



HAL
open science

Etude par microscopie électronique en transmission des mécanismes de déformation d'un superalliage à base de Nickel en fatigue oligocyclique à haute température

Valerie Brien

► **To cite this version:**

Valerie Brien. Etude par microscopie électronique en transmission des mécanismes de déformation d'un superalliage à base de Nickel en fatigue oligocyclique à haute température. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris XI, 1995. Français. NNT : 1995PA112469 . tel-02985973

HAL Id: tel-02985973

<https://hal.science/tel-02985973>

Submitted on 2 Nov 2020

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

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

ORSAY
N° D'ORDRE : 3818

**UNIVERSITÉ DE PARIS-SUD
U.F.R. SCIENTIFIQUE D'ORSAY**

THESE

présentée

pour obtenir

**Le GRADE de DOCTEUR EN SCIENCES
DE L'UNIVERSITE PARIS XI ORSAY**

par

Valérie Brien



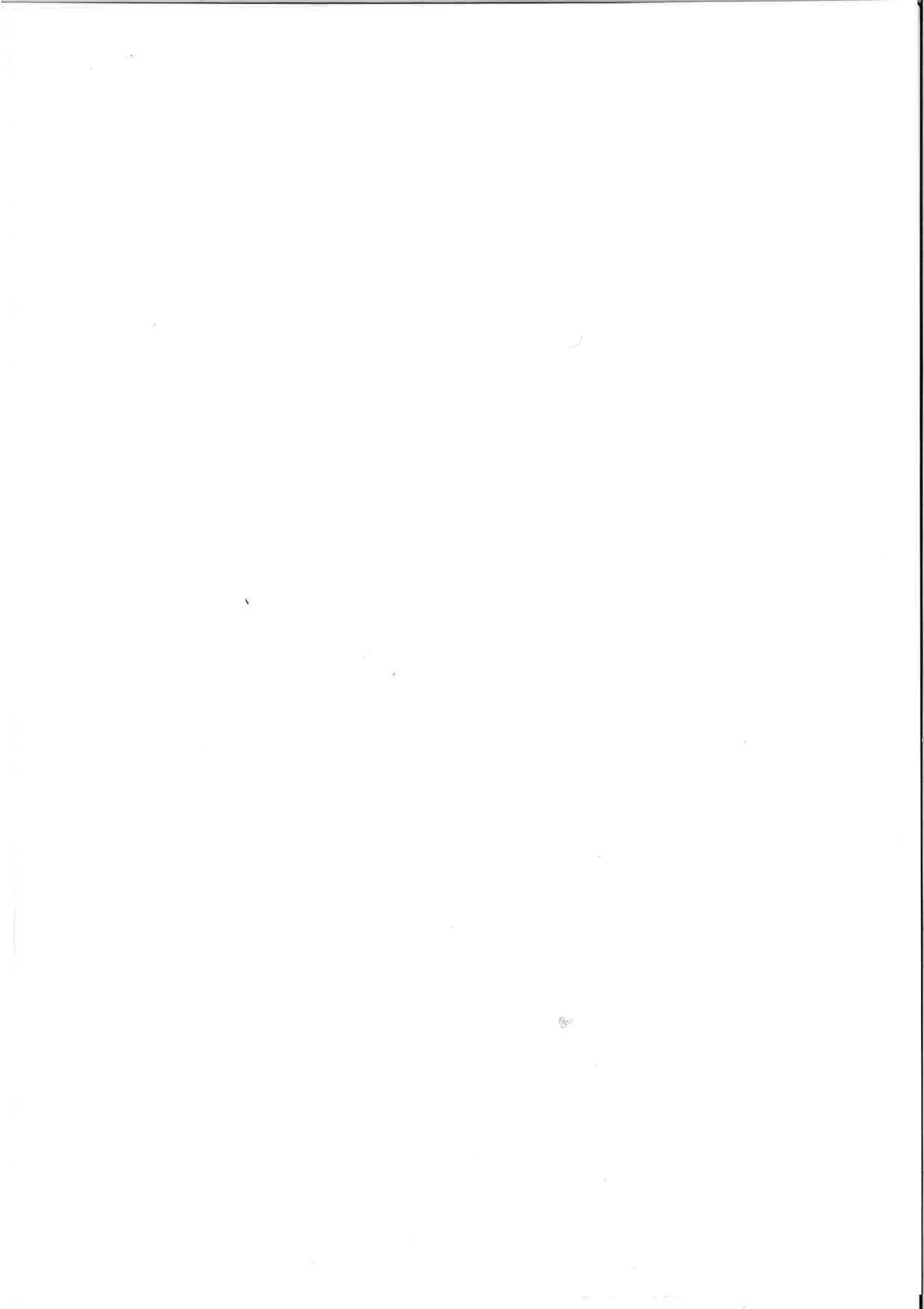
**ETUDE PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION
DES MECANISMES DE DEFORMATION
D'UN SUPERALLIAGE A BASE DE NICKEL
EN FATIGUE OLIGOCYCLIQUE A HAUTE TEMPERATURE**

Soutenue le 21 Juillet 1995
devant la commission d'examen composée de :

MM.

J. PHILIBERT	Président
L. KUBIN	Rapporteur
L. REMY	Rapporteur
H. MUGHRABI	Examinateur
G. SAADA	Examinateur
N. CLEMENT	Invitée
J.Y. GUEDOU	Invité
B. DECAMPS	Examinatrice

Thèse préparée aux :
Laboratoire d'Etudes des Microstructures (UMR 104 CNRS-ONERA) et
Laboratoire de Métallurgie Structurale (URA 1107 CNRS-Université d'Orsay)



Les travaux de cette thèse ont été réalisés au sein du Laboratoire de Métallurgie Structurale (URA 1107 CNRS-Université d'Orsay) à Orsay et au Laboratoire d'Etudes des Microstructures (UMR104 CNRS-ONERA) à Châtillon.

J'aimerais remercier ici très sincèrement tous les gens qui m'ont aidée dans cette tâche que ce soit par leur aide scientifique par leurs conseils ou leurs sourires.

Je prie ici Brigitte Décamps, directrice de ce travail, d'accepter mes remerciements aussi bien pour son attention régulière que pour m'avoir formée en Microscopie Electronique en Transmission. Je la remercie par ailleurs pour l'appréciable liberté qu'elle m'a laissée pendant ces trois ans pour mener ce travail.

Je tiens à adresser à Jean Philibert et à Patrick Veyssière ma plus sincère gratitude pour m'avoir accueillie dans leurs laboratoires. Je suis par ailleurs très touchée que Mr Philibert ait accepté de présider le jury de ma soutenance et surtout d'avoir interrompu ses vacances afin d'être présent.

Que Ladislav euh, Ladislav Kubin reçoive ici le témoignage de mes plus vifs remerciements pour les nombreuses et fructueuses discussions que nous avons eues ensemble, de ce qu'il m'a appris, ainsi que pour avoir accepté la lourde charge d'être rapporteur (bouh) de ce pavé.

Je remercie de même Luc Rémy pour l'accueil qu'il m'a réservé à l'Ecole des Mines et pour avoir accepté lui aussi la charge d'un rapport.

Je remercie le Professeur Haël Mughrabi d'avoir pris de son temps pour considérer mon travail et d'avoir honoré de sa présence le jury de ma thèse (Vielen Dank).

Que Georges Saada (bonjour Professeur) soit remercié pour les différentes discussions, toujours instructives pour moi, que nous avons eues ensemble ainsi que pour avoir participé à mon jury.

Je remercie aussi Nicole Clément et Jean-Yves Guédou pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail et leur participation au jury.

Je remercie Allan J. Morton et Darryl Jones du CSIRO pour leur accueil sympathique à Melbourne au pays des koalas et kangourous.

Enfin, je voudrais remercier avec chaleur les relecteurs et -trices pointilleux et -euses du pavé en question, tant au niveau scientifique qu'au niveau de l'orthographe ou de la rédaction : merci à Joël Douin, Patricia Donnadieu, Patrick Veyssière, David Bourgarit et Véronique Alonzo. Je n'oublie pas non plus les

francs et bienvenus coups de mains de Sophie Poulat, Juliette Juin-Bourgarit et Hocine Ibégazène (vive le découpage et le collage).

Je voudrais remercier aussi très fort Dédé Jouniaux, Françoise Nicol, Brigitte Dubois, Christiane Quesne, Christian Haut, Pedro Arevalo, Laurence Mora, Josseline Balmain et Jacques Berthon pour leurs aide, collaborations ou conseils quotidiens. Que Bernard Willot soit aussi remercié.

Puis je fais une grosse bise à tous ceux et celles que je n'ai pas cité(e)s ci-dessus et avec qui on a quand même bien rigolé : comme dit Dédé le Colombo : on n'est pas payé cher mais on se marre bien finalement.

Enfin j'ai une pensée pour mon popa et ma moman et pour mes trois frère et soeurs, ainsi que les autres proches qui ont supporté mes humeurs surtout vers la fin (et oui).

J'vous aurais bien parlé des opales, mais comme j'y connais rien ...

TABLE DES MATIERES



INTRODUCTION GENERALE

1

PARTIE 1

CHAPITRE I: PRESENTATION DU SUPERALLIAGE AM1

A/ Introduction	5
B/ L'AM1	7
1/ <i>Microstructure</i>	7
a. Présentation de l'alliage	7
b. Fraction volumique de γ'	7
c. Composition chimique.	7
d. Désaccord paramétrique	9
2/ <i>Le matériau</i>	11
3/ <i>Modes de déformation élémentaires</i>	12
a. Généralités	12
b. Défauts linéaires et planaires dans les cfc	12
c. Défauts linéaires et planaires dans la phase γ du superalliage	15
d. Défauts linéaires et planaires dans L12, Mode I, Mode II	17
α Dislocations parfaites	17
β Mode de dissociation I	17
γ Mode de dissociation II	20
e. Modes de cisaillement de la phase γ' dans le superalliage	22
α Préliminaire	22
β Mode I dans γ'	22
γ Mode II dans γ'	23
f. Résumé des modes de déformation élémentaires du superalliage	28
g. Les différents modes de durcissement du superalliage	29
α Durcissement par solution solide	29
β Durcissement structural : Contrainte d'Orowan	29
γ Durcissement provenant du désaccord paramétrique	30
δ Durcissement par cisaillement	32
4/ <i>Propriétés mécaniques macroscopiques</i>	33
a. Explication du comportement des composés L12 purs	33
b. Explication du comportement des superalliage γ/γ'	35
c. Constantes d'élasticité de l'AM1	36

5/ Traction et compression dynamique	38
a. AM1	38
b. RENE N4	39
c. SRR99	39
d. MARM200	40
e. PWA1480	41
f. CMSX2	42
g. CMSX2 et AM3	42
h. MC2	43
i. Conclusions	44

Références chapitre I	45
------------------------------	-----------

CHAPITRE II : FATIGUE OLIGOCYCLIQUE, ESSAI MECANIQUE : 49

A/ Généralités sur la fatigue	49
1/ Définition	49
2/ Notations	49
3/ Généralités	51

B/ Acquis en fatigue isotherme	54
1/ Historique général	54
2/ Alliages monophasés monocristallins	54
3/ Fatigue et alliages durcis par précipitation	55
4/ Fatigue et superalliages	56
a. AM1	56
b. RenéN4, PWA 1480	58
c. CMSX-2	59
d. CMSX-6	59
e. PWA 1480	59
f. MARM-200	61
g. Conclusions	62

Références chapitre II	63
-------------------------------	-----------

CHAPITRE III : PROCEDURES EXPERIMENTALES : 65

A/ Essais Mécaniques	65
1/ Introduction	65
2/ Essais mécaniques de fatigue	66
a. Fatigue répétée, $R_E=0$, 1ère série, CSIRO	66
b. Fatigue répétée, $R_E=0$, 2nde série, SNECMA	66
c. Fatigue alternée, $R_E=-1$, 3ème série, Ecole des Mines-Paris	68
3/ Eprouvettes	68
4/ Dépouillement des résultats	68
a. Essais avec extensomètre	68
b. Essais sans extensomètre	68
α On dispose de la courbe $F=f(d\epsilon)$	70
β On ne dispose pas de la courbe $F=f(d\epsilon)$	72
c. Remarques sur les essais mécaniques	72

B/ Orientation des monocristaux	72
C/ Microscopie électronique en transmission : MET	73
1/ <i>Préparation des lames minces</i>	73
2/ <i>MET</i>	73
3/ <i>Conditions de contraste</i>	74
4/ <i>Caractérisation des dislocations</i>	74
a. Loi d'extinction	74
b. Caractère, plan de glissement	75
c. Plan de dissociation	75
d. Signe d'une dislocation, localisation du plan supplémentaire	75
5/ <i>Nature d'un superdéfaut d'empilement (SSF)</i>	76
6/ <i>De la fidélité et de la représentativité des observations</i>	78
Références chapitre III	79

PARTIE 2

CHAPITRE IV: BUTS DE L'ETUDE, DEMARCHE ADOPTÉE	81
---	-----------

A/ Légitimité, Buts de l'étude	81
B/ Démarche expérimentale	82
1/ <i>Essais de fatigue répétée, $R_{\epsilon}=0$</i>	82
2/ <i>Essais de fatigue alternée, $R_{\epsilon}=-1$</i>	83
3/ <i>Essai de compression dynamique</i>	83
4/ <i>Essai de traction répétée, $R_{\sigma}=0$</i>	83

CHAPITRE V : RESULTATS EXPERIMENTAUX	85
---	-----------

A/ Introduction	85
B/ Notation des essais	86
C/ Fatigue répétée : $R_{\epsilon}=0$	87
1/ <i>Répartition des essais selon N et $\Delta\epsilon^t$</i>	87
2/ <i>Données expérimentales</i>	87
3/ <i>Réponse mécanique des essais $R_{\epsilon}=0$</i>	87
4/ <i>Microstructures de déformation</i>	92
a. <i>Systèmes de glissement activés</i>	92
b. <i>Essai $\Delta\epsilon_4-1$: essai de simple traction</i>	93
c. <i>Essai $\Delta\epsilon_4-2$</i>	102
d. <i>Essai $\Delta\epsilon_4-25$</i>	107
e. <i>Essai $\Delta\epsilon_4-1300$</i>	111
f. <i>Essai $\Delta\epsilon_4-1300'$</i>	116

g. Essai $\Delta\epsilon_1$ -200	117
h. Essai $\Delta\epsilon_1$ -5630-R	120
i. Essais $\Delta\epsilon_2$ -17117-R et $\Delta\epsilon_2$ -21314-R	125
j. Essai $\Delta\epsilon_3$ -3345-R	127
k. Essai $\Delta\epsilon_5$ -25	129
l. Essai $\Delta\epsilon_5$ -200	131
m. Essai $\Delta\epsilon_6$ -200	134
D/ Fatigue alternée : $R_\sigma = -1$	137
1/ Nature des essais	137
2/ Données expérimentales	137
3/ Réponse mécanique	137
4/ Microstructures de déformation	139
a. $\Delta\epsilon_4(-1)$ -1	139
b. $\Delta\epsilon_4(-1)$ -115-R	142
E/ Essai de compression $\Delta\epsilon_5$-comp-1	144
1/ Données expérimentales	144
2/ Microstructures de déformation de $\Delta\epsilon_5$ -comp-1	144
F/ Essai de traction répétée $R_\sigma = 0$, $\Delta\sigma_6$-5	146
1/ Données expérimentales	146
2/ Microstructures de déformation de $\Delta\sigma_6$ -5	146

CHAPITRE VI : DISCUSSIONS, INTERPRETATIONS SUR LES BANDES DE DEFORMATION

A/ Introduction	149
B/ Glissement octaédrique simple	150
C/ Conditions d'apparition	
1/ Apparition liée à la déformation plastique cumulée ?	150
2/ Apparition liée à autre chose ?	150
a. Les faits	150
b. Analyse	151
D/ Bandes et courbes de fatigue	151
E/ Conclusions	153
Références chapitre VI	154

CHAPITRE VII : DISCUSSIONS, CONCLUSIONS SUR LE COMPORTEMENT GÉNÉRAL 155

A/ Introduction 155

B/ Fatigue répétée $R_{\epsilon}=0$ 156

1/ Evolution générale de la microstructure de déformation en fonction de $\Delta\epsilon^t$ et N, discussions 156

- a. 1er cycle 156
 - α Systèmes de glissement 156
 - β Localisation anisotrope de la déformation 156
 - γ Localisation de la déformation aux interfaces 157
 - δ Ecart à la coïncidence et dislocations aux interfaces 158
 - ϵ Cisaillement des précipités 159
 - ϕ Contournement des précipités 160

- b. Influence du nombre de cycles en fatigue $R_{\epsilon}=0$ 162
 - α Systèmes de glissement 162
 - β Evolution du caractère anisotrope et de la déformation localisée aux interfaces 163
 - γ Ecart à la coïncidence et dislocations aux interfaces 163
 - δ Effet du nombre de cycles sur la diffusion, conséquences 163
 - ϵ Cisaillement des précipités 164
 - ϕ Contournement des précipités 164
 - η Conclusions sur l'influence de N en fatigue $R_{\epsilon}=0$ 165

- c. Influence de $\Delta\epsilon^t$ en fatigue $R_{\epsilon}=0$ 165
 - α Systèmes de glissement 165
 - β Evolution du caractère anisotrope et de la déformation localisée aux interfaces 165
 - γ Ecart à la coïncidence et dislocations aux interfaces 166
 - δ Influence de $\Delta\epsilon^t$ sur le cisaillement des précipités 166
 - ϵ Influence de $\Delta\epsilon^t$ sur la diffusion 168
 - ϕ Conclusions sur l'influence de $\Delta\epsilon^t$ en fatigue $R_{\epsilon}=0$ 168

- d. Test atypique des essais de fatigue $R_{\epsilon}=0$ - Microstructure atypique 168
 - α Présentation de l'essai 168
 - β Discussion sur la validité de l'observation 168
 - γ Mécanisme de cisaillement catastrophique 169

2/ Cartes de déformation en fatigue $R_{\epsilon}=0$ en fonction de deux paramètres N et $\Delta\epsilon^t$ 170

C/ Cas de la fatigue alternée $R_{\epsilon}=-1$ 172

- 1/ 1er cycle 172
 - a. Systèmes de glissement 172
 - b. Evolution du caractère anisotrope 172
 - c. Evolution de la localisation aux interfaces 172
 - d. Ecart à la coïncidence et dislocations aux interfaces 172
 - e. Cisaillement des précipités 173
 - f. Contournement des précipités 173

2/ Effet du nombre de cycles sur la fatigue $R_e = -1$	173
a. Ce qui n'est pas modifié	173
b. Effet du nombre de cycles sur la diffusion	173
c. Evolution du caractère anisotrope et de la localisation aux interfaces en fonction de N	174
d. Conclusions sur l'influence de N en fatigue $R_e = -1$	174
D/ Compression simple	175
1/ Compression et fatigue $R_e = -1$ à un cycle	175
2/ Compression simple et traction simple	175
E/ Traction répétée et essai de fatigue à même niveau de contrainte	176
1/ Essai $\Delta\sigma_6-5$	176
2/ Essai $\Delta\sigma_6-5$ et $\Delta\varepsilon_6-200$	176
F/ Adoucissement en terme de σ_{max} et microstructure des essais $R_e = 0$:	176
G/ CONCLUSION	
Références chapitre VII	180

CHAPITRE VIII: CALCULS DE CONCENTRATION DE CONTRAINTES

	181
A/ Introduction	181
B/ Contraintes internes	182
1/ Effet composite du superalliage	182
2/ Ecart paramétrique	187
C/ Synthèse sur les calculs de contrainte	192
D/ Evolution des contraintes en simple traction et simple compression	193
1/ Modélisation	193
2/ Conclusion	193
E/ Fatigue répétée	196
1/ Modélisation	196
2/ Conclusion	196
F/ Fatigue alternée	
1/ Modélisation	198
2/ Conclusion	198
G/ Conclusion	201
Références chapitre VIII	202



PARTIE I

CHAPITRE I



PRESENTATION DU SUPERALLIAGE AM1

A/ Introduction	5
B/ L'AM1	7
1/ Microstructure	7
a. Présentation de l'alliage	7
b. Fraction volumique de γ'	7
c. Composition chimique.	7
d. Désaccord paramétrique	9
2/ Le matériau	11
3/ Modes de déformation élémentaires	12
a. Généralités	12
b. Défauts linéaires et planaires dans les cfc	12
c. Défauts linéaires et planaires dans la phase γ du superalliage	15
d. Défauts linéaires et planaires dans L12, Mode I, Mode II	17
α Dislocations parfaites	17
β Mode de dissociation I	17
γ Mode de dissociation II	20
e. Modes de cisaillement de la phase γ' dans le superalliage	22
α Préliminaire	22
β Mode I dans γ'	22
γ Mode II dans γ'	23
f. Résumé des modes de déformation élémentaires du superalliage	28
g. Les différents modes de durcissement du superalliage	29
α Durcissement par solution solide	29
β Durcissement structural : Contrainte d'Orowan	29
γ Durcissement provenant du désaccord paramétrique	30
ϵ Effet des dislocations	32
δ Durcissement par cisaillement	32
4/ Propriétés mécaniques macroscopiques	33
a. Explication du comportement des composés L12 purs	33
b. Explication du comportement des superalliages γ/γ'	35
c. Constantes d'élasticité de l'AM1	36
5/ Traction et compression dynamique	38
a. AM1	38
b. RENE N4	39
c. SRR99	39
d. MARM200	40
e. PWA1480	41
f. CMSX2	42
g. CMSX2 et AM3	42
h. MC2	43
i. Conclusions	44
Références chapitre I	45

INTRODUCTION GENERALE

La poussée et le rendement des moteurs d'avion sont directement liés à la température d'entrée du gaz des turbines ; plus celle-ci augmente, plus le moteur est puissant et meilleur en est le rendement.

Les aubes mobiles de turbines de moteur d'avion (figure Intro.1) sont des pièces situées en aval de la chambre de combustion, là même où les gaz se détendent. Elles sont soumises à une atmosphère corrosive et oxydante ainsi qu'à de fortes contraintes tant du point de vue mécanique que du point de vue thermique (figure Intro 2). Elles sont par ailleurs situées dans un des points du moteur où les températures requises doivent être les plus élevées possibles.

Lors du plein régime des moteurs, les aubes sont essentiellement soumises à du fluage dû à des forces centrifuges le long de l'axe de l'aube sous une charge pouvant atteindre $10^5 \vec{g}$. Lors des changements de régime, la base de l'aube est sollicitée en fatigue thermomécanique, à haute température (600-1100°C).

Les superalliages à base de nickel, fruits de nombreuses études effectuées ces dernières décennies, tant du point de vue fondamental que du point de vue industriel, possèdent des qualités excellentes répondant aux exigences drastiques de ces moteurs.

Ces alliages, qui ont fait l'objet d'une optimisation particulière en fluage, résistent aussi à la fatigue thermique, à la corrosion, à l'oxydation, et disposent de bonnes qualités de mise en oeuvre. Ils ont permis au fur et à mesure des progrès réalisés, de gagner en température et donc en rendement.

Ainsi, les superalliages polycristallins ont été remplacés par des superalliages monocristallins qui résistent mieux à l'oxydation, et qui présentent une meilleure résistance mécanique suivant leur axe $\langle 001 \rangle$. Cette résistance augmente avec la température. Ces qualités sus-citées, combinées à un refroidissement des aubes par des canaux internes, autorisent des températures de gaz de 300°C au delà des températures de fusion des alliages ! (1300°C + 300°C = 1600°C)

Parmi ces superalliages monocristallins, on trouve l'AM1. Celui-ci, breveté en 1983, résulte de la collaboration de quatre laboratoires français spécialisés en sciences des matériaux : l'ONERA, l'école des Mines de Paris, IMPHY S.A. ainsi que la SNECMA.

Superalliage à hautes performances, il a été sélectionné par la SNECMA pour son récent moteur militaire M88 et équipe actuellement l'avion RAFALE de la société AMD/BA (Dassault).

Les connaissances actuelles du comportement du superalliage, en fonction des différentes sollicitations thermomécaniques qu'une aube de turbine est susceptible de rencontrer, sont incomplètes, notamment, en ce qui concerne la fatigue isotherme à haute température.

Ce manque, auquel s'est ajouté la volonté du motoriste SNECMA d'en savoir plus sur les microstructures de déformation adoptées par l'alliage et sur des bandes de déformation apparues au sein de ces microstructures ont initié le travail de cette thèse.

Ce travail a été effectué dans le cadre du Contrat Pour la Recherche "Stabilité Structurales des Superalliages Monocristallins" grâce à une Bourse de Docteur-Ingénieur cofinancée par le CNRS et la SNECMA.

Aussi, nous nous sommes intéressés à la fatigue isotherme de l'AM1 à 950°C, selon l'axe $\langle 001 \rangle$ qui est l'axe de la grande dimension des aubes. Son comportement mécanique macroscopique étant déjà connu ; nous avons focalisé l'étude sur la microstructure de l'alliage. Pour cela, nous avons étudié les microstructures de déformation de l'AM1, après des essais de fatigue isotherme à déformation imposée.

La technique principale de cette étude, est la microscopie électronique en transmission, du fait qu'elle est le seul outil permettant l'étude des dislocations (vecteurs de la déformation plastique) et de leurs mécanismes.

Nous avons essayé de comprendre l'évolution des microstructures de déformation en fatigue répétée oligocyclique en fonction de la quantité de déformation imposée et du nombre de cycles.

Dans ce travail, nous avons aussi abordé la fatigue alternée, sans pour autant avoir le temps d'approfondir.

Nous avons par ailleurs essayé de comprendre l'apparition des bandes de déformation.

Ce mémoire est structuré en deux parties.

Dans une première partie de présentation, nous consacrons un chapitre au superalliage AM1 (microstructure, modes de déformation élémentaires,

propriétés mécaniques macroscopiques, comportement en traction et compression). Un second chapitre traite de la fatigue et donne quelques généralités et acquis. Un troisième chapitre expose les procédures expérimentales.

La seconde partie rappelle dans un premier temps le but de l'étude et expose la démarche expérimentale que nous avons adoptée (chapitre IV). On trouvera les résultats expérimentaux au chapitre V. Le chapitre VI les discute et les analyse afin de dégager le comportement général des microstructures. Le chapitre VII traite des bandes de déformation. Au chapitre VIII, nous proposons un modèle de comportement de l'alliage basé sur la modification des contraintes internes dans le superalliage au cours de la fatigue.

Enfin, nous concluons.

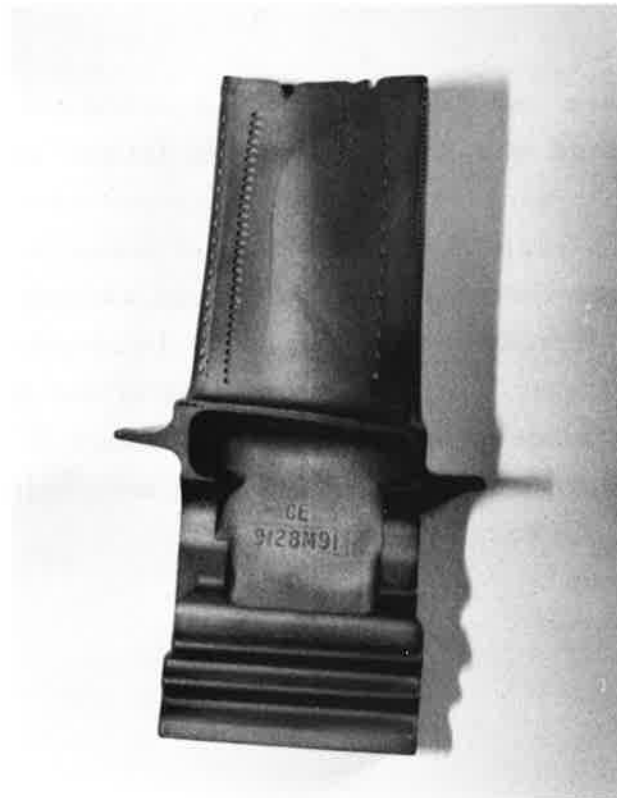


Figure Intro.1 : Photo d'aube de turbine mobile monocristalline de turbine haute pression du moteur M88 (Grandissement x0.85).

ISOVALEURS DE TEMPERATURES ISOVALEURS EN CONTRAINTE

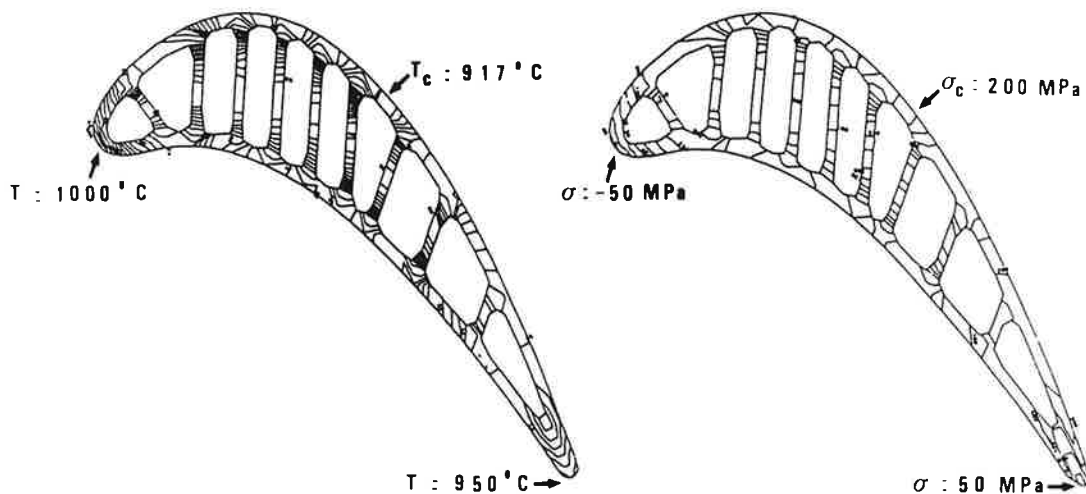


Figure Intro.2 : Profil des températures et des contraintes à l'instant critique du cycle dans une section d'aube de turbine refroidie en AM1 (axe de l'aube <001>)
D'après Devaux C. et Guédou J.Y. Colloque National Superalliages monocristallins.
22-23 Nov.1990. Nancy p179

CHAPITRE I:

PRESENTATION DU SUPERALLIAGE AM1:

A/ INTRODUCTION

L'alliage AM1 fait partie d'une famille de matériaux appelés superalliages en raison de leurs excellentes propriétés mécaniques, notamment à haute température. La plupart des superalliages sont à base de nickel. Ils sont biphasés et possèdent des propriétés mécaniques bien particulières. Pope et Ezz (1984) et Heredia et Pope (1991) en donnent un très bon aperçu dans des revues récapitulatives.

Après une rapide présentation de l'AM1, nous rappellerons les principaux résultats sur les modes de déformation élémentaires des deux phases, nous présenterons ensuite les propriétés mécaniques macroscopiques des superalliages ainsi que les modes de déformation en sollicitation monotone dynamique.

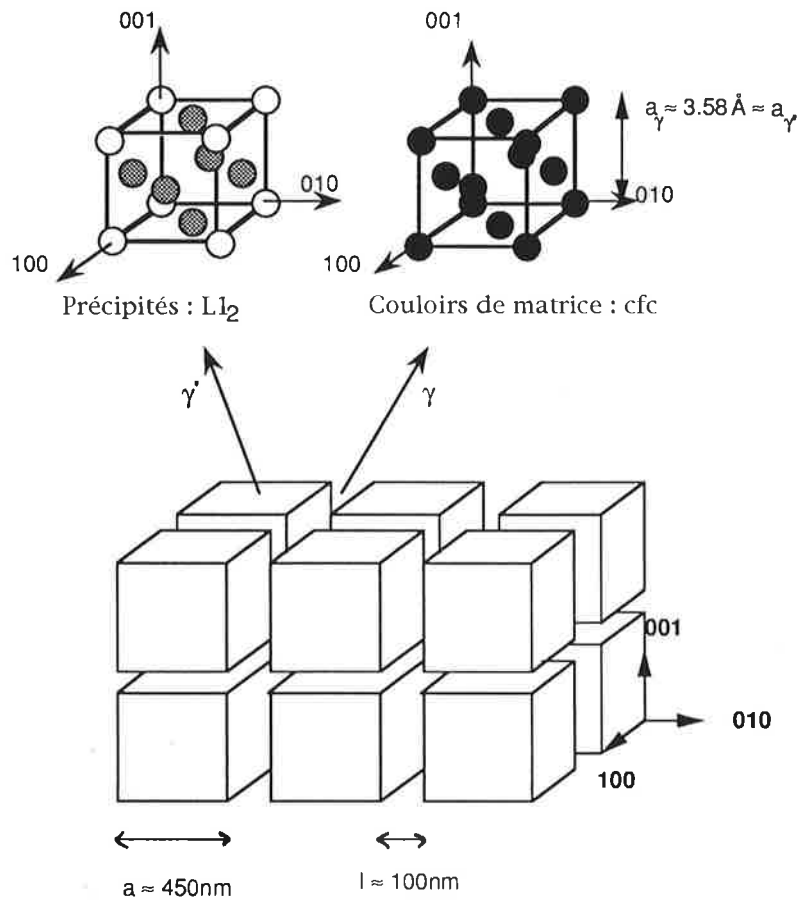


Figure I.1 : Structure de l'AM1

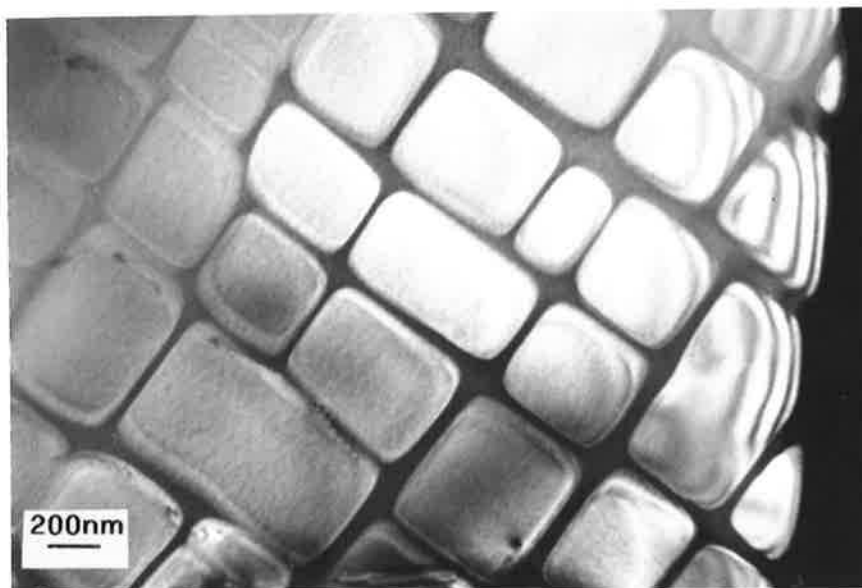


Figure I.2 : Photo de l'AM1 Microscopie électronique en transmission

B/ L'AM1

B.1/ MICROSTRUCTURE :

B.1.a/ Présentation de l'alliage :

L'AM1 se compose d'une phase cubique à faces centrées (cfc) désordonnée riche en nickel appelée γ dans laquelle précipite la phase γ' , proche du composé intermétallique Ni_3Al de structure ordonnée $L1_2$ (type Cu_3Au). Ces précipités cohérents de forme cuboïde mesurent 400 à 500nm, et occupent environ 70% du volume total à la température ambiante ; leurs faces sont parallèles aux plans cubiques (001) (cf figure I.1 et figure I.2). La largeur des couloirs de matrice est d'environ 100nm.

La phase γ' possède des propriétés mécaniques très particulières dont l'origine réside dans la structure de coeur des dislocations et dans les différents modes de dissociation ; nous aborderons cela en B.4.

La densité de l'alliage est 8.6 g.cm^{-3} et sa température de fusion est $T_f=1308^\circ\text{C}$ (On note que $0.6T_f \sim 800^\circ\text{C}$).

B.1.b/ Fraction volumique de γ' :

La fraction volumique $f_{\gamma'}$ des précipités γ' dépend de l'état thermodynamique de l'alliage, donc uniquement de la température, pas de son histoire thermomécanique. La figure I.3 montre l'évolution de $f_{\gamma'}$ avec la température. A la température des essais de notre étude 950°C , $f_{\gamma'}$ vaut 55%.

B.1.c/ Composition chimique :

La composition chimique de l'AM1 et des deux phases γ et γ' est la suivante :

AM1	Ni	Co	Cr	Al	W	Ta	Mo	Ti
% en masse *	base	6,5	7,5	5,3	5,5	8	2	1,2
% atomique **	67,4	5,0	3,0	12,5	2,5	2,0	0,4	1,2
γ % atomique **	54,0	11,1	26,1	3,0	2,3	0,7	2,5	0,4
γ' % atomique **	72,1	2,1	2,1	15,2	2,0	3,7	0,7	2,1

Tableau I.1 Composition chimique de l'alliage AM1.
* Courbon 1990 ** Buchon et al 1990.

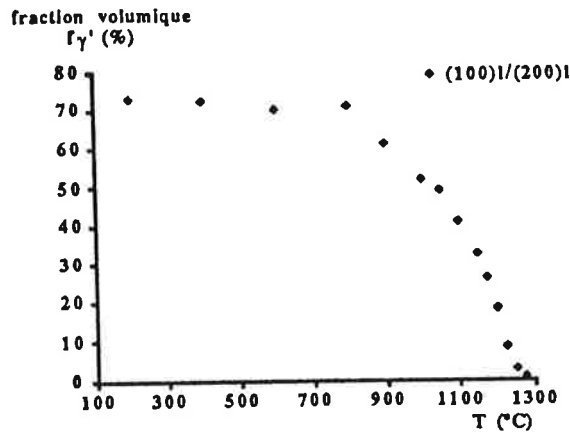


Figure I.3 : Evolution de la fraction volumique de γ' en fonction de la température. D'après Royer 1993

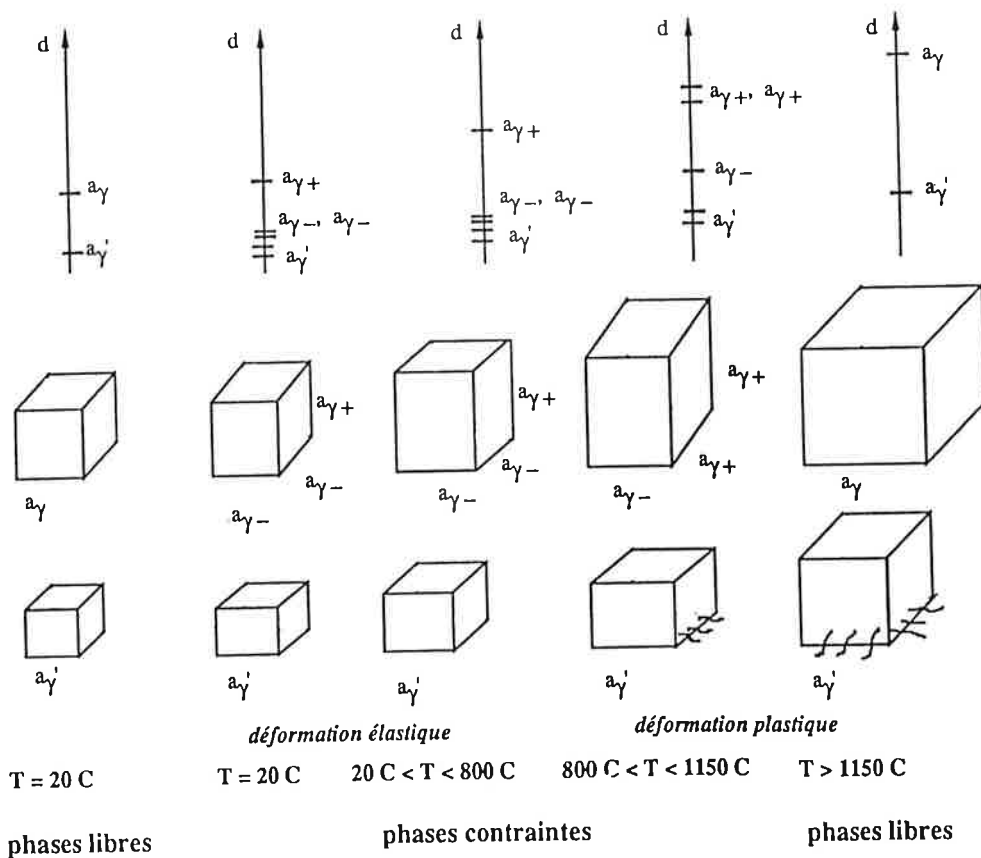


Figure I.4 : Représentation schématique de l'évolution des paramètres de maille en fonction de la température illustrant le modèle proposé par Royer (1993).

