed, M.C. Hardy, M.J. Mills, R.E. Montero, P.D. Portella, and J. Telesman, editors, *Superalloys 2012,* 751-758. TMS, Warrendale, PA, USA, 2012.

[75] M. Tufft. Shot peen impact on life, part 2 : single particule impact tests using production shot. In *Proceedings of the 7th International Conference for Shot Peening,* 254-263, 1999.

[76] J. Luo and P. Bowen. Effects of temperature and shot peening on S-N behavior of a PM Ni-base superalloy Udimet 720. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35(3) :1007–1016, 2004.

[77] C.M. Verpoort and C. Gerdes. Influence of shot peening on material properties and the controlled shot peening of turbine blades. *Metal behaviour and surface engineering,* 11-70, 1989.

[78] A.S. Gill. *A Study of the Effects of Laser Shock Peening on Residual Stress, Microstructure and Local Properties of IN718 Ni-Base Superalloy.* Thèse de doctorat, University of Cincinnati, 2012.

[79] P.S. Prevéy, D. Hornbach, and P. Mason. Thermal residual stress relaxation and distortion in surface enhanced gas turbine engine components. In *Proceedings of the 20th ASM Materials Solution Conference & Exposition*, 1998.

[80] S.B. Kim, J. Shackleton, M. Preuss, P.J. Withers, A. Evans, and G. Bruno. Stress relaxation of shot-peened Udimet 720Li under solely elevated-temperature exposure and under isothermal fatigue. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36(11) :3041–3053, 2005.

[81] V. Schulze. *Chapter 4 : Changes of Surface States due to Thermal Loading.* John Wiley & Sons, 2006.

[82] O. Vöhringer. Relaxation of residual stresses by annealing or mechanical treatment. *Pergamon Press, Advances in Surface Treatments. Technology-Applications-Effects*, 4 :367–396, 1987.

[83] W.Z. Zhuang and G.R. Halford. Investigation of residual stress relaxation under cyclic load. *International Journal of Fatigue*, 23, Supplément 1 :31–37, 2001.

[84] K. Dalaei, B. Karlsson, and L.E. Svensson. Stability of residual stresses created by shot peening of pearlitic steel and their influence on fatigue behaviour. *Procedia Engineering*, 2(1) :613–622, 2010.

[85] E. Machenbauch and P. Muller. Das $sin^2\psi$ verfahren der röntgengraphischen spannungsmessung. *Zeitchrift für Angewandte Physik*, 7 :305–312, 1961.

[86] A. Allen, C. Andreani, M.T. Hutchings, and C.G. Windsor. Measurement of internal stress within bulk materials using neutron diffraction. *NDT International*, 14(5) :249–254, 1981.

[87] L. Pintschovius, V. Jung, E. Macherauch, R. Schäfer, and O. Vöhringer. *Determination of Residual Stress Distributions in the Interior of Technical Parts by Means of Neutron Diffraction.* Springer US, 1982.

[88] N.W. Bonner, R.C. Wimpory, G.A. Webster A.T. Fry, and F.A. Kandil. Measurement of residual stress through a shot peened surface subjected to successive material removal. In *Materials Science Forum,* 404, 653-658. Trans Tech Publications, 2002.

[89] A. Ezeilo, G. Webster, P.S. Webster, and P.S. Webster. Comparison of shot peening residual stress distributions in a selection of material. In *Proceedings of the 5th International Conference for Shot Peening,* 274-281, 1993.

[90] G.A. Webster, A.N. Ezeilo, and A. Furrer. Principles of the measurement of residual stress by neutron diffraction. *New Instruments and Science around SINQ,* 217-234, 1996.

[91] G.A. Webster and A.N. Ezeilo. Residual stress distributions and their influence on fatigue lifetimes. *International Journal of Fatigue*, 23, Supplément 1 :375–383, 2001.

[92] H.J. Stone, R.C Reed, and T.M. Holden. Determination of the plane specific elastic constants of Waspaloy using neutron diffraction. *Scripta Materialia*, 40(3) :353–358, 1999.

[93] H.J. Stone, P.J. Withers, S.M. Roberts, R.C. Reed, and T.M. Holden. Comparison of three different techniques for measuring the residual stresses in an electron beam-welded plate of Waspaloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30(7) :1797–1808, 1999.

[94] M. Preuss, J. Quinta da Fonseca, B. Grant, E. Knoche, R. Moat, and M. Daymond. The effect of γ' particle size on the deformation mechanism in an advanced polycrystalline nickel-base superalloy. In R.C. Reed, K.A. Green, P. Caron, T.P. Gabb, M.G. Fahrmann, E.S. Huron, and S.A. Woodard, editors, *Superalloys 2008,* 405-414. TMS, Warrendale, PA, USA, 2008.

[95] L.D. Connor, H.J. Stone, D.M. Collins, M. Preuss, M.C. Hardy, and C.M.F. Rae. The effect of cooling rate from solution on the lattice misfit during isothermal aging of a Ni-base superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 45(5) :2436–2444, 2014.

[96] P.S. Prevéy. The measurement of subsurface residual stress and cold work distributions in nickel base alloys. In *Residual Stress in Design, Process and Material Selection,* 11-19, 1987.

[97] V. Hauk. *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods.* Elsevier Science, 1997.

[98] B. Ortner. Röntgenographische spannungsmessung an einkristallinen proben. *Eigenspannungen, Karlsruhe*, 2 :49–68, 1983.

[99] M. François. Analyse de contraintes résiduelles dans les monocristaux et les matériaux à gros grains par diffraction des rayons X. Rapport de master, ENSCP-Université Paris VI, 1987.

[100] A. Morançais, M. Fèvre, M. François, N. Guel, S. Kruch, P. Kanouté, and A. Longuet. Residual stress determination in a shot-peened nickel-based single-crystal superalloy using X-ray diffraction. *Journal of Applied Crystallography*, 48(6) :1761–1776, 2015.

[101] W. Huang. *Contribution à l'analyse par diffractomètre X des déformations et des contraintes à l'échelle des grains.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2007.

[102] O. Sicardy, X. Biquard, F. Rieutord, O. Robach, and O. Ulrich. Détermination de contraintes résiduelles locales par micro-diffraction en faisceau blanc et faisceau monochromatique sur la ligne CRG IF-BM32 de l'ESRF. *18° congrès français de mécanique, Grenoble, 27-31 aout 2007*, 2007.

[103] G.E. Ice, J.S. Chung, W. Lowe, E. Williams, and J. Edelman. Small-displacement monochromator for microdiffraction experiments. *Review of Scientific Instruments*, 71(5) :2001–2006, 2000.

[104] O. Robach, J.S. Micha, O. Ulrich, and P. Gergaud. Full local elastic strain tensor from Laue microdiffraction : simultaneous Laue pattern and spot energy measurement. *Journal of Applied Crystallography*, 44(4) :688–696, 2011.

[105] R. Rebonato, G.E. Ice, A. Habenschuss, and J.C. Bilello. High-resolution microdiffraction study of notch-tip deformation in Mo single crystals using X-ray synchrotron radiation. *Philosophical Magazine A*, 60(5) :571–583, 1989.

[106] H. Bale. Polychromatic micro X-ray beam strain analysis of aluminum sapphire composite. Rapport de master, College of the Oklahoma State University, 2002.

[107] O. Robach, J.S. Micha, O. Ulrich, O. Geaymond, O. Sicardy, J. Härtwig, and F. Rieutord. A tunable multicolour "Rainbow" filter for improved stress and dislocation density field mapping in polycrystals using X-ray Laue microdiffraction. *Acta Crystallographica Section A*, 69(2) :164–170, 2013.

[108] R. Barabash, G.E. Ice, B.C. Larson, G.M. Pharr, K.S. Chung, and W. Yang. White microbeam diffraction from distorted crystals. *Applied Physics Letters*, 79(6) :749–751, 2001.

[109] R.I. Barabash, G.E. Ice, and F.J. Walker. Quantitative microdiffraction from deformed crystals with unpaired dislocations and dislocation walls. *Journal of Applied Physics*, 93(3) :1457–1464, 2003.

[110] R. Maaβ, D. Grolimund, S. Van Petegem, M. Willimann, M. Jensen, H. Van Swygenhoven, T. Lehnert, M.A.M. Gijs, C.A. Volkert, E.T. Lilleodden, and R. Schwaiger. Defect structure in micropillars using X-ray microdiffraction. *Applied Physics Letters*, 89(15) :151905, 2006.

[111] C. Kirchlechner, D. Kiener, C. Motz, S. Labat, N. Vaxelaire, O. Perroud, J.S. Micha, O. Ulrich, O. Thomas, G. Dehm, and J. Keckes. Dislocation storage in single slip-oriented Cu micro-tensile samples : new insights via X-ray microdiffraction. *Philosophical Magazine*, 91(7-9) :1256–1264, 2011.

[112] T. Ohashi, R.I. Barabash, J.W.L. Pang, G.E. Ice, and O.M. Barabash. X-ray microdiffraction and strain gradient crystal plasticity studies of geometrically necessary dislocations near a Ni bicrystal grain boundary. *International Journal of Plasticity*, 25(5) :920–941, 2009.