La solidification de l'alliage AM1 est monocristalline* (Kear et Pearcey 1967). Ceci permet de se libérer des éléments que la présence de joints de grains exige dans un alliage, par exemple : C,B,Zr,Hf...

Les éléments chimiques influent de diverses manières sur les propriétés du superalliage. En particulier :

- Le tungstène est un durcissant de γ et γ' par solution solide.
- Le molybdène est un durcissant de la phase γ à haute température.
- L'aluminium, le titane et le tantale sont des durcissants structuraux.
- Le cobalt augmente la solubilité des éléments durcissants (W,Mo,Ta) et augmente la tenue en fluage.
- Le chrome assure la tenue en corrosion à chaud par la formation d'oxydes de chrome en surface et améliore la résistance au fluage entre 850°C et 1100°C. Les futurs superalliages auront des revêtements protecteurs et pourront s'affranchir de cet élément.
- L'aluminium génère la formation de la phase γ' et assure une meilleure tenue à l'oxydation à haute température grâce à la formation d'une couche d'alumine protectrice.
- L'aluminium et le titane améliorent la tenue en fluage entre 750°C et 1050°C et abaissent la densité.

La composition chimique de l'AM1 assure un compromis équilibré entre les propriétés de mise en oeuvre, essentiellement fonderie et traitements thermiques et les propriétés d'usage : propriétés mécaniques et tenue à l'environnement.

B.1.d/ Désaccord paramétrique :

Les deux phases, de réseau cristallin cubique, sont cohérentes. Les mailles ont des paramètres très proches et de l'ordre de $a_\gamma \approx a_{\gamma'} \approx 3,58\text{Å}$. Leur différence est caractérisée par le paramètre δ appelé désaccord paramétrique ou vernier (misfit en Anglais) :

$$\delta = \frac{a_{\gamma'} - a_\gamma}{\frac{1}{2}(a_{\gamma'} + a_\gamma)} \approx \frac{a_{\gamma'} - a_\gamma}{a_\gamma}$$

Ce désaccord paramétrique a une grande influence sur la stabilité structurale (forme des précipités), les mécanismes de coalescence et la déformation plastique du superalliage (Véron 1995).

Du fait de la différence des coefficients de dilatation respectifs des deux phases, δ varie en fonction de la température.

* Nous travaillons sur des échantillons monograins que nous qualifierons "monocristallins" suivant en cela un abus de langage très répandu.

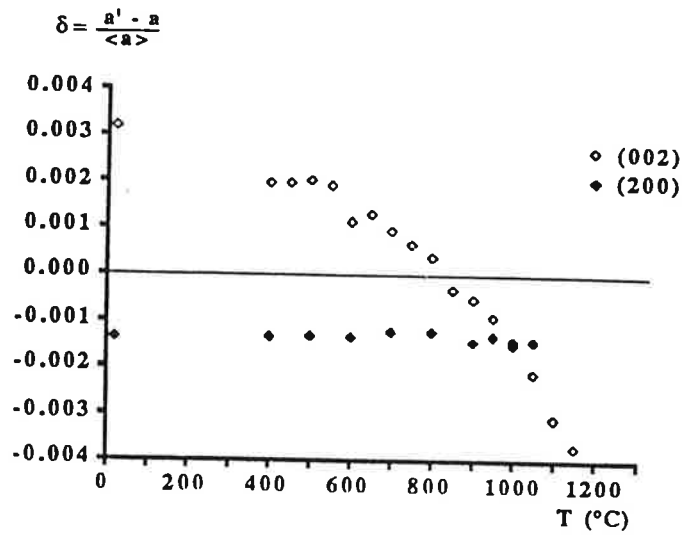


Figure I.5 : Evolution du désaccord paramétrique mesuré sur l'échantillon déformé, pour les familles de plans perpendiculaires et parallèles à l'axe de traction $\langle 001 \rangle$. (Royer 1990)

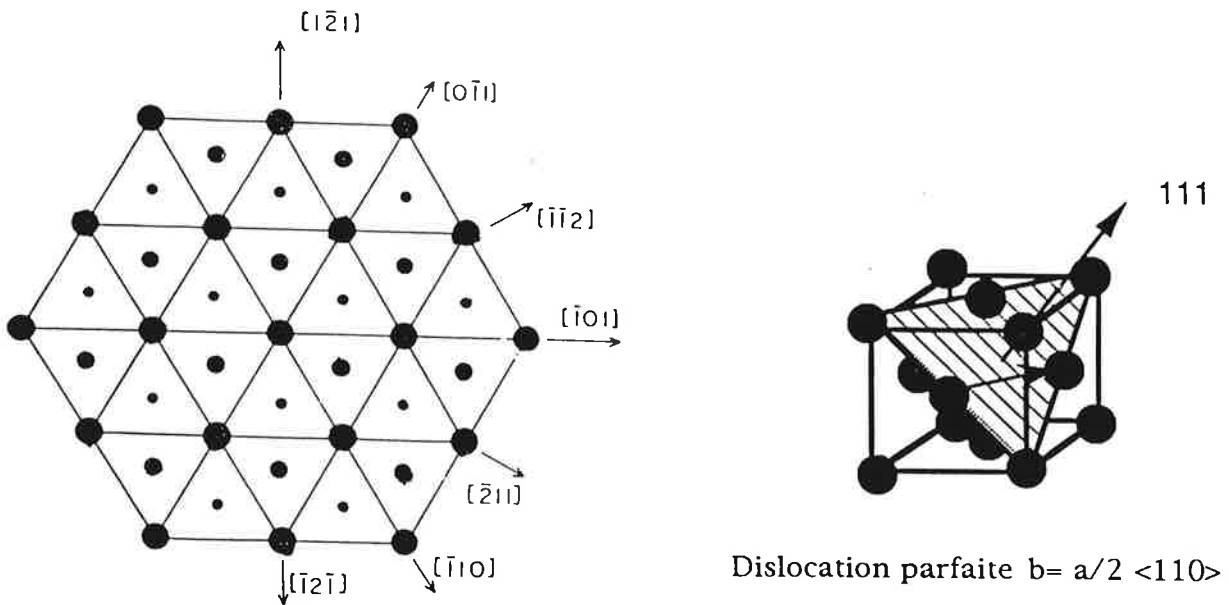


Figure I.6 : Structure cubique face centrée
Visualisation des dislocations parfaites et du plan de glissement

L'évolution de la taille des différentes mailles avec la température a été mesurée par diffraction gamma et neutrons à grand angle de Bragg en fonction de la température uniquement, après traitement standard ONERA, (Royer 1993). La figure I.4 montre que leur évolution est plus complexe qu'une simple dilatation isotrope : la phase γ subit une distorsion tétragonale.

Lors d'une traction, le désaccord paramétrique de l'AM1 évolue différemment si on mesure parallèlement ou perpendiculairement à l'axe de traction (cf figure I.5).

A 950°C, la valeur de δ est sensiblement la même dans les deux directions : les deux phases sont quasiment cubiques, δ vaut -1.10^{-3} .

Royer montre par ailleurs que l'écart paramétrique dépend de l'histoire thermomécanique du matériau et que cet écart est modifié par la présence des dislocations à l'interface.

Des résultats similaires ont été obtenus par Mughrabi et al (1993) sur du SRR99 (alliage cousin de l'AM1) par diffraction X haute résolution.

B.2/ LE MATÉRIAU :

Le superalliage est élaboré par solidification dirigée selon la méthode de Bridgman. Le gradient thermique définissant la direction $\langle 001 \rangle$ lors de la solidification, permet ainsi de choisir la relation d'orientation désirée entre la forme de l'objet fabriqué et sa cristallographie. L'axe vertical des aubes est confondu avec l'axe cristallographique $\langle 001 \rangle$ afin de tirer profit des meilleures performances en fluage selon cette direction .

Les barreaux de superalliage, tous orientés selon $\langle 001 \rangle$, nous ont été fournis par la SNECMA. Ils ont subi le traitement ONERA, dit standard, de reprecipitation mis au point par Caron et Khan en 1983 . Ce traitement consiste en une mise en solution de 3h à 1300°C suivie de deux revenus 1) 5h à 1100°C pour l'optimisation du comportement en fluage (Fredholm 1987) 2) 16h à 760°C pour l'augmentation de la teneur volumique en γ' (70%).

Homogénéité :

Nous avons pu noter l'existence de gros précipités d'une taille de l'ordre du micron de phase γ' non redissous. Ce phénomène a été confirmé récemment (Véron 1995). Véron a par ailleurs montré, par étude de composition à la microsonde et imagerie par Microscopie Electronique à Balayage (M.E.B.), la présence d'hétérogénéités chimiques provoquant une modulation de composition à longue distance ainsi que la présence de petits précipités riches en tantale et en titane (même alliage, même traitement standard).

B.3/ MODES DE DÉFORMATION ELEMENTAIRES

Par souci de cohérence avec les notations internationales, nous adoptons dans ce mémoire les abréviations anglo-saxonnes.

B.3.a/ Généralités :

Les \vec{b} dislocations, qui propagent la déformation plastique, ont un vecteur de Burgers \vec{b} aussi petit que possible. Si \vec{b} n'est pas un vecteur parfait du réseau, la dislocation laisse un défaut derrière elle en cisillant le cristal, ce qui n'est pas favorable énergétiquement.

Nous présentons tout d'abord les défauts linéaires et planaires existant dans les deux phases (cfc et L12), puis nous exposerons les modes de cisaillement de la phase γ' dans les superalliages .

B.3.b/ Défauts linéaires et planaires dans les cfc :

Les vecteurs de Burgers les plus petits de la structure cfc sont les vecteurs $a/2 \langle 110 \rangle$, ils glissent habituellement dans les plans octaédriques (111) (cf figure I.6). Dans les cfc, les dislocations peuvent se dissocier en deux partielles de Shockley en créant un ruban de défaut d'empilement intrinsèque (= Intrinsic Stacking Fault ISF- cf figure I.7).

$$\frac{1}{2}[\bar{1}10] \rightarrow \frac{1}{6}[\bar{2}11] + \text{ISF} + \frac{1}{6}[\bar{1}2\bar{1}]$$

Nous attirons l'attention du lecteur sur l'importance des places relatives des partielles vis à vis de la nature du défaut (Intrinsèque ou Extrinsèque) :

La succession de ces partielles est réglée par le tétraèdre de Thompson (1953) et la convention FS/RH (cf figure I.8 - Bilby et al 1955). On rappelle que cette dernière revient à dire qu'un cristal contenant une dislocation \vec{b} a été cisailé de \vec{b} dans le volume situé en bas à gauche de la dislocation vue de l'arrière .

Les notations du tétraèdre de Thompson sont représentées en Figure I.9 et sont celles que nous utiliserons dans ce mémoire.

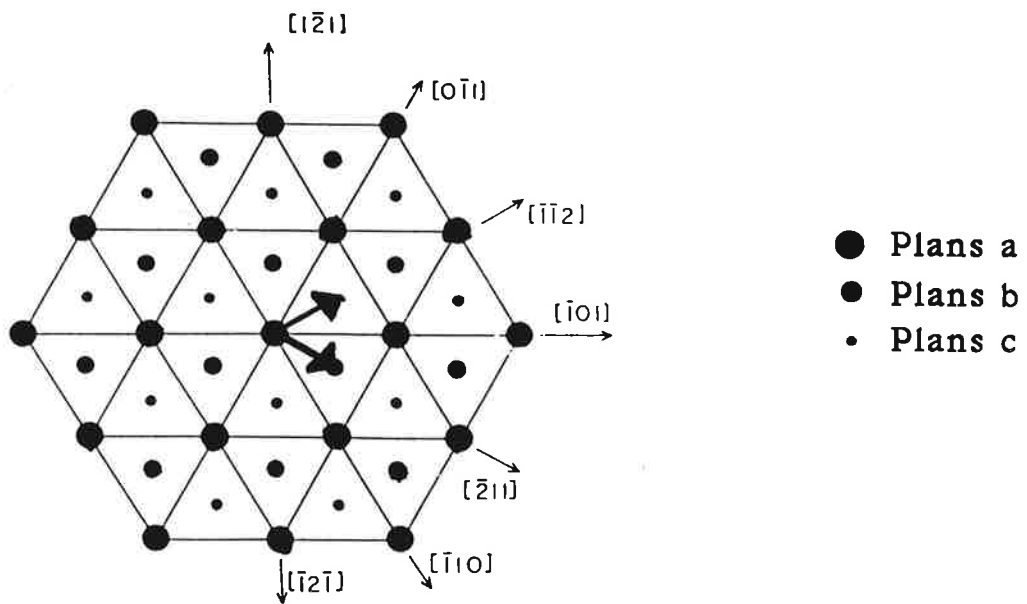
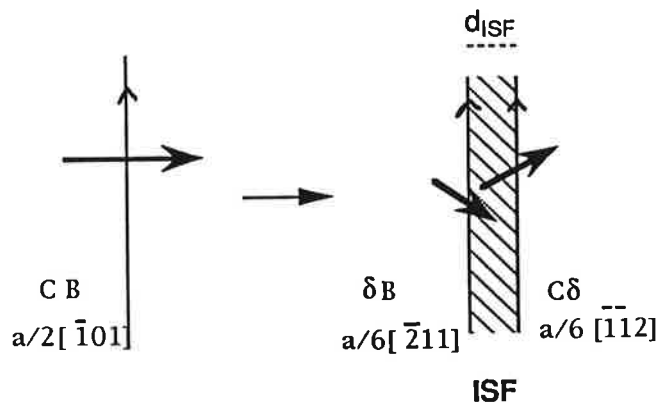


Figure I.7 : Mode de dissociation dans les cfc : Mode cfc
Dissociation en deux partiels

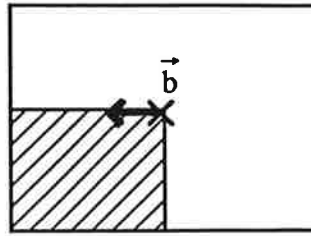


Figure I.8 : Convention FS/RH : la zone hachurée représente la partie cisailée de \vec{b} du cristal

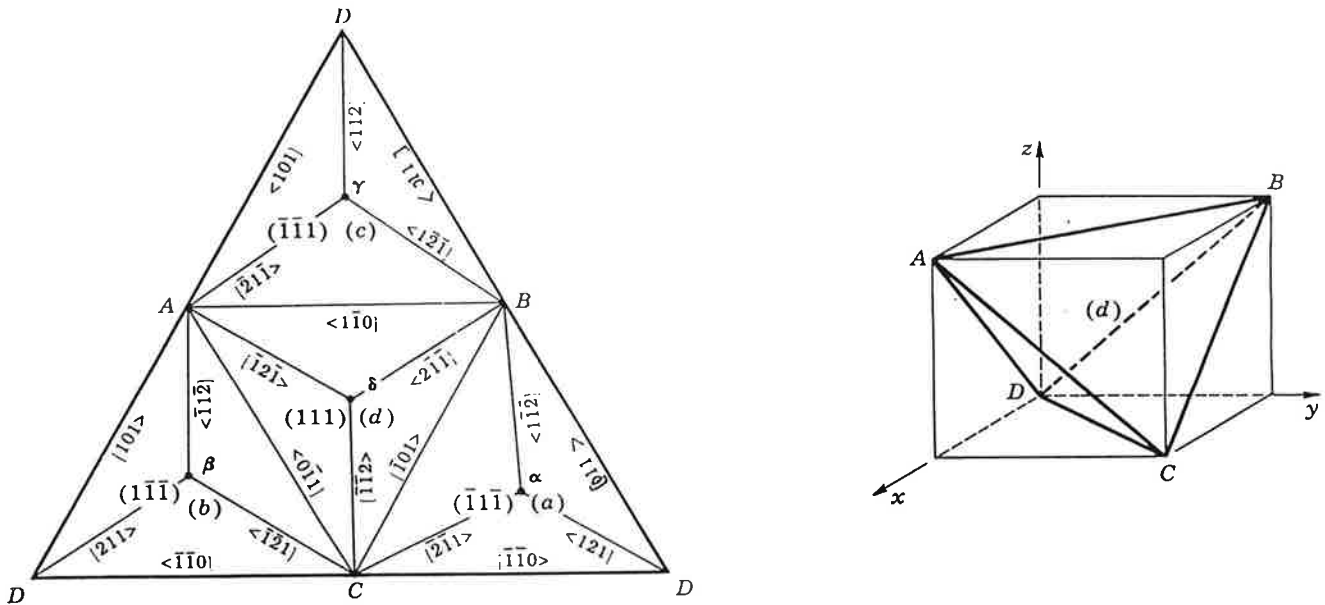


Figure I.9 : Tétrahédre de Thompson (Thompson 1953). Tiré de Hirth et Lothe (1968). L'arête du cube circonscrit au tétraèdre est $a/2$ où a est le paramètre de maille.

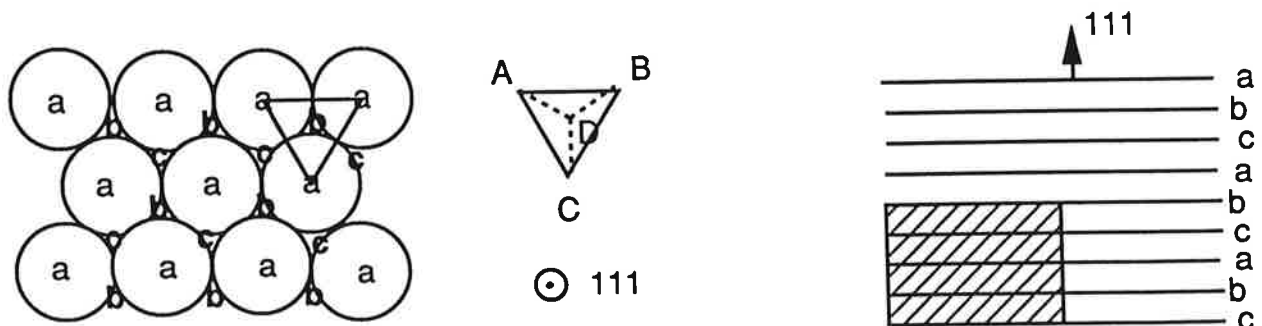


Figure I.10 : Empilement compact...abc... de sphères dures. Chaque sommet du tétraèdre est le site d'un atome.

• *Création d'un défaut intrinsèque :*

Dans un plan octaédrique, considérant un modèle de sphères dures, les cisaillements de type Shockley autorisés et les plus favorables sont $B\delta$, $C\delta$ et $A\delta$ (cf figure I.9 et I.10).

Avec la convention FS/RH et les notations du tétraèdre de Thompson, la partielle à droite du défaut intrinsèque ne peut être que $B\delta$, $C\delta$ ou $A\delta$ (cf figure I.11).

• *Création d'un défaut extrinsèque : (figure I.11)*

D'un point de vue cristallographique, les défauts extrinsèques sont obtenus par superposition de deux ISF.

La superposition de deux ISF implique que la partielle résultante à droite du défaut est la somme de deux partielles parmi $B\delta$, $C\delta$ et $A\delta$. Du fait que $B\delta + C\delta + A\delta = 0$, la résultante ne peut alors qu'être δB , δC ou δA .

• *On peut alors définir une règle (Kear et al 1974) :*

Les défauts intrinsèques (extrinsèques) sont entourés de dislocations de Shockley de telle manière que les lettres grecques soient à l'extérieur (l'intérieur).

Avec le même type de raisonnement ; on peut montrer que cette règle est aussi valable pour les superdéfauts SSF dans les structures $L1_2$, que l'on présente un peu plus loin, en doublant les partielles et en les inversant : un superdéfaut intrinsèque SISF (extrinsèque SESF) est donc entouré de dislocations de superShockley de telle manière que les lettres grecques soient à l'intérieur (extérieur)(cf figure I.14).

L'énergie de ces défauts de surstructure est sensiblement la même, par contre, du fait que les SESF s'étendent sur deux plans atomiques, la mobilité des dislocations ouvrant les SESF est plus faible que celles ouvrant les SISF.

B.3.c/ Défauts linéaires et planaires dans la phase γ du superalliage :

On trouve dans la matrice γ cfc les mêmes dislocations et défauts plans que dans les autres cfc :

$$\frac{1}{2}[\bar{1}10] \rightarrow \frac{1}{6}[\bar{2}11] + \text{ISF} + \frac{1}{6}[\bar{1}2\bar{1}]$$

Les deux partielles de Shockley sont séparées d'une distance notée d_{ISF} . Cette distance dépend de l'énergie de l'ISF γ_{ISF} et de l'énergie d'interaction entre les deux partielles.

De façon générale : $\frac{\partial \gamma_{\text{int.}}}{\partial x} + \gamma = 0$; et alors $-\frac{\mu b_1 b_2}{4\pi} \frac{1}{d} + \gamma = 0$

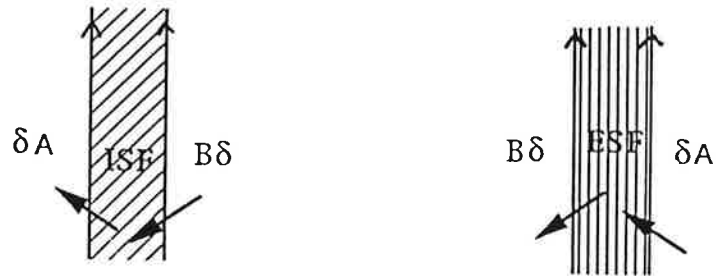


Figure I.11 : Place des partiels pour un défaut intrinsèque (ISF) et extrinsèque (ESF)

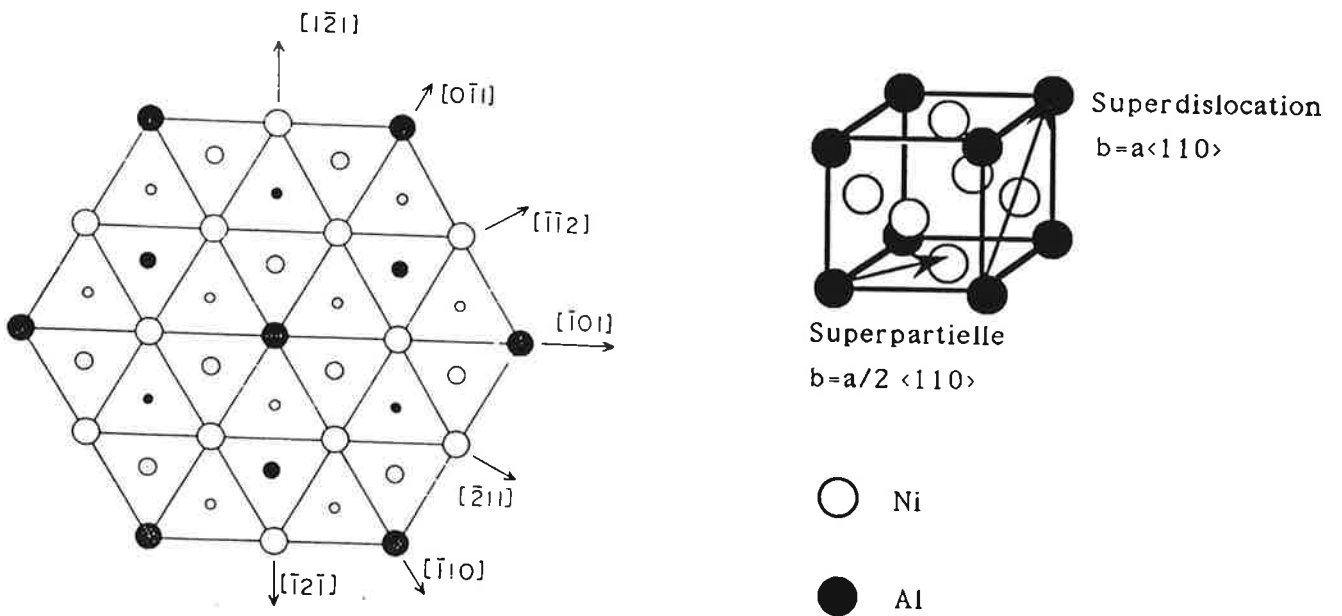


Figure I.12 : Structure cristallographique de Ni_3Al : L12

où

γ_{int} est l'énergie d'interaction entre les dislocations 1 et 2.

γ est l'énergie du défaut qui les sépare

x la variable d'un axe perpendiculaire aux lignes de dislocations bordant le défaut

μ est le module de cisaillement

b_i est le vecteur de Burgers de la dislocation i

d est la distance d'équilibre entre les dislocations 1 et 2.

Il est alors clair que si l'énergie d'un défaut est trop importante, il n'y a pas dissociation.

La largeur d_{ISF} a été mesurée dans la phase γ de l'AM1 par Décamps et al (1991) afin de calculer l'énergie γ_{ISF} de l'ISF : ils trouvent 20 mJ.m^{-2} (Calcul en élasticité isotrope).

Pour l'AM3 ces mêmes auteurs donnent 20 à 30 mJ.m^{-2} .

B.3.d/ Défauts linéaires et plans dans L12 : Mode I, Mode II :

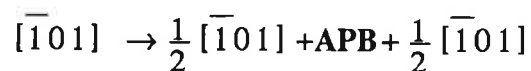
B.3.d.a / Dislocations parfaites :

Les dislocations parfaites dans Ni_3Al sont $a\langle 110 \rangle$ et $a\langle 100 \rangle$, la plus couramment observée est $a\langle 110 \rangle$. Les dislocations parfaites de la structure L12, du fait de l'ordre, valent le double des dislocations parfaites des cfc : on les appelle superdislocations (cf Figure I.12).

La superdislocation possède un long vecteur de Burgers et se dissocie pour abaisser son énergie : elle dispose pour cela de plusieurs modes possibles. Nous les décrivons ici, en nous attachant à expliquer la nature cristallographique des différents défauts ; en outre, nous donnons les valeurs des diverses énergies trouvées dans la littérature.

B.3.d.β / Mode de dissociation I :

Le premier mode est la dissociation d'une superdislocation en deux superpartielles avec création d'une paroi d'antiphase (APB pour Anti Phase Boundary) cf figure I.13.a. :



Une paroi d'antiphase est une surface, où se localise un défaut d'ordre. La nature de certaines liaisons atomiques est modifiée sans que l'empilement cfc des

sites ne soit changé : c'est un défaut d'ordre chimique. Cette paroi peut se trouver dans n'importe quel plan cristallographique, mais les parois les plus observées dans les composés L12 sont les parois dans les plans cubiques ou octaédriques. La valeur de l'énergie de la paroi d'antiphase présente donc une anisotropie d'ordre cristallographique. A l'aide de la figure I.12 on peut constater que les parois d'antiphase dans les plans cubiques ne modifient pas la nature des premiers voisins ce qui n'est pas le cas dans les plans octaédriques. On peut s'attendre à priori à une énergie des parois dans les plans cubiques inférieure à celle des parois situées dans les plans octaédriques (Flinn 1960). L'écart entre les deux valeurs (dans les plans (001) et (111)) est à tempérer du fait de la relaxation atomique : Beauchamp et al (1987) ont ainsi prédit par simulation, que l'écart calculé n'est pas aussi important que Flinn (1960) le prévoyait.

Cette valeur revêt une grande importance, dans les explications de l'anomalie du comportement mécanique des composés L12. C'est pour cette raison que de nombreuses études portent sur ce point.

Le tableau donne à titre indicatif des valeurs de mesures d'énergies d'APB selon les deux plans pour quelques nuances de Ni₃Al :

Energie d'APB sur (111) mJ/m ² (±)	Energie d'APB sur (001) mJ/m ² (±)	E ₁₁₁ /E ₀₀₁	Références
110 (15)	90 (5)	1,3	Douin et al 1986
250 (30)	250 (30)	1	Korner 1988
237 (20)	200 (15)	1,4	Baluc et al 1988
169 (17)	104 (11)	1,6	Dimiduk et al 1989
150 (15)	120 (15)	1,25	Bontemps, Veyssièrè 1990
160 (20)	120 (20)	1,33	Bontemps 1991
190 (20)	170 (20)	1,11	Bontemps 1991 (nuance différente)

tableau I.2 : Valeurs des énergies comparées des parois d'antiphase dans les plans cubiques ou octaédriques pour différentes nuances de Ni₃Al (par microscopie électronique en transmission : mesure par champ faible des largeurs de dissociation).

Les mesures sont dispersées : cela peut s'expliquer par l'influence des éléments chimiques variant d'une nuance à l'autre.

Les superpartielles peuvent elles mêmes se dissocier et créer entre elles un défaut d'empilement complexe CF_{APB} (Faute complexe FC bordant la paroi d'antiphase PA).

cf figure I.13.b.

I. Présentation du superalliage AM1

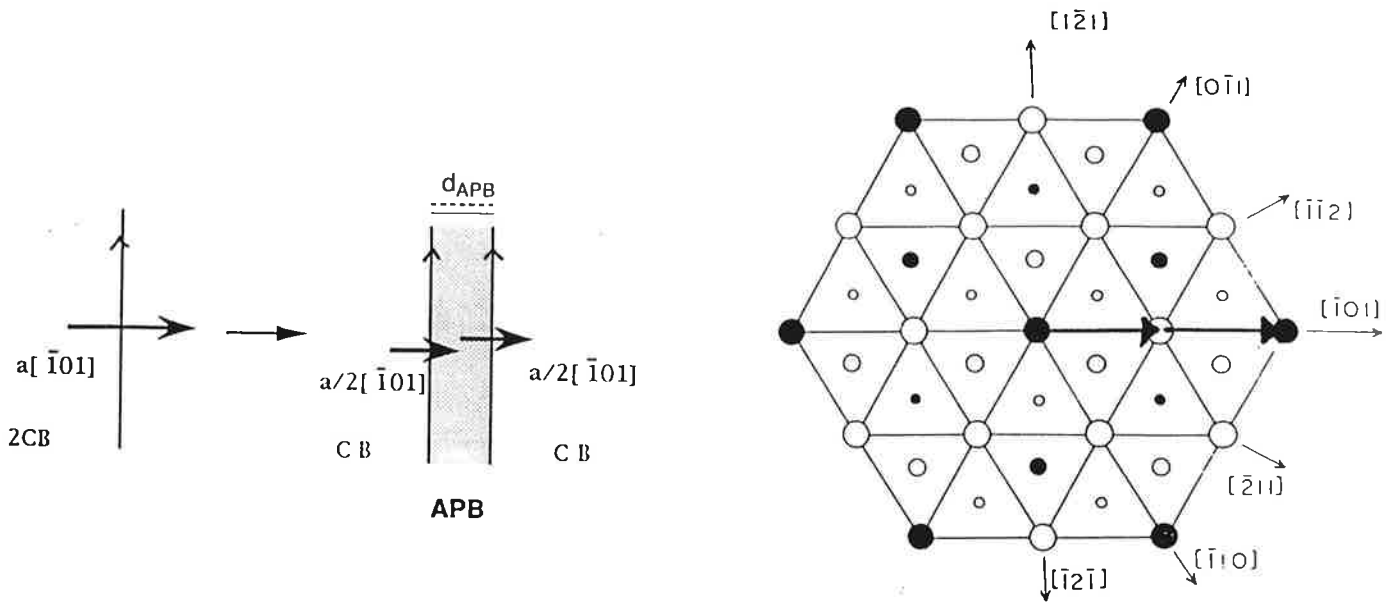


Figure I.13.a

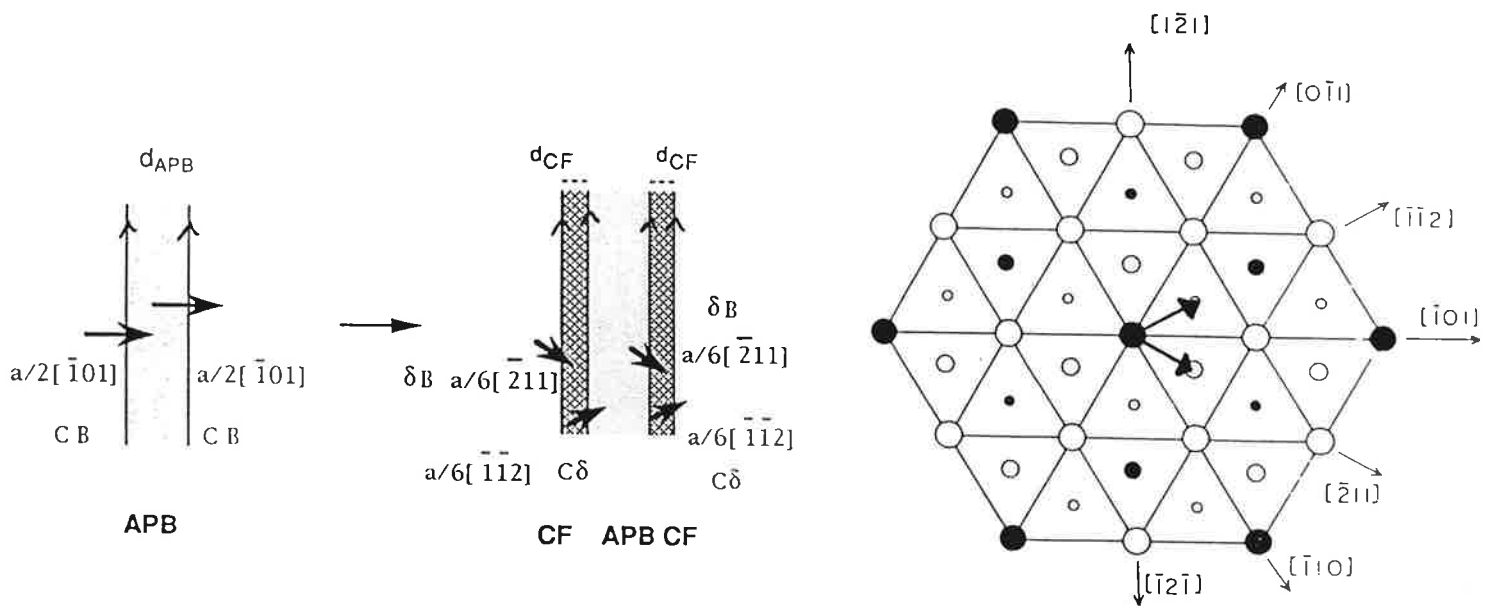


Figure I.13.b

Figure I.13 : Mode I Dans $L1_2$
 a/ Dissociation en deux superpartielles
 b/ Dissociation des superpartielles en Shockley

Mode I

$$\begin{aligned} \bar{[101]} &\rightarrow \frac{1}{2} \bar{[101]} + \text{APB} + \frac{1}{2} \bar{[101]} \\ \bar{[101]} &\rightarrow \frac{1}{6} \bar{[211]} + \text{CF}_{\text{APB}} + \frac{1}{6} \bar{[112]} + \text{APB} + \frac{1}{6} \bar{[211]} + \text{CF}_{\text{APB}} + \frac{1}{6} \bar{[112]} \end{aligned}$$

La dissociation supplémentaire a été envisagée pour la première fois en 1961 par Marcinkowski et al. La faute complexe provient d'un cisaillement de type $1/6 \langle 112 \rangle$ dans un plan octaédrique : c'est la superposition d'un défaut d'ordre et d'une faute d'empilement : en conséquence de quoi, son énergie est supérieure à celle des parois d'antiphase (et donc la largeur de dissociation sera plus faible).

Des travaux ont porté sur ce point dans des nuances de Ni_3Al . Baluc et al trouvent par un calcul isotrope basé sur une distance mesurée en haute résolution dans $\text{Ni}_3(\text{Al}, 1\% \text{Ta})$ une énergie E_{CFAPB} de $185 \pm 20 \text{ mJm}^{-2}$ ($d = 5\text{nm}$), c'est à dire une valeur inférieure à celle de l'APB !

B.3.d.γ / Mode de dissociation II:

Le second mode de dissociation dans la structure $L1_2$ est le suivant :

Mode II

$$\begin{aligned} 2 \text{ DB} &\rightarrow 2 \text{C}\delta + \text{SISF} + 2 \delta\text{B} \\ \bar{[101]} &\rightarrow \frac{1}{3} \bar{[112]} + \text{SISF} + \frac{1}{3} \bar{[211]} \end{aligned}$$

ou

$$\begin{aligned} 2 \text{ CB} &\rightarrow 2 \delta\text{B} + \text{SESF} + 2 \text{C}\delta \\ \bar{[101]} &\rightarrow \frac{1}{3} \bar{[211]} + \text{SESF} + \frac{1}{3} \bar{[112]} \end{aligned}$$

la superdislocation se dissocie en deux superShockley en créant une superfaulte d'empilement : intrinsèque (SISF pour Superlattice Intrinsic Stacking Fault) ou extrinsèque (SESF pour Superlattice Extrinsic Stacking Fault). Le cisaillement de la matière par une superShockley modifie la séquence d'empilement ...abcabc... sans modifier pour autant la nature ou le nombre des liaisons chimiques (cf figure I.14).

La nature des vecteurs de Burgers ouvrant un défaut est définie par la double loi présentée en B.3.b.

Des SESF ont été observés pour la première fois par Kear et al en 1970.

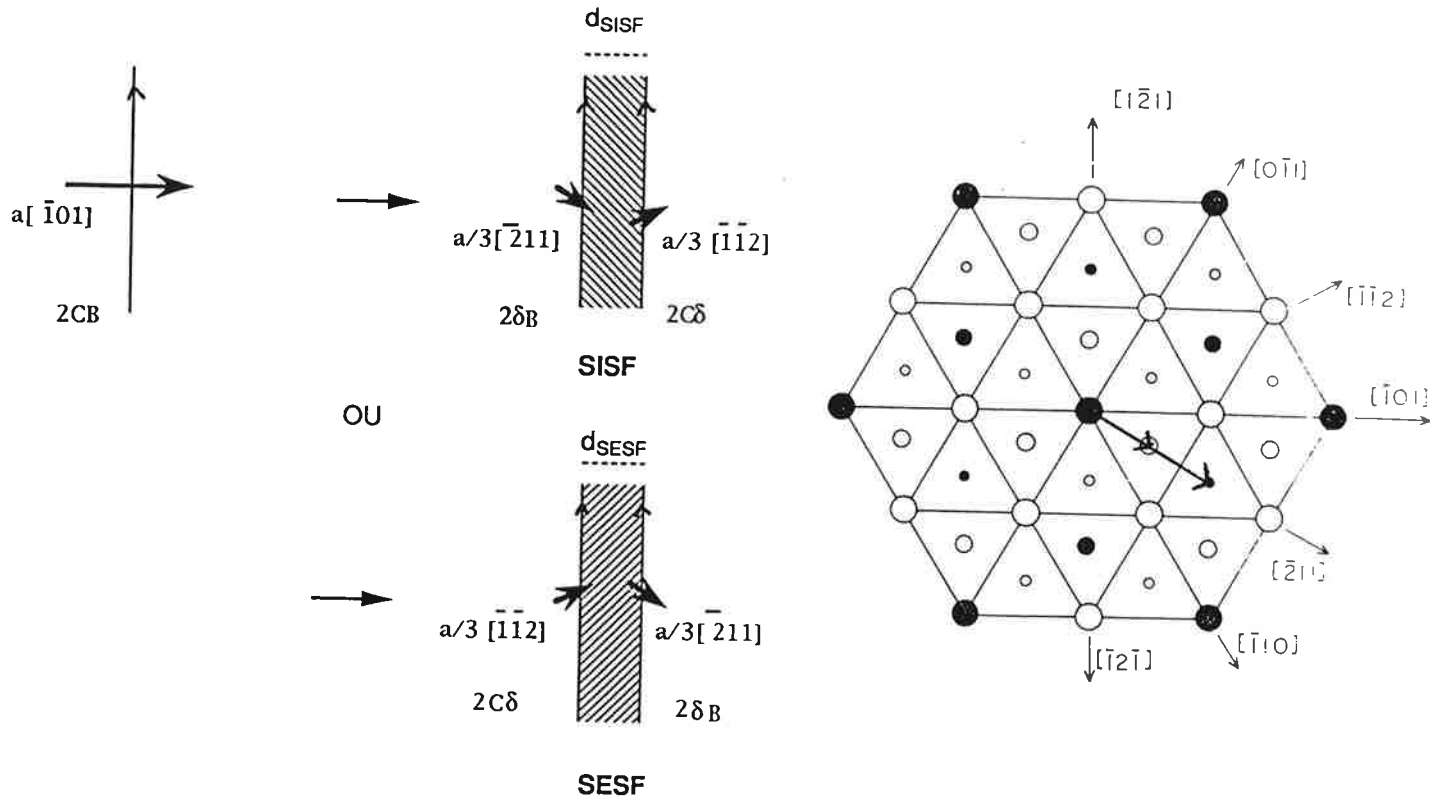


Figure I.14: Mode II dans la structure L12. Dissociation en superShockley. Le cisaillement par une superShockley modifie la séquence d'empilement sans changer la nature ou le nombre des liaisons chimiques.

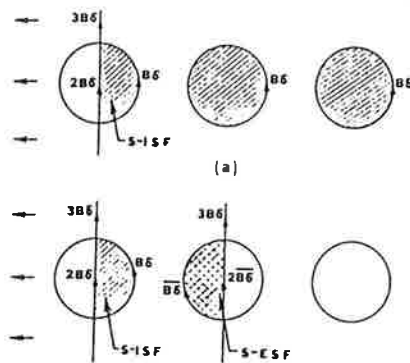


Figure I.15 : Modèle de cisaillement de la phase γ Kear et al (1969) Mode II.K

B.3.e/ Modes de cisaillement de la phase γ' dans le superalliage :**B.3.e. α / Préliminaire :**

La déformation se fait préférentiellement dans la matrice du fait de sa limite d'élasticité inférieure à celle des précipités.

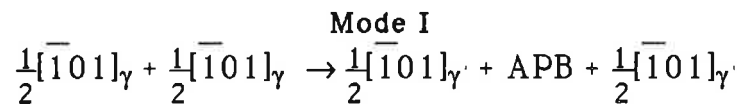
La cohérence entre les précipités γ' et la phase cfc, autorise la transmission de la déformation de la phase désordonnée à la phase ordonnée .

Les défauts véhiculant la déformation dans la phase γ' sont identiques à ceux qui sont rencontrés dans le composé intermétallique Ni_3Al du fait de la proximité chimique de ces composés isostructuraux. Des différences résident cependant 1/dans la valeur des énergies de défauts plans (elles dépendent fortement de la nature des atomes et donc des compositions chimiques respectives), 2/dans les mécanismes de formation des défauts (toujours gouvernés par l'interface dans les superalliages).

La déformation des précipités de phase γ' des superalliages provient de dislocations créées dans la matrice.

B.3.e. β / Mode I dans γ' :

Les dislocations de γ n'étant pas les dislocations parfaites du réseau ordonné, les dislocations $1/2\langle 110 \rangle$ sont stoppées à l'interface : elles peuvent cependant cisailer deux par deux selon le mode I avec création d'une APB .



A notre connaissance, aucune mesure n'a été effectuée sur la dissociation supplémentaire avec la création de la faute complexe, dans la phase γ' des superalliages. Comme le remarque Courbon (1990), il est probable que la valeur de l'énergie dans la phase γ' des superalliages soit du même ordre de grandeur que dans les nuances de Ni_3Al .

L'énergie de l'APB, quant à elle, a été évaluée dans la phase γ' de certains superalliages (tableau I.3).

Aucune mesure n'a directement été faite dans l'AM1 à notre connaissance, mais on peut s'attendre à une valeur similaire à celles avancées pour les superalliages cités, de composition chimique très proche.

Alliages concernés	Energie d'APB sur (111) mJ/m ² (±)	Références-Remarques
PWA 1480 CMSX-2	108	Dollar et al 1988 Dissociation de 4,8nm Calcul en élasticité isotrope
CMSX-2	160 à 200	Courbon 1990 A partir des observations de Dollar et al 1988-Calcul en élasticité anisotrope
MA6000	144(15)	Huis'int Veld T=760°C
CMSX-6	115(12)	Glatzel et al 1991 T=450°C
SRR99	125(15)	Feller et al $\gamma_{001} = \gamma_{111}$

tableau I.3 : Valeurs des énergies des parois d'antiphase dans les plans octaédriques pour différents superalliages monocristallins (par microscopie électronique en transmission : mesure par champ faible des largeurs de dissociation).

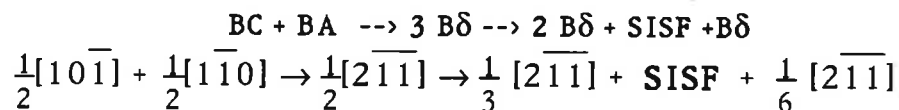
B.3.e. $\gamma / \text{Mode II dans } \gamma'$:

Les dislocations peuvent aussi cisailer les précipités en formant un défaut d'empilement de surstructure SSF comme dans le mode II des L1₂ ; la littérature présente deux mécanismes pour expliquer la formation de ces défauts :

Mécanisme de Kear et al (1969) :

Ce mécanisme est présenté en figure I.15. Le cisaillement est expliqué par la formation de trois partielles de Shockley qui se combinent et se scindent en une Schockley et une superShockley séparées par un défaut de surstructure :

Mode II.i.K



Ce premier mécanisme a été remis en cause par celui de Condat et Décamps (1987) qui est basé sur des observations en champ faible et donc avec une résolution accrue inhérente à la technique.

Mécanisme de Condat-Décamps (1987) :

Celui-ci a été mis en évidence en 1987, dans l'AM1 flué à 760°C et a été discuté par Caron et al en 1988 à la même température sur du CMSX2 flué ; ainsi que par Courbon (1990).

Figure I.16.a

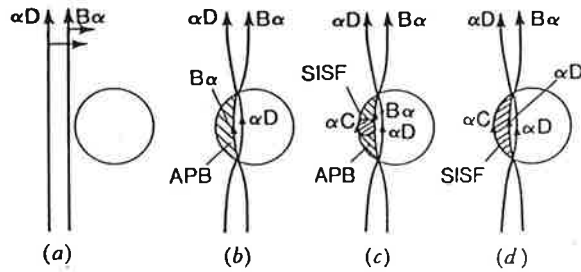


Figure I.16.b

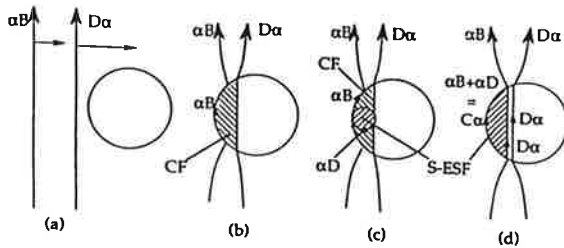


Figure I.16 :

Mécanisme de cisaillement Condat-Décamps (1987) Mode II.C

(a) Effet de la contrainte en traction pour I.16.a, en compression pour I.16.b. (b) Cisaillement de l'interface avec inversion pour a/ et non pour b/ des partielles, création d'une APB pour a/ d'un CF pour b/. (c) Nucléation d'une partielle de Shockley effaçant le défaut présent et créant un SSF. (d) Configuration finale

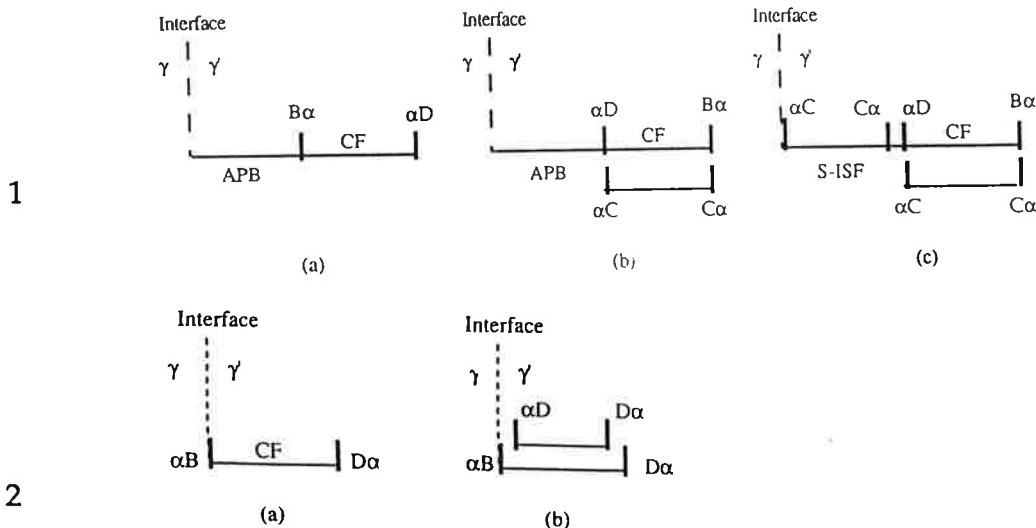


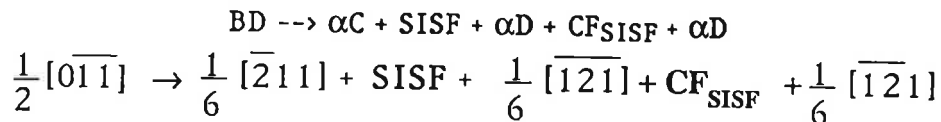
Figure I.17 :

1/ (a) Cisaillement de l'interface avec inversion des partielles et création d'une APB. (b) Dissociation des partielles de Shockley bordant la faute complexe sur deux plans adjacents. (c) Nucléation d'une partielle de Shockley dans le plan de l'APB créant un SISF et un dipôle $C\alpha/\alpha C$.

2/ (a) Franchissement de l'interface γ/γ' par une dislocation dissociée BD sans inversion des partielles. (b) Nucléation d'une dislocation de Schockley αD sur un plan adjacent au dessus de la faute complexe sur la partielle de queue conduisant à la formation de la SESF.

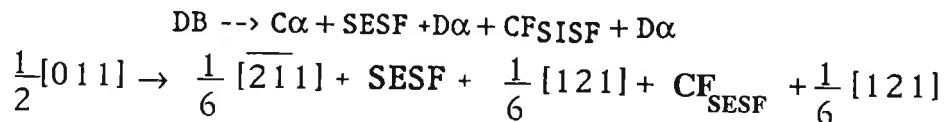
Une dislocation, à l'approche du précipité se dissocie. Sous contrainte ces partielles s'éloignent ou se rapprochent selon le sens de celle-ci (Décamps B. et al 1991). Le mécanisme fait alors intervenir la nucléation d'une partielle de Shockley dont la localisation a été précisée par des travaux de microscopie électronique en haute résolution (Décamps et al 1994- cf figures I.16.a et I.16.b). La dissociation se fait par création de dislocations de Shockley et création d'un ruban de Défaut d'Empilement Intrinsèque ou Extrinsèque de Surstructure.

Mode II.i.C



ou

Mode II.e.C



Dans ces mêmes travaux, Décamps et al ont démontré que les deux Shockley identiques sont sur deux plans atomiques consécutifs et pas plus (cf Figure I.17).

Discussions sur les deux mécanismes :

Le mécanisme de Condat-Décamps a l'avantage d'autoriser l'approche ultérieure d'une dislocation de matrice, identique ou différente à la première, permettant de retrouver les différentes configurations connues.

En 1991, Milligan et al ont proposé un mécanisme de cisaillement qui s'inspire aussi de ce dernier, afin d'expliquer la formation de petits défauts résiduels dans les précipités dans le PWA1480 en traction à basse température (20 à 200°C).

Ils proposent l'explication suivante : (cf Figure I.18) des paires de dislocations traversent le précipité en étant dissociées en deux superShockley séparées par un SISF. La partielle de queue est épinglée dans le précipité, celle de tête traîne le défaut et s'échappe du précipité en laissant une boucle fautive derrière elle. Les deux dislocations de matrice se retrouvent dans la matrice.

Le mode de dissociation ne faisant intervenir qu'une seule dislocation de matrice, a été mis en évidence dans Ni₃Al déformé par compression entre 20 et 200°C (Veyssièrre et al 1985), sur une superpartielle couplée à une autre par une paroi d'antiphase et formant des drapeaux de SISF. La même observation a été faite par Huis in't Veld et al en 1985.

Energies de SSF (Superlattice Stacking Fault) :

On donne dans le tableau I.4 les différentes valeurs notées dans la littérature.

Alliages	Energie de SISF mJ/m ²	Energie de SESF mJ/m ²	Energie de CFSISF mJ/m ²	Références-Remarques
AM1	15	25	80	Véron 1994 Décamps et al 1991 (d=3nm, calcul isotrope)
AM3	-	-	70	Décamps et al 1991 (d=3,6nm)
MARM200	-	26 17	-	Bonnet et al 1989 20°C 900°C

Tableau I.4 : Valeurs des énergies des fautes d'empilements ou complexes pour différents alliages (par microscopie électronique en transmission : mesure des largeurs de dissociation).

Caron et al (1988) ont étudié le CMSX2, et remarquent qu'ils n'ont jamais observé la séparation entre les deux parties de Shockley : l'énergie est suffisamment élevée pour que la dissociation n'ait pas lieu ou qu'elle ne soit visible en champ faible.

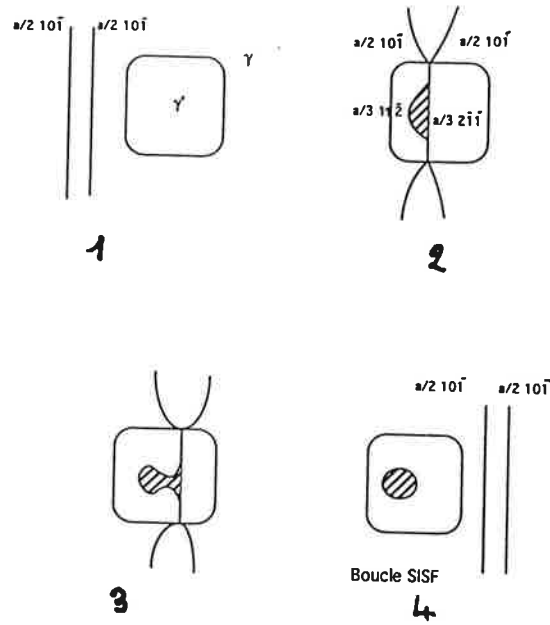


Figure I.18 : Mécanisme de déformation pour expliquer la formation des défauts résiduels dans les précipités proposé par Antolovich et al (1991) dans le PWA1480 à basse température 20 et 200°C.

B.3.f/ Résumé des modes de déformation élémentaires du superalliage :

Dans la matrice

$$\frac{1}{2}[\bar{1}10] \rightarrow \frac{1}{6}[\bar{2}11] + \text{ISF} + \frac{1}{6}[\bar{1}2\bar{1}]$$

$$\gamma_{\text{ISF}} = 20 \text{ mJ.m}^{-2} \text{ (Décamps et al 1991).}$$

Dans le précipité

Mode I

$$[\bar{1}01] \rightarrow \frac{1}{6}[\bar{2}11] + \text{CF}_{\text{APB}} + \frac{1}{6}[\bar{1}12] + \text{APB} + \frac{1}{6}[\bar{2}11] + \text{CF}_{\text{APB}} + \frac{1}{6}[\bar{1}12]$$

$$\gamma_{\text{APB}} = 150 \text{ mJ.m}^{-2} \text{ (Valeur moyenne de superalliages autres que l'AM1).}$$

$$\gamma_{\text{CF}_{\text{APB}}} = 185 \text{ mJ.m}^{-2} \text{ (Valeur pour une nuance de Ni}_3\text{Al : Baluc et al 1988).}$$

Mode II.i.C

$$\frac{1}{2}[0\bar{1}1] \rightarrow \frac{1}{6}[\bar{2}11] + \text{SISF} + \frac{1}{6}[\bar{1}2\bar{1}] + \text{CF}_{\text{SISF}} + \frac{1}{6}[\bar{1}2\bar{1}]$$

ou

Mode II.e.C

$$\frac{1}{2}[011] \rightarrow \frac{1}{6}[\bar{2}11] + \text{SESF} + \frac{1}{6}[121] + \text{CF}_{\text{SESF}} + \frac{1}{6}[121]$$

$$\gamma_{\text{SISF}} = 15 \text{ mJ.m}^{-2} \text{ (Véron 1994).}$$

$$\gamma_{\text{SESF}} = 25 \text{ mJ.m}^{-2} \text{ (Véron 1994).}$$

$$\gamma_{\text{CF}_{\text{SISF}}} = 80 \text{ mJ.m}^{-2} \text{ (Décamps et al 1991).}$$

Le cisaillement des précipités se fera selon l'un ou l'autre des mécanismes en fonction d'un certain nombre de paramètres : la température, la vitesse de déformation, la valeur de la contrainte appliquée, son signe etc ...

B.3.g/ Les différents modes de durcissement du superalliage :

Plus les dislocations rencontrent d'obstacles à leur mouvement, plus l'alliage est durci et plus la limite élastique macroscopique de l'alliage est forte.

Les superallages ont la particularité de combiner plusieurs modes de durcissement, nous les exposons ici.

**B.3.g.α/ Durcissement par solution solide dans la matrice cfc :
(Strudel, 1975)**

L'introduction par substitution ou par insertion d'un atome étranger dans la structure crée un champ de contraintes au voisinage de l'impureté ; ce dernier interagit avec le champ de contrainte de la dislocation, rendant son mouvement plus difficile.

Les gros atomes de tungstène, molybdène et tantale ont été rajoutés à la composition dans ce but.

**B.3.g.β / Durcissement structural : Contrainte d'Orowan :
(Kear et al, 1968, 1974 ; Pope et Ezz, 1984 ; Nemeto et al, 1991)**

La précipitation au sein d'une matrice est un des meilleurs moyens de durcir un matériau. S'ils ne peuvent être cisailés : c'est le cas des précipités non-cohérents ou des précipités cohérents qui possèdent une très forte énergie de défaut, les précipités doivent être contournés. Ce contournement se fait dans le plan de glissement : c'est le mécanisme de contournement d'Orowan. Pour cela, il faut que les dislocations s'incurvent entre les précipités : la contrainte alors nécessaire à ce contournement est appelée contrainte d'Orowan. De ce fait, la largeur du couloir est une distance importante.

La contrainte d'Orowan peut être calculée à partir de la position critique de Frank-Read de la dislocation (on exprime la tension de ligne avec l'approximation de l'élasticité isotrope).

$$\sigma_{or} = K \left(\frac{\mu b}{2\pi e} \right) \ln \left(\frac{e}{2r_0} \right)$$

où $K = \cos^2 \phi + (1/1-\nu) \cdot \sin^2 \phi$

ϕ : Angle entre vecteur de Burgers b et direction de ligne de la dislocation

ν : Coefficient de Poisson

μ : Module de cisaillement dans le plan octaédrique

- e_0 : Largeur du couloir
 e : Largeur du couloir dans le plan de glissement
 r_0 : Rayon du coeur de la dislocation

Nous avons fait le calcul de cette contrainte dans le cas d'une dislocation vis glissant dans un plan $\{111\}$ à 950°C :

$K=1$, $\nu=1/3$, $\mu=45\text{GPa}$ à 950°C (Poubanne 1989), $e=\sqrt{3}e_0=\sqrt{3}100\text{nm}=173\text{nm}$

$r_0=0,5\text{nm}$ (Valeur arbitraire dans la fourchette 0,2-0,5 nm).

$$\sigma_{\text{Or}\langle 111 \rangle} = 77 \text{ Mpa (Contrainte projetée).}$$

$$\sigma_{\text{Or}\langle 001 \rangle} = 190 \text{ Mpa (Contrainte selon la sollicitation } \langle 001 \rangle \text{).}$$

Ce durcissement est directement lié à la largeur des canaux. Il n'existe pas dans le matériau massif constitué de γ pur. Aussi une courbe de traction de γ massif ne reflètera que le durcissement par solution solide plus la friction de réseau.

Il est possible, si la température est suffisamment élevée, que le contournement se fasse par glissement dévié ou par montée : les contraintes limites pour ces mécanismes sont alors plus faibles.

B.3.g. γ / Durcissement provenant de l'écart paramétrique :

(Maniar et al, 1971 ; Oblak et al, 1974)

Un écart paramétrique entre deux phases cohérentes a pour conséquence d'induire des contraintes de compression dans la phase dont le paramètre est le plus grand (ici γ) et des contraintes de tension dans l'autre (ici γ').

Ces contraintes dans l'AM1 sont relaxées de manière élastique jusqu'à une certaine température : 1150°C (Royer 1993) ; au delà de celle-ci des dislocations apparaissent et se placent à l'interface pour diminuer l'écart. (Ces expériences ont été réalisées sur de l'AM1 après traitement standard ONERA).

Des calculs de simulation par éléments finis ont été réalisées par différents auteurs (Glatzel et al 1989, Ganghoffer et al 1991, Pollock et al 1992, Benyoucef 1994) afin d'évaluer la valeur de ces contraintes ainsi que leurs distributions. Les calculs à deux dimensions, sont réalisés dans le cadre d'une élasticité iso- ou anisotrope et font intervenir l'écart paramétrique via les constantes de dilatation thermique des deux phases.

Qualitativement, les résultats obtenus sont tous les mêmes. La figure I.19 donne un exemple de ces résultats.

Les couloirs subissent une compression biaxiale de l'ordre de 200 à 400MPa, et le précipité une traction biaxiale de quelques dizaines de MPa. Les résultats numériques dépendent évidemment de l'alliage (constantes élastiques et écart paramétrique différents) et de la température considérés.

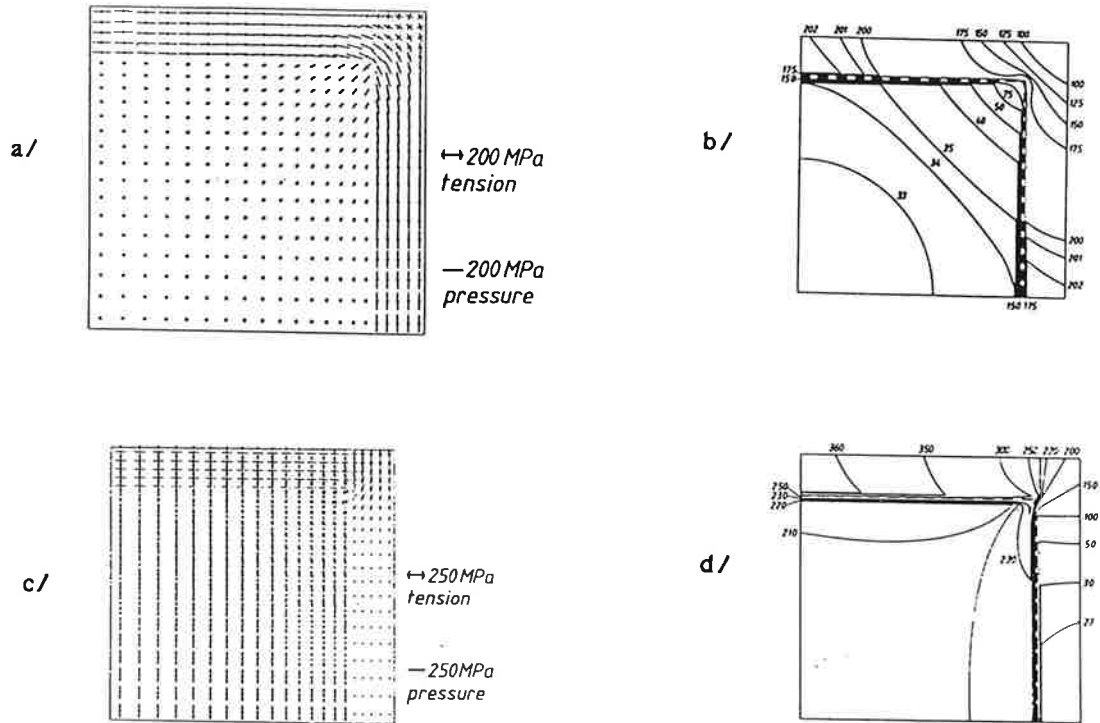


Figure I.19 :

a/ Contraintes dues à l'écart paramétrique dans la matrice et γ' . Les tenseurs des contraintes sont transformés sur les axes principaux. b/ Lignes donnant les isovaleurs des contraintes de Von Mises (MPa) Le maximum est dans la matrice.

c/ Superposition des contraintes internes de a/ à une traction de 200MPa. Les tenseurs des contraintes sont transformés sur les axes principaux. d/ Lignes donnant les isovaleurs des contraintes de Von Mises (MPa) (Superposition des contraintes internes de a/ à une traction de 200MPa).

Alliage SRR99. $\delta = -2,1 \cdot 10^{-3}$. $T = 1253K$.

D'après Glatzel et al (1989)

Des différences qualitatives sur les résultats, subsistent néanmoins entre les différents travaux, en ce qui concerne l'ordre de grandeur de la contrainte au coin du précipité. Il semblerait que cela dépende uniquement de la forme du précipité que les auteurs choisissent ; par exemple Benyoucef (1994) ne trouve pas de maximum notable en ce point et l'attribue à la forme arrondie choisie pour le coin du précipité, alors que Pollock et al. (1992) obtiennent une contrainte de Von Mises* de 840Mpa.

* La contrainte de Von Mises σ_{vm} est donnée par la formule suivante, elle donne une contrainte moyenne équivalente de traction uniaxiale, en un point ou un tenseur de contraintes agit.

$$\sigma_{vm} = (\sigma_{xx}^2 + \sigma_{yy}^2 - \sigma_{xx}\sigma_{yy} + 3\sigma_{xy}^2)^{1/2}$$

où σ_{xx} , σ_{yy} et σ_{xy} sont les éléments non nuls du tenseur de contraintes.

B.3.g.δ/ Durcissement par cisaillement :

Une des raisons principales de durcissement des superalliages (et c'est assez paradoxal) est le cisaillement par paires de dislocations (Shah et al. 1984). Ces paires de dislocations ont dans les structures L12 un comportement bien particulier que nous présentons dans le paragraphe qui suit. Elles sont freinées par du glissement dévié dans les plans cubiques.

B.4/ PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES MACROSCOPIQUES :

Les superalliages à base de Nickel présentent des similitudes de comportement mécanique avec l'intermétallique Ni₃Al dont la phase γ' (70% du volume) est structurellement identique.

A la différence de la plupart des matériaux, les composés L1₂ (Wee et al. 1980, Pope et Ezz 1984) et les superalliages ont des propriétés mécaniques macroscopiques bien particulières :

- La limite d'élasticité est une fonction croissante de la température jusqu'à 7-800°C où elle présente un pic (Ni₃Al : 750°C). Ce comportement est communément appelé **Anomalie de la limite d'élasticité**. Les figures I.20 et I.21 présentent le pic pour Ni₃Al monocristallin et pour l'AM1.
- L'orientation $\langle 001 \rangle$ possède la résistance la plus forte. On note que la température à laquelle nous avons réalisé nos travaux se situe au delà de ce pic et que $\sigma_{0,2}(950^\circ\text{C}) \approx 600\text{MPa}$.
- La loi de Schmid et Boas n'est pas respectée (cf. annexe) ; en l'occurrence le comportement en traction-compression est asymétrique.
- Le durcissement est extrêmement fort : de l'ordre de $\mu/50$ (alors qu'il est classiquement de l'ordre de $\mu/500$ pour les autres alliages) où μ est le module de cisaillement.

B.4.a/ Explications du comportement des composés L1₂ purs :

Depuis une trentaine d'années, de gros efforts ont été réalisés afin de comprendre ce comportement : en ce qui concerne les composés L1₂ purs, deux types de modèles existent.

Ces modèles sont basés sur le fait que les dislocations ont du mal à bouger à cause de la création d'obstacles intrinsèques (créés par les dislocations elles-mêmes).

Ces obstacles sont des glissements déviés locaux hors du plan de glissement (en l'occurrence ici $\{001\}$) ; ces glissements déviés forment des verrous de Kear-Wiltsdorf qui deviennent des lieux d'épinglage de la dislocation, et freinent son mouvement.

Les divers modèles diffèrent sur la raison pour laquelle les blocages deviennent plus efficaces avec l'augmentation de la température.

Les premiers types de modèle (Takeuchi et al. 1973, Paidar et al. 1984, Mills et al. 1989) sont basés sur l'augmentation de la fréquence d'apparition et de la densité de ces blocages grâce à une activation thermique du glissement dévié. Takeuchi et al. pensent que c'est la mobilité des segments vis qui dépend de la densité des points

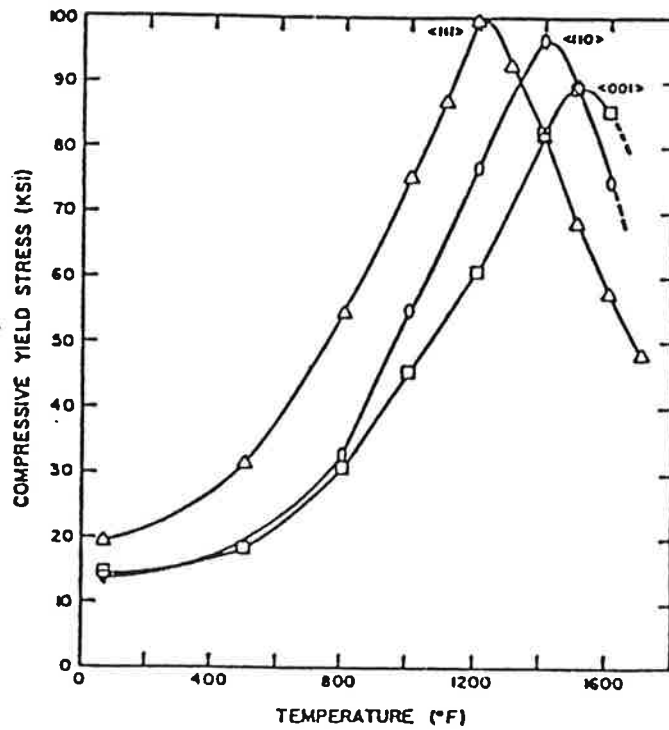


Figure I.20 : Variation en fonction de la température de la limite d'écoulement de monocristaux de Ni₃Al d'orientation <001>, <011> et <111>. D'après Copley et al (1967)

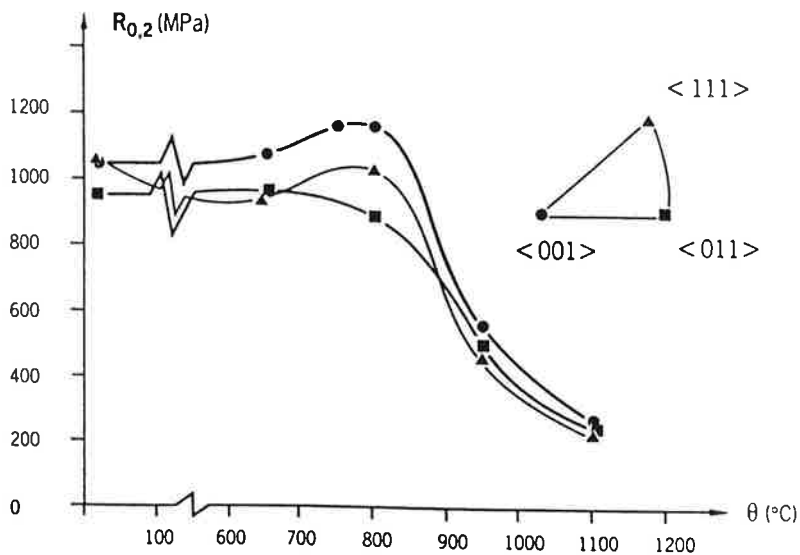


Figure I.21 : Evolution de la limite d'élasticité de l'AM1 avec la température D'après Devaux C. et Guedou J.Y. Colloque National Superalliages Monocristallins 22-23 Nov 1990 Nancy.

d'ancrage qui est importante, tandis que Mills et al. s'appuient sur la mobilité des segments non vis qui dépend de leur longueur.

Les seconds types de modèle (Davies et al. 1965, Copley et al. 1967, Veyssi re et al. 1989, Couret et al. 1989) sont bas s sur l'augmentation de la r sistance des obstacles, plus particuli rement de la hauteur des d crochements. En l'occurrence, Veyssi re et al. (1989) s'appuient sur le fait que les segments de verrous de KW se courbent dans les plans cubiques o  le mouvement des dislocations est lent.

Aucun mod le complet n'existe aujourd'hui, pour expliquer le comportement "anormal" des compos es L12. La tendance actuelle est de penser que l'anomalie de ces compos s repose sur l' volution dynamique de la distribution des d crochements.

B.4.b/ Explication du comportement des superalliages γ/γ' :

Le comportement des mat riaux biphas s est plus complexe : Shah et Duhl (1984) donnent des explications bas es sur le mod le du glissement d vi  cubique activ  des dislocations dans les alliages L12, pour l'orientation $\langle 001 \rangle$; ils expliquent ainsi la d pendance de la limite d' lasticit  avec la temp rature. Ils concluent 1/ que le cisaillement des pr cipit s est le m canisme principal de durcissement, (le cisaillement se fait par paires de dislocations) 2/ qu'  la temp rature de pic la r sistance est insensible   la taille des pr cipit s du fait de la contribution importante du glissement d vi  cubique, 3/ que la loi de Schmid n'est pas suivie   cause de l'action des contraintes de constrictions sur les partielles et de la modification par le glissement d vi  de la contrainte de cisaillement projet e.

B.4.c/ Constantes d'élasticité de l'AM1:

De la même façon, le module d'Young E_{hkl} (module d'élasticité apparent selon la direction cristallographique $\langle hkl \rangle$) ainsi que les coefficients d'élasticité C_{ij} (reliant les contraintes aux déformations) de la matrice des superalliages varient selon l'orientation et la température.

Le tableau I.5 donne la valeur du module d'Young pour l'AM1 selon les orientations simples et trois températures .

L'évolution de ces modules avec la température est donnée en figure I.22 pour quelques superalliages dont l'AM1 .

hkl	T	Ambiante	650°C	950°C
001		130	110	92
011		220	-	170
111		290	270	220

Tableau I.5 : Modules d'Young de l'AM1 (GPA) Poubanne 1989.

Le tableau I.6 donne les constantes élastiques (ou rigidités) C_{ij} , le module de cisaillement dans le plan de glissement μ_{111} et le module de cisaillement moyen μ (moyenne de Reuss - qui intervient dans les calculs d'énergie d'interaction entre deux dislocations) calculés grâce aux relations suivantes à la température de 982°C :

$$\mu_{111} = 3.C_{44}(C_{11}-C_{12})/(C_{11}-C_{12}+C_{44})$$

$$\mu = \sqrt{C_{44}(C_{11}-C_{12})/2}$$

C_{11}	C_{12}	C_{44}	μ_{111}	μ
140,5	70,1	95,8	44,5	58,1

Tableau I.6 : Constantes élastiques et modules de cisaillement de l'AM1 à 982°C. Grandeurs en GPA (Lisiecki 1992)

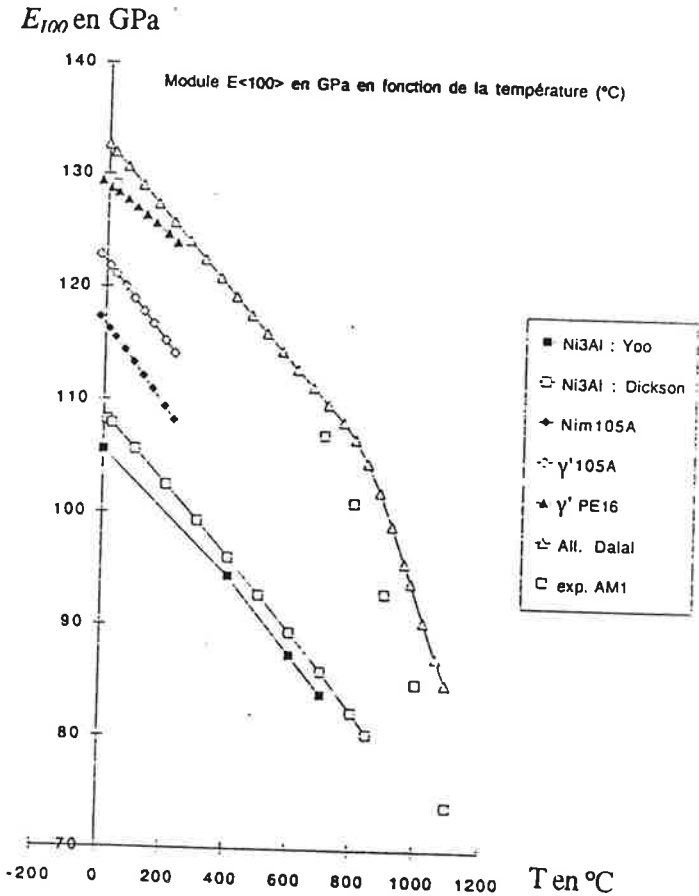


Figure I.22 : Evolution du module E_{100} de différents superalliages en fonction de la température . D'après Courbon 1990.

B.5/ TRACTION ET COMPRESSION DYNAMIQUE :

Les différents superalliages monocristallins à base de nickel présentent des caractéristiques communes en sollicitation mécanique et notamment en sollicitation monotone dynamique.

Ce paragraphe présente des travaux portant sur le comportement des superalliages en traction ou compression : nous avons privilégié ici l'aspect des mécanismes de déformation.

Les traits classiques communs que nous ne répéterons pas à chaque fois sont en ce qui concerne les systèmes de glissement activés pour des sollicitations :

selon $\langle 001 \rangle$: du glissement octaédrique avec activation de quelques uns des 8 systèmes prédits par la loi de Schmid

selon $\langle 011 \rangle$: du glissement octaédrique simple

selon $\langle 111 \rangle$: du glissement cubique multiple.

La déformation se présente toujours dans la phase γ qui est la phase la plus ductile (sauf cas de cisaillement ; c'est ce que nous présentons dans ce qui suit).

B.5.a/ L'AM1 :

$$T = 650, 950^\circ\text{C}$$

$$\dot{\epsilon} = 2,6 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$$

$$\langle 001 \rangle$$

AM1	Ni	Co	Cr	Al	W	Ta	Mo	Ti
% en masse	base	6,5	7,5	5,3	5,5	8	2	1,2

Poubanne (1989) a réalisé quelques essais de traction à 650 et 950°C à une vitesse de déformation = $2,6 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$.

A 650°C un seul vecteur de Burgers est activé ; il se trouve dans deux plans de glissement, à 950°C la déformation est très homogène (elle semble uniformément répartie à petite échelle), se bloquant dans la phase γ ou à l'interface γ/γ' : deux vecteurs de Burgers sont activés sur trois plans de glissement.

Des bandes de déformation localisée sont aussi observées lors de cette étude selon $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ à 650°C.

Décamps et al. (1991) ont aussi réalisé des essais de traction et compression dynamiques à 950°C et observent du cisaillement par création de superdéfauts d'empilement ; à légère majorité intrinsèque en traction et à légère majorité extrinsèque en compression. Ils expliquent cette asymétrie à la lumière du mécanisme de cisaillement précédemment proposé (Décamps et al. 1991) et notamment par l'effet de la contrainte appliquée sur l'écartement ou le rapprochement des particules (cf. figure I.16).

B.5.b/ Le RENE N4 :

$T=20, 760, 980^{\circ}\text{C}$

$\dot{\epsilon} = 4.10^{-4}\text{s}^{-1}$

 $\langle 001 \rangle$

RENE N4	Ni	Co	Cr	Al	W	Ta	Mo	Ti
% en masse	base	7,5	9,3	3,8	5,9	4,0	1,6	4,2

Le RENE N4 a été étudié par Gabb et al. (1986) en traction selon différentes températures.

A 20°C rien de particulier n'est noté (déformation classiquement homogène dans la matrice).

A 760°C, la microstructure de déformation est hétérogène : la déformation se localise dans des bandes de déformation parallèles à $\{111\}$. Ces bandes ont des contours droits et sont composées d'un unique vecteur de Burgers, elles sont séparées de régions exemptes de toute déformation. Dans ces bandes, les précipités sont cisailés par des paires $a/2 \langle 110 \rangle$ quasiment vis séparées par une paroi d'antiphase (APB) tandis que la matrice contient des dislocations de caractère variable et non appariées.

A 980°C, (à cette vitesse de même qu'à 4.10^{-3} et 2.10^{-4} : Miner et al. 1986) la microstructure présente du cisaillement par le mode II.C (création de fautes d'empilement de surstructure).

B.5.c/ Le SRR99 :

$T=550^{\circ}\text{C}$

$\dot{\epsilon} = 2,3.10^{-4}\text{s}^{-1}$ tant que $\epsilon^p < 3\%$

 $\langle 001 \rangle$

puis $\dot{\epsilon} = 1,5.10^{-3}\text{s}^{-1}$

SRR99	Ni	Co	Cr	Al	W	Ta	Ti
% en masse	base	5,1	8,61	5,49	9,38	2,72	2,23

A 550°C Scheunemann-Frerker et al. (1992) ont observé la microstructure à 0,14% et 1% de déformation plastique et à rupture.