[113] G.E. Ice and R.I. Barabash. *Chapter 79 : White Beam Microdiffraction and Dislocations Gradients.* Elsevier, 2007.

[114] O. Robach, C. Kirchlechner, J.S. Micha, O. Ulrich, X. Biquard, O. Geaymond, O. Castelnau, J. Petit, S. Berveiller, O. Sicardy, J. Villanova, and J. Rieutord. *Strain and dislocation gradients from diffraction, Chapitre 5 : Laue microdiffraction at ESRF.* Imperial College Press and World Scientific Publishing, 2012.

[115] O. Robach, J.S. Micha, O. Ulrich, G. Daveau, B. Devincre, T. Hoc, V. Consonni, G. Feuillet, and J. Petit. *Chapitre 4 : Analyse avancée des gradients d'orientation et des contraintes par microdiffraction Laue des rayons X.* dans Rayons X et Matière 5, RX2013, ISTE Editions, Eds : P. Goudeau, R. Guinebretière, 2017.

[116] E.W. Huang, R.I. Barabash, G.E. Ice, W. Liu, Y.L. Liu, J.J. Kai, and P.K. Liaw. Cyclic-loading-induced accumulation of geometrically necessary dislocations near grain boundaries in an Ni-based superalloy. *Journal of The Minerals, Metals and Materials Society*, 61(12) :53–58, 2009.

[117] O.M. Barabash, R.I. Barabash, G.E. Ice, Z. Feng, and D. Gandy. X-ray microdiffraction and EBSD study of FSP induced structural/phase transitions in a Ni-based superalloy. *Materials Science and Engineering : A*, 524(1-2) :10–19, 2009.

[118] O.M. Barabash, M. Santella, R.I. Barabash, G.E. Ice, and J. Tischler. Measuring depth-dependent dislocation densities and elastic strains in an indented Ni-based superalloy. *Journal of The Minerals, Metals and Materials Society*, 62(12) :29–34, 2010.

[119] R.I. Barabash, E.W. Huang, J.J. Wall, J.H. Wilkerson, Y. Ren, W. Liu, S.C. Vogel, G.E. Ice, L.M. Pike, and P.K. Liaw. Texture crossover : Trace from multiple grains to a subgrain. *Materials Science and Engineering : A*, 528(1) :3–10, 2010.

[120] G. Daveau. *Interaction dislocations-joints de grains en déformation plastique monotone : étude expérimentale et modélisations numériques.* Thèse de doctorat, Ecole Centrale Paris, 2012.

[121] J.F. Nye. Some geometrical relations in dislocated crystals. *Acta Metallurgica*, 1(2) :153–162, 1953.

[122] J.S. Chung and G.E. Ice. Automated indexing for texture and strain measurement with broad-bandpass X-ray microbeams. *Journal of Applied Physics*, 86(9) :5249–5255, 1999.

[123] N. Tamura, A.A. MacDowell, R. Spolenak, B.C. Valek, J.C. Bravman, W.L. Brown, R.S. Celestre, H.A. Padmore, B.W. Batterman, and J.R. Patel. Scanning X-ray microdiffraction with submicrometer white beam for strain/stress and orientation mapping in thin films. *Journal of Synchrotron Radiation*, 10(2) :137–143, 2003.

[124] H. Zhang, G.S. Cargill III, Y. Ge, A.M. Maniatty, and W. Liu. Strain evolution in Al conductor lines during electromigration. *Journal of Applied Physics*, 104(12) :123533–1–10, 2008.

[125] B.C. Valek. *X-ray microdiffraction studies of mechanical behavior and electromigration in thin film structures.* Thèse de doctorat, Stanford University, 2003.

[126] R. Spolenak, W.L. Brown, N. Tamura, A.A. MacDowell, R.S. Celestre, H.A. Padmore, B. Valek, J.C. Bravman, T. Marieb, H. Fujimoto, B.W. Batterman, and J.R. Patel. Local plasticity of Al thin films as revealed by X-ray microdiffraction. *Physical Review Letters*, 90 :096102, 2003.

[127] J. Chao, A. Mark, M.L. Suominen Fuller, R.I. Barabash, N.S. McIntyre, R.A. Holt, R.J. Klassen, and W. Liu. X-ray Micro Laue Diffraction and Neutron Diffraction Analysis of Residual Elastic Strains in a 1 % Uniaxial Tensile Tested Nickel Alloy 600 Sample. *MRS Proceedings*, 1137, 2008.

[128] J. Chao, A. Mark, M.L. Suominen Fuller, N.S. McIntyre, R.A. Holt, R.J. Klassen, and W. Liu. Study of residual elastic-and plastic-deformation in uniaxial tensile strained nickel-based Alloy 600 samples by polychromatic X-ray microdiffraction (PXM) and neutron diffraction methods. *Materials Science and Engineering : A*, 524(1-2) :20–27, 2009.

[129] F. Hofmann, X. Song, B. Abbey, T.S. Jun, and A.M. Korsunsky. High-energy transmission Laue micro-beam X-ray diffraction : a probe for intra-granular lattice orientation and elastic strain in thicker samples. *Journal of Synchrotron Radiation*, 19(3) :307–318, 2012.

[130] A.M. Korsunsky, F. Hofmann, B. Abbey, X. Song, J.P. Belnoue, C. Mocuta, and I. Dolbnya. Analysis of the internal structure and lattice (mis)orientation in individual grains of deformed CP nickel polycrystals by synchrotron X-ray micro-diffraction and microscopy. *International Journal of Fatigue*, 42 :1–13, 2012.

[131] J. Chao, M.L. Suominen Fuller, N. Sherry, J. Qin, N.S. McIntyre, J. Ulaganathan, A.G. Carcea, R.C. Newman, M. Kunz, and N. Tamura. Plastic and elastic strains in short and long cracks in Alloy 600 studied by polychromatic X-ray microdiffraction and electron backscatter diffraction. *Acta Materialia*, 60(15) :5508–5515, 2012.

[132] J. Ulganathan. *The role of local strains from prior cold work on stress corrosion cracking.* Thèse de doctorat, University of Toronto, 2014.

[133] M.L. Suominen Fuller, R.J. Klassen, N.S. McIntyre, A.R. Gerson, S. Ramamurthy, P.J. King, and W. Liu. Texture, residual strain, and plastic deformation around scratches in Alloy 600 using synchrotron X-ray Laue micro-diffraction. *Journal of Nuclear Materials*, 374(3) :482–487, 2008.

[134] H. Chen, Y. Lawrence Yao, and J.W. Kysar. Spatially resolved characterization of residual stress induced by micro scale laser shock peening. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 126(2) :226–236, 2004.

[135] H. Chen, Y. Wang, J.W. Kysar, and Y. Lawrence Yao. Systematical characterization of material response to microscale laser shock peening. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 126(4) :740–749, 2004.

[136] Y. Wang, H. Chen, J.W. Kysar, and Y. Lawrence Yao. Response of thin films and substrate to micro-scale laser shock peening. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 129(3) :485–496, 2006.

[137] S. Vukelic, Y. Wang, J.W. Kysar, and Y. Lawrence Yao. Dynamic material response of aluminum single crystal under microscale laser shock peening. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 131(3) :031015–1–10, 2009.

[138] B.C. Larson, W. Yang, G.E. Ice, J.D. Budai, and J.Z. Tischler. Three-dimensional X-ray structural microscopy with submicrometre resolution. *Nature*, 415(6874) :887–890, 2002.

[139] W. Yang, B.C Larson, J.Z Tischler, G.E Ice, J.D Budai, and W. Liu. Differential-aperture X-ray structural microscopy : a submicron-resolution three-dimensional probe of local microstructure and strain. *Micron*, 35(6) :431–439, 2004.

[140] J. Petit, M. Bornert, F. Hofmann, O. Robach, J.S. Micha, O. Ulrich, C. Le Bourlot, D. Faurie, A.M. Korsunsky, and O. Castelnau. Combining Laue microdiffraction and digital image correlation for improved measurements of the elastic strain field with micrometer spatial resolution. *Procedia IUTAM*, 4 :133–143, 2012.

[141] C. Cointre. Déclaration de conformité du disque de N18. Rapport technique, Aubert et Duval, 2011.

[142] D. Locq, D. Firmin, C. Ramusat, and P. Caron. PEA TURBOMACHINES 08-Tâche 1.7-Superalliages pour disques de turbomachines élaborés par métallurgie des poudres, RAPPORT TECHNIQUE ONERA RT 19/00950 DMMP. Rapport technique, ONERA, juin 2002.

[143] Détermination micrographique de la grosseur du grain ferritique ou austénitique des aciers. Euronorme 103-71, 1971.

[144] I.E. Benrabah. Superalliage base nickel : Impat du grenaillage sur l'état microstructurale et les propriétés mécaniques. Rapport de master, Université de Lorraine, 2017.