A 0,14% la microstructure présente deux systèmes octaédriques activés sur les 8 attendus. Les dislocations sont vis et dans la matrice, elles laissent des résidus mixtes à 60° sur les interfaces.

A 1%, les dislocations vis pénètrent dans les précipités, la microstructure présente des bandes de glissement aux contours très nets contenant des dislocations vis $a/2 \langle 110 \rangle$ appariées dans γ' et des vis ou mixtes à 60° dans γ .

A la rupture, les bandes ont disparu mais la densité des dislocations dans γ a augmenté tandis qu'elle est restée relativement constante dans γ' (les dipôles s'annihilent au delà d'une certaine densité) : la déformation est homogène.

Les auteurs ont étudié la configuration des vis dans γ' dans les bandes et ont montré qu'elles présentaient des configurations déjà rencontrées dans Ni_3Al : elles sont séparées de 5 nm l'une de l'autre dans un plan cubique ($\gamma_{001}=120 \text{ mJ.m}^{-2}$). Les superdislocations sont le plus souvent dans une configuration dipolaire, le plan du dipôle étant d'autant plus proche de {011} que la distance de séparation du dipôle est proche de 15nm (en dessous il y a annihilation). Ils remarquent par ailleurs que Lall et al. (1979) ont démontré que les $a/2 \langle 110 \rangle$ sont en fait dissociées en Shockley et que ce phénomène gêne le glissement dans {001} du fait de la recombinaison nécessaire au mouvement.

B.5.d/ Le MARM200 :

T=760 à 1010°C

$\dot{\epsilon} = 1.7.10^{-6}\text{s}^{-1}$ à $1.7.10^{-3}\text{s}^{-1}$

$\langle 001 \rangle$

MARM200	Ni	Co	Cr	Al	W	Zr	C	Fe	B	Nb	Ti
% en masse	base	10,40	9,20	5,00	12,60	0,05	0,15	0,30	0,02	1,00	2,05

Leverant et al. (1971) ont étudié la traction du MARM200 à des vitesses de déformation variables sur une gamme de hautes températures. Ils montrent comment les mécanismes de déformation dépendent des deux variables : T et $\dot{\epsilon}$. Leurs résultats sont les suivants :

A moyenne température (760°C) et grande vitesse ($\dot{\epsilon} > 10^{-4}\text{s}^{-1} = 3\% \text{min}^{-1}$) le MARM200 présente une déformation hétérogène de même nature que celle présentée précédemment (Kear et Pearcey avaient déjà observées ces bandes en 1967). Pour une vitesse de déformation inférieure $\dot{\epsilon}=1,7.10^{-6}\text{s}^{-1}$ ($10^{-2}\% \text{min}^{-1}$) la structure est homogène et montre des fautes d'empilement de surstructure.

A haute température, quelle que soit la vitesse de déformation, la déformation est homogène : les bandes ne sont pas observées (même à forte vitesse de déformation).

B.5.e/ Le PWA1480 :

$T = 20 \text{ à } 1093^\circ\text{C}$

$\dot{\epsilon} = 8.3 \cdot 10^{-5} \text{ à } 8.3 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$

$\langle 001 \rangle$

PWA1480	Ni	Co	Cr	Al	W	Ta	Ti
% en masse	base	5	10	5	4	12	1,5

Milligan et al. (1987) obtiennent le même genre de résultats d'un point de vue qualitatif. A savoir, qu'à vitesse de déformation élevée $\dot{\epsilon} = 8.3 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ et qu'à basse ou moyenne température, l'alliage présente du cisaillement par paires vis $a/2\langle 110 \rangle$ séparées par une paroi d'antiphase, au sein même de bandes de déformation très intenses. Ces dislocations vis sont souvent en configuration dipolaire et ont dévié par glissement dans des plans cubiques.

A ces vitesses de déformation, les auteurs expliquent l'absence des bandes au dessus de 927°C par un changement de mécanismes : transition du cisaillement par paires au contournement des précipités par le mécanisme d'Orowan. Ils signalent tout de même le cas d'un essai réalisé à 1093°C à $\dot{\epsilon} = 8.3 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ qui présente une déformation hétérogène sous la forme de bandes ayant la même structure qu'à basse et moyenne température !

A haute température, le glissement dévié dans $\{011\}$ est actif et les dislocations contournent les précipités. Les auteurs notent par ailleurs que les dislocations cisailent par superdéfauts au bout d'un certain taux de déformation. A basse vitesse de déformation, $\dot{\epsilon} = 8.3 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$, la microstructure dépend aussi de la température : les températures inférieures à 815°C induisent du cisaillement par superdéfauts d'empilement et ce d'autant plus que la température est élevée.

D'autres travaux sur cet alliage font part d'un comportement bien particulier en traction à 20°C et 200°C (Milligan et al. 1991). Dans ce domaine de température, la microstructure est hétérogène et concentrée dans des bandes de glissement. La différence avec les autres superalliages se situe dans la nature des défauts rencontrés dans γ' : ces défauts ont la forme de petites boucles fautées aux contours irréguliers entourées d'une partie de Schockley. La présence de ces résidus est accompagnée de la présence de paires de vis $a/2\langle 110 \rangle$ dans la matrice. Les auteurs ont proposé un mécanisme de cisaillement se rapportant au mode II : nous l'avons déjà présenté en B.3.e. . Ils n'excluent pas pour autant la possibilité d'un mécanisme de "drapeaux fautés" proposé par Veyssi re et al. (1985).

B.5.f/ Le CMSX-2 :

$T = 20 \text{ à } 760^\circ\text{C}$ $\dot{\epsilon} = 10^{-4}\text{s}^{-1}$ $\epsilon^P = \text{quelques } \%$ $\langle 001 \rangle$

CMSX-2	Ni	Co	Cr	Al	W	Ta	Mo	Ti
% en masse	base	4,6	8	5,6	8	6	0,6	1

Caron et al. (1987) montrent que le CMSX-2 présente une microstructure variable selon la température et l'axe de sollicitation (On ne parlera ici que de $\langle 001 \rangle$)

Jusqu'à 650°C , l'écoulement plastique se fait par du glissement octaédrique multiple et dans des bandes parallèles à $\{111\}$ contenant des paires $a/2\langle 110 \rangle$ vis séparées par une APB. Les bandes sont séparées par des zones vierges de toute déformation.

A 760°C , la déformation est homogène ; en plus de la présence de paires dans γ' , les précipités sont cisailés par des défauts de surstructure dans $\{111\}$: il n'y a plus de localisation dans les bandes.

Des essais de traction (à 0,2%)-relaxation ont été réalisées par d'autres auteurs (Dupeux et al. 1987) sur le même alliage à une vitesse de déformation égale à $2.4 \cdot 10^{-4}\text{s}^{-1}$ de 650 à 1000°C . Ils ont observé les mêmes défauts de surstructure dans une gamme de température $650\text{-}800^\circ\text{C}$, et ils l'attribuent à l'étape de traction.

B.5.g/ Le CMSX-2 et l'AM3 :

$T = 20 \text{ à } 1050^\circ\text{C}$ $\dot{\epsilon} = 10\text{s}^{-1}$ $\langle 001 \rangle$

AM3	Ni	Co	Cr	Al	W	Ta	Mo	Ti
% en masse	base	5,5	8	6	5	3,5	2,25	2

Lisiecki et Kubin (Lisiecki 1992, Kubin 1994) ont étudié l'influence de la taille et de la distribution des précipités, à fraction volumique constante, à 20 , 450 et 650°C sur le comportement de ces deux superalliages, selon les axes $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$.

Ils distinguent trois types de microstructures : une microstructure de déformation homogène, une microstructure de bandes de glissement associée à une déformation non uniforme mais stable, une microstructure de bandes de glissement associée à une déformation instable (décrochements de la courbe de déformation). Leur travail est axé sur les raisons expliquant le cisaillement catastrophique qui provoquent les instabilités. Ils montrent ainsi qu'elles sont observées de façon prédominante selon l'orientation $\langle 011 \rangle$ et jamais au dessus de la température de pic et qu'elles sont favorisées par une distribution irrégulière de précipités de petite

taille : i.e. lorsque les dimensions caractéristiques de la microstructure favorisent le cisaillement par rapport au contournement.

B.5.h/ Le MC2 :

T= 20 et 850°C

In situ

<001>

MC2	Ni	Co	Cr	Al	W	Ta	Mo	Ti
% en masse	base	5	8	5	8	6	2	1,5

Benyoucef (1994) a réalisé des études in situ de l'alliage MC2 à 20 et 850°C en traction :

A 20°C, leurs expériences montrent que des empilements coplanaires de quelques dislocations se créent et se propagent dans la matrice et que leur nombre s'adapte à la résistance des obstacles rencontrés. Il montre que le cisaillement est contrôlé par le déplacement de superdislocations vis.

A 850°C, il observe que la déformation se propage en volume selon plusieurs systèmes de glissement, surtout dans les canaux perpendiculaires à l'axe de traction. Il note que les dislocations se multiplient grâce à la formation de boucles provenant de dislocations vis déviées et qu'elles peuvent se dissocier en deux Shockley dans la matrice.

Des explications en terme d'influence des contraintes dues au désaccord paramétrique cristallin ont été avancées afin d'expliquer la localisation préférentielle de la déformation dans le couloir perpendiculaire à la sollicitation. Benyoucef a par ailleurs mené des calculs par éléments finis à deux dimensions où le désaccord paramétrique est intégré sous la forme d'une différence entre les deux coefficients de dilatation des deux phases et où la contrainte appliquée est prise égale à la limite d'élasticité à 850°C. Son calcul montre que la contrainte de Von-Mises (contrainte équivalente donnant une idée du niveau de la sollicitation locale) est plus élevée dans les canaux perpendiculaires à l'axe de sollicitation que dans les canaux le contenant.

On notera par ailleurs que son approche montre 1/ que les concentrations de contrainte n'existent pas au coin de précipités si leur arrondi est pris en compte 2/ que la contrainte due au désaccord varie le long d'un couloir en fonction de l'environnement (taille et forme des précipités).

B.5.i/ Conclusions :

Il ressort des différents travaux présentés ici, que les paramètres importants pour le mécanisme de franchissement des précipités (contournement ou cisaillement) sont, pour des essais à orientation, taille et répartition de précipités données : la température, la vitesse de déformation et l'écart à l'orientation.

Certains alliages se démarquent un peu par leur comportement, mais une tendance générale peut être tirée :

A faible vitesse de déformation, le franchissement des précipités évolue du cisaillement avec création de superdéfauts à basse température (pas de cisaillement catastrophique excepté le cas de PWA1480 à 20°C, et les instabilités du CMSX-2 et AM3) au contournement par Orowan à haute température.

A forte vitesse de déformation, les mécanismes de déformation évoluent du cisaillement par paires de dislocations $a/2\langle 110 \rangle$ (avec APB) au contournement majoritaire à haute température.

L'apparition des bandes semble coïncider avec l'action du mécanisme de cisaillement par paires. Elles sont classiquement observées pour des températures en dessous de la température de pic (une seule exception : le PWA1480 pour un essai à 1093°C et $\dot{\epsilon} = 8.3 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$) et typiquement pour des vitesses de déformation de l'ordre de 10^{-3} - 10^{-4}s^{-1} . Les différents auteurs, Leverant et al. (1971) entre autres, pensent que les bandes apparaissent pour des échantillons vierges de déformation.

REFERENCES DU CHAPITRE I

- Baluc, N, Karnthaler, H.P. et Mills M.J. , 1988, EUREM 88, n°93, Chap. 13,2,p483.
- Baluc, N, Karnthaler, H.P. et Mills M.J., 1988, Inst. Phys. Conf. Ser., 93, vol.2, p463, IOP Publishing LTD.
- Beauchamp, P., Douin, J. et Veyssi re, P., 1987, Phil. Mag. A., 55, p565
- Benyoucef Moustafa, 2 F vrier 1994, Th se de l'Universit  Paul Sabatier de Toulouse "Etude par microscopie "in situ" des m canismes de d formation du superalliage MC2"
- Bilby, B.A., Bullough, R. et Smith, E., 1955, Proc. R. Soc. Lond., A231, 263
- Bonnet, R. et Ati, A., 1989, Acta. Metall., 37, n°8, p2153
- Bontemps-Neveu Catherine 25 Avril 1991 Th se de l'Universit  Paris-Sud centre d'Orsay "Etude des m canismes de d formation de Ni₃Al"
- Buchon, A., Chambrelaud, S. et Blavette, D. Colloque National Superalliages monocristallins Nancy 22-23 Nov 90
- Caillard, D., Cl ment, N. et Couret, A., 1988, Phil. Mag. Vol. 58, N°6, p263.
- Caillard, D., Cl ment, N., Couret, A., Lours, P. et Coujou A., 1988, Phil. Mag. Letters 58, p263
- Caron, P. Khan, T. et Veyssi re, P., 1988, Phil. Mag. A., 57, p859
- Caron, P. et Khan, T., 1983 Mat.Sci. Eng. , 61, pp173.
- Caron, P. et Khan, T., 1987, Symposium on advanced materials and processing techniques for structural applications Paris 7-9 septembre.
- Condat, M. et D camps, B., 1988, Scripta Met., Vol.21, p607.
- Copley S.M., Kear B.H., 1967, Trans. Met. Soc. AIME 23, 977.
- Courbon Joel 14 D cembre 1990 Th se de l'Institut National Polytechnique de Grenoble "Etude du cisaillement   haute temp rature de la phase ordonn e d'un superalliage   base de Nickel"
- Couret, A., Caillard D., 1989 a, Phil. Mag. A, 59, 783
- Couret, A., Caillard D., 1989 b, Phil. Mag. A, 59, 801.
- Davies, R.G., Stoloff N.S., 1965, Trans. Met. Soc. AIME 233, 714.
- D camps, B. et Condat, M., 1987, Phys. Stat. Sol., 109, K16.
- D camps, B., Condat, M. et Morton, A.J., 1991, Microsc. Microanal. Microstruct. 2, p603.
- D camps, B., Morton, A.J. et Condat, M., 1991, Phil. Mag. A., 64, p641.
- D camps, B., P nisson J.M., Condat, M., Gu taz L. et Morton A.J., 1994, Scripta Met. et Mat., Vol.30, N°11, p1425
- Devaux, C et Gu dou, J.Y., 1990 Colloque National Superalliages monocristallins 22-23 Nov Nancy p171.
- Dimiduk, D.M., 1989, Th se Pittsburgh, Pennsylvania, USA
- Dollar, D. et Bernstein 1988, Superalloys 88,  dit  par Duhal D.N., Maure G., Antolovich S., Lund C. et Reichman S., The metallurgical Society, Inc., Warrendale, pa., USA, p275.

- Douin, J., 11 décembre 1987, Thèse de l'université de Poitiers, "Structures fines et plasticité dans Ni₃Al".
- Dupeux, M., Ignat, M., Henriët, J., Harchaoui, A. et Rouault-Rogez, H., 1986, Colloque National "Superalliages monocristallins -Physicochimie et propriétés mécaniques à haute température" Villard deLans (France), 26-28 Fév. 1986.
- Feller-Kniepmeier, M. and Scheunemann-Frerker, G., 1990, Phil. Mag., 62, p77.
- Flinn, P.A., 1960, Trans. Metall. Soc. AIME, 218, p145.
- Fredholm Allan 6 Janvier 1987 Thèse de l'école Nationale Supérieure des Mines de paris "Monocristaux d'alliages base Nickel relation entre composition , microstructure et comportement en fluage à haute température"
- Gabb, T.P., Miner, R.V., Gayda, J., 1986, Scripta Met, Vol. 20, p513.
- Ganghoffer, J.F., Hazotte, A., Denis S. et Simon A., 1991, Scripta Met et Mat., Vol25, pp2491-2496.
- Glatzel, U. et Feller-Kniepmeier, M., 1989, Scripta Met, Vol.23, pp1839-1844.
- Heredia, F.E., and Pope, D.P., 1991, J.Phys.III,1, 1055.
- Huist in't Veld, A.J. , Boom, G., Bronsveld, P.M. and DeHosson, J.Th., 1985, Scripta. Met., 19, p1123
- Jaoul, B. 1965 "Etude de la plasticité et application aux métaux" Dunod.Paris,
- Kear, B.H. et Oblak, J.M. et Giamey, A.F., 1970, Met. Trans.,1, p2477.
- Kear, B.H. et Pearcey, B.J. 1967, Trans AIME, 239, p898
- Kear, B.H. Giamei, A.F, Leverant, G.R., Oblak, J.M., 1969, Scripta Met., 3, p123.
- Kear, B.H. Giamei A.F, Silcock, J.M. and Ham, R.K., 1968, Scripta metall, 2, 287.
- Kear, B.H. and Oblak, J.M., 1974, J.de Physique, Colloque C7, Supplément au n°12, 35.
- Korner, A., 1988, Phil. Mag. Vol. 58 N°3 p507
- Kubin, L, Lisiecki, B. et Caron P., 1994, Phil. Mag., ?
- Lall, C., Chin, S. and Pope D.P., 1979, Metall. Trans.A.10, 1323.
- Leverant, G.R., Gell, M, Hopkins, S.W., 1971 Mater. Sci.Eng., 8, p125.
- Lisiecki Bruno, 20 Oct. 1992, Thèse de l'université paris VI (Pierre et Marie Curie) "Déformation plastique en traction des superalliages monocristallins CMSX-2 et AM3"
- Maniar , G.N. , and Bridge Jr. J.E., 1971, Metall. Trans., 2, 95.
- Marcinkowski, M.J., Brown, N. et Fischer, R.M., 1961, Acta Met., 9, 124.
- Milligan, W.W. et Antolovich, S.D., 1987, Met. Trans A, Vol.18A, p85
- Milligan, W.W. et Antolovich, S.D., 1991, Met. Trans.A., Vol.22, p2309.
- Mills, M.J., Baluc N. Karnthaler, P., 1989, Mater. Res. Soc. Proc.. 133, 203.
- Miner, R.V., Voigt, R.C. Gayda, J. et Gabb T.P., 1986, Met. Trans. Vol17A, p491.
- Mughrabi, H., Biermann, H., et Ungár T., 1993, Journal of Mat. Eng. and Performance (JMEPEG), Vol.2(4), August 1993-557.
- Müller, L., Glatzel, U. et Feller-Kniepmeier M., 1992, Acta Met. et Mat., Vol40, N°6, pp.1321-1327.
- Nabarro, F.R.N. , 1987, Theory of crystals dislocations, réédition de Dover, New York, p216

- Nembach, E. et Neite, G.**, 1985, Prog. Mat. Sci., 29, 177.
- Nemeto, M., Tian, W.H., and Sano, T.**, 1991, J. Phys. III, 1, 1099.
- Oblak, J.M., Paulonis, D.F. and Duvall, D.S.**, 1974, Metall. Trans., 5, 143.
- Paidar, V. Pope, D.P. et Vitek, V.**, 1984, Acta Met. 32, p435
- Paidar, V., Pope, D.P., Vitek, V.**, 1984, Acta met. 32, 435.
- Pollock, T.M. et Argon, A.S.**, 1992, Acta Met. et Mat., Vol 40, N°1, pp1-30.
- Pope, D.P., and Ezz, S.S.**, 1984, International Metals Review, Vol. 29, n°3.
- Poubanne, P.** Thèse de l'Ecole Centrale Paris, 19 Mai 1989 "Etude et Modélisation du comportement mécanique d'un superalliage monocristallin pour aube de turbine"
- Royer Agnès** Thèse de l'Université Joseph Fourier Grenoble "Evolutions thermique et mécanique de la microstructure de superalliages monocristallins étudiées par diffusion centrale et diffraction (Neutrons, Rayons γ)"
- Scheunemann-Frerker, G., Gabrish, H., Feller-Kniepmeier, M.**, 1992, Phil. Mag A, Vol. 65, N°6, p1353.
- Shah, D.M. et Duhl, D.N.**, 1984 Proc. 5th Intern. Symp. on Superalloys, Metallurgical Society AIME p105
- Strudel, J.L.**, 1975, 18ème Colloque de Métallurgie, 233.
- Takeuchi, D.E., Kuramoto**, 1973, Acta. Met. 21, 207.
- Thompson, N.**, Proc. Phys. Soc., 66B; 481 (1953).
- Véron Muriel** 17 Janvier 1995, Thèse de L'Institut Polytechnique de Grenoble "Etude et modélisation de la coalescence orientée dans les superalliages à base de Nickel"
- Veyssièrre, P.** 1988, High Temperature Ordered Intermetallics Alloys III. Congrès d'Automne de la MRS (Boston) Edité par C.T.Liu (MRS Proc. Series), p175
- Veyssièrre, P., Yoo, M.H., Horton, J.A., Liu, C.Y.**, 1989, Phil. Mag. Letters 59, 61
- Veyssièrre, P. Douin, J. and Beauchamp, P.**, 1985, Phil. Mag. A. 51, p875
- Wee, D.M., Noguchi, O., Oya, Y., et Suzuki, T.**, 1980, Trans. Jpn Inst. Met., 21, 237.

CHAPITRE II

FATIGUE OLIGOCYCLIQUE, ESSAI MECANIQUE

A/ Généralités sur la fatigue	49
1/ <i>Définition</i>	49
2/ <i>Notations</i>	49
3/ <i>Généralités</i>	51
B/ Acquis en fatigue isotherme	54
1/ <i>Historique général</i>	54
2/ <i>Alliages monophasés monocristallins</i>	54
3/ <i>Fatigue et alliages durcis par précipitation</i>	55
4/ <i>Fatigue et superalliages</i>	56
a. AM1	56
b. RenéN4, PWA 1480	58
c. CMSX-2	59
d. CMSX-6	59
e. PWA 1480	59
f. MARM-200	61
g. Conclusions	62
Références chapitre II	63

CHAPITRE II :

FATIGUE OLIGOCYCLIQUE

A / GENERALITÉS SUR LA FATIGUE :

A.1/ DEFINITION :

On appelle fatigue :

- soit le comportement d'un matériau sous l'action de sollicitations mécaniques cycliques ou répétées, d'amplitude constante ou variable (choisie à l'avance) -contrainte ou déformation-.
- soit l'action de ces sollicitations.

A.2/ NOTATIONS :

On donne quelques rappels de définitions et de notations des grandeurs cycliques caractéristiques de la fatigue qui nous sont utiles dans le mémoire :

Soit le test de fatigue de la figure II.1 où un cycle est représenté

On note :

$\Delta\varepsilon = \varepsilon_{\max} - \varepsilon_{\min}$ l'amplitude totale de déformation (%).

$\Delta\varepsilon^P$ la déformation plastique d'un cycle et $\Delta\varepsilon^P = \varepsilon^{P+} + \varepsilon^{P-}$ (%).

$\Delta\varepsilon_{\text{cum}}^P = \sum_{\text{tous les cycles}} \Delta\varepsilon^P$ la déformation plastique cumulée d'un essai (%).

$\varepsilon^{\text{él}}$ la déformation élastique du cycle et alors $\Delta\varepsilon^{\text{tot}} = \varepsilon^{\text{él}} + \varepsilon^{P+}$ (%).

$\Delta\sigma = \sigma_{\max} - \sigma_{\min}$ l'amplitude de contrainte (MPa).

$\sigma_{\text{moy}} = (\sigma_{\max} + \sigma_{\min})/2$ la contrainte moyenne (MPa).

f la fréquence (Hz).

N_r le nombre de cycles à rupture (pour les essais portés à rupture).

Pour les tests à $\Delta\sigma$ imposés (ou à $\Delta\varepsilon^{\text{tot}}$ imposés) : on définit le rapport de contrainte $R_\sigma = \sigma_{\min}/\sigma_{\max}$ (ou le rapport de déformation $R_\varepsilon = \varepsilon_{\min}/\varepsilon_{\max}$). Pour ces tests, on parle d'écrouissage (respectivement d'adoucissement) cyclique quand $\Delta\sigma$ augmente (diminue) avec le nombre de cycles.

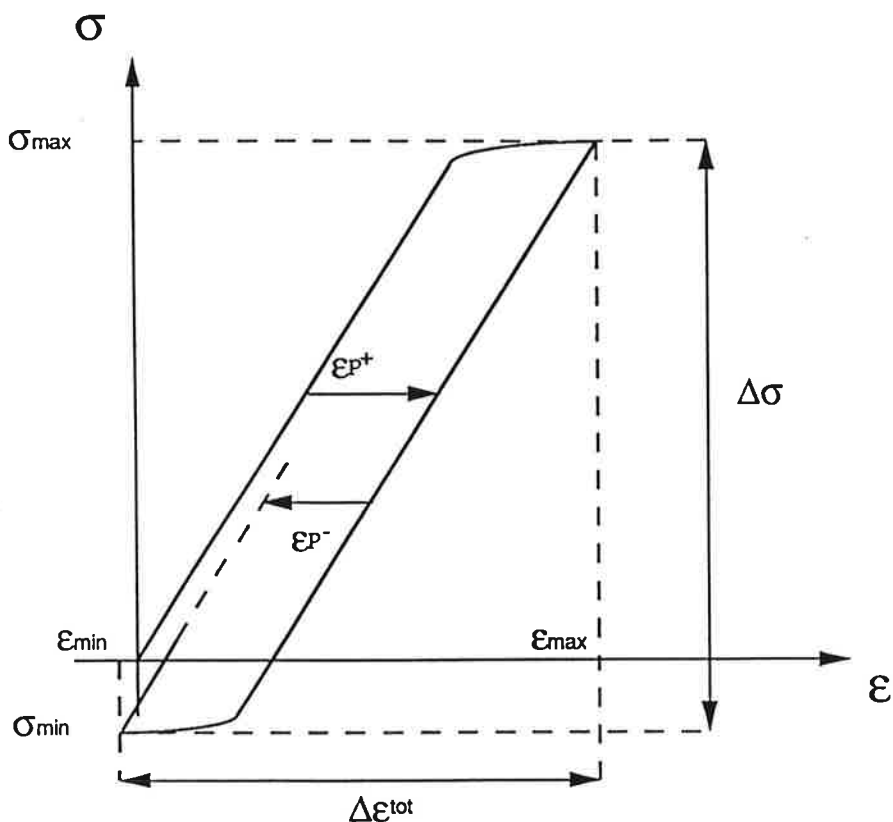


Figure II.1 : Courbe générale (σ - ϵ) d'un essai de fatigue
Notations des grandeurs cycliques caractéristiques

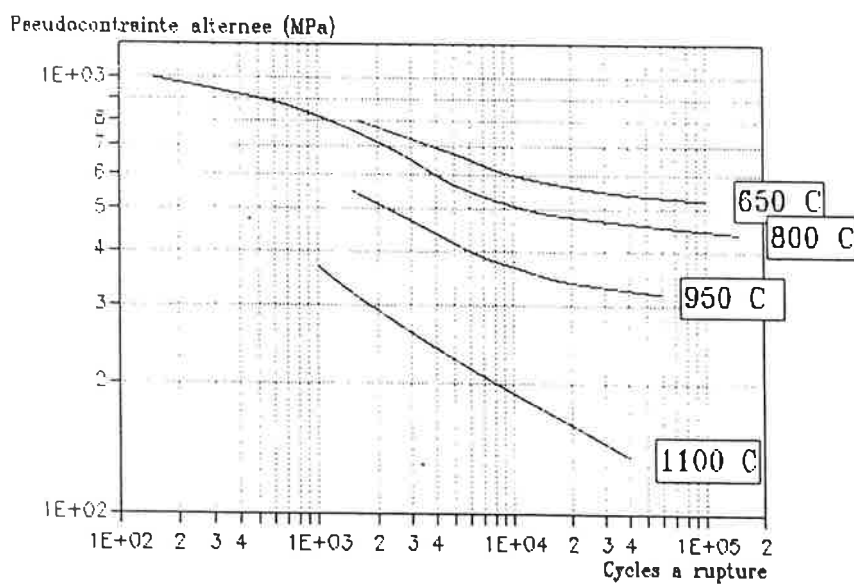


Figure II.2 : Propriétés moyennes de fatigue oligocyclique de l'AM1
selon la direction $\langle 001 \rangle$ Déformation imposée $R_{\epsilon}=0$
D'après Devaux C. et Guédou J.Y. Nov. 1990
Colloque National "Superalloys monocrystallins" p174

A.3 / GENERALITÉS :

La fatigue, en tant que sollicitation mécanique dynamique, est une des causes principales de dégradation d'un matériau.

Il existe plusieurs types de fatigue selon la variation de certains paramètres : le mode de sollicitation (traction, compression, torsion, flexion ou combinaison de celles-ci), l'amplitude et la valeur moyenne de la sollicitation. On peut ensuite faire varier la température, la fréquence, l'environnement de l'essai, la forme des pièces ou encore l'état de surface du matériau.

La fatigue dont il s'agit ici, est une fatigue **plastique** oligocyclique en traction-compression : la contrainte est supérieure à la limite d'élasticité.

Ce type de sollicitation est assez violent et provoque la rupture pour un petit nombre de cycles ($<10^4$), d'où l'appellation "oligocyclique", du grec "oligos" qui signifie petit, peu nombreux (Low Cycle Fatigue en anglais).

Lors d'un essai de fatigue, le matériau subit d'abord un stade d'accommodation plastique qui conduit à de l'endommagement.

Cet endommagement conditionne directement le stade d'amorçage et de propagation des fissures, et donc de la rupture.

Nous nous intéressons ici, au stade d'accommodation plastique. En effet, c'est le comportement plastique du matériau lors de ce stade qui détermine la rapidité de l'apparition de l'endommagement et son importance, et va donc grandement influencer la rupture.

D'un point de vue fondamental, nous verrons que les mécanismes de fatigue des superalliages lors du stade d'accommodation sont encore mal connus à l'heure actuelle (particulièrement en fatigue $R_e=0$).

Ce sont ces deux points, compréhension des mécanismes fondamentaux gérant la fatigue, et la volonté de pouvoir prédire la rupture des matériaux, qui guident toutes les études portant sur ce stade, la nôtre y compris.

De façon générale, le comportement en fatigue des matériaux est analysé à partir de différentes courbes. Ces courbes peuvent être des courbes donnant la durée de vie pour différentes valeurs du paramètre imposé. On appelle ces courbes des courbes de Wöhler. Par exemple : une courbe liant la contrainte appliquée et la durée de vie (cf figure II.2 pour l'AM1 en fatigue $R_e=0$). On peut aussi construire des courbes d'érouissage cyclique afin de les comparer aux courbes d'érouissage en sollicitation

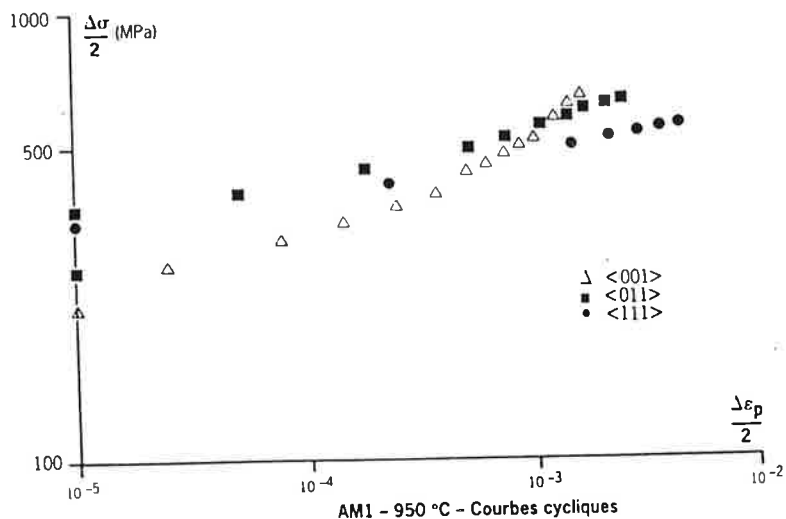


Figure II.3 : Courbe d'écrouissage cyclique contrainte-déformation plastique de l'AM1 suivant différentes orientations
 D'après Devaux C. et Guédou J.Y. Nov. 1990
 Colloque National "Superalliages monocristallins" p175

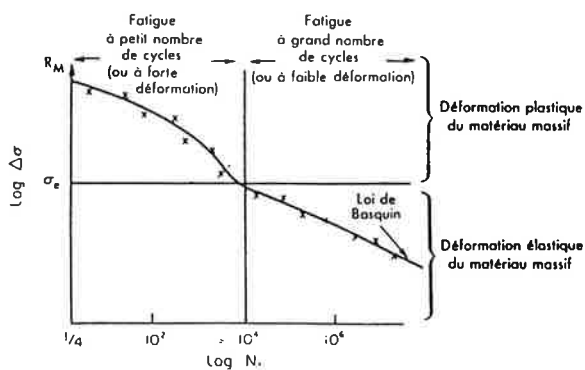


Figure II.4 : Loi de Basquin : loi liant le nombre de cycles à rupture N_f et l'amplitude de contrainte $\Delta\sigma$ à grand nombre de cycles et à σ inférieure à la limite d'élasticité (ie domaine de fatigue à grand nombre de cycles)

monotone. On place l'amplitude de contrainte en fonction de l'amplitude de déformation plastique des cycles stabilisés : exemple en figure II.3.

On trace aussi souvent la durée de vie en fonction de l'amplitude de déformation.

Ces courbes ont permis de trouver des lois empiriques :

à température ambiante, on peut relier soit l'amplitude de déformation élastique à N_f pour des sollicitations sous et au dessus de la limite d'élasticité (Loi de Basquin - cf figure II.4), soit l'amplitude de déformation plastique à N_f , mais uniquement au dessus de la limite d'élasticité (Loi de Manson-Coffin - cf figure II.5)

à haute température, on établit de la même façon diverses lois paramétriques où la fréquence intervient (puisque'elle a une influence à haute température), qui restent cependant insuffisantes pour les structures complexes (Lieurade 1982)

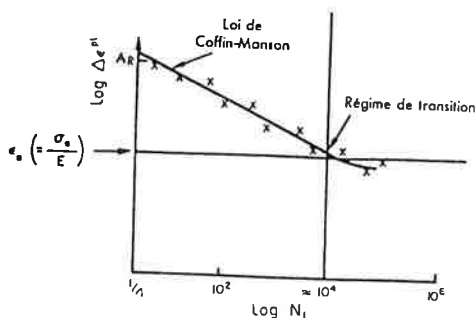


Figure II.5.a

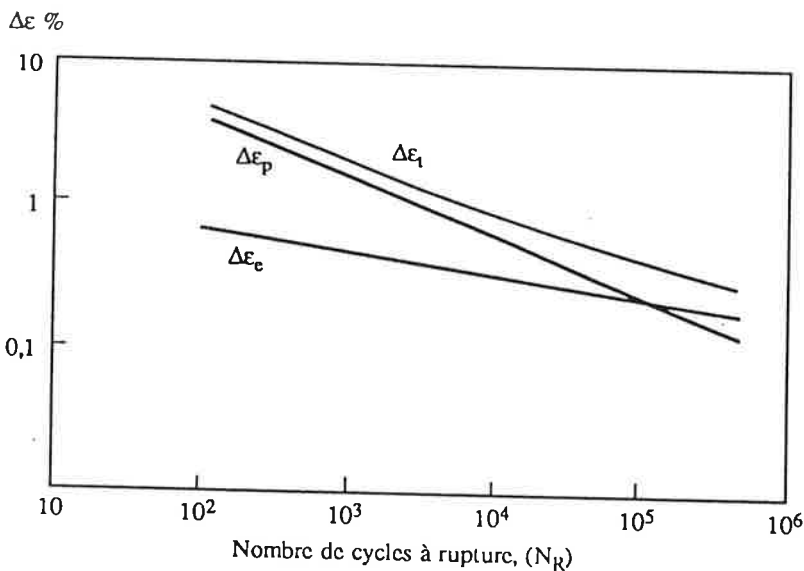


Figure II.5.b

Figure II.5 : Loi de Manson-Coffin : loi liant l'amplitude de déformation au nombre de cycles à rupture (ie domaine de fatigue oligocyclique)

a/ Courbe générale *

b/ Exemple avec un acier (Z02 CND 17.12) **

* Ashby M.F., Jones D.R.H. 1980 Matériaux "Propriétés et applications" p128

** François D., Pineau A., Zaoui A. 1993 Comportement mécanique des matériaux tome2 p223

B/ ACQUIS EN FATIGUE ISOTHERME :

B.1/ HISTORIQUE GÉNÉRAL :

D'un point de vue microstructural, les principales études de fatigue traitent de la nucléation et de la propagation des fissures qui relèvent de la mécanique de la rupture.

Les mécanismes microstructuraux d'endommagement par fatigue ont fait l'objet de travaux dès le début du siècle, mais ont dû attendre l'arrivée de nouvelles techniques d'essais ou d'observation telles que le microscope électronique à balayage ou à transmission dans les années 1960, pour réellement progresser (Revue de De Fouquet 1979, Revue de Magnin et al 1984).

Le stade d'accommodation a été examiné de façon détaillée dans divers alliages monophasés, notamment dans les alliages cuivreux ainsi que d'autres alliages cfc (Mughrabi 1983, Laird et al 1986). Un certain nombre de travaux ont été aussi consacrés aux alliages durcis par précipitation.

Parallèlement vers la fin des années 70, suite à l'apparition des superalliages polycristallins, un certain nombre de publications traitent de leur comportement en fatigue. Cela concerne des superalliages comme le RENE 80, le PM Astroloy, l'Inconel MA6000 ou le Waspaloy... les références "fatigue superalliages polycristallins" en donnent un aperçu significatif.

Puis la naissance des superalliages monocristallins et l'intérêt qu'on leur porte dans les années 80 ont généré de nombreuses études comportementales en sollicitation monotone (fluage, traction, compression... - cf chapitre I) de même que de nombreux articles sur la rupture en fatigue (mécanismes d'initiation et de propagation de fissures- cf références "ruptures superalliages").

Peu de travaux en revanche, portent sur l'étude des microstructures des superalliages monocristallins sous sollicitation cyclique.

B.2/ ALLIAGES MONOPHASÉS MONOCRISTALLINS :

Excepté le travail de Gaugh (1933), la plupart du travail sur la fatigue des monocristaux cfc est réalisé dans les années 60 (à titre d'exemples : Broom et al 1962, Feltner et al 1966, Lukas et al 1966, Hancock et al 1969, Basinski et al 1969, Mughrabi et al 1976, Mughrabi 1979, ...cf références "Fatigue et monocristaux cfc").

La revue écrite par T. Magnin et al en 1984 présente un point de vue critique sur les avancées et les acquis en fatigue pour les métaux et alliages (c.c. ou c.f.c.) purs, monophasés ou contenant des précipités sous forme de mono- ou polycristaux. De même, Laird et al (1986) ont publié une revue recensant les structures de dislocations produites

par déformation cyclique dans les alliages ou métaux c.f.c. monocristaux où ils montrent qu'elles adoptent des configurations de basse énergie.

Ces bilans de travaux montrent que les mécanismes de fatigue dans les métaux ou alliages monocristallins sont relativement bien compris.

B.3/ FATIGUE ET ALLIAGES DURCIS PAR PRÉCIPITATION :

Avant de présenter les études sur les superalliages, on donne d'abord certains résultats sur la fatigue d'alliages durcis par précipitation.

Des travaux sur les alliages durcis par précipitation ont conduit à ces principaux résultats (Revue de Pineau 1979, Revue de Magnin et al 1984) :

On peut diviser ces alliages en deux grandes classes suivant leur comportement : les alliages pour lesquels les précipités sont cisailés, et les alliages pour lesquels les précipités sont contournés. Ces auteurs notent qu'un comportement intermédiaire peut être observé : par exemple il existe des alliages pour lesquels le cisaillement n'intervient qu'après application d'une certaine valeur cumulée de la déformation plastique.

Les modes d'interaction dislocations/précipités contrôlent directement le comportement mécanique des alliages déformés cycliquement .

- Le cisaillement des précipités provoque l'apparition de bandes de déformation intenses. Le cisaillement des précipités provoque alors la dégradation de ceux-ci et résulte en un adoucissement cyclique. On peut aussi observer des nouvelles configuration de dislocations qui provoquent aussi un adoucissement.

- Le franchissement des particules par contournement donne naissance à un comportement mécanique plus stable, et à une répartition plus homogène de la déformation ; les contraintes cycliques sont alors contrôlées par les interactions entre dislocations mobiles et dislocations sessiles accumulées aux interfaces γ/γ' (dislocations géométriquement nécessaires au sens du modèle d'Ashby : Ashby 1969).

Le mode de franchissement dépend du rapport entre l'énergie à fournir pour former une boucle autour du précipité et l'énergie à fournir pour cisailier le précipité.