[145] S. Guernaoui. Contribution à l'étude des microstructures et des états de contrainte dans un superalliage base nickel. Rapport de master, Université de Lorraine, 2016.

[146] A. Reuss. Berechnung der fliessgrenze von mischkristallen auf grund plastizitätsbedingung für einkristalle. *Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik*, 9(1) :49–58, 1929.

[147] W. Voigt. *Lehrbuch der Kristallphysik*. Leipzig, U.Berlin, Teubner, 1928.

[148] R. Hill. The elastic behaviour of a crystalline aggregate. *Proceedings of the Physical Society. Section A*, 65(5) :349–354, 1952.

[149] E. Kröner. Elastic moduli of perfectly disordered composite materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 15(5) :319–329, 1967.

[150] I.C. Noyan and J.B. Cohen. *Residual Stress. Measurement by Diffraction and Interpretation*. Springer New York, 1987.

[151] C.E. Murray. Equivalence of Kröner and weighted Voigt-Reuss models for X-ray stress determination. *Journal of Applied Physics*, 113(15) :153509–, 2013.

[152] Möller and Barbers. Barbers : Röntgenographische untersuchung über spannungsverteilung und uberspannungen in flußstahl. *Mitt K.W.I. Eisenforsch, Düsseldorf 17*, 1935.

[153] F. Bollenrath, V. Hauk, and E.H. Müller. Zür berechnung der vielkristallen elastizitätskonstanten aus den werten der einkristalle. *Zeitschrift für Metallkunde*, 58 :76–82, 1967.

[154] H. Dölle and V. Hauk. Röntgenographische spannungsermittlung für eigenspannungssysteme allgemeiner orientierung. *Härterei Technische Mitteilungen*, 31 :165–168, 1976.

[155] H. Dölle. The influence of multiaxial stress states, stress gradients and elastic anisotropy on the evaluation of (residual) stresses by X-rays. *Journal of Applied Crystallography*, 12(6) :489–501, 1979.

[156] U. Welzel, J. Ligot, P. Lamparter, A.C. Vermeulen, and E.J. Mittemeijer. Stress analysis of polycrystalline thin films and surface regions by X-ray diffraction. *Journal of Applied Crystallography*, 38(1) :1–29, 2005.

[157] Information sur http ://www.csrri.iit.edu/mucal.html, vu le 1 mai 2016.

[158] T.F. Pedersen and I.L.H. Hansson. Finite element calculations for correction of residual stress profiles of coated and uncoated materials measured by X-ray diffraction. *NDT International*, 22(6) :347–352, 1989.

[159] V. Savaria, F. Bridier, and P. Bocher. Computational quantification and correction of the errors induced by layer removal for subsurface residual stress measurements. *International Journal of Mechanical Sciences*, 64(1) :184–195, 2012.

[160] M.G. Moore and W.P. Evans. Mathematical correction for stress in removed layers in X-ray diffraction residual stress analysis. *SAE Technical Papers*, 66 :340–346, 1958.

[161] O. Ulrich, X. Biquard, P. Bleuet, O. Geaymond, P. Gergaud, J.S. Micha, O. Robach, and F. Rieutord. A new white beam X-ray microdiffraction setup on the BM32 beamline at the Europea Synchrotron Radiation Facility. *Review of Scientific Instruments*, 82 :033909–1–6, 2011.

[162] A. Abboud, C. Kirchlechner, J. Keckes, T. Conka Nurdan, S. Send, J-S. Micha, O. Ulrich, R. Hartmann, L. Strüder, and U. Pietsch. Single-shot full strain tensor determination with microbeam X-ray Laue diffraction and a two-dimensional energy-dispersive detector. *Journal of Applied Crystallography*, 50 :901–908, 2017.

[163] C. Leclere, T.W. Cornelius, Z. Ren, O. Robach, J.-S. Micha, A. Davydok, O. Ulrich, G. Richter, and O. Thomas. KB scanning of X-ray beam for Laue microdiffraction on accelero-phobic samples : application to *in situ* mechanically loaded nanowires. *Journal of Synchrotron Radiation*, 23(6) :1395–1400, 2016.

[164] Information sur https ://sourceforge.net/projects/lauetools/, vu le 1 avril 2015.

[165] E. Plancher. *Mesures de champs de déformations élastique et totale pour la détermination du comportement mécanique local de matériaux cristallins.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2015.

[166] L. Priester. *Les joints de Grains, de la Théorie à l'Ingénierie.* EDP Sciences, 2006.

[167] S.I. Wright, M.M. Nowell, and D.P. Field. A review of strain analysis using electron backscatter diffraction. *Microscopy and Microanalysis*, 17(3) :316–329, 2011.

[168] F. Hofmann, S. Eve, J. Belnoue, J.S. Micha, and A.M. Korsunsky. Analysis of strain error sources in micro-beam Laue diffraction. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 660(1) :130–137, 2011.

[169] J.M.J. Den Toonder, J.A.W Van Dommelen, and F.P.T. Baaijens. The relation between single crystal elasticity and the effective elastic behaviour of polycrystalline materials : theory, measurement and computation. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 7(6) :909, 1999.

[170] M.N. Menon and F.J. Gurney. Microstructural investigation of the growth of large grains in prealloyed powder extrusions of a nickel base superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 7(5) :731–743, 1976.

[171] B. Flageolet, O. Yousfi, Y. Dahan, P. Villechaise, and J. Cormier. Characterization of microstructures containing abnormal grain growth zones in Alloy 718. In *7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives 2010*, 2010.

[172] A. Dumont. *Effet des paramètres de traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques d'un superalliage base nickel élaboré par métallurgie des poudres.* Thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Paris, 2013.

[173] H. Loyer-Danflou. *Etude de la formation des joints de grains dentelès et de leurs effets sur les propriétés mécaniques d'un superalliage à base de nickel à 700° C.* Thèse de doctorat, Université Paris XI Orsay, 1993.

[174] O.H. Kriege and L.M. Baris. The chemical partitioning of elements in gamma prime separated from precipitation-hardened, high-temperature nickel-base alloys. *American Society for Metals*, 62(2) :195–200, 1969.

[175] S.T. Wlodek, M. Kelly, and D. Alden. The structure of René 88DT. In R.D. Kissinger, D.J. Deye, D.L. Anton, A.D. Cetel, M.V. Nathal, T. M. Pollock, and D.A. Woodford, editors, *Superalloys 1996,* 129-136. TMS, Warrendale, PA, USA, 1996.

[176] S. Olovsjö, A. Wretland, and G. Sjöberg. The effect of grain size and hardness of Waspaloy on the wear of cemented carbide tools. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 50(9) :907–915, 2010.

[177] M. Yoshiba and 0. Miyagawa. High temperature corrosion fatigue and grain size control in nickel-base and nickel-iron-base superalloys. In S. Reichman, D.N. Duhl, G. Maurer, S. Antolovich, and C. Lund, editors, *Superalloys 1988,* 825-834. TMS, Warrendale, PA, USA, 1988.

[178] M.P. Jackson and R.C. Reed. Heat treatment of Udimet 720Li : the effect of microstructure on properties. *Materials Science and Engineering : A*, 259(1) :85–97, 1999.

[179] D. Tabor. The physical meaning of indentation and scratch hardness. *British Journal of Applied Physics*, 7(5) :159, 1956.

[180] B. Roebuck, D. Cox, and R. Reed. The temperature dependence of γ' volume fraction in a Ni-based single crystal superalloy from resistivity measurements. *Scripta Materialia*, 44(6) :917–921, 2001.

[181] E. Madhi and P.B. Nagy. *In-situ* resistivity monitoring of microstructure evolution in IN718 nickel-base superalloy. In *AIP Conference Proceedings,* 1096, 1209-1215, 2009.

[182] D. Basak, R. A. Overfelt, and D. Wang. Measurement of specific heat capacity and electrical resistivity of industrial alloys using pulse heating techniques. *International Journal of Thermophysics*, 24(6) :1721–1733, 2003.

[183] G. Pottlacher, H. Hosaeus, E. Kaschnitz, and A. Seifter. Thermophysical properties of solid and liquid Inconel 718 Alloy. *Scandinavian Journal of Metallurgy*, 31 :161–168, 2002.

[184] K.D. Maglic, N.L. Perovic, and A.M. Stanimirovic. Calorimetric and Transport Properties of Zircalloy 2, Zircalloy 4, and Inconei 625. *International Journal of Thermophysics*, 15(4) :1994, 1994.

[185] R.J White, S.B Fisher, K.M Miller, and G.A Swallow. A resistometric study of ageing in nimonic alloys (I). PE16. *Journal of Nuclear Materials*, 52(1) :51–58, 1974.

[186] R.J. White, G.A. Swallow, S.B. Fisher, and K.M. Miller. A resistometric study of ageing in nimonic alloys (II). 80a. *Journal of Nuclear Materials*, 55(3) :273–278, 1975.

[187] G.I Rosen, S.F. Dirnfeld, M. Bamberger, and B.Prinz. *In-situ* electrical resistivity measurements for determining formation kinetics of the γ' phase in nickel-based wrought superalloys. *Zeitschrift für Metallkunde*, 85(2) :127–130, 1994.