B.4 / FATIGUE ET SUPERALLIAGES MONOCRISTALLINS :

Ce paragraphe présente les résultats d'investigations menées en fatigue isotherme sur différents superalliages à base de nickel.

Nous avons principalement extrait de ces études les données traitant des microstructures de déformation ou de ses liens avec leur comportement mécanique. Nous présentons les résultats pour chaque alliage en privilégiant l'axe de sollicitation $\langle 001 \rangle$. Un en-tête recense les données expérimentales principales de chaque étude.

B.4.a/ l'AM1 :

- Poubanne 1989 650 et 950°C f=0,33Hz
Déformation imposée R_ε=-1

Ce travail a surtout concerné la caractérisation mécanique macroscopique de l'alliage et la modélisation de son comportement. Cependant, des observations de microstructures de déformation ont tout de même été réalisées :

A 650°C, l'alliage présente des bandes de déformation planaires séparées par des zones exemptes de déformation. Selon $\langle 001 \rangle$, les systèmes de glissement activés sont octaédriques ; selon $\langle 111 \rangle$ ils sont cubiques.

A 950°C, toute la déformation est accommodée par la matrice et se répartit de façon homogène.

On donne à titre d'information, les courbes d'érouissage cyclique pour différentes orientations cristallographiques de cette étude (figure II.6).

D'autres travaux consacrés à l'aspect mécanique ont été réalisés à 650°C et à 950°C :

- AM1 650 et 950°C $\dot{\epsilon} = 2.10^{-4} - 9.10^{-5} s^{-1}$
Hanriot et al 1991 Déformation imposée R_ε = -1

Ils obtiennent des résultats similaires en ce qui concerne les microstructures de déformation. On signalera surtout qu'ils citent deux essais réalisés selon l'axe $\langle 001 \rangle$ à 950°C à $\dot{\epsilon} = 9.10^{-5} s^{-1}$ et à $\dot{\epsilon} = 2.10^{-4} s^{-1}$, où les auteurs ont décelé malgré l'oxydation, à la surface des éprouvettes, la trace de bandes de déformation.

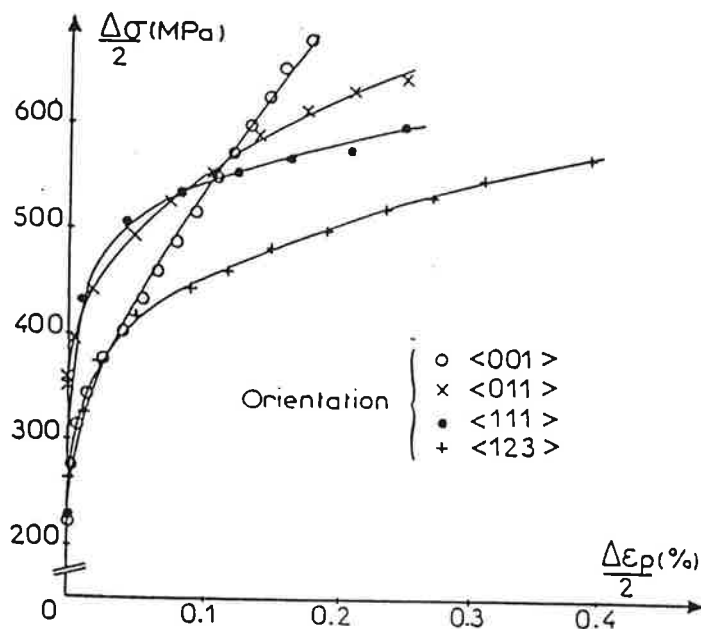


Figure II.6 : Courbes d'écroutissage cyclique expérimentales de l'AM1 pour quatre orientations cristallographiques à 950°C (Période = 30s) $R_E = -1$
Poubanne 1989

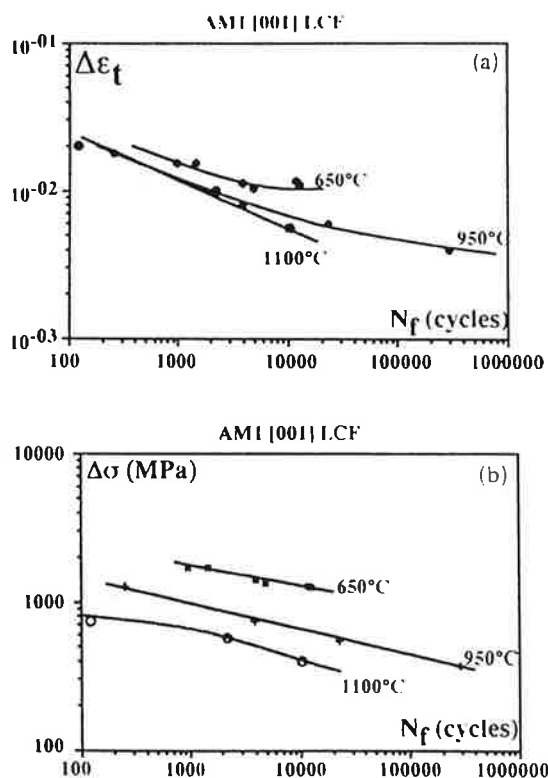


Figure II.7 : Nombre de cycles à rupture de l'AM1 à différentes températures en fonction de
(a) l'amplitude de déformation totale imposée
(b) de l'amplitude de la contrainte
 $f = 0.05\text{Hz}$ $R_E = -1$
Fleury et al 1993

• AM1	650 et 950°C	f= 0,05Hz
Fleury 1991	Déformation imposée	R _E =-1
Fleury et al 1993		

Un troisième article traite de la fatigue de l'AM1 et donne (cf figure II.7) le nombre de cycles à rupture pour les amplitudes de déformation imposée .

Ces auteurs ont étudié l'influence de l'orientation cristallographique et de la température sur la durée de vie de l'AM1. Le travail est axé sur les problèmes de fissuration et de propagation.

On retiendra que les bandes de glissement influencent le chemin suivi par les fissures, et produisent une rupture non linéaire à 650°C. Dans ce domaine de température, l'oxydation a des effets beaucoup plus limités qu'à haute température.

A 950°C, les observations sur les microstructures sont identiques à celles obtenues par les auteurs précédents.

B.4.b/ René N4, PWA 1480 :

• Gabb et al 1986	760 et 980°C	f=0,1Hz
	Déformation imposée	Tests à rupture

A 760°C, les échantillons déformés selon $\langle 001 \rangle$ présentent des bandes denses au sein d'une déformation étendue. 4 systèmes de glissement octaédriques γ sont hautement sollicités dans la matrice. Dans les bandes, la phase γ' contient des dislocations très droites quasiment vis, tandis que la phase γ contient 70% de dislocations mixtes (on retrouve les 4 mêmes systèmes plus 2 autres).

Selon $\langle 111 \rangle$, la déformation est homogène.

Loin de $\langle 001 \rangle$, un comportement identique à celui observé en $\langle 001 \rangle$ est noté ; dans γ' , on observe du glissement dévié de paires de dislocations.

A 980°C, les tests suivant $\langle 001 \rangle$ ne présentent pas de bandes. Par contre, les interfaces γ/γ' sont pourvues de réseaux de dislocations la plupart carrés et réguliers. Ces réseaux sont constitués de dislocations coin dont le vecteur de Burgers est fréquemment contenu dans le plan de l'interface, et de dislocations mixtes se trouvant dans un plan cubique ou octaédrique. Les auteurs supposent, que de telles dislocations coin doivent leur existence aux contraintes de cohérence ; ils attribuent les autres au comportement de fatigue.

Ils notent que selon $\langle 001 \rangle$, la déformation de l'alliage se confine dans des secteurs ("patches") par glissement octaédrique multiple.

En traction la microstructure présente des bandes de glissement superposées à une structure de déformation homogène.

Les dislocations observées dans γ' , en traction ou en fatigue ont la même configuration : ce sont des paires $a/2\langle 110 \rangle$, dans des plans de déviation cubiques, souvent en configuration dipolaire.

• PWA1480
Gabb et al 1989(a)

650°C
Déformation imposée

f= 0,1Hz
 $R_G = -1$

Le second article décrit plutôt les microstructures :

Ils observent trois comportements différents selon que le glissement est cubique, octaédrique simple ou octaédrique multiple.

Les échantillons qui se déforment par du glissement octaédrique multiple (orientations $\langle 001 \rangle$) durcissent immédiatement, à cause de l'interaction des différents systèmes de glissement dans γ , et à cause de la création de réseaux de dislocations sessiles, qui forment des barrières aux interfaces γ/γ' .

Les échantillons qui se déforment par du glissement octaédrique simple (orientations $\langle 011 \rangle$, $\langle \bar{2} 5 20 \rangle$ et $\langle \bar{3} 6 10 \rangle$) ont un stade de glissement facile dû à l'existence de bandes de glissement, puis un stade de durcissement dû à l'accumulation des dislocations dans la phase cubique dans les bandes, et à leur glissement dévié (formation d'enchevêtrements non plans, sessiles).

Les échantillons qui se déforment par du glissement cubique ($\langle \bar{1} 1 1 \rangle$, $\langle \bar{2} 3 4 \rangle$) durcissent graduellement. En effet, il y a du glissement cubique dans γ' et du glissement dévié dans la matrice : l'interaction de tels systèmes à l'interface provoque des configurations non planaires, et sessiles aux interfaces γ/γ' dans les bandes qui ont un effet de durcissement.

• PWA1480
Gabb et al 1989(b)

850-1050°C
Déformation imposée

f= 0.1Hz
 $R_G = -1$

Gabb et al ont montré que même si le comportement du PWA 1480 est différent en traction selon $\langle 001 \rangle$ et selon $\langle 111 \rangle$, celui-ci est identique en fatigue pour les deux directions : l'adoucissement est similaire selon $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$. Pour les deux orientations, la déformation se répartit de façon homogène très rapidement et se localise aux interfaces γ/γ' sous la forme de réseaux ; la coalescence des précipités intervient plus tard (vers 750 cycles).

B.4.f/ MARM-200 :

• MARM-200	750-870°C	f=0.1Hz
Milligan et al 1986	Déformation imposée	R _ε =-1

A 760°C, les échantillons se déformant suivant du glissement simple (orientations loin de <001>, <011> et <111>) ont un durcissement minimal qui conduit à une plus longue vie, les orientations <001>, <011> et <111> présentent du glissement multiple et ont des vies plus courtes.

A 870°C, les cristaux <001> ne présentent ni adoucissement, ni durcissement, tandis que les orientations <011> et <111> présentent un adoucissement cyclique significatif. Les microstructures de déformation des échantillons sollicités selon <001> présentent des bandes de déformation dans lesquelles les auteurs trouvent 3 plans de glissement octaédriques. Les microstructures des autres orientations sont homogènes. Aucune explication n'est donnée pour expliquer ce comportement.

• MARM-200	20-843°C	$\dot{\epsilon} = 1-0.1\%s^{-1}$
Fritzmeier et al 1988	Vitesse de déformation imposée	R _ε =-1

A température ambiante, la microstructure présente des bandes de glissement octaédriques bien définies et largement espacées qui cisailent γ' , sans que le matériau ne s'adoucisse. Ils supposent que cette absence d'adoucissement est due à l'intersection des bandes des différents systèmes de glissement.

A 843°C, les bandes dont la forme ne change pas ont des bords moins nets qu'à l'ambiante et cisailent toujours γ' . En outre, l'alliage présente une structure enchevêtrée homogène qui emprisonne les précipités et provoque une composante de durcissement. Un taux de déformation moindre favorise une déformation plus homogène aux dépens de l'apparition des bandes.

B.4.g/ Conclusions :

Dans l'ensemble, les études en fatigue des superalliages monocristallins explorent les influences de l'orientation et de la température sur la microstructure de déformation. La plupart de ces études sont des études en fatigue alternée ($R_e = -1$).

A basse ou moyenne température (jusqu'à 850°C), les microstructures des superalliages ont tendance à présenter des bandes de déformation ; au dessus c'est exceptionnel (l'AM1). Dans ces bandes, les précipités sont cisailés par des paires de dislocations de matrice $a/2\langle 110 \rangle$ le plus souvent de caractère vis, et plus rarement contournés (exemple du CMSX-2 à 300°C).

Ces bandes se trouvent, soit entourées de déformation répartie de façon homogène dans la matrice localisée majoritairement aux interfaces sous la forme de réseaux de dislocations ; soit entourées de zones vierges de déformation.

Ces bandes ne semblent être responsables ni d'adoucissement, ni de durcissement notable.

A plus haute température, la déformation est systématiquement répartie de façon homogène et se localise essentiellement dans la matrice.

Les réseaux de dislocations qui se forment à l'interface, sont, suivant les différents auteurs, responsables d'adoucissement ou de durcissement. Certains mettent en avant l'aspect réducteur d'écart paramétrique, d'autres l'aspect gênant de tels réseaux sessiles aux interfaces vis à vis de la déformation des précipités.

Glatzel et al (1991) observent et interprètent les deux comportements : un premier stade d'adoucissement du matériau, qu'ils attribuent à la réduction de l'écart paramétrique ; un ralentissement ultérieur dû à l'augmentation de la densité des dislocations.

REFERENCES CHAPITRE II

- Ashby M.F., *Phil. Mag.*, Vol 21, 1969, p399
- Buffière J.Y., Thèse de Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Grenoble "Contribution à l'étude du comportement anisotrope d'un superalliage par essais de flexion" 1993
- Chierragati R., Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris "Influence de l'orientation cristallographique sur le comportement en fatigue oligocyclique du MarM-200 monocristallin" 1987
- De Fouquet J. Ecole d'été d'Yravals 1979 "Dislocations et déformation plastique" p 355 : "Aspects généraux de la fatigue".
- Fleury E. et Rémy L. *Mat. Sci. and Eng.*, A167, 1993, 23-30
- Fleury E., Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris "Endommagement du superalliage monocristallin AM1 en fatigue isotherme et anisotherme" Octobre 1991
- Fritzmeier L.G. & Tien J.K., *Acta Met.*, Vol. 36, N°2, pp. 283-290, 1988
- Gabb T.P. & Welsh G., *Acta Met.*, pp.2507-2516, 1989
- Gabb T.P., Miner R.V. & Gayda J., *Scripta Met.* Vol. 20, pp. 513-518, 1986
- Gabb T.P., Welsh G. & Miner R.V., *Scripta Met.* Vol.21, pp.987-992, 1987
- Gabb T.P., Welsh G., Miner R.V. & Gayda J., *Mat. Sci. & Eng.*, A108, pp189-202, 1989
- Glatzel U. & Feller-Kniepmeier M., *Scripta Met. et Mat.*, Vol.25, pp 1845-1850, 1991
- Hanriot F., Cailletaud G. et Rémy L. *A.S.T.M. High temperature constitutive modelling-Theory and application*. 1991
- Laird C, Charsley P & Mughrabi H *Mat. Sci. & Engineering*, 81 (1986) pp. 433-450
- Lieurade, H.P. et la commission Fatigue des Métaux de la S.F.M., 1982 "La pratique des essais de fatigue" Pyc édition
- Magnin T., Driver J., Lepinoux J. et Kubin L.P., 1984, Part I, Part II *Revue Phys. Appl.* 19 pp483-502,
- Milligan W.W., Jayaraman N. & Bill R.C. *Mat. Sci. & Eng.*, 82 pp.127-139, 1986
- Mughrabi H., 1983, *Acta Metall.* Vol31, N°39, pp.1367-1379.
- Pineau A. 1979, Sollicitation cyclique des alliages durcis par précipitation, "Dislocations et déformation plastique", Editions de Physique, Groh P., Kubin L. P., et Martin J.L. (eds.), p383.
- Poubanne P., Thèse de Doctorat de l'Ecole Centrale Paris "Etude et modélisation du comportement mécanique d'un superalliage monocristallin pour aube de turbine" mai 1989

Fatigue et monocristaux cfc

- Basinski S.J. & Basinski Z.S. & Howie A. *Phil Mag*, 18 (1969) p899
- Broom T. & Ham R.K., *Phil. Mag.*, 7(1962) p95
- Feltner C.E., *Phil. Mag.*, 12(1965) p1229 ; 14(1966) p1219
- Gough H.J., *Proc., ASTM*, 33 (1933) p3
- Hancock J.R. & Grosskeutz J.C., *Acta Met* 17 (1969) p77
- Lukas P. & Klesnil M., *Phys. Status Solidi*, 27 (1968) p545

Mughrabi, H., 1979, Proceeding de "5th International Conference on the Strength of Metals and Alloys", 27-31 Août, 1979, Aachen, RFA, pp1615-1638.

Mughrabi, H., Herz K. and Ackerman F. 1976, Proceeding de "4th international conference on the strength of metals and alloys", Nancy, pp1244-1248

Fatigue superalliages polycristallins

Antolovich S.D., Domas P. & Strudel J.L. Met. Trans. A, vol.10A, december 1979, p.1859

Antolovich S.D., Liu S. & Baur R. . Met. Trans. A, vol. 12 A, march 1981, p.473

Fournier D. & Pineau A. Met. Trans. A, vol.8A, july 1977, p.1095

Fritzemeier L.G. & Tien J.K. Part I. Acta. Met. vol.36,N°2,pp275-282, 1988

Huis in't Veld A.J., Bronsveld P.M., Boom G. & De Hosson J.Th.M. , " Strength of Metals and Alloys ", Proceeding 7th International Conference, Vol 1, pp. 411-416, 1986

Huis in't Veld A.J., Bronsveld P.M., De Hosson J.Th.M. & Bressers J " High temperature alloys : Their exploitable potential, Ed. J.B. Marriott Londres, New-York, Elsevier,pp.19-27, 1987

Hynnä A., Kuokkala V.T., Lepistö T., Mäntylä T. & Kettunen P. High temperature alloys for gas turbines and other applications. II, Liege Belgium, 6-9 Oct 1986 Dordrecht : Riedel, pp1091-1102, 1986

Lerch B.A. & Gerold V. Acta Met. vol33, No9, pp1709-1716, 1985

Lerch B.A. & Gerold V. Met. Trans. A vol.18A, December 1987, pp. 2135-2141

Lerch B.A. & Jayaraman N. Mat. Sci. Eng. 66, 1984, p.151.

Rahouadj R., Menigault J. & Clavel M. Mat. Sci. Eng., 93, pp181-190, 1987

Rao K.B.S. , Schiffers H., Schuster H. & Nickel H. Met. Trans. A., vol.19A, february 1988, p.359

Rosa E. & Pineau A. Mat. Sc. Eng 47, p.471, 1981

Sundaraman M. , Chen W. and Wahi R.P. Scripta Met. vol.23,pp.1795-1800, 1989

Rupture superalliages monocristallins

Antolovich S.D. & Miner Superalloys 1992, Proc. Int. Symp., 7th, pp. 637-46

Anton D.L. Acta. Met. Vol.32, N°10, pp. 1669-1679, 1984

Chierragati R. & Rémy L. Mat. Sci. & Eng., A141, Part I pp1-9, Part II pp11-22, 1991

Defresne A. & Rémy L. Mat. Sci. & Eng., A129, pp. 45-53, 1990

Fleury E. & Rémy L. Mat. Sci. & Eng., A167, pp 23-30, 1993

Gabb T.P. & Welsh G.E. Scripta Met. Vol.20 pp.1049-1054, 1986

Gabb T.P., Miner R.V. & Gayda J., 1986, Scripta Met, Vol.20, pp. 513,518

Gabb T.P., Gayda J. & Miner R.V. Met. Trans. A. Vol.17A, Part II, p497, Mars 1986

Hanriot F., Cailletaud G. & Rémy L. A.S.M.E "High temperature constitutive modelling - Theory and application" Book N° H00667 1991

Hanriot F., Fleury E. & Rémy L. Proc. 4^{ème} conférence "High temperature materials for power engineering 1990" Liège 24-27 Septembre 1990

CHAPITRE III

PROCEDURES EXPERIMENTALES

A/ Essais Mécaniques	65
1/ <i>Introduction</i>	65
2/ <i>Essais mécaniques de fatigue</i>	66
a. Fatigue répétée, $R_E=0$, 1ère série, CSIRO	66
b. Fatigue répétée, $R_E=0$, 2nde série, SNECMA	66
c. Fatigue alternée, $R_E=-1$, 3ème série, Ecole des Mines-Paris	68
3/ <i>Eprouvettes</i>	68
4/ <i>Dépouillement des résultats</i>	68
a. Essais avec extensomètre	68
b. Essais sans extensomètre	68
α On dispose de la courbe $F=f(d\epsilon)$	70
β On ne dispose pas de la courbe $F=f(d\epsilon)$	72
c. Remarques sur les essais mécaniques	72
B/ Orientation des monocristaux	72
C/ Microscopie électronique en transmission : MET	73
1/ <i>Préparation des lames minces</i>	73
2/ <i>MET</i>	73
3/ <i>Conditions d'imageries</i>	74
4/ <i>Caractérisation des dislocations</i>	74
a. Loi d'extinction	74
b. Caractère, plan de glissement	75
c. Plan de dissociation	75
d. Sens d'une dislocation, localisation du plan supplémentaire	75
5/ <i>Nature d'un superdéfaut d'empilement (SSF)</i>	76
6/ <i>De la fidélité et de la représentativité des observations</i>	78
Références chapitre III	79

CHAPITRE III :

PROCEDURES EXPERIMENTALES

A/ ESSAIS MÉCANIQUES :

A.1/ INTRODUCTION :

Nous rappelons que notre travail a porté essentiellement sur le stade d'accommodation : à savoir du début de la sollicitation de l'alliage jusqu'au moment où une fissure apparaît. Nous ne nous sommes donc absolument pas intéressés ni à l'amorçage ni à la propagation de fissures. Les tests que nous avons observés ont soit été stoppés à un nombre de cycles choisi auparavant, soit portés à rupture : des précautions ont alors été prises pour ne pas couper les lames trop près de la rupture !

La majorité des essais a été effectuée à déformation totale $\Delta\epsilon^{\text{tot}}$ imposée avec $R_\epsilon = 0$ (tests de déformation en tractions répétées) ou $R_\epsilon = -1$ (tests alternés symétriques). Un seul test a été effectué à $\Delta\sigma$ imposée avec $R_\sigma = 0$ (test de traction répétée).

Tous les tests ont été effectués à l'air à la même température $T = 950^\circ\text{C}$ à la même fréquence $f=0,25\text{Hz}$ et suivant l'axe de sollicitation $[001]$ à 5° près.

La détermination des orientations est exposée dans ce même chapitre en B/ .

A.2/ ESSAIS MÉCANIQUES DE FATIGUE :

On donne ici les moyens expérimentaux mis en oeuvre pour les essais mécaniques.

Les essais ont été réalisés sur différentes machines : les essais d'une même série ont été réalisés sur une même machine de traction.

A.2.a/ Fatigue répétée, $R_E=0$, première série : CSIRO

La **première série** d'essais a été effectuée dans le cadre d'une collaboration CNRS-CSIRO au CSIRO en Australie à Melbourne. Ces tests ont été effectués sur une machine de traction hydraulique INSTRON modèle 1343 possédant un cadre de charge de 250kN doté d'un four à résistances : cf figure III.1. Des tentatives de mise en place d'un extensomètre pour un meilleur suivi des opérations ont été faites mais sans succès fiable, en raison de difficultés liées à la température élevée.

Le dispositif de mesures ici, enregistre et contrôle le déplacement $d^{éch}$ au loin des têtes d'amarrage (quelques dizaines de cm).

Dans un premier temps, les enregistrements ne concernent que $F = f(t)$ et $d^{éch} = f(t)$ puis on a installé aussi un enregistrement de $F = f(d^{éch})$.

Le test à $\Delta\sigma$ imposée et le test de compression simple font partie de cette série, et aucun essai de cette série n'a été porté à rupture.

A.2.b/ Fatigue répétée, $R_E=0$, Seconde série : SNECMA

Une **seconde série** de tests à $R_E = 0$ a été effectuée par la direction technique (département Matériaux et Procédés) de la SNECMA à Evry ; ils ont été pilotés par l'intermédiaire d'un extensomètre de longueur de 9mm posé longitudinalement le long de l'éprouvette. Tous les essais de cette série ont été portés à rupture.

Les données expérimentales communiquées pour ces tests sont :

σ_{max} , $\Delta\varepsilon^{tot}$: au 1er cycle, le nombre de cycles à rupture N_r et $\frac{\Delta\varepsilon^{tot}}{2}$, $\frac{\Delta\varepsilon^p}{2}$, $\frac{\Delta\sigma}{2}$, σ_{moy} à $N_r/2$ et la courbe $F = f(dl)$ avec ε le taux de déformation en % et dl la quantité de déformation en mm.

III. Procédures Expérimentales.

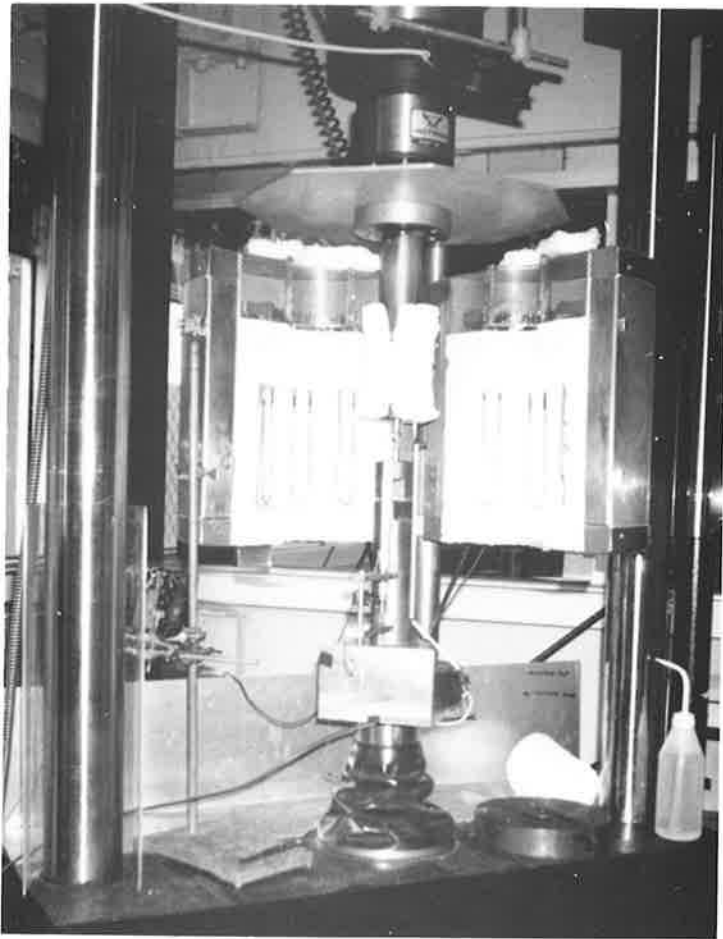


Figure III.1 :

Essais CSIRO. 1ère série

Vue d'ensemble du dispositif d'essai de fatigue oligocyclique. Four à résistances entourant l'éprouvette de fatigue maintenue dans les mors de l'appareil. Thermocouple en contact avec la partie utile de l'éprouvette.

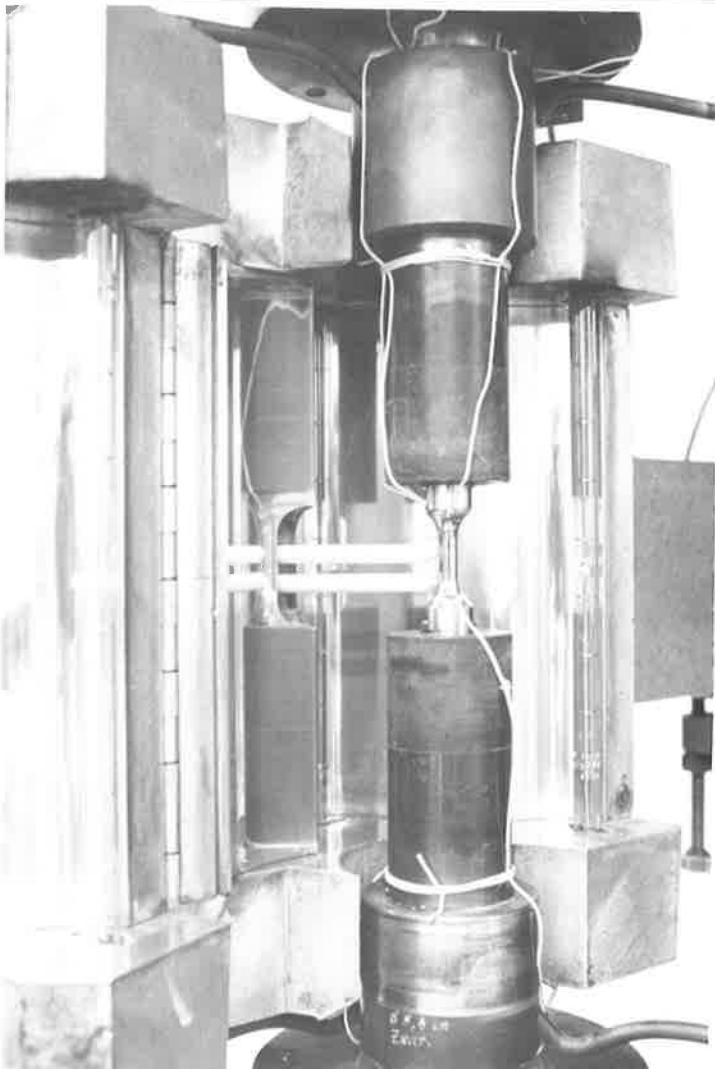


Figure III.2 :

Essais Ecole des Mines. 3ème série

Vue d'ensemble du dispositif d'essai de fatigue oligocyclique. Four à induction trois zones, entourant l'éprouvette de fatigue maintenue dans les mors de l'appareil. Thermocouple et extensomètre en contact avec la partie utile de l'éprouvette.

A.2.c/ Fatigue alternée, $R_\sigma = -1$, Troisième série : Ecole des Mines

Enfin la **troisième série** de tests a été effectuée à l'Ecole des Mines sur une machine de traction hydraulique dotée d'un four à ellipses. L'asservissement en déformation totale a été réalisé au moyen d'un extensomètre MTS de largeur utile 10 mm placé sur le fût de l'éprouvette. (cf figure III.2).

On enregistre les courbes $F = f(dl)$; $F = f(t)$ et $dl = f(t)$.

Dans les trois cas la température était classiquement contrôlée par un thermocouple installé près de la jauge (partie utile de l'échantillon).

A.3/ EPROUVETTES :

Les éprouvettes utilisées pour ces tests sont toutes cylindriques de longueur utile comprise entre 12 et 25 mm et de diamètre compris entre 3.5 et 5 mm. Quelques différences surtout sur les tailles existent entre les 3 séries :

- 1^{ère} série : Deux types d'éprouvettes : type 1 et 2. Voir en figure III.3.
le second type d'éprouvettes a été finalement choisi pour la majorité des tests de cette série afin de localiser au maximum la déformation plastique dans la jauge. (cf § suivant).
- 2^{nde} série : Voir en figure III.3. (type 2)
- 3^{ème} série : Voir en figure III.4.

A.4/ DEPOUILLEMENT DES RESULTATS :

A.4.a/ Essais avec extensomètre :

Le déplacement est suivi avec un extensomètre placé sur la jauge :

La contrainte est donnée par la relation: $\sigma = \frac{F}{S}$ où S est la section du fût de l'éprouvette.

Toutes les données mentionnées précédemment en I.1.b/ se mesurent directement sur la courbe $F = f(dl)$ (cette courbe est identique à un facteur près en ordonnée à la courbe $\sigma = f(dl)$).

A.4.b/ Essais sans extensomètre :

Le dépouillement des tests dont le déplacement n'est pas suivi par un extensomètre (1^{ère} série) est plus complexe:

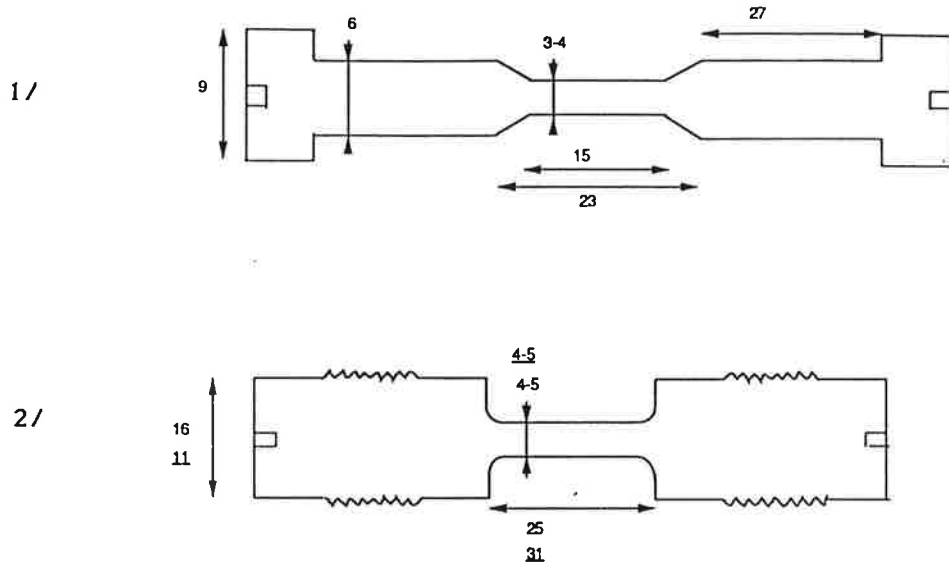


Figure III.3 : Eprouvettes de fatigue oligocyclique.
 1ère série (CSIRO) : type 1 en 1/, type 2 en 2/
 2nde série (SNECMA) : type 2 en 2/ cotes soulignées.

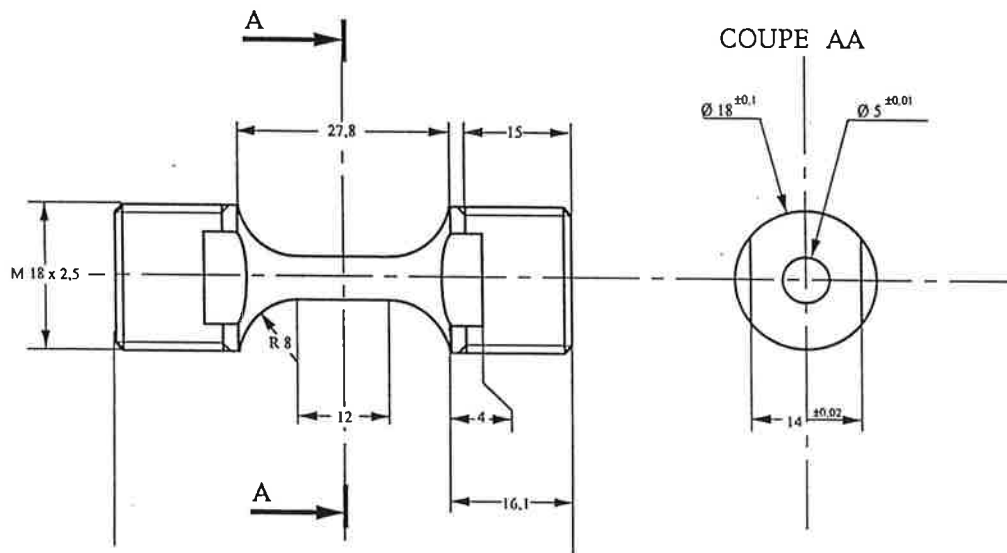


Figure III.4 : Eprouvette de fatigue oligocyclique : 3ème série (Ecole des Mines)

A.4.b.α/ On dispose de la courbe $F-f(dl)$

Les données importantes sont le taux de déformation totale de la jauge elle même (pour nous la jauge de longueur l_j est la zone de l'échantillon où la déformation plastique se localise) ainsi que son taux de déformation plastique.

On considère les notations de la figure III.5.

Calculons le taux de déformation plastique de la jauge :

$$\epsilon_{\text{jauge}}^{\text{pl}} = dl_{\text{jauge}}^{\text{pl}} / l_j$$

la courbe donne $dl_{\text{jauge}}^{\text{pl}}$, il faut déterminer l_j :

La déformation plastique de l'échantillon se localise à la fois dans le cylindre et dans les bords, le corps de section importante ne peut se déformer qu'élastiquement. l_j est donc compris entre l et L .

En suivant l'évolution de la contrainte en fonction de la section (la limite élastique de l'alliage est connue) on peut estimer cette longueur.

Le taux de déformation plastique de la jauge vaut :

$$l_{\text{jauge}}^{\text{pl}} = \frac{dl_{\text{jauge}}^{\text{pl}}}{l_{\text{jauge}}} = \frac{dl_{\text{cylindre}}^{\text{pl}} + dl_{\text{bords}}^{\text{pl}}}{l_{\text{jauge}}}$$

Il est clair que nous faisons une approximation dans ce calcul, en effet les contraintes sont moins fortes dans les bords que dans le cylindre, aussi le taux de déformation plastique y sera plus faible. On fait une petite sous-estimation du véritable taux de déformation plastique dans le cylindre qui est la zone d'observation.

Pour limiter la quantité $dl_{\text{bords}}^{\text{pl}}$ on change l'éprouvette type 1 en type 2.

Calculons le taux de déformation totale de la jauge :

Les bords sont scindés en deux parties dont une seule se déforme plastiquement (bords pris en compte dans la jauge notés: bords-j et les bords non pris en compte dans la jauge notés bords-nj) la déformation élastique se répartit dans ces deux parties; il faut donc prendre en compte lors du calcul de la déformation totale celle qui se trouve dans les bords-nj :

$$\begin{aligned} dl_{\text{bords}}^{\text{él}} &= dl_{\text{bords-j}}^{\text{él}} + dl_{\text{bords-nj}}^{\text{él}} \\ \text{or } dl_{\text{éch}}^{\text{tot}} &= (dl_{\text{cylindre}}^{\text{él}} + dl_{\text{bords}}^{\text{él}} + dl_{\text{corps}}^{\text{él}}) + (dl_{\text{cylindre}}^{\text{pl}} + dl_{\text{bords}}^{\text{pl}} + 0) \\ dl_{\text{éch}}^{\text{tot}} &= (dl_{\text{cylindre}}^{\text{él}} + dl_{\text{bords-j}}^{\text{él}} + dl_{\text{bords-nj}}^{\text{él}} + dl_{\text{corps}}^{\text{él}}) + (dl_{\text{jauge}}^{\text{pl}}) \\ dl_{\text{éch}}^{\text{tot}} &= (dl_{\text{jauge}}^{\text{él}}) + (dl_{\text{bords-nj}}^{\text{él}} + dl_{\text{corps}}^{\text{él}}) + (dl_{\text{jauge}}^{\text{pl}}) \end{aligned}$$

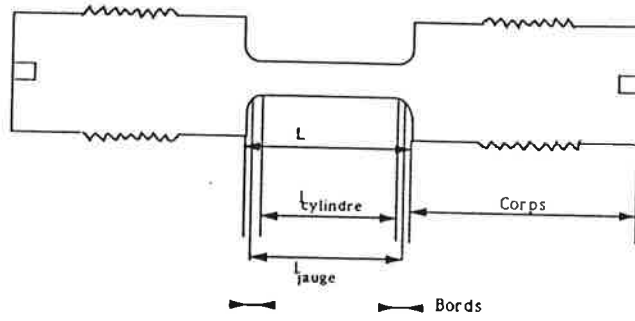


Figure III.5 : Notations des caractéristiques de l'éprouvette.

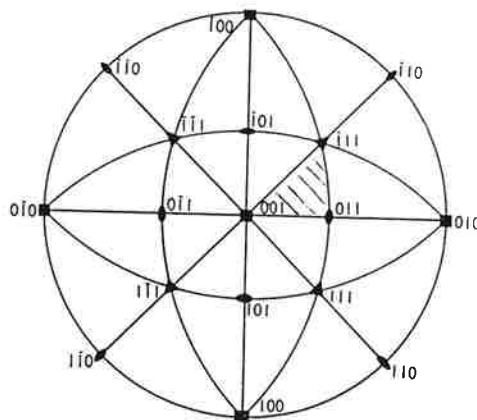


Figure III.6 : Repérage du triangle élémentaire d'une projection stéréographique cubique standard .

donc
$$dl_{\text{jauge}}^{\text{tot}} = dl_{\text{éch}}^{\text{tot}} - (dl_{\text{corps}}^{\text{él}} + dl_{\text{bords-nj}}^{\text{él}})$$

$$\frac{dl^{\text{él}}}{l} = \epsilon^{\text{él}} = \frac{\sigma}{E} = \frac{F}{S}$$
 donnent les déformations élastiques

et
$$\epsilon_{\text{jauge}}^{\text{tot}} = dl_{\text{jauge}}^{\text{tot}} / l_j = [dl_{\text{éch}}^{\text{tot}} - (dl_{\text{corps}}^{\text{él}} + dl_{\text{bords-j}}^{\text{él}})] / l_j$$

A.4.b.β/ On ne dispose pas de la courbe $F = f(dl)$:

De la même manière que précédemment, on peut obtenir le taux de déformation totale de la jauge .