[188] R. L. Whelchel. Characterization of a nickel-based superalloy through electrical resistivity-microstructure relationships facilitated by small angle scattering relationships facilitated by small angle scattering. Rapport de master, Georgia Institute of Technology, 2011.

[189] V. Siva Kumar G. Kelekanjeri and R. A. Gerhardt. Etch pit and γ' precipitate evolution in controlled Waspaloy microstructures aged at 725°C, 800°C and 875°C. *Acta Materialia*, 57(2) :616–627, 2009.

[190] V. Siva Kumar G. Kelekanjeri, L. K. Moss, R. A. Gerhardt, and J. Ilavsky. Quantification of the coarsening kinetics of γ' precipitates in Waspaloy microstructures with different prior homogenizing treatments. *Acta Materialia*, 57(16) :4658–4670, 2009.

[191] F. Masoumi, D. Shahriari, M. Jahazi, J. Cormier, and A. Devaux. Kinetics and mechanisms of γ' reprecipitation in a Ni-based superalloy. *Scientific Reports*, 6 :1–14, 2016.

[192] N. Milhet Gayraud. *Etude expérimentale et modélisation de la précipitation γ' dans le superalliage N18.* Thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Grenoble, 1994.

[193] B. Flageolet. *Effet du vieillissement du superalliage base nickel N18 pour disques de turbines sur sa durabilité en fatigue et en fatigue-fluage à 700° C.* Thèse de doctorat, École nationale supérieure de mécanique et d'aérotechnique de Poitier, 2005.

[194] O. Robach, Présentation à ANF " Microdiffraction Laue : de la mesure au traitement des données ", 26 au 29 septembre 2017.

[195] Y. Honnorat. N18, damage tolerant nickel-based superalloy for military aircraft turbine discs. *Matériaux & Techniques*, 79(5-6) :19–30, 1991.

[196] J.-C. Lautridou and J.-Y. Guédou. Heat treatment upgrading on PM superalloy N18 for high temperature applications. In *Materials for Advanced Power Engineering,* 951-960, 1994.

[197] D. Dye, H.J. Stone, and R.C. Reed. A two phase elastic–plastic self-consistent model for the accumulation of microstrains in Waspaloy. *Acta Materialia*, 49(7) :1271–1283, 2001.

[198] D. Dye, J. Coakley, V.A. Vorontsov, H. Stone, and R. Rogge. Elastic moduli and load partitioning in a single crystal nickel superalloy. *Scripta Materialia*, 61 :109–112, 2009.

[199] I. Brough, P. S. Bate, and F. J. Humphreys. Optimising the angular resolution of EBSD. *Mater. Sci. Tech.*, 22(11) :1279–1286, 2006.

[200] S.I. Wright, M.M. Nowell, and J.A. Basinger. Angular precision of automated electron backscatter diffraction measurements. *Textures of Materials - ICOTOM 16*, 702 :548–553, 2012.

[201] A. Niku-Lari. Méthode de la fléche, méthode de la source de contraintes résiduelles. Rapport technique, Cetim, 1977.

[202] E. Plancher, J. Petit, C. Maurice, V. Favier, L. Saintoyant, D. Loisnard, N. Rupin, J-B. Marijon, O. Ulrich, M. Bornert, J-S. Micha, O. Robach, and O. Castelnau. On the Accuracy of Elastic Strain Field Measurements by Laue Microdiffraction and High-Resolution EBSD : a Cross-Validation Experiment. *Experimental Mechanics*, 56(3) :483–492, 2016.

[203] T. Gnäupel-Herold, P. C. Brand, and H.J. Prask. Calculation of Single-Crystal Elastic Constants for Cubic Crystal Symmetry from Powder Diffraction Data. *Journal of Applied Crystallography*, 31(6) :929–935, 1998.

[204] Z. Wang, A.D. Stoica, D. Ma, and A. M. Beese. Diffraction and single-crystal elastic constants of Inconel 625 at room and elevated temperatures determined by neutron diffraction. *Materials Science and Engineering : A*, 674 :406–412, 2016.

[205] P.E. Aba-Perea, T. Pirling, P.J. Withers, J. Kelleher, S. Kabra, and M. Preuss. Determination of the high temperature elastic properties and diffraction elastic constants of Ni-base superalloys. *Materials & Design*, 89 :856–863, 2016.

[206] C. Ducrocq, D.P.A. Lestrat, B. Maintende, J.H. Davison, M. Marty, and A. Walder. Superalliage à matrice à base de nickel notemmant élaboré en métallurgie des poudres et disque de turbomachine constitué en cet alliage, 1986.