Quand au taux de déformation plastique, des estimations sont réalisées grâce aux courbes $F = f(t)$ et $dl = f(t)$: on considère un cycle stabilisé et un instant t_0 en pleine montée de contrainte dans ce cycle on mesure $F(t_0)$ et $dl(t_0)$ puis à $F(t_0)$ identique en descente du cycle on mesure le temps t_0' correspondant ainsi que $dl(t_0')$ le taux de déformation plastique du cycle est donnée par $\Delta\epsilon^p = dl(t_0') - dl(t_0) / l_j$.

A.4.c/ Remarques sur les essais mécaniques :

Il est clair qu'avec une telle disparité de tests et d'exploitation des données on s'expose à des problèmes d'homogénéisation des résultats; notamment avec les essais de la seconde série qui n'ont pu être suivi avec un extensomètre. Les observations des microstructures et l'exploitation des résultats devront donc s'effectuer avec quelque prudence.

B/ ORIENTATION DES MONOCRISTAUX :

La plupart des lames ont été coupées parallèlement à un plan (111). Cela permet 1/ d'avoir un plan de glissement du matériau dans le plan de la lame mince 2/ d'obtenir une orientation pour laquelle les projections des trois axes cubiques sont équivalentes .

Nous avons repéré les orientations cristallines des monocristaux par la méthode de Laue (diffraction des rayons X en retour), la précision de ce repérage est de 5°.

La notation de ces orientations se fait sur une portion de la projection stéréographique cubique (triangle standard indiqué en figure III.6).

C/ MICROSCOPE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION : MET

C.1/ PREPARATION DES LAMES MINCES :

Les barreaux sont débités par microtronçonneuse en tranches.

Ces tranches sont amincies par polissage abrasif du papier P500 (30-35 μ m) à P1200 (15-20 μ m). Dans chacune d'elle, un disque de 3 mm de diamètre est ensuite découpé soit par électroérosion, soit à l'aide d'un emporte-pièces (pour les premières lames seulement, car l'électroérosion a été adoptée ensuite pour s'affranchir de problèmes éventuels d'écrouissage), soit par polissage sur la tranche pour les lames dont l'orientation est complètement repérée.

L'amincissement final est effectué par voie électrochimique dans un "TENU POL 2" ou "TENU POL 3" à température ambiante avec une tension de 35 Volts à faible flux. L'électrolyte utilisé est un mélange d'acide acétique à 90% et d'acide perchlorique à 10%.

C.2/ MET :

La microscopie électronique en transmission conventionnelle a été la technique principale utilisée pour observer les microstructures "post mortem" de l'alliage .

Les observations ont été réalisées sur plusieurs microscopes : un JEOL 2000EX, un JEOL 200CX ou un PHILIPS CM20 dont la tension accélératrice est de 200kV. Ces microscopes sont assistés d'une caméra vidéo à amplification à bas niveau de lumière (ce qui nous a été très utile pour les images en faisceau faible).

Nous avons utilisé un porte objet à double tilt ($\pm 45^\circ$) et pris des photos à X15000 pour les petits grossissements, à X50000 pour les plus grands.

C.3/ CONDITIONS DE CONTRASTE :

Les contrastes sont analysés en champ clair (Bright Field), champ sombre (Dark Field), ou champ sombre sous faisceau faible (Weak Beam - Cockayne & al 1969). Les principes de ces techniques ne sont pas exposés ici.

Le faisceau faible possède une plus grande résolution que le fond clair et présente des contrastes beaucoup plus fins; aussi les études nécessitant des images fines sont prises sous ces conditions.

Les images à petit grandissement donnant une vision globale de la microstructure sont prises généralement en fond clair.

Le fond clair permet par ailleurs sous des conditions où $\vec{g} \cdot \vec{b} = 2$ (\vec{g} est le vecteur de diffraction utilisé, \vec{b} le vecteur de Burgers d'une dislocation) de déterminer l'orientation d'une dislocation et donc de localiser le plan supplémentaire (cf en C.4.d même chapitre).

Les champs sombres nous ont surtout été utiles pour imager la forme des précipités (coalescence ou non) en prenant des tâches de surstructure de la phase L12.

C.4/ CARACTÉRISATION DES DISLOCATIONS :

C.4.a/ Loi d'extinction :

Le vecteur de Burgers d'une dislocation peut être déterminé à partir des variations de contraste de l'image de la dislocation selon le critère dit d'extinction (Howie et Whelan 1962) :

Une dislocation de direction \vec{u} est rigoureusement éteinte (la micrographie ne présente aucun contraste) si le produit $\vec{g} \cdot \vec{b}$ est nul et si $\vec{g} \cdot (\vec{b} \times \vec{u}) = 0$ (\times est le produit vectoriel). Dans l'AM1, on peut utiliser l'approximation suivante :

Une dislocation est éteinte si $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$

Il suffit donc de trouver au moins deux vecteurs de diffraction non dépendants qui éteignent la dislocation pour remonter à son vecteur de Burgers.

Le cas des dislocations partielles de Schockley est un peu plus complexe. Elles sont éteintes lorsque $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ ou $\pm 1/3$ et visibles lorsque $\vec{g} \cdot \vec{b} = \pm 2/3, \pm 4/3$ ou toute valeur supérieure. (Loretto et Smallman 1975).

C.4.b/ Caractère, plan de glissement :

Le caractère des dislocations est déterminé grâce à l'utilisation de la projection stéréographique et de deux ou trois projections de la ligne en contraste.

Le plan de glissement est alors le méridien qui passe par le vecteur de Burgers et la direction obtenue.

C.4.c/ Plan de dissociation :

La nature des plans de dissociation des dislocations est déterminée, soit en les mettant debout, soit en mesurant les largeurs projetées en fonction de l'orientation de la lame.

C.4.d/ Signe d'une dislocation, localisation du plan supplémentaire :

Le sens d'une dislocation est déterminé grâce à l'asymétrie des contrastes d'une dislocation obtenus lorsque $\vec{g} \cdot \vec{b} = 2$ (Hirsch et al 1965).

La figure III.7 (Edington 1975) donne le sens de déplacement du contraste de l'image vis à vis de la place de la dislocation (à s -écart à l'angle de Bragg- positif). La figure III.8 (Rivière 1982) donne le profil de contraste des dislocations pour $\vec{g} \cdot \vec{b} = 2$. On note qu'à $x=0$, c'est à dire juste au dessus de la ligne de dislocation, le contraste est nul.

Ces deux résultats permettent de déduire la règle exposée en figure III.9.

La connaissance de \vec{g} , du sens de l'asymétrie du contraste dans le cas où $\vec{g} \cdot \vec{b} = 2$, (à écart à l'angle de Bragg positif) et de la valeur de b permet d'orienter complètement une ligne de dislocation. Par suite, avec la convention FS/RH, on peut savoir si le plan supplémentaire associé à la composante coin de la dislocation est dans la partie supérieure ou inférieure de la lame.

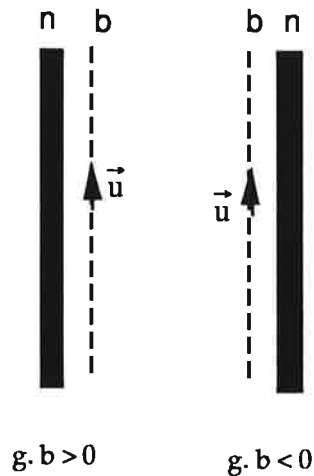


Figure III.9 : Contraste d'une dislocation dans le cas de $gb = -2$.
 n : noir b : blanc , le contraste permet de déduire
 le sens du produit gb et donc le sens du vecteur
 de Burgers. (sg positif, g connu).

La stéréomicroscopie nous a permis de déterminer quelle phase est au dessus ou en dessous de la lame.

Ces deux résultats nous permettent alors de savoir si le plan supplémentaire associé à la composante coin d'une dislocation logée à l'interface γ/γ' est dans l'une ou l'autre phase et donc s'il réduit ou renforce l'écart paramétrique. S'il est dans le précipité, il le réduit.

C.5/ NATURE D'UN SUPERDÉFAUT D'EMPILEMENT (SSF) :

Pour déterminer la nature intrinsèque ou extrinsèque des SSF, nous avons utilisé la méthode décrite par Loretto & Smallman (1975).

En champ clair, avec un écart à l'angle de Bragg quasiment nul, pour un défaut visible, le produit $\vec{g} \cdot \vec{R}_F = +1/3$ si la frange externe du défaut est blanche sur un positif et $\vec{g} \cdot \vec{R}_F = -1/3$ si la frange externe du défaut est noire sur un positif. (avec \vec{R}_F le vecteur faute).

On a pris systématiquement la photo $+\vec{g}$ et $-\vec{g}$ afin d'être sûr de ne pas manquer une frange.

On note qu'en champ clair, le contraste d'un tel défaut est symétrique et qu'il est complètement inversé avec l'inversion du vecteur diffraction.

Le plan du défaut est déterminé soit par stéréomicroscopie, soit en mettant debout le plan octaédrique dans lequel il se trouve.

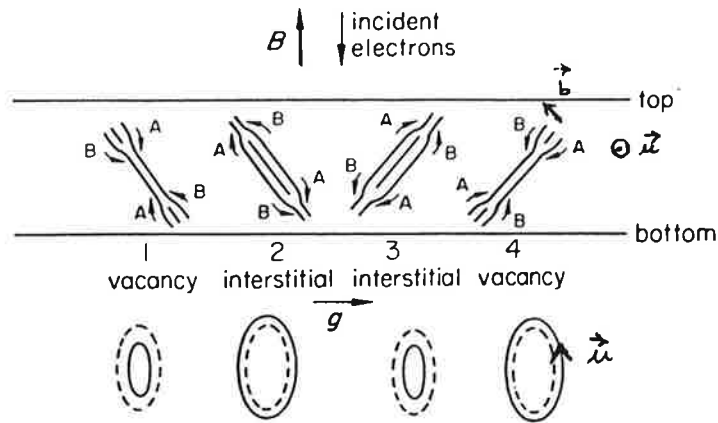


Figure III.7 : Sens de déplacement du contraste (trait continu) d'une dislocation vis à vis de sa projection géométrique (trait pointillé).

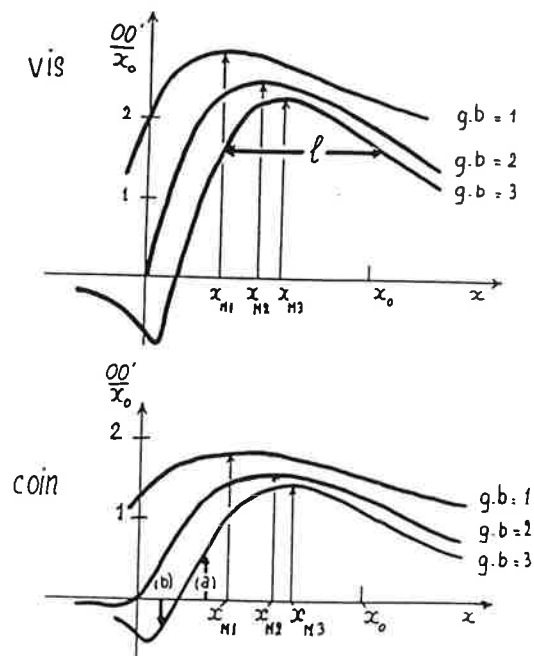


Figure III.8 : Profil de l'amplitude diffractée pour une dislocation quand $gb=2$. (Cas d'une dislocation vis, coin)

C.6/ DE LA FIDÉLITÉ ET DE LA REPRESENTATIVITE DES OBSERVATIONS :

Dans tout travail de microscopie se pose le problème de la fidélité des objets observés "post mortem" vis à vis de leur configuration "in situ".

Afin de limiter l'évolution des configurations de déformation nous avons refroidi les éprouvettes le plus rapidement possible : à l'aide d'air comprimé.

Tout travail de microscopie, du fait de la petite taille du matériau observé, nécessite aussi un choix judicieux des configurations étudiées. Elles se doivent d'être typiques de la microstructure de déformation. Aussi, nous nous sommes efforcés de sélectionner les configurations, après examen de plusieurs lames de chaque essai de fatigue. Certaines lames ont par ailleurs été réamincies, afin d'en explorer une plage plus grande.

Les configurations étudiées sont donc choisies en fonction de leur fréquence d'apparition mais aussi en fonction de la faisabilité de l'étude. En effet, certaines éprouvettes contiennent de l'ordre d'une centaine de % de déformation plastique cumulée ! Le réflexe est donc de travailler sur des zones plus minces, où les densités de dislocations surfaciques sont alors plus faibles. Or, les zones très minces ne représentent plus la microstructure de déformation, en effet ; il existe des forces images qui attirent les dislocations vers les surfaces libres.

Il faut donc faire très attention au choix des configurations de dislocations sélectionnées.

REFERENCES CHAPITRE III

Cockayne D.J.H., Ray I.L.F., et Whelan M.J., 1969, *Phil. Mag.*, 20,1265.

Edington J.W.,1975, Tome 3, "Interpretation of transmission electron micrographs", Philips Technical Library, Monographs in Practical Electron Microscopy in Materials Science.

Hirsch P.B., Howie A., Nicholson R.B., Pashley D.W., Whelan M.J., 1965, "Electron Microscopy of thin crystals" (New York : Krieger).

Howie A. et Whelan M.J., 1962, *Proc. R. Soc. A*, 267, 206.

Loretto M.H. & Smallman R.E.,1975, "Defect analysis in electron microscopy" Science paperback, Chapman and Hall Ltd. Londres.

CHAPITRE IV

BUTS DE L'ETUDE, DEMARCHE ADOPTEE

A/ Légitimité, Buts de l'étude	81
B/ Démarche expérimentale	82
1/ <i>Essais de fatigue répétée, $R_{\sigma}=0$</i>	82
2/ <i>Essais de fatigue alternée, $R_{\sigma}=-1$</i>	83
3/ <i>Essai de compression dynamique</i>	83
4/ <i>Essai de traction répétée, $R_{\sigma}=0$</i>	83

CHAPITRE IV :

BUTS DE L'ÉTUDE, DÉMARCHE ADOPTÉE

A/ LÉGITIMITÉ, BUTS DE L'ÉTUDE :

Les connaissances actuelles du comportement des superalliages en fatigue isotherme sont incomplètes, plus spécialement en fatigue $R_e=0$ (cf. Bibliographie chapitre II). Ce manque auquel s'est rajouté la volonté du motoriste français SNECMA d'en savoir plus sur les microstructures de déformation adoptées par l'alliage ainsi que sur la présence de bandes de déformation apparues au sein des microstructures ont été les éléments initiateurs de l'étude.

Aussi, lors de ce travail nous avons poursuivi un triple but :

But 1

Comprendre l'évolution des microstructures de déformation du superalliage en fatigue répétée oligocyclique
a/ Influence du nombre de cycles
b/ Influence de la quantité de déformation

But 2

Essayer d'apporter des renseignements sur la fatigue alternée

But 3

Comprendre l'apparition des bandes de déformation

Pour cela, voici la démarche expérimentale que nous avons adoptée.

B/ DÉMARCHE EXPÉRIMENTALE :

Nous avons réalisé plusieurs essais de fatigue isotherme en déformation imposée. Celle-ci est répétée ou alternée (cf. chapitre III pour la réalisation et chapitre II pour les définitions).

Les différents essais ont en commun la température $T=950^{\circ}\text{C}$, la fréquence $f=0,25\text{Hz}$ et l'environnement : **sous air**.

Les variables sont le nombre de cycles et la déformation totale imposée. La variation de ces deux données affecte par conséquent : la déformation plastique par cycle, la déformation plastique cumulée et la vitesse de déformation de l'essai.

Nous disposons déjà d'essais réalisés par la SNECMA : ce sont les seuls essais portés à rupture. La majeure partie de nos essais sont des essais à déformation imposée répétée. Seuls deux essais en fatigue alternée et un essai de compression dynamique ont été réalisés.

B.1/ ESSAIS DE FATIGUE RÉPÉTÉE, $R_{\epsilon}=0$:

- Nous avons réalisé plusieurs essais (1^{ère} série - CSIRO) en faisant varier le nombre de cycles et la déformation totale imposée, on trouvera une grille représentant ces tests en figure V.1 où tous les essais $R_{\epsilon}=0$ sont visualisés.

Le choix de la quantité de déformation imposée des premiers essais a été aiguillé par l'observation préliminaire à ce travail : l'essai réalisé par la SNECMA présentant des bandes de déformation avait été réalisé à $\Delta\epsilon^{\text{tot}} = 1,25\%$.

Nous avons donc privilégié la gamme de déformation $\Delta\epsilon^{\text{tot}} = 1,25\%$, en vue de comprendre l'évolution des microstructures (influence du nombre de cycles), et de comprendre les conditions d'apparition des bandes de déformation, nous avons pour cela stoppés des essais à 1, 2, 25 et 1300 cycles.

Pour suivre l'influence de la quantité de déformation, nous avons par ailleurs réalisé des essais dans deux gammes de déformation supérieures (25, 200 cycles) ainsi que dans une gamme de déformation inférieure (200 cycles).

- Nous avons aussi observé les essais portés à rupture pour des quantités de déformation totale variant de 0,7 à 1,2% (Essais de la seconde série : SNECMA).

B.2/ ESSAIS DE FATIGUE ALTERNÉE, $R_{\epsilon} = -1$:

Nous avons réalisé deux essais en $R_{\epsilon} = -1$ (i.e. en fatigue alternée) pour la gamme où le plus de renseignements sur les microstructures ont pu être notés, à savoir la première gamme de déformation : $\Delta\epsilon^{\text{tot}} = 1,25\%$. La déformation totale est doublée et alternée.

Afin de simplifier la compréhension de l'évolution des microstructures de déformation, nous avons stoppé le premier test après un seul cycle (une tension suivie d'une compression).

Nous avons voulu réaliser ensuite un essai comportant autant de déformation plastique cumulée que l'essai $R_{\epsilon}=0$ ayant présenté des bandes dans la gamme $\Delta\epsilon^{\text{tot}} = 1,25\%$ (1300 cycles) . Il se trouve que la rupture est arrivée avant que ce seuil ne soit atteint. Le second essai est donc un essai $R_{\epsilon}=-1$ porté à rupture.

(Tests de la troisième série).

B.3/ ESSAI DE COMPRESSION DYNAMIQUE :

Nous avons réalisé un test de pure compression avec la même quantité de déformation que la gamme privilégiée $\Delta\epsilon^{\text{tot}} = 1,25\%$ afin de visualiser la différence de comportement en tension et compression de l'alliage, suggérée par les observations en fatigue alternée (Test de la seconde série).

B.4./ ESSAI DE TRACTION RÉPÉTÉE : $R_{\sigma}=0$

Afin de comparer le comportement micromécanique de l'alliage en fatigue répétée et en véritable traction répétée (en fatigue un changement de contrainte est observé du fait que seule la déformation est imposée), nous avons réalisé un essai de traction répétée à un niveau de contrainte de la gamme de déformation la plus élevée : $\Delta\epsilon_6$. La contrainte choisie est celle de l'essai $\Delta\epsilon_6-200$ du premier cycle : 950MPa.

PARTIE II

CHAPITRE V

RESULTATS EXPERIMENTAUX

A/ Introduction	85
B/ Notation des essais	86
C/ Fatigue répétée : $R_E=0$	87
1/ Répartition des essais selon N et $\Delta\epsilon^t$	87
2/ Données expérimentales	87
3/ Réponse mécanique des essais $R_E=0$	87
4/ Microstructures de déformation	92
a. Systèmes de glissement activés	92
b. Essai $\Delta\epsilon_4-1$: essai de simple traction	93
c. Essai $\Delta\epsilon_4-2$	102
d. Essai $\Delta\epsilon_4-25$	107
e. Essai $\Delta\epsilon_4-1300$	111
f. Essai $\Delta\epsilon_4-1300'$	116
g. Essai $\Delta\epsilon_1-200$	117
h. Essai $\Delta\epsilon_1-5630-R$	120
i. Essais $\Delta\epsilon_2-17117-R$ et $\Delta\epsilon_2-21314-R$	125
j. Essai $\Delta\epsilon_3-3345-R$	127
k. Essai $\Delta\epsilon_5-25$	129
l. Essai $\Delta\epsilon_5-200$	131
m. Essai $\Delta\epsilon_6-200$	134
D/ Fatigue alternée : $R_E=-1$	137
1/ Nature des essais	137
2/ Données expérimentales	137
3/ Réponse mécanique	137
4/ Microstructures de déformation	139
a. $\Delta\epsilon_4(-1)-1$	139
b. $\Delta\epsilon_4(-1)-115-R$	142
E/ Essai de compression $\Delta\epsilon_5-comp-1$	144
1/ Données expérimentales	144
2/ Microstructures de déformation de $\Delta\epsilon_5-comp-1$	144

F/ Essai de traction répétée $R_{\sigma}=0$, $\Delta\sigma_{6-5}$

146

1/ Données expérimentales

146

2/ Microstructures de déformation de $\Delta\sigma_{6-5}$

146

CHAPITRE V:

RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX :

A/ INTRODUCTION

La démarche expérimentale est décrite dans le chapitre précédent.

Nous présentons dans ce chapitre, les observations expérimentales réalisées, par microscopie électronique en transmission sur les éprouvettes des différents essais mécaniques de l'étude.

A la fin de chaque description de microstructures de déformation, on trouvera un petit encadré résumant les traits principaux.

Chaque essai est entièrement défini par le quadruplet suivant : ($\Delta\epsilon^t$, Nombre de cycles N , R_ϵ , série), nous présentons ici les résultats, suivant les quatre groupes :

- Essais de fatigue $R_\epsilon = 0$ (1^{ère} et 2^{nde} série - CSIRO et SNECMA).
- Essais de fatigue alternée $R_\epsilon = -1$ (3^{ème} série - Ec. des Mines).
- Essai de compression simple (1^{ère} série - CSIRO).
- Essai de traction répétée $R_\sigma = 0$ (1^{ère} série - CSIRO).

Aussi, dans chaque paragraphe, chaque essai est entièrement défini par la quantité de déformation imposée $\Delta\epsilon^t$, et le nombre de cycles N .

Nous avons fait une sélection parmi toutes les photos, afin que le lecteur se fasse la meilleure idée des microstructures de déformation rencontrées. Pour certaines études seules une ou deux photos sont présentées, parfois plus. Les études pour lesquelles l'orientation par rapport à $\langle 001 \rangle$ a été réalisée présentent au moins sur une des photos présentées, la projection p de l'axe $\langle 001 \rangle$.

B/ NOTATION DES ESSAIS :

Afin d'identifier facilement chaque essai nous avons adopté la notation suivante :

Un essai de fatigue répétée $R\epsilon=0$ est noté $\Delta\epsilon_{j-N}$ ou $\Delta\epsilon_{j-N-}$ avec les significations suivantes: $\Delta\epsilon_j$: la gamme de déformation

N : Le nombre de cycles

R : Indique un essai porté à rupture

' : Indique un deuxième essai avec les mêmes paramètres

On rappelle que tous les essais $\Delta\epsilon_{j-N-R}$ sont des essais de la seconde série (SNECMA) et que tous les essais $\Delta\epsilon_{j-N}$ sont de la première (CSIRO).

Un essai de fatigue alternée $R\epsilon=-1$ se note $\Delta\epsilon_{j(-1)-N}$ ou $\Delta\epsilon_{j(-1)-N-R}$

$\Delta\epsilon_{j(-1)}$ Essai de fatigue $R\epsilon=-1$ dans la gamme $\Delta\epsilon_j$

N : Le nombre de cycles

R : Indique un essai porté à rupture

L'essai de compression sera noté $\Delta\epsilon_{j-comp-N}$

L'essai de traction répétée $R\sigma=0$ sera noté $\Delta\sigma_{j-N}$

C/ FATIGUE RÉPÉTÉE : $R_{\epsilon}=0$

C.1/ RÉPARTITION DES ESSAIS SELON N ET $\Delta\epsilon^t$:

La figure V.1 donne la répartition des tests en fatigue répétée :

Les essais ont été réalisés à différentes valeurs de déformation totale imposée : $\Delta\epsilon^t$. On a exploré 6 gammes de déformation qui ont été notées $\Delta\epsilon_i (i=1, \dots, 6)$. Le tableau V.1 donne les valeurs des taux de déformation des différentes gammes explorées :

$\Delta\epsilon_i$	$\Delta\epsilon_1$	$\Delta\epsilon_2$	$\Delta\epsilon_3$	$\Delta\epsilon_4$	$\Delta\epsilon_5$	$\Delta\epsilon_6$
%	0.7	0.8	1.1	1.3	1.6	2.2

Tableau V.1 : Valeurs des différentes gammes de déformation

C.2/ DONNÉES EXPÉRIMENTALES :

Le tableau V.2 recense les données expérimentales des tests de la première série que nous avons exploitées afin de dresser le tableau V.3.

C.3/ RÉPONSE MÉCANIQUE DES ESSAIS $R_{\epsilon}=0$:

Le tableau V.3 recense les données mécaniques principales de tous les essais de fatigue $R_{\epsilon}=0$, (première et seconde série).

La réponse mécanique de tous les essais de fatigue répétée est similaire, aussi, on ne les donnera pas toutes. En guise d'exemple, on présente la courbe σ - ϵ pour les essais $\Delta\epsilon_4$ -1300 et $\Delta\epsilon_4$ -1 de la première série (cf. figure V.2 et V.3). De même pour la seconde série, on présente la courbe σ - ϵ de $\Delta\epsilon_2$ -17117-R (cf. figure V.4).

L'observation de ces courbes nous informe que l'AM1 s'adoucit en terme de contrainte maximum σ^{\max} dès le premier cycle, tandis que l'amplitude de contrainte $\Delta\sigma$ reste constante. Cet adoucissement se ralentit ensuite et permet alors aux courbes de se stabiliser (quarantaine de cycles environ).

Les déformations plastiques cumulées des essais ont été estimées et figurent dans le tableau V.3.

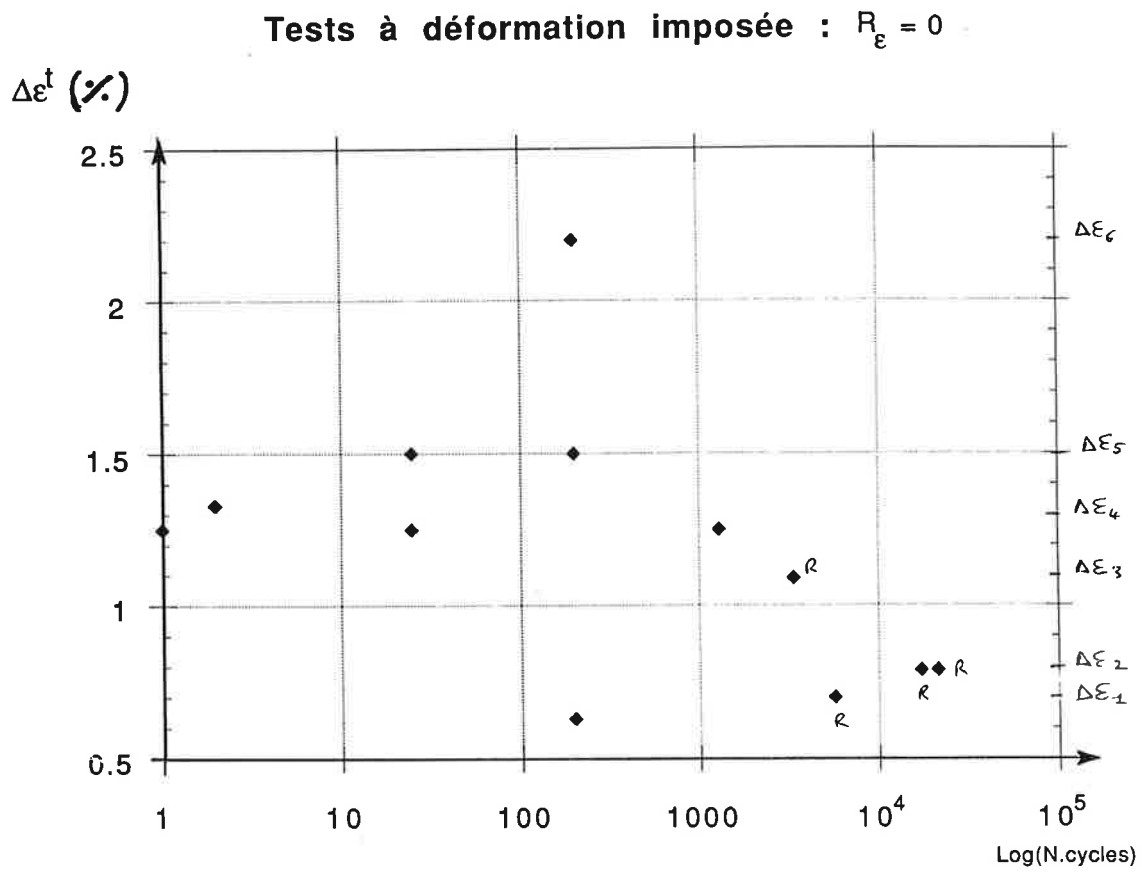


Figure V.1 : Répartition des essais $R_\epsilon = 0$ de l'étude, en fonction de la déformation totale imposée $\Delta\epsilon^{\text{tot}}$ et du nombre de cycles N

ESSAI	Diamètre et longueur de la jauge avant test (mm)	Longueur totale avant test (mm)	Diamètre et longueur de la jauge après test (mm)	Longueur totale après test (mm)	Mouvement total de l'éprouvette (μm)	$\Delta\varepsilon$ totale de la jauge (μm et %)	déformation plastique résiduelle de la jauge (mm et %)	Nombre de cycles	Force maximale en traction (kN)	Force maximale en compression (kN)	Essai stoppé en
$\Delta\varepsilon_1-200$	d= 4.29 l=25.96-3	120.70	d=4.30 l=25.95	120.70	180	145 0.63 %	0.011 0.047%	1 200	6.625		Compression
$\Delta\varepsilon_4-1$	d=4.332 l=25.85-3	122.56	d=4.33 l=25.82	122.577	327	292 1.27 %	0.017mm 0.07%	Traction simple	10.90	0.625	Tension
$\Delta\varepsilon_4-2$	d=4.21 l=25.9-3	120.19	d=4.21 l=22.9	120.22	340	0.305 1.33 %	0.03mm 0.11 %	1 2	9.20 8.88	2.00 2.18	Compression
$\Delta\varepsilon_4-25$	d=4.352 l=26.2-3	122.159	d=4.345 l=26.25	122.224	327	292 1.25 %	0.065mm 0.29%	1 25	10.90 9.40	2.25	Tension
$\Delta\varepsilon_4-1300$	d=4.3 l=23.8	137.1	d=4.32	137.2	360 pendant 22 cycles puis 420	299 1.26 %	0.1 mm 0.4%	1 23 1300	10.00 7.20	0.68 3.45	Tension
$\Delta\varepsilon_4-1300'$	d=4.347 l=25.95-3	122.33	d=4.34 l=26.12	122.678	330	295 1.28 %	0.035 0.15%	1 2 1300	11.65 11.35 6.70	5.30	Tension
$\Delta\varepsilon_5-200$	d=3.6 l=15	90.24	-	90.32	4.10^2	240 1.6 %	0.09 mm 0.6 %	1 5 25 200	7.18 6.75 6.22 5.30	0.40 0.78 1.25 2.10	Tension
$\Delta\varepsilon_5-25$	d=3.55 l=15	90.21	-	90.27	4.10^2	240 1.6 %	0.06 mm 0.4 %	1 5 25	7.00 6.63 6.13	0.55 0.80 1.25	Tension
$\Delta\varepsilon_6-200$	d=3.6 l=15.04	89.98	d=3.55 l=15.23	90.22	560	330 2.2 %	0.26 mm 1.73 %	1 2 3 4 5 200	9.93 9.67 9.50 9.38 9.25 6.00	0.90 1.10 1.28 1.42 1.53 4.70	Tension

Tableau V.2: Données expérimentales des essais à $R_c = 0$ (1ère série - CSIRO)

V. Résultats expérimentaux

ESSAI	$\Delta\varepsilon$ tot. %	Déformation plastique résiduelle de la jauge %	Cycle	Contrainte maximale en traction $\sigma_{\text{tens}}^{\text{max}}$ MPa	Contrainte maximale en compression $\sigma_{\text{comp}}^{\text{max}}$ MPa	Déformation plastique par cycle %	Déformation plastique cumulée % (+/-)
$\Delta\varepsilon_{1-200}$	0,63 %	0.047%	1 cycle stabilisé 200	458 415	9 43	0.01	2 (1)
$\Delta\varepsilon_{1-5630-R}$	0,70	-	1 1/2 durée de vie	608 428	- 178	0.04	200
$\Delta\varepsilon_{2-17117-R}$	0,79	-	1 1/2 durée de vie	663 438	- 212	0.06	1027
$\Delta\varepsilon_{2-21314-R}$	0,79	-	1 1/2 durée de vie	642 395	- 277	0.06	1279
$\Delta\varepsilon_{3-3345-R}$	1,09	-	1 1/2 durée de vie	815 447	- 453	0.12	401
$\Delta\varepsilon_{4-1}$	1.27 %	0.07%	1	739	-	0.153	0.153 (0.002)
$\Delta\varepsilon_{4-2}$	1.33 %	0.11 %	1 2	661 637	143 157	0.247	0.47 (0.06)
$\Delta\varepsilon_{4-25}$	1.25 %	0.29%	1 25	732 632	57 151	0.16	2.10 (0.46)
$\Delta\varepsilon_{4-1300}$	1.26 %	0.4%	1 1300	759 497	47 238	-	≤ 125 (15)
$\Delta\varepsilon_{4-1300}'$	1.28 %	0.15%	1 2 1300	785 764 451	50 67 357	-	125 (15)
$\Delta\varepsilon_{5-200}$	1.6 %	0.6 %	1 5 25 200	704 663 611 520	39 76 123 205	0.80	160 (estimation)
$\Delta\varepsilon_{5-25}$	1.6 %	0.4 %	1 5 25	707 670 620	56 81 126	0.80	20 (estimation)
$\Delta\varepsilon_{6-200}$	2.2 %	1.73 %	1 2 3 4 5 200	975 950 930 920 910 610	85 110 126 140 150 470	1.10	100 (estimation) (33)

Tableau V.3 : Données mécaniques des essais à $R_E = 0$. (1ère et 2nde série : CSIRO et SNECMA)

V. Résultats expérimentaux

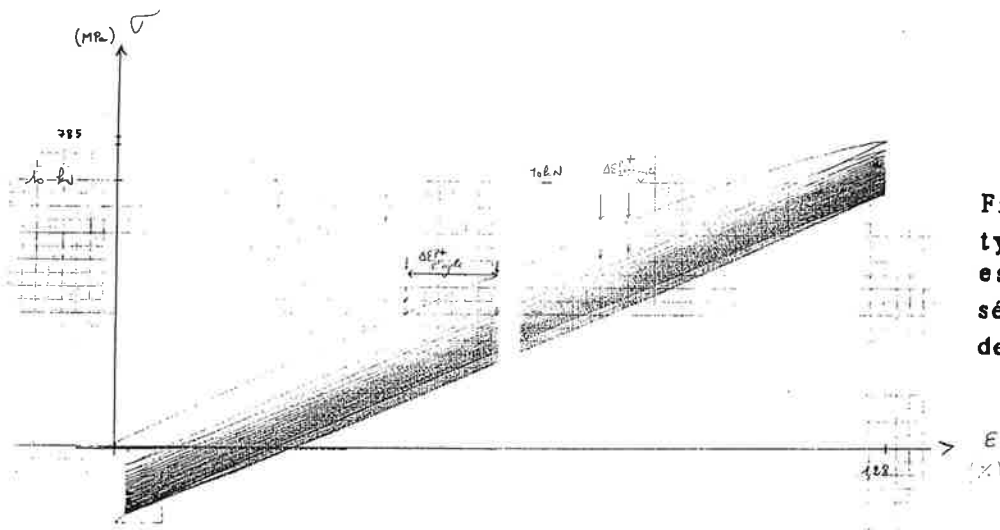


Figure V.2.a : Courbe $\sigma - \epsilon$ typique obtenue pour les essais $R_{\epsilon} = 0$ de la première série : ici, 35 premiers cycles de l'essai $\Delta\epsilon_4 - 1300$.

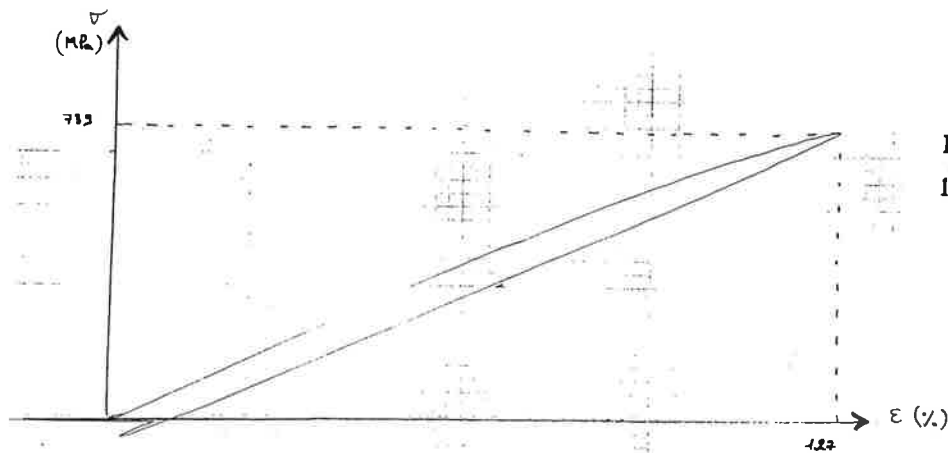


Figure V.3 : Courbe $\sigma - \epsilon$ de l'essai $\Delta\epsilon_4 - 1$

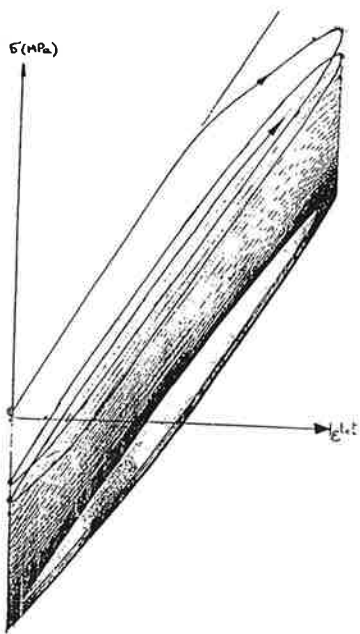


Figure V.4 : Courbe $\sigma - \epsilon$ typique obtenue pour les essais de la seconde série : ici, l'essai $\Delta\epsilon_2 - 17117-R$.

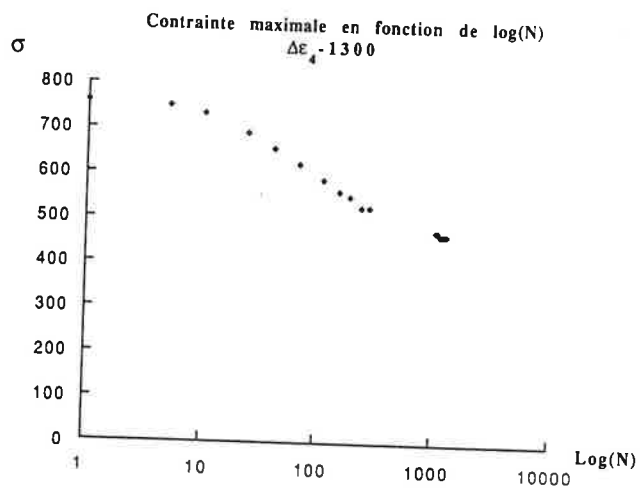


Figure V.2.b : Contrainte maximale de chaque cycle en fonction de $\log(N)$. Adoucissement de l'AMI à 950°C en terme de contrainte maximale.

C.4/ MICROSTRUCTURES DE DÉFORMATION :

On présente les microstructures de déformation des essais les unes à la suite des autres, en commençant par la gamme qui nous a plus particulièrement intéressés et que nous avons privilégiée : $\Delta\epsilon_4$.

On rappelle, que d'un point de vue géométrique, il existe deux types bien distincts de couloirs de matrice vis à vis de $\langle 001 \rangle$: ceux qui contiennent cet axe et ceux qui lui sont perpendiculaires.

C.4.a/ Systèmes de glissement activés :

Toutes les lames présentent uniquement du glissement octaédrique. Une seule exception a été rencontrée pour l'essai $\Delta\epsilon_6-200$, où du glissement cubique a été identifié.

Pour les essais $R_g=0$, quel que soit le couloir, les dislocations principalement activées, sont les dislocations de vecteur de Burgers suivants : $\frac{a}{2}\langle 101 \rangle$, $\frac{a}{2}\langle 011 \rangle$, $\frac{a}{2}\langle 101 \rangle$ et $\frac{a}{2}\langle 011 \rangle$, plus rarement $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$ et $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$. On notera $1/2 \langle 110 \rangle$.

Ces observations ont été faites sur des lames rigoureusement orientées par rapport à l'axe de sollicitation. Les lames non orientées, quant à elles présentent une activation principale de 4 dislocations sur les 8 possibles. Par ailleurs, sur les quatre, souvent une des directions de glissement est moins présente.

Il n'y a pas de grand intérêt à savoir dans quel plan de glissement exact les dislocations se déplacent (si ce n'est qu'il s'agit bien d'un plan octaédrique) puisque ; mis à part la désorientation faible de l'axe expérimental de sollicitation vis à vis de $\langle 001 \rangle$, les quatre plans octaédriques sont équivalents.

C.4.b/ Essai $\Delta\epsilon_4-1$: Essai de simple traction

La microstructure de déformation est composée de dislocations se trouvant uniquement dans la matrice γ , elle est répartie de la même façon dans toutes les lames et ne laisse aucune zone vierge de déformation. Les figures V.5 à V.8 montrent que la majeure partie de ces dislocations est localisée aux interfaces γ/γ' de type $\{001\}$, c'est à dire uniquement aux interfaces perpendiculaires à l'axe de sollicitation $\langle 001 \rangle$ (voir le schéma de la figure V.8).

Les dislocations présentes à ces interfaces forment des réseaux polygonaux à 4 ou 6 côtés. On remarque l'absence ou la très basse densité, de dislocations dans les couloirs contenant l'axe $\langle 001 \rangle$. Des extensions de la déformation aux autres couloirs tels qu'en e (cf. repère figure V.9) sont rarement observées, (son vecteur de Burgers est $\frac{1}{2}\langle 0\bar{1}1 \rangle$).

La déformation présente donc un caractère fortement **anisotrope** puisqu'elle n'apparaît que dans les couloirs perpendiculaires à $\langle 001 \rangle$.

Nous avons analysé de façon un peu plus approfondie les dislocations possédant une configuration typique de la microstructure de déformation.

1) Les dislocations dans les couloirs :

Les dislocations qui se déplacent dans les couloirs perpendiculaires à $\langle 001 \rangle$ ont la forme d'épingles à cheveux et sont vis en bout (cf. repère v figure V.9).

2) Les réseaux aux interfaces $\{001\}$:

Certains de ces réseaux ont 4 côtés, d'autre 6 ; la majorité en a 6.

• Étude d'un réseau à 4 côtés :

Les figures V.9 à V.14 montrent l'étude complète d'un réseau à 4 côtés.

Le réseau n'est composé que de deux types de dislocations dont la nature et le caractère ont été analysés : les dislocations h ont un vecteur de Burgers égal à $\pm \frac{1}{2}\langle \bar{1}01 \rangle$, et une direction

$\vec{u}_h = \langle \bar{1}10 \rangle$, elles sont mixtes à 60° et glissaient dans $\{111\}$ avant de se plaquer à l'interface.

Les dislocations v' ont un vecteur de Burgers égal à $\frac{1}{2}\langle 0\bar{1}1 \rangle$ et une direction $\vec{u}_{v'} = \langle \bar{1}10 \rangle$, de

même caractère et glissaient dans $\{\bar{1}\bar{1}1\}$. \vec{u}_h et $\vec{u}_{v'}$ sont perpendiculaires.

La taille du maillage de ce réseau est d'environ 40nm (distance entre deux brins parallèles d'une même cellule).

$\Delta\epsilon_4-1$

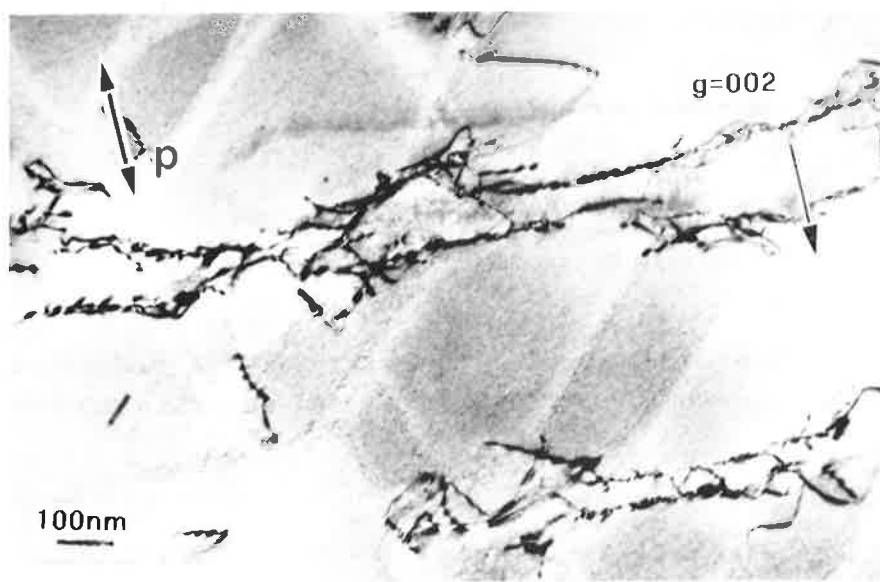


Figure V.5 : Les dislocations sont localisées aux interfaces {001} qui sont vues ici de bout. On peut constater que les couloirs (010) et (100) sont vides de dislocations. Axe de zone entre $\langle 010 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$.

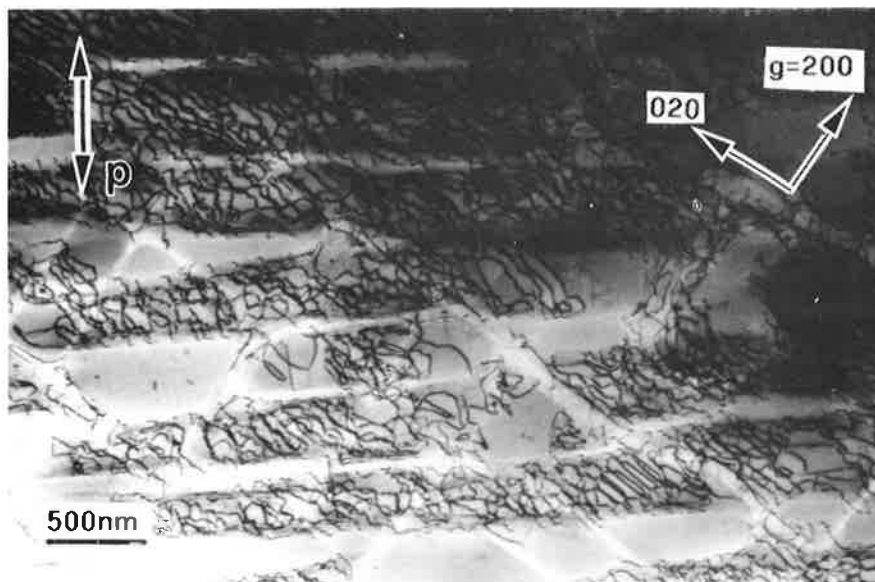


Figure V.6 : Les interfaces (001) projetées ici à plat, permettent de voir sous un autre angle le phénomène observé en figure V.5. Axe de zone = $\langle 001 \rangle$.

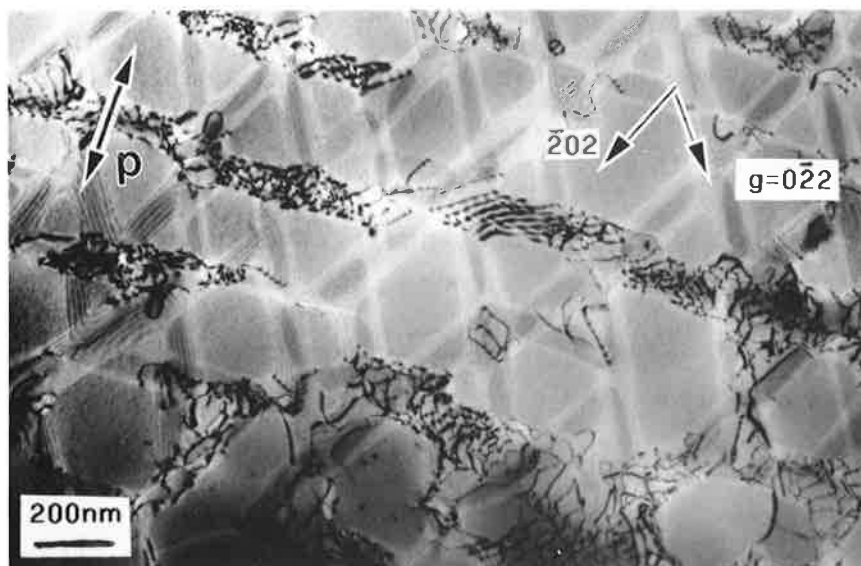


Figure V.7 : Projection permettant de projeter les trois couloirs de la même façon. Axe de zone = $\langle 111 \rangle$.

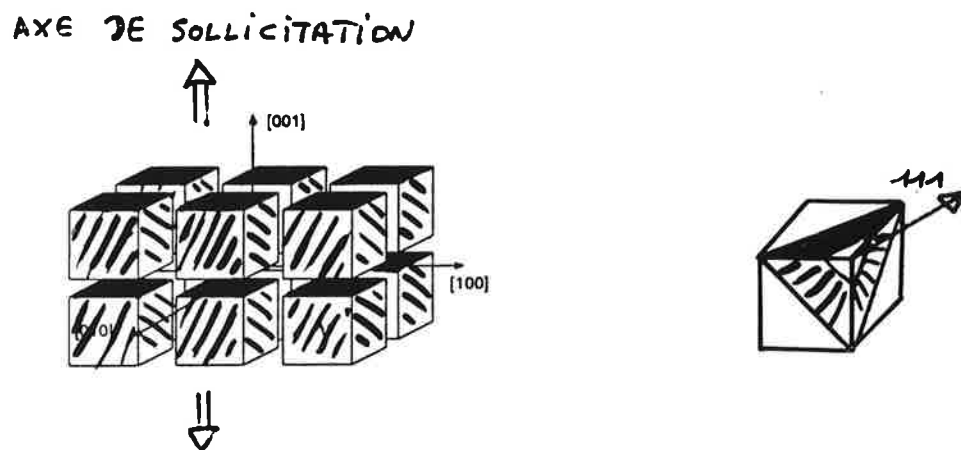


Figure V.8 : La déformation se localise aux interfaces γ/γ' (001). Les interfaces hachurées ne sont en général affectées d'aucune dislocation.

$\Delta\epsilon_4-1$

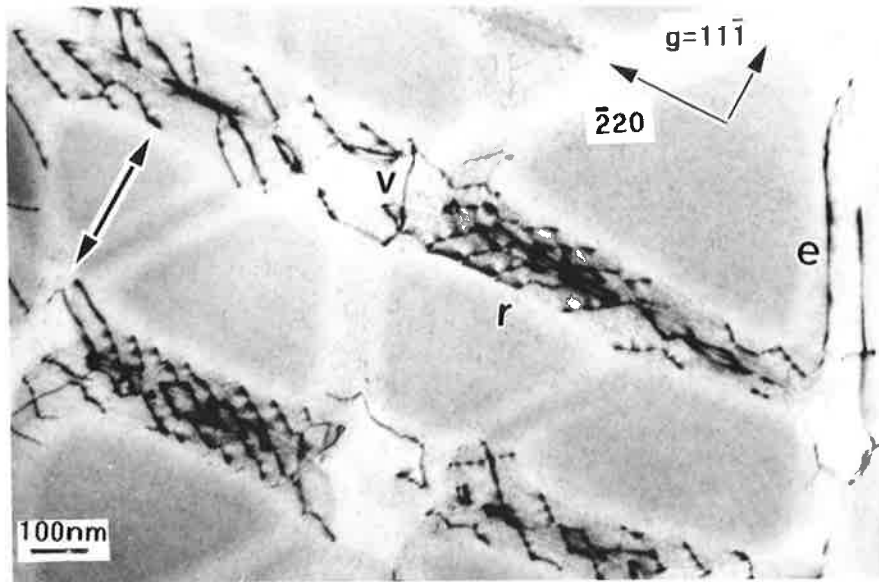


Figure V.9 : Visualisation du réseau quadrilatère étudié r. Les deux dislocations v et h (cf notations figure V.14) sont en contraste. On peut voir une dislocation vis se déplaçant dans le couloir : v, et une extension de la déformation en e, dans un couloir parallèle à $\langle 001 \rangle$. Axe de zone = $\langle 112 \rangle$

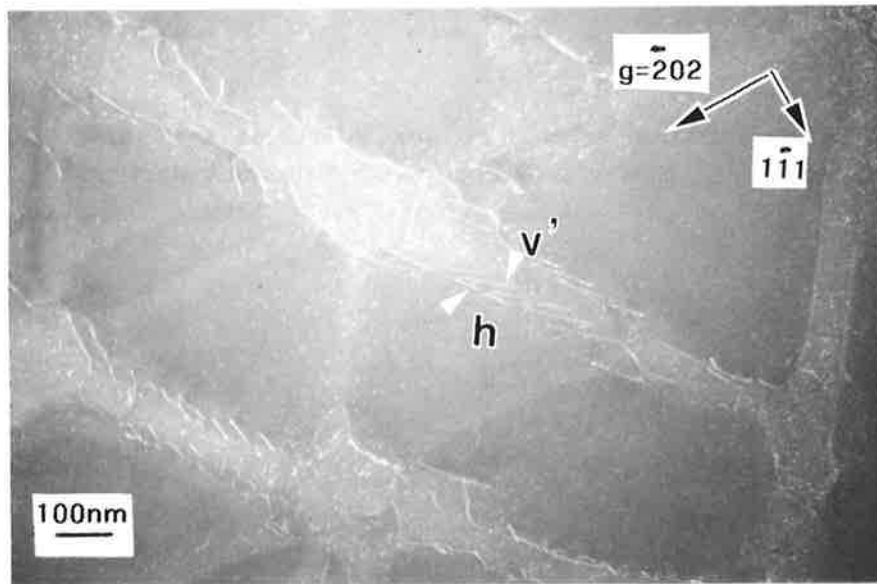


Figure V.10 : Les deux types de dislocations sont en contraste. Axe de zone = $\langle 121 \rangle$

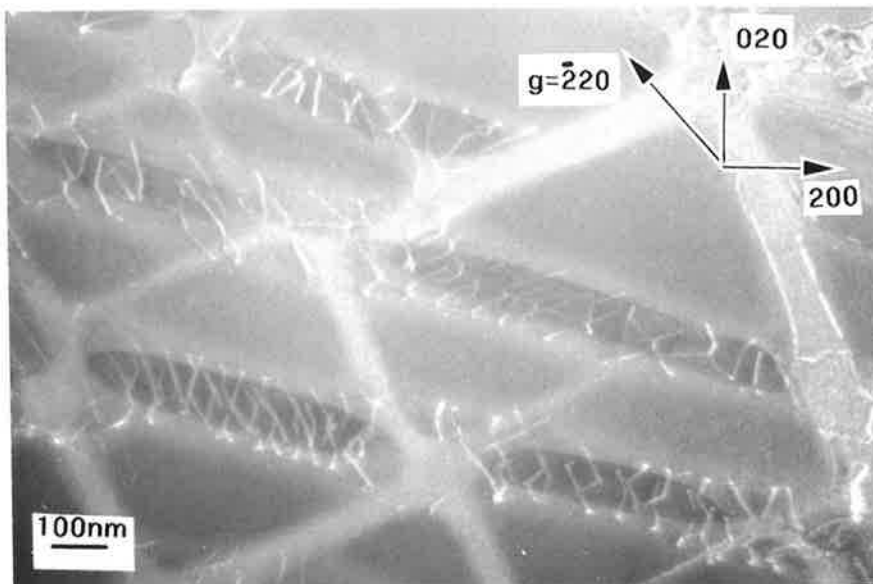


Figure V.11 : Les deux types de dislocations sont en contraste. Axe de zone = $\langle 001 \rangle$

$\Delta\epsilon_4-1$

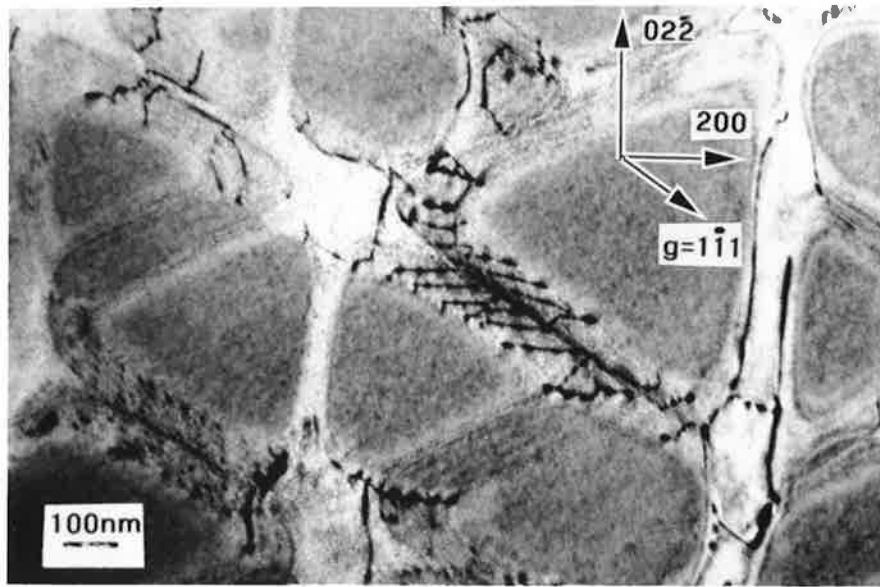


Figure V.12 : Les dislocations h sont hors contraste. Axe de zone = $\langle 011 \rangle$

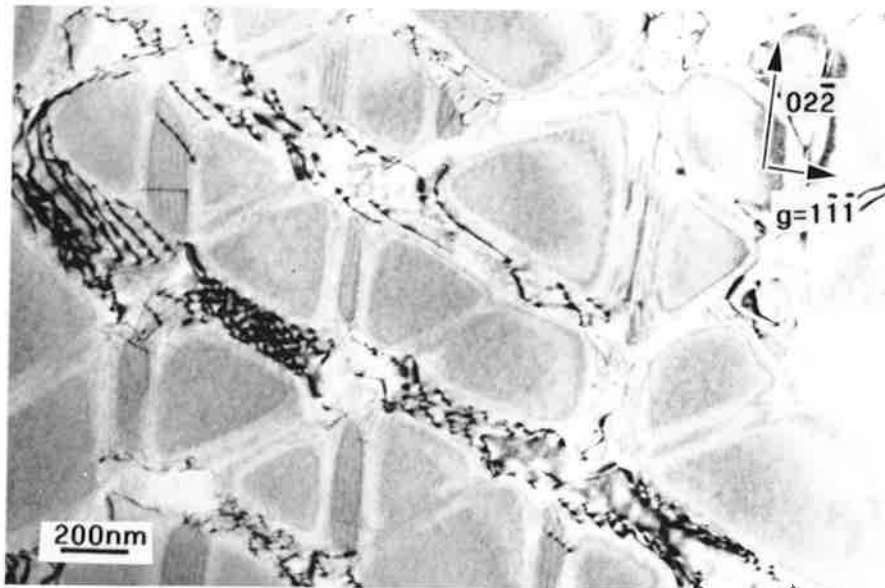


Figure V.13 : Les dislocations v sont hors contraste. Axe de zone = $\langle 211 \rangle$

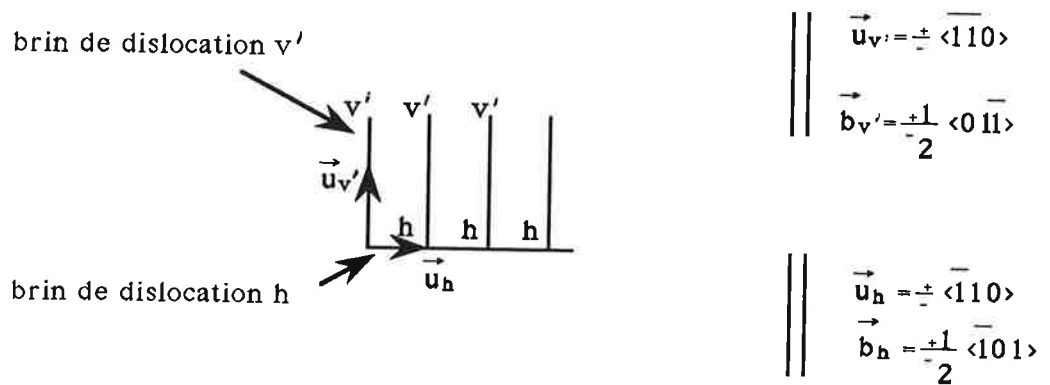


Figure V.14 : Schéma du réseau quadrilatère. On donne les directions et vecteurs de Burgers des deux dislocations composant le réseau. Les deux dislocations sont donc mixtes à 60° (ou 120°)

- Étude d'un réseau à 6 côtés:

Les figures de V.15 à V.19 montrent l'étude d'un réseau à 6 côtés. Le schéma figure V.20 présente la structure du réseau. Ce réseau est composé de trois types de dislocations différentes. Le facteur de Schmid de A est nul, aussi on suppose qu'il est le résultat de l'intersection des deux autres systèmes de glissement. Une des familles a un caractère mixte à 60° ; les deux autres ont un caractère coin. L'ambiguïté sur le signe des vecteurs de Burgers a été levée ici grâce à la méthode exposée en III.C.4.d. Les plans supplémentaires associés aux composantes coin du réseau ici sont dans le précipité (cf. V.20 c/). Des réseaux à 6 côtés présentant 5 vecteurs de Burgers ont aussi été rencontrés. La taille des cellules est de 120 à 170nm.

On note par ailleurs que chaque interface où on trouve un réseau possède son symétrique de l'autre côté du couloir sur l'autre interface. Les dislocations sont de sens opposé.

Aucun cisaillement de la phase γ' n'a été observé.

$\Delta\epsilon_4-1$

- ➔ Les dislocations ne sont visibles que dans γ
- ➔ La déformation est **anisotrope**
- ➔ Les dislocations sont logées aux interfaces {001} sous forme de réseaux
- ➔ Les plans supplémentaires associés à ceux-ci sont dans γ'

$\Delta\epsilon_4-1$

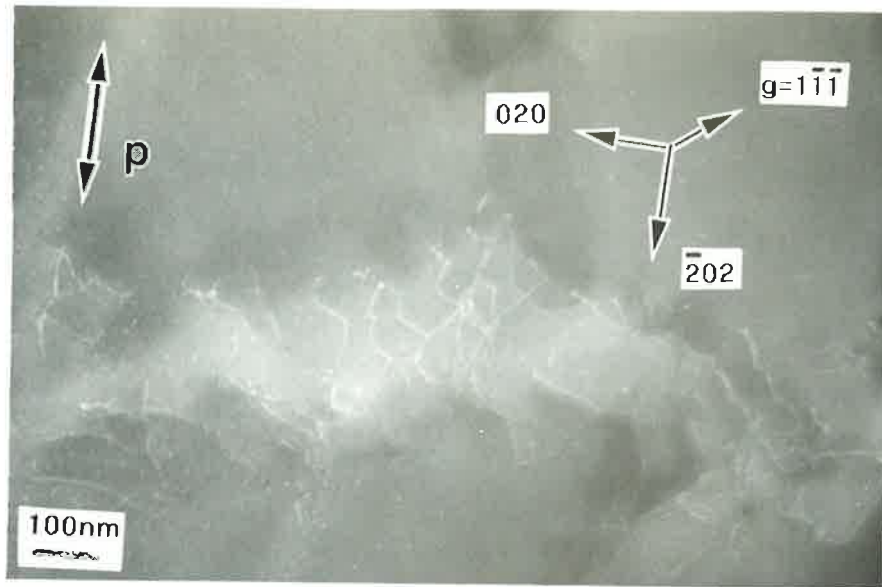


Figure V.15 : Les dislocations C sont hors contraste. Axe de zone = $\langle 101 \rangle$

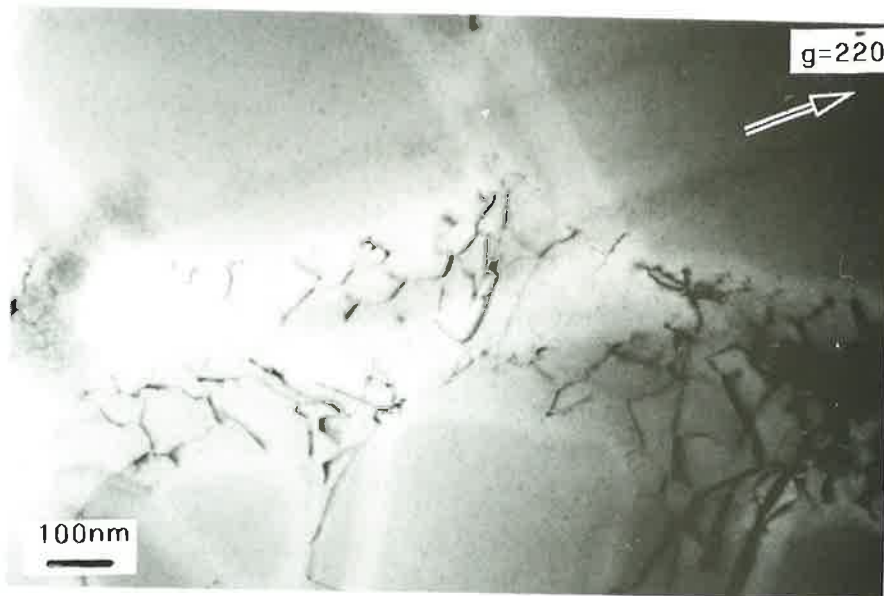


Figure V.16 : Les dislocations A ont $|gb|=2$. On peut trouver le sens de A et localiser le plan supplémentaire de la composante coin de la dislocation. Axe de zone = $\langle 111 \rangle$

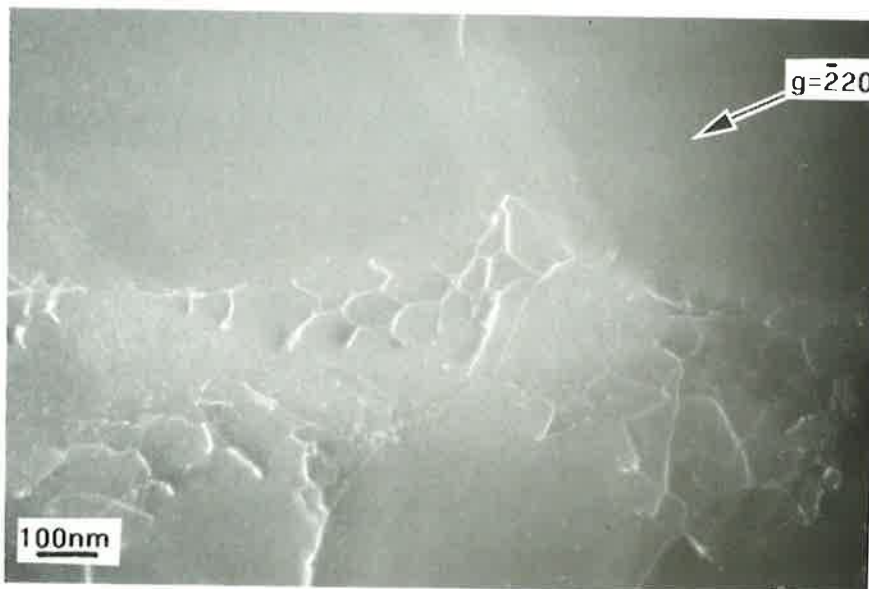


Figure V.17 : Réseau entièrement en contraste. Axe de zone = $\langle 111 \rangle$



$\Delta\epsilon_4-1$

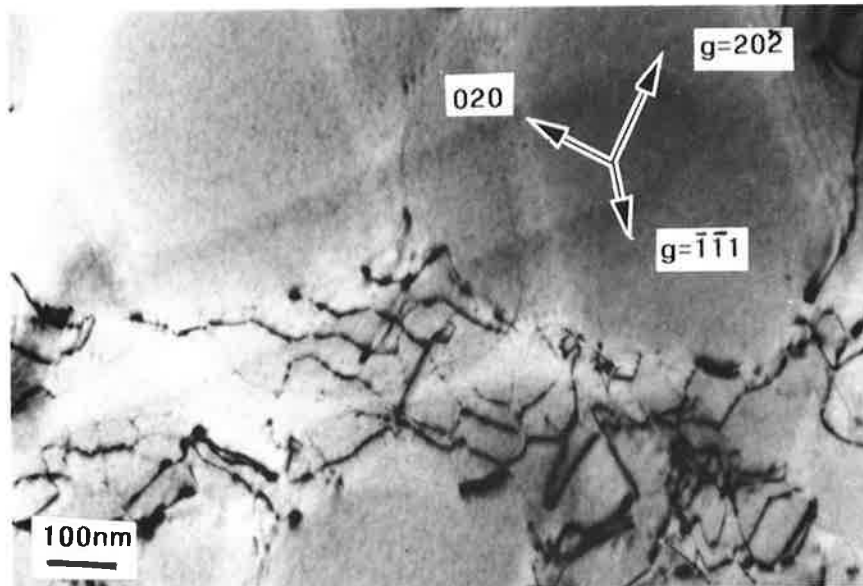


Figure V.18 : Les dislocations A sont hors contraste. Axe de zone = $\langle 101 \rangle$

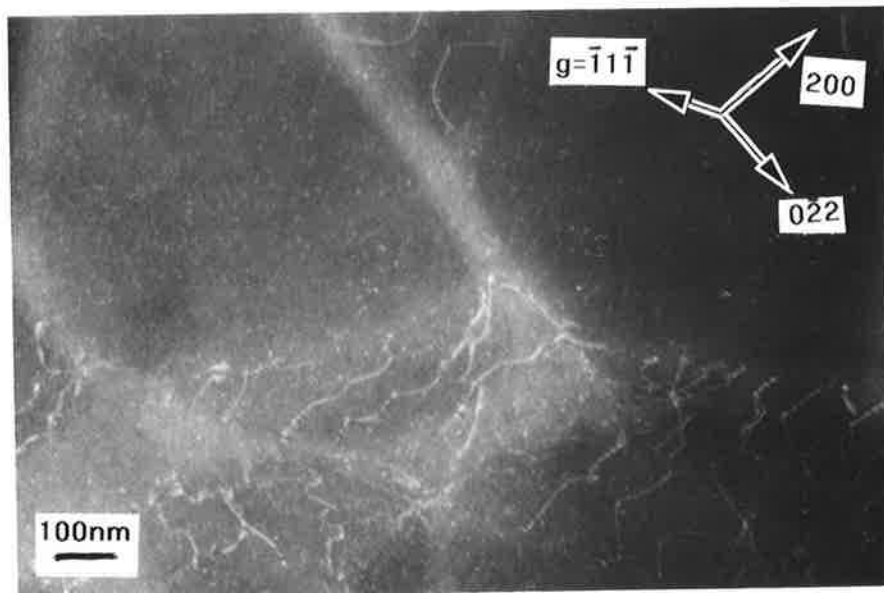


Figure V.19 : Les dislocations B sont hors contraste. Axe de zone = $\langle 001 \rangle$

$\Delta\epsilon_4-1$

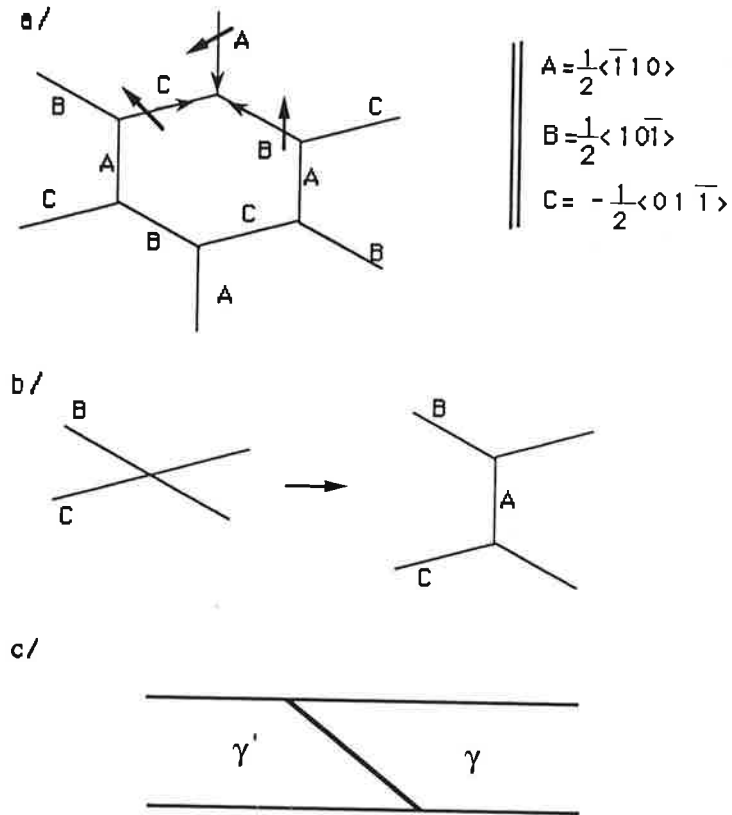


Figure V.20 : a/ Schéma du réseau à 6 côtés. On donne les vecteurs de Burgers. Tous les plans associés à ces dislocations sont en dessous.
 b/ Proposition d'intersection de deux systèmes : parents , et création d'un troisième brin : fils (dont le facteur de Schmid est nul).
 c/ Coupe, vue de gauche des photos. Les plans associés aux composantes mixtes des dislocations de ce réseau sont localisées dans le précipité.

$\Delta\epsilon_4-2$

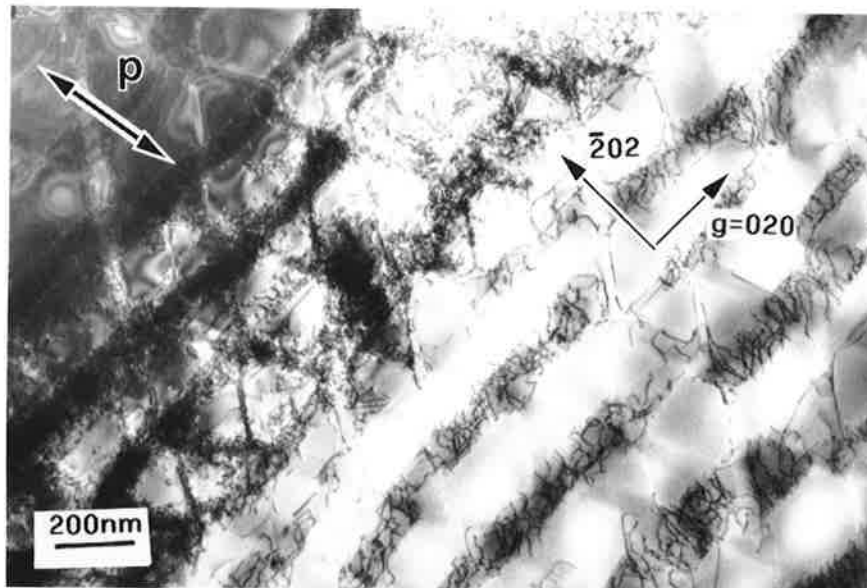


Figure V.21 : Microstructure de déformation dans la gamme $\Delta\epsilon_4$ après 2 cycles. Déformation localisée dans les interfaces perpendiculaires à $\langle 001 \rangle$. Présence de bandes de déformation. Ici bande en contraste. Axe de zone = $\langle 101 \rangle$

C.4.c/ Essai $\Delta\epsilon_4-2$

Cet essai présente exactement le même type de microstructure que $\Delta\epsilon_4-1$, où des bandes de glissement sont superposées (cf. figure V.21).

Cette fois, tous les réseaux ont 6 côtés.

La micrographie montre par ailleurs que la déformation n'est pas beaucoup plus étendue aux deux couloirs contenant $\langle 001 \rangle$ que pour $\Delta\epsilon_4-1$. On retrouve toutes les caractéristiques de la microstructure de déformation de $\Delta\epsilon_4-1$.

Nous n'avons observé (sur les parties visibles de ces bandes) aucun lien apparent entre la microstructure de déformation générale que nous avons décrite au dessus et les bandes : ni densité différente de dislocations, ni rupture dans la microstructure métallurgique régulière de l'AM1, ni autre chose n'a pu être noté.

• Étude des bandes de déformation :

Ces bandes ont des bords très prononcés et sont le lieu d'une très forte densité de déformation (cf. figure V.21).

Les dislocations qui composent ces bandes se trouvent toutes en condition d'extinction pour les mêmes vecteurs de diffraction \vec{g} (cf. figures V.22 à V.23), elles sont donc toutes de même nature. Ici leur vecteur de Burgers est : $\frac{1}{2}\langle 1\bar{1}0 \rangle$. Celles-ci sont effectivement des superdislocations, du fait qu'elles ont un contraste typique de $|\vec{g}\cdot\vec{b}| = 2$ pour la réflexion $\vec{g} = 1\bar{1}1$ (cf. figure V.22 repère 2). On pourra par ailleurs constater leur contraste blanc-noir-blanc sur la photo V.26 où le produit $|\vec{g}\cdot\vec{b}|$ vaut alors 4. Le plan de glissement de ces bandes est $\{111\}$.

Ces bandes sont des murs d'épaisseur et d'écartement variables (épaisseur de 1 à 8 μm - écartement de 1 à quelques dizaines de μm) dans lesquels un seul système de glissement est activé. Ces murs sont parallèles à un plan octaédrique. $\Delta\epsilon_4-2$ ne présente que des bandes appartenant à un même système de glissement.

Les bandes contiennent trois types de dislocations :

1) Les bandes contiennent des **empilements** de superdislocations plutôt coin cisillant les précipités (cf. figures V.22 à V.26 en e). Ici on peut voir la projection de deux de ces empilements dans des plans octaédriques voisins : leurs vecteurs de Burgers ont un sens opposé. On remarquera que les dislocations ne sont pas droites, qu'elles sont épinglées et que la distance de dissociation n'est pas constante entre deux dislocations appariées. La variation, de cette distance directement reliée à l'énergie de la paroi d'antiphase de γ' et donc au caractère ordonné de γ' , est le signe d'une modification de l'ordre des précipités dans ces empilements.