[207] S. Everitt. *Developments in advanced high temperature disc and blade materials for aeroengine gas turbine applications.* Thèse de doctorat, University of Southampton, 2012.

Résumé

Mots clés : superalliage à base de nickel, microdiffraction Laue, microstructure, contraintes résiduelles, grenaillage.

Ce travail de thèse est consacré principalement à l'étude des relations entre la microstructure, le procédé de grenaillage et les champs de contraintes résiduelles dans le superalliage à base de nickel N18. Pour mettre en exergue le rôle de la microstructure, nous avons tout d'abord fabriqué quatre microstructures modèles de tailles de grains γ et de précipités γ' significativement différentes par différents chemins thermiques. Les échantillons ont été ensuite grenaillés par ultrason et enfin soit traités thermiquement ou sollicités en fatigue à chaud. Nous avons étudié les changements microstructuraux et mécaniques induits par chaque étape en s'appuyant sur différentes techniques de caractérisation (MEB, dureté, essais de traction et de fatigue). Nous montrons que la dureté et les propriétés en traction avant grenaillage ainsi que les modifications microstructurales et de dureté après grenaillage sont principalement dépendantes de la taille de précipités γ'. Des mesures *in situ* de résistivité électrique ont permis de suivre les cinétiques de dissolution et de précipitation de la phase γ' au cours de traitements thermiques. Les cinétiques ont été comparées à un modèle de précipitation développé pour l'alliage N18. Dans la suite, nous avons déterminé finement les contraintes résiduelles par diffraction des rayons X en laboratoire avec la méthode des « $\sin^2\psi$ » et au synchrotron avec la microdiffraction Laue couplée à des mesures d'énergies. La sensibilité de la microdiffraction a permis d'appréhender le rôle de la microstructure sur les champs de déformations et de contraintes à l'échelle du micromètre et de différencier la contribution des phases γ et γ', qui constitue l'une des principales difficultés de ce travail d'exploitation. Avant grenaillage, la déformation déviatorique est inférieure à 2×10^{-4} quelle que soit la taille de précipités γ'. À l'issue du grenaillage, un décalage des profils de déformations et de contraintes de 100 μm est observé lorsque l'on compare la microstructure contenant de fins précipités γ' (200 nm) à celle contenant des précipités γ' grossiers (2000 nm). Les profils de contraintes obtenus avec la microdiffraction Laue montrent des différences significatives en comparaison à l'état de contraintes planes attendu à coeur de l'échantillon. Enfin, nous montrons qu'à l'issue d'un maintien isotherme ou d'un essai de fatigue interrompu, les déformations déviatoriques introduites par de grenaillage sont relaxées ou redistribuées.

Abstract

Key words : nickel based superalloy, Laue microdiffraction, microstructure, residual stress, shot-peening.

This thesis is mainly devoted to the study of the relation between microstructure, shot-peening process and residual stress fields in a N18 nickel-based superalloy. To highlight the effect of the microstructure, four simplified microstructures with significantly different γ grain and γ' precipitate sizes were designed using different heat treatments. Samples were then subjected to ultrasonic shot-peening and finally either to isothermal holding or to low-cycle fatigue test. Microstructural and mechanical modifications induced by each step were studied using different characterization techniques (SEM, hardness, tensile and fatigue tests). Hardness and tensile properties prior to shot-peening as well as microstructural and hardness modifications after shot-peening mainly depend on the γ' precipitate size. *In situ* electrical resistivity measurements were used to follow γ' dissolution and precipitation kinetics during heat treatments. The kinetics was compared to a model developed for the N18 alloy. Afterward, residual stresses were determined by conventional X-ray diffraction with the « $\sin^2\psi$ » method and synchrotron Laue microdiffraction coupled with energy measurements. The sensitivity of the microdiffraction technique allowed to understand the effect of the microstructure on strain and stress fields at the micrometer scale and to separate the contribution of γ phase from that of γ' phase, which is one of the major difficulties of this analysis. Prior to shot-peening, the deviatoric strain is less than 2×10^{-4} regardless of the γ' precipitate size. After shot-peening, a shift of 100 μm on strain and stress profiles was observed between microstructures with fine γ' precipitates (200 nm) and coarse γ' precipitates (2000 nm). Stress profiles obtained with Laue microdiffraction method showed significant differences compared to the plane stress state expected in the sample. Finally, the deviatoric strains introduced by shot-peening are relaxed or redistributed after an isothermal holding or an interrupted fatigue test.