$\Delta\epsilon_4-2$

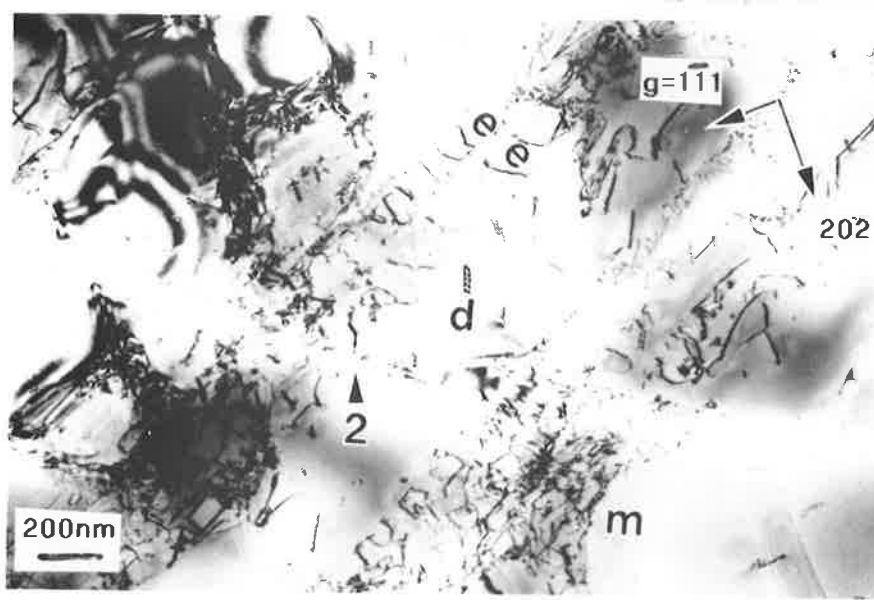


Figure V.22 : Bande en contraste. On note que les dislocations de la bande ont un contraste double : 2 . e désigne des empilements dans la bande. d désigne un dipôle. Axe de zone = $\langle 121 \rangle$

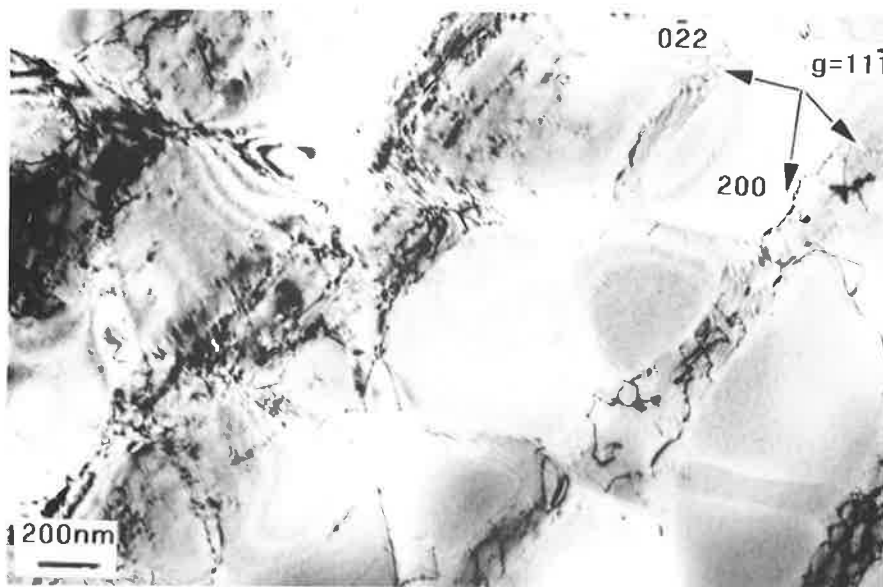


Figure V.23 : Bande hors contraste : toutes les dislocations de la bande sont éteintes. Axe de zone = $\langle 011 \rangle$

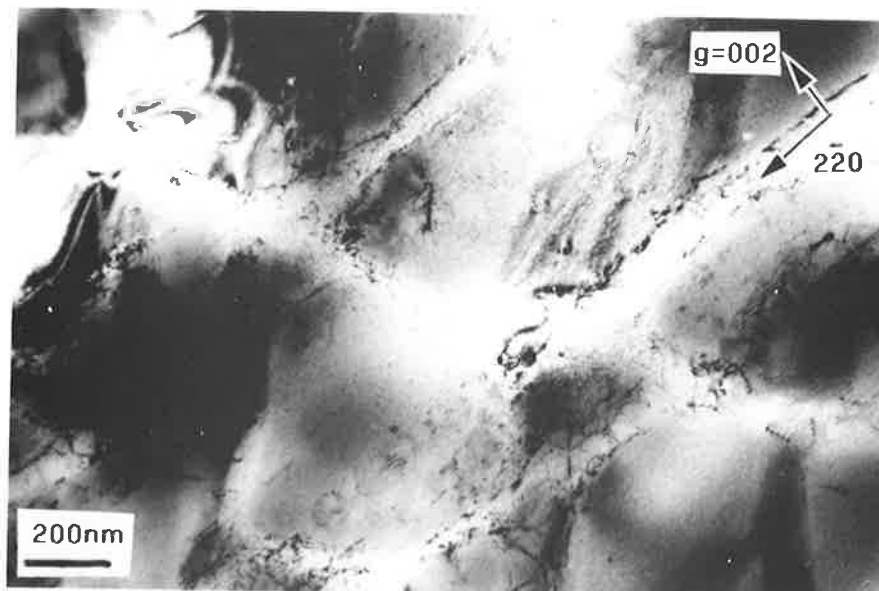


Figure V.24 : Bande hors contraste. Axe de zone = $\langle 110 \rangle$

$\Delta\epsilon_4-2$

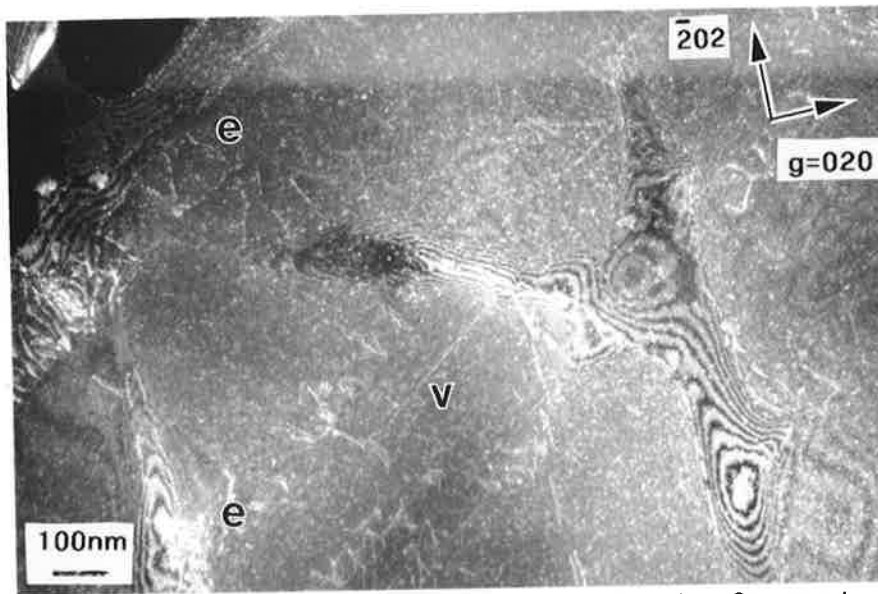


Figure V.25 : Zone un peu plus loin dans la même bande. On peut voir une longue dislocation vis : v. On reconnaît des empilements dans lesquels les paires sont décorréllées et épinglées. Axe de zone = $\langle 101 \rangle$

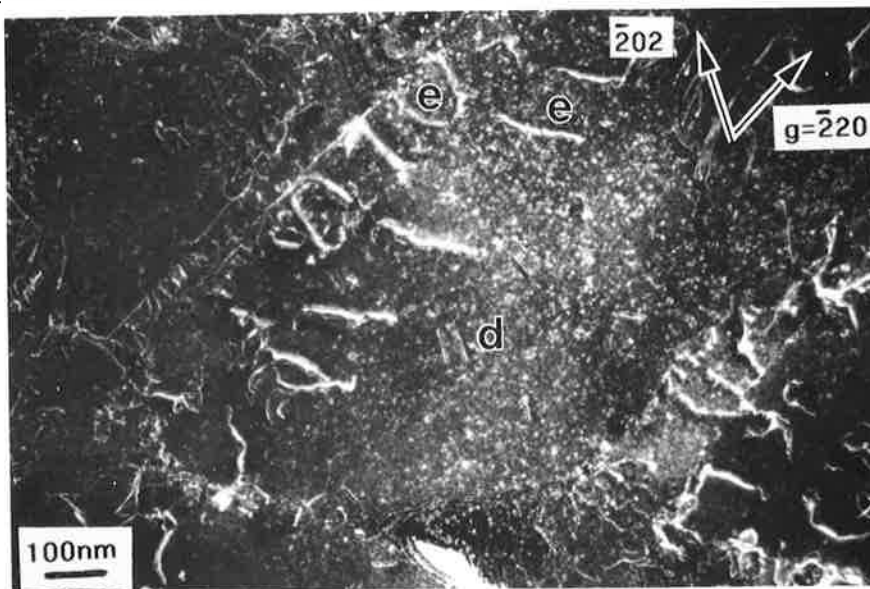


Figure V.26 : Bande en contraste. Les dislocations des deux empilements de la bande ont un contraste opposé : leur vecteur est opposé. Ici $|gb|=4$. Les paires dans ces empilements sont un peu décorréllées et épinglées. d désigne le dipôle dont la configuration a été étudiée ; elle est présentée en Fig.27. Axe de zone = $\langle 111 \rangle$

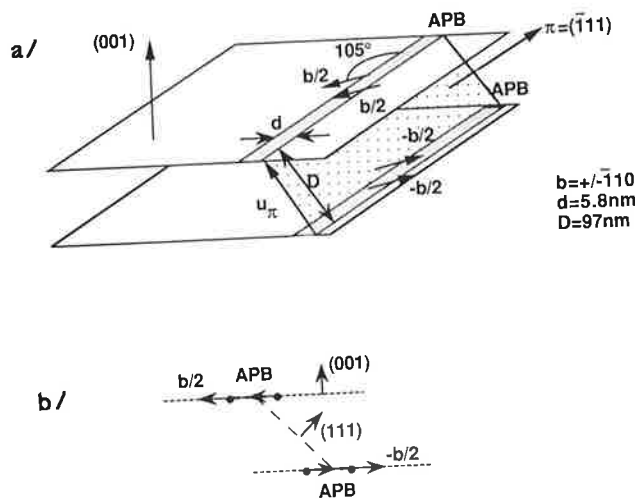


Figure V.27 : Configuration du dipôle D. a/ Vue stéréographique b/ Coupe.

2) La seconde famille comporte un nombre plus restreint de membres. Ce sont des **superdislocations seules** dans les précipités. Elles sont toutes dissociées. La majorité d'entre elles sont de caractère vis (cf. figure V.25). Des dislocations en configuration de **dipôles** ont été aussi observées (cf. repère **d** sur les figures V.22 et V.26). Nous avons étudié celui de la figure V.26 :

Étude du dipôle :

Le plan de la dissociation a été déterminé par examen de la largeur de dissociation entre les deux dislocations dissociées. Les plans de dissociation très probables sont des plans cubiques (cf. chapitre I). Aussi nous avons réalisé des projections dans les plans de type [001] afin de voir les plans cubiques debout ou à plat. La distance de dissociation a été trouvée nulle quand le plan (001) était debout et était la plus large observée de toutes les projections quand ce même plan a été mis à plat. Le plan de la dissociation est donc (001).

Lorsqu'il est à plat, la mesure de la distance de la dissociation, imagée en faisceau faible, donne 5.8nm (± 2 nm).

Le plan du dipôle π a été déterminé en trouvant les directions \vec{u}_π et celle des dislocations, ce plan est le plan $\{\bar{1}11\}$; la distance entre les dislocations du dipôle est 97nm (± 2 nm).

On a vérifié que les micrographies dont l'axe de zone fait le plus grand angle avec $\{\bar{1}11\}$ donnent les distances projetées des dislocations les plus longues.

Les dislocations sont quasiment coin (mixtes à 105°).

On peut voir la configuration du dipôle dans le schéma de la figure V.27 : c'est un dipôle de dislocations quasiment coin, dissociées dans un plan cubique dont le plan de dipôle est octaédrique, il s'agit d'une configuration d'équilibre.

3) Les troisièmes types de dislocations sont des **dislocations localisées dans la matrice γ** (cf. figures V.21 et V.22). Leur densité extrêmement forte ne permet aucune étude approfondie. On peut seulement remarquer qu'un certain nombre d'entre elles sont localisées aux interfaces. Dans ces zones fortement écrouies, les dislocations présentent tous les caractères et certaines d'entre elles sont localisées aux interfaces.

$\Delta\epsilon_{4-2}$

➔ Même microstructure que pour $\Delta\epsilon_{4-1}$.

+

➔ Présence de bandes de déformation octaédriques : glissement simple cisillant les précipités par superdislocations.

➔ Empilements, longues vis, et dipôles dans γ' .

➔ Forte densité de déformation dans γ .

C.4.d/ Essai $\Delta\epsilon_4-25$:

Les figures V.28 et V.29 montrent que l'anisotropie de la déformation existe aussi pour cet essai, mais les canaux secondaires (contenant l'axe de sollicitation) sont nettement plus concernés par la déformation que pour les deux essais précédents. La densité globale de dislocations est également plus forte.

La déformation est toujours stockée aux interfaces de type {001} sous la forme de réseaux à 6 côtés dont les dislocations sont quasiment mixtes à 60° ou coin (cf. figure V.30). Les dislocations ayant déformé les couloirs secondaires ont laissé des brins de dislocations aux interfaces, de caractère souvent mixtes à 60° (cf. repère **b** sur les figures V.28 à V.29).

L'étude des réseaux à l'interface {001} ont révélé (en l'occurrence cf. figures V.30 à V.32) que les plans supplémentaires sont majoritairement dans le précipité. Par ailleurs, la taille du maillage des réseaux est de 110-150nm.

Aucune bande, ni aucun cisaillement des précipités n'ont été observés.

$$\Delta\epsilon_4-25$$

- ➔ Déformation préférentielle des couloirs "horizontaux" *.
- ➔ Extension significative aux autres couloirs.
- ➔ La majorité des réseaux des couloirs horizontaux ont leurs plans supplémentaires dans le précipité.

* On décrit pour plus de facilité, par couloirs "horizontaux" (respectivement "verticaux") les couloirs qui sont perpendiculaires à $\langle 001 \rangle$ (respectivement les couloirs qui contiennent $\langle 001 \rangle$).

$\Delta\epsilon_4-25$

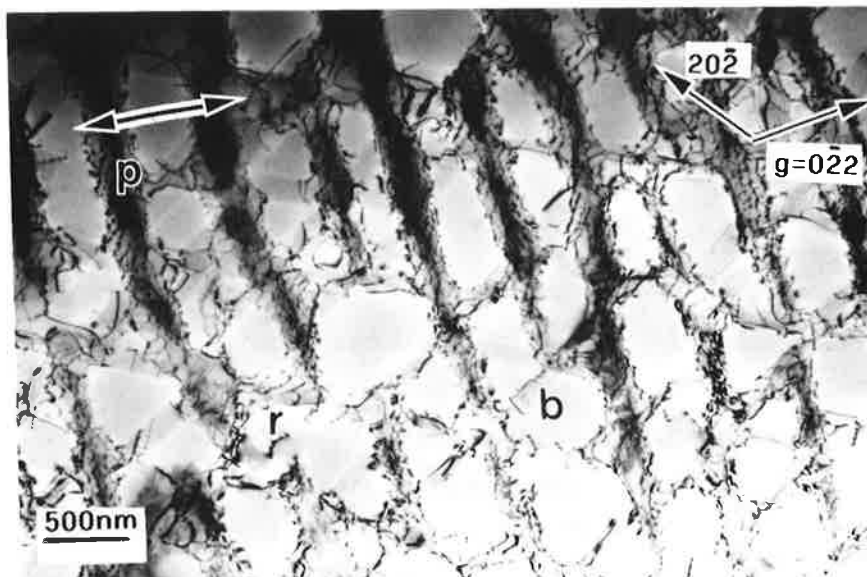


Figure V.28

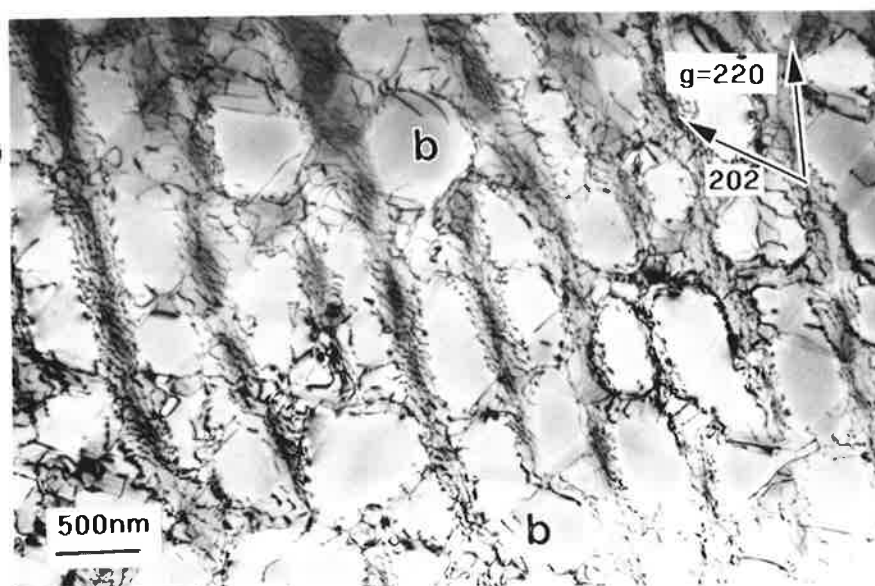


Figure V.29

Figure V.28-29 : Axe de zone = $\langle 111 \rangle$. Il permet la projection équivalente des trois couloirs, on a pris deux vecteurs de diffraction différents afin de n'occulter aucun système de glissement octaédrique. Le couloir perpendiculaire à $\langle 001 \rangle$ est le plus déformé. Une quantité de déformation non négligeable affecte les deux autres couloirs : on peut constater que ceux-ci sont déjà pourvus de quelques réseaux en r. b montre des brins seuls.

$\Delta\epsilon_4-25$

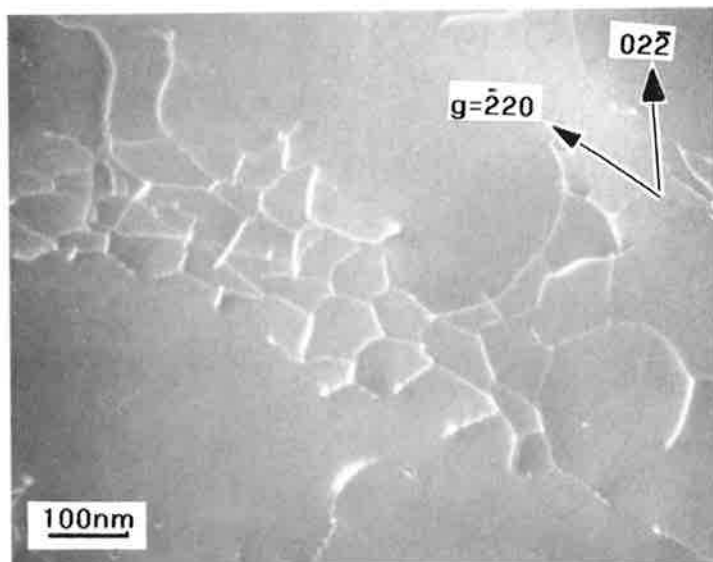


Figure V.30 : Vue complète du réseau étudié. Axe de zone = $\langle 111 \rangle$

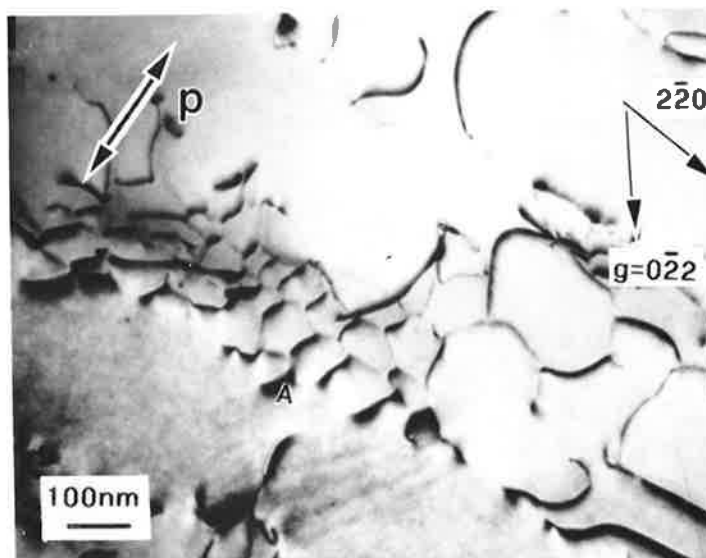


Figure V.31 : Les dislocations A ont $gb=2$. Axe de zone = $\langle 111 \rangle$

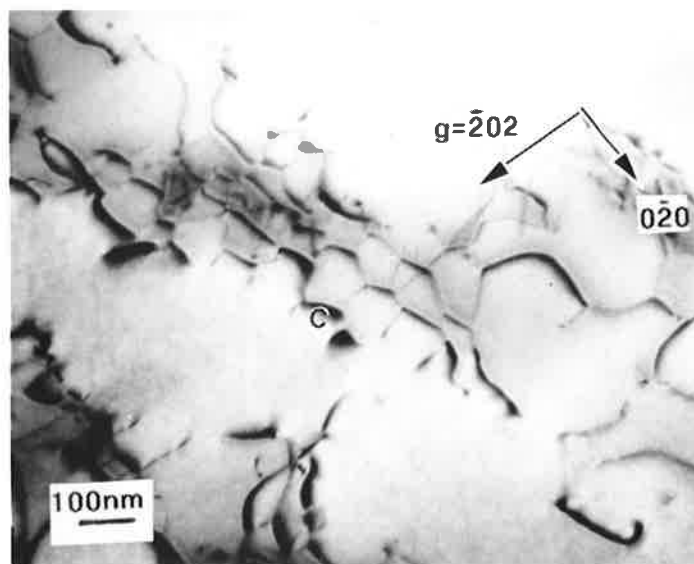


Figure V.32 : Les dislocations C ont $gb=2$. Axe de zone = $\langle 101 \rangle$

$\Delta\epsilon_4-25$

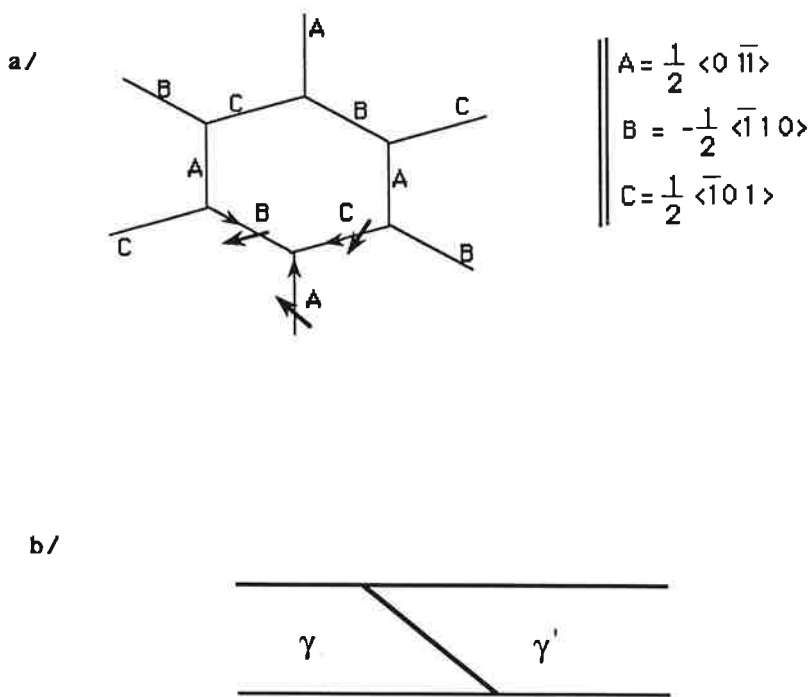


Figure V.33 : a/ Schéma du réseau avec les vecteurs de Burgers. La convention FS/RH permet de déterminer que les plans supplémentaires sont ici au dessus. La pente de l'interface a été déterminée cf b/ (Coupe vue de la gauche des photos). Le dessus est donc γ' .

Les plans supplémentaires sont donc ici dans le précipité γ .

C.4.e/ Essai $\Delta\epsilon_4-1300$:

Cet essai présente la même microstructure de déformation que $\Delta\epsilon_4-25$ (cf. figure V.34). Les canaux secondaires (contenant l'axe de sollicitation) sont aussi très concernés par la déformation ; certaines des interfaces $\{010\}$ et $\{100\}$ présentent même parfois des réseaux. Ainsi, on a l'impression d'une déformation uniformément répartie dans les trois types de canaux (cf. figure V.35).

De la même façon que $\Delta\epsilon_4-2$, $\Delta\epsilon_4-1300$ présente des bandes de déformation (cf. figure V.34). Elles ont la même structure que celles analysées pour $\Delta\epsilon_4-2$. On reconnaîtra sur la figure V.37 les trois types de dislocations composant la bande, identifiés précédemment (empilements de dislocations, longues dislocations vis, grande densité de dislocations dans les couloirs). Le vecteur de la bande est en condition d'extinction sur la figure V.36.

Dans cet échantillon, on a pu mettre en évidence un mécanisme d'épaississement des bandes par glissement dévié de paires de dislocations (cf. figure V.38 et V.39).

La figure V.38 montre par ailleurs en m, une dislocation de vecteur $1/2\langle 101 \rangle$ en configuration de montée. Elle ne glisse pas dans ses plans de glissement possibles.

Plusieurs études ont prouvé que les plans supplémentaires associés aux dislocations des réseaux de cet essai se trouvent généralement dans γ' . Le réseau étudié ici (cf. figure V.40 à 43) a introduit des plans supplémentaires dans γ . La taille des cellules vaut 50 à 90nm.

$\Delta\epsilon_4-1300$

- ➔ **Déformation homogène** avec caractère anisotrope discernable.
 - ➔ Certains réseaux dans les canaux primaires renforcent l'écart paramétrique.
 - ➔ Quelques réseaux dans les canaux secondaires.
- +
- ➔ **Bandes** de déformation octaédriques cisillant les précipités par superdislocations (un seul système de glissement).
 - ➔ Dans γ' : Empilements, longues dislocations vis.
 - ➔ Dans γ : Forte densité de déformation.

$\Delta\varepsilon_4-1300$

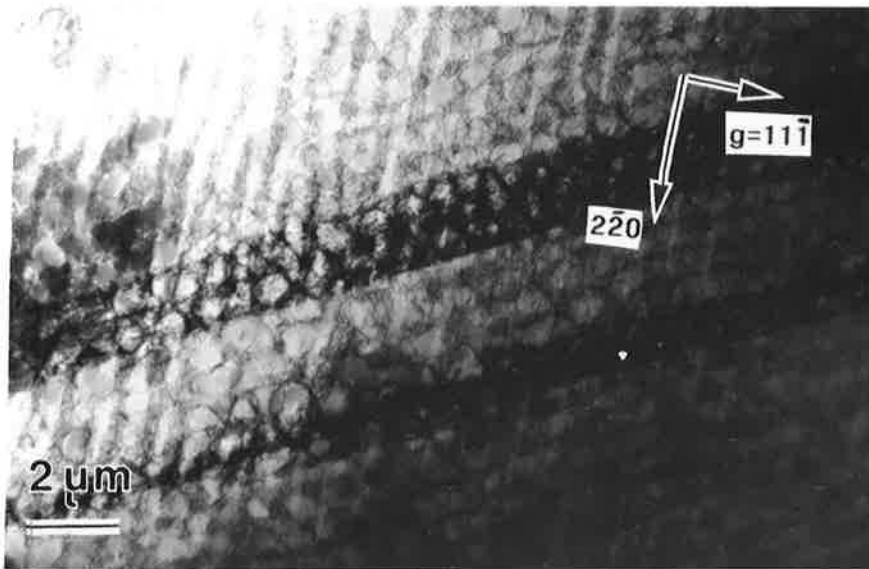


Figure V.34 : Vue d'ensemble de la structure de déformation. On peut voir deux bandes de largeur différente au sein d'une déformation homogène. Axe de zone = $\langle 121 \rangle$



Figure V.35 : Certaines zones ont une déformation uniformément répartie dans les trois couloirs. Axe de zone = $\langle 121 \rangle$

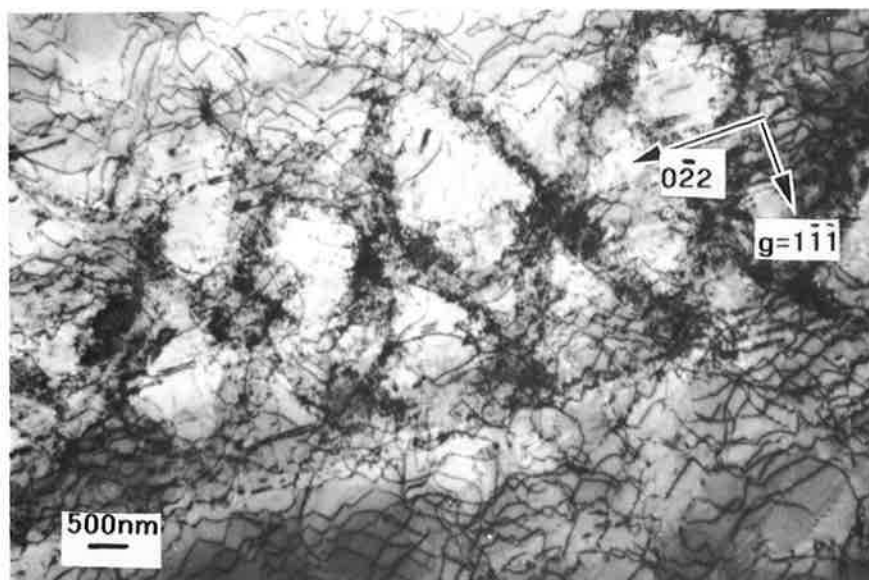


Figure V.36 : Le vecteur de Burgers de la bande est en condition d'extinction. Axe de zone = $\langle 112 \rangle$

$\Delta\epsilon_4-1300$

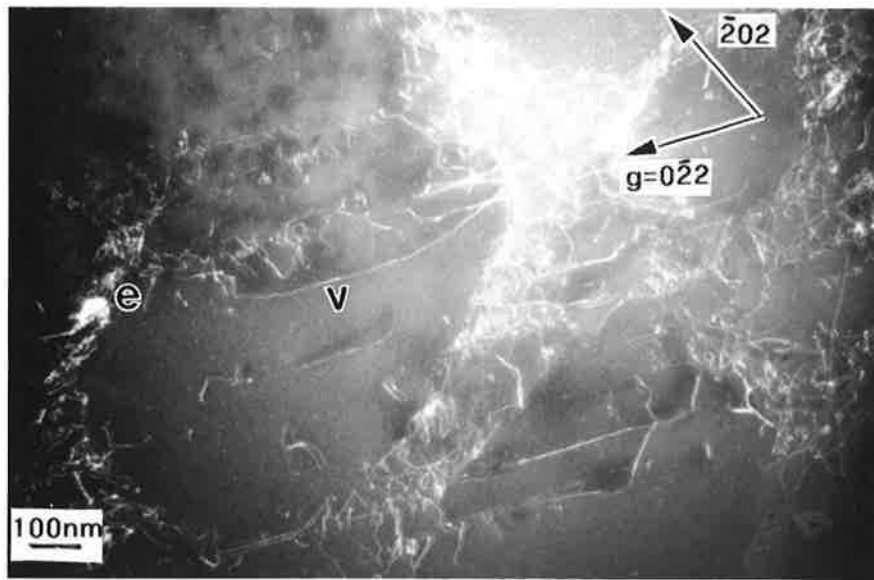


Figure V.37 : On peut reconnaître les dislocations vis (le vecteur de la bande est $\langle 110 \rangle$) en v et les empilements en e. Les paires dans les empilements sont décorréliées. Axe de zone = $\langle 111 \rangle$

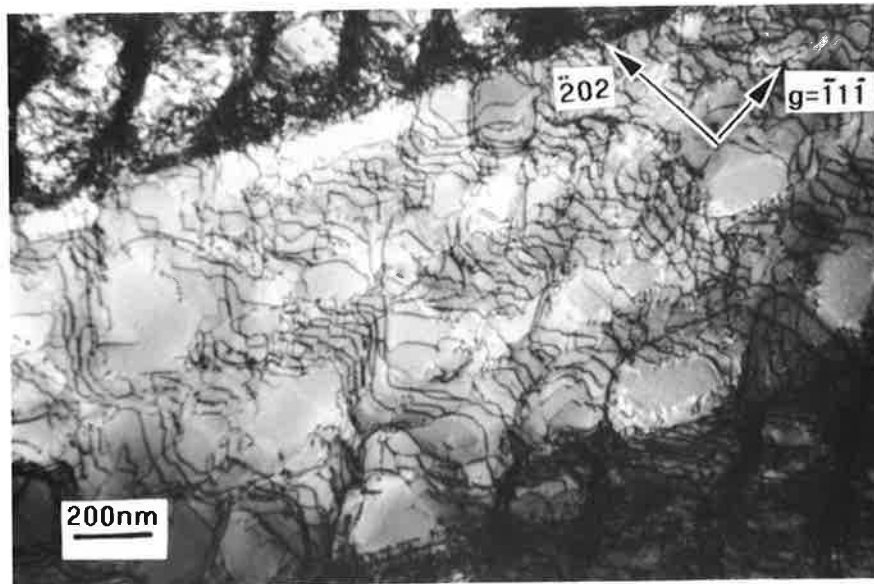


Figure V.38 : Glissement dévié de paires de dislocations de la bande. Axe de zone = $\langle 211 \rangle$

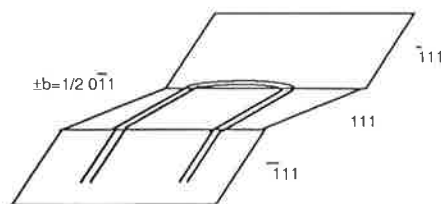


Figure V.39 : Schéma d'un des mécanismes d'épaississement des bandes de glissement. Glissement dévié de paires de dislocations de la bande.

$\Delta\epsilon_4-1300$

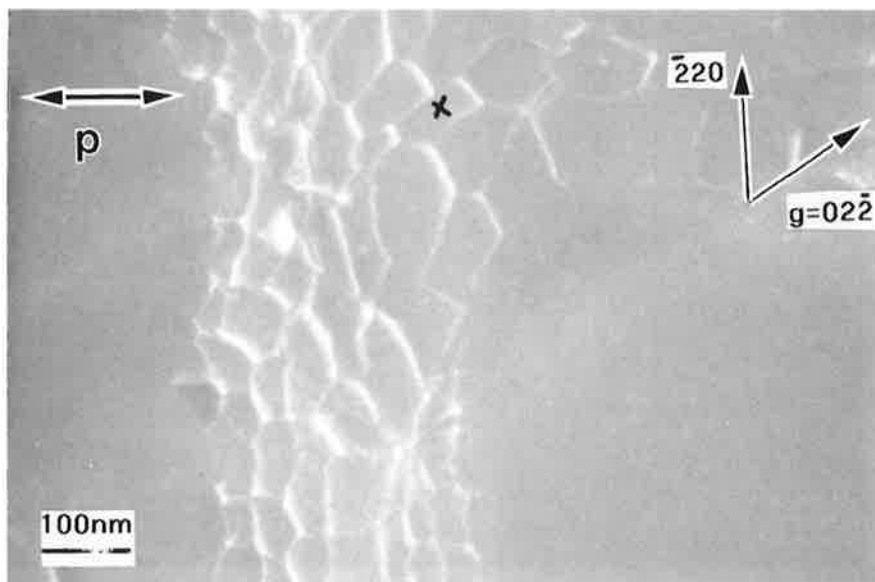


Figure V.40 : Image du réseau à 6 côtés étudié. (cf schéma en V. 42) Les forts contrastes sont pour $|gb|=2$ (dislocations A). les plus faibles sont pour $gb=1$. Axe de zone = $\langle 111 \rangle$

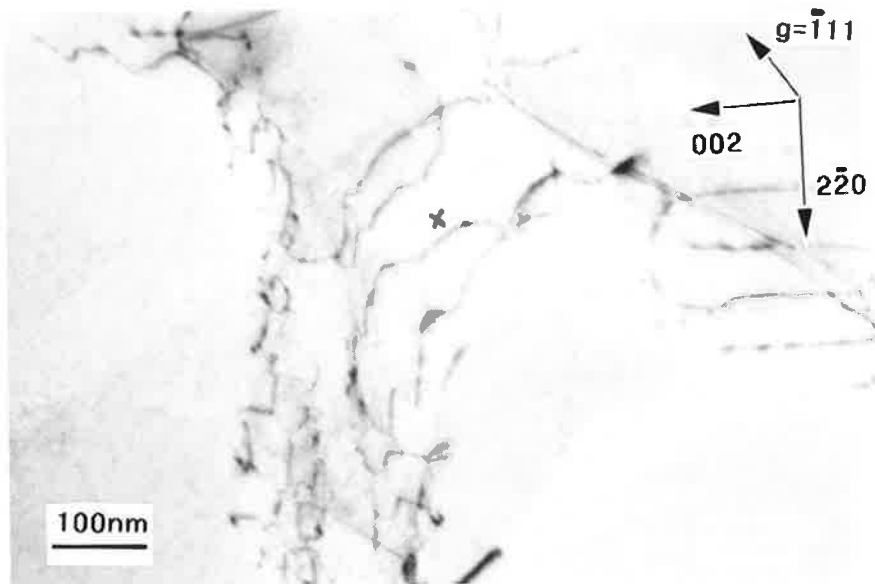


Figure V.41 : Les dislocations A, B et C sont hors contraste. Axe de zone = $\langle 110 \rangle$

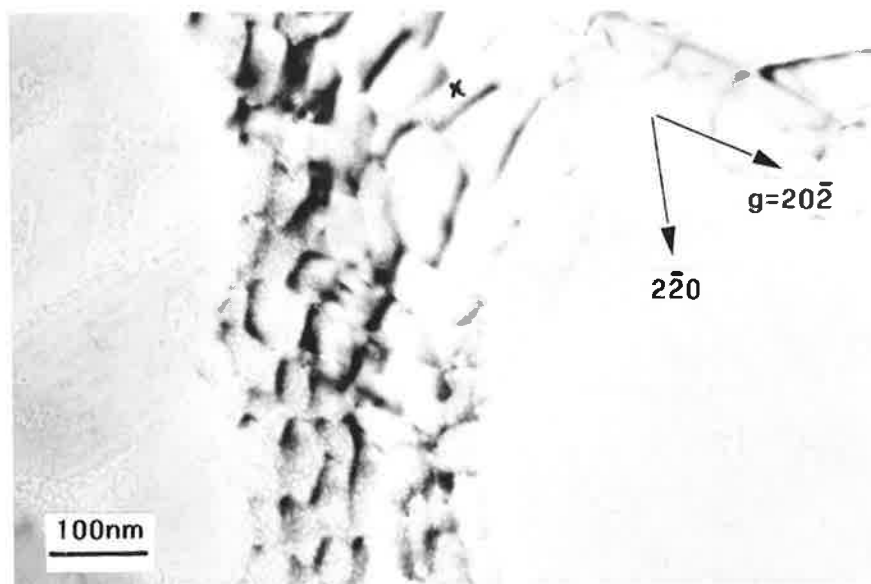


Figure V.42 : Les dislocations E ont $|gb|=2$. Les dislocations B sont hors contraste. Axe de zone = $\langle 111 \rangle$

$\Delta\epsilon_4-1300$

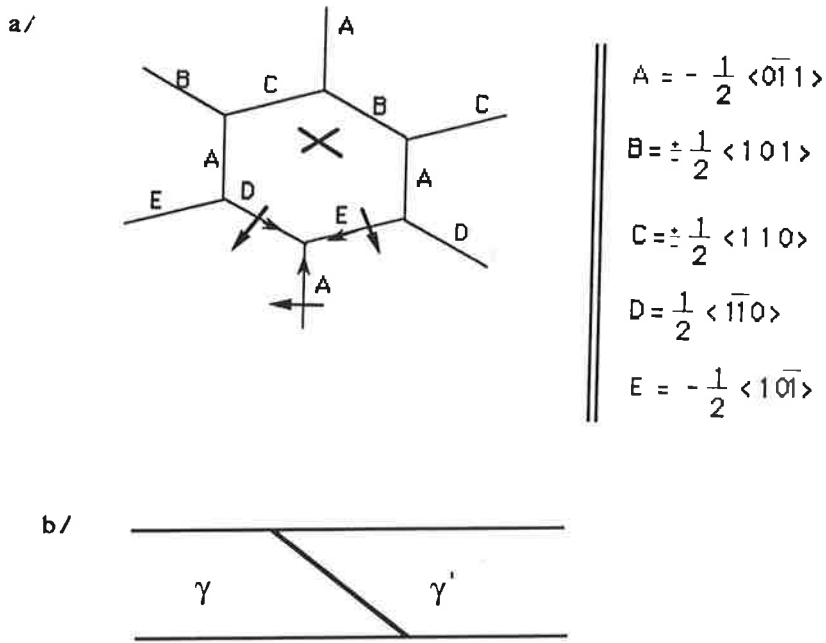


Figure V.43 : Repérer sur les photos grâce à la croix. a/ Schéma du réseau étudié. On donne les vecteurs de Burgers. Vu leur sens (pour ceux qui ont pu être déterminés) les plans supplémentaires sont en dessous. La pente de l'interface est indiquée en b/. (coupe vue du bas des photos). Les plans supplémentaires étant en dessous, ils sont donc dans la matrice.

$\Delta\epsilon_4'-1300$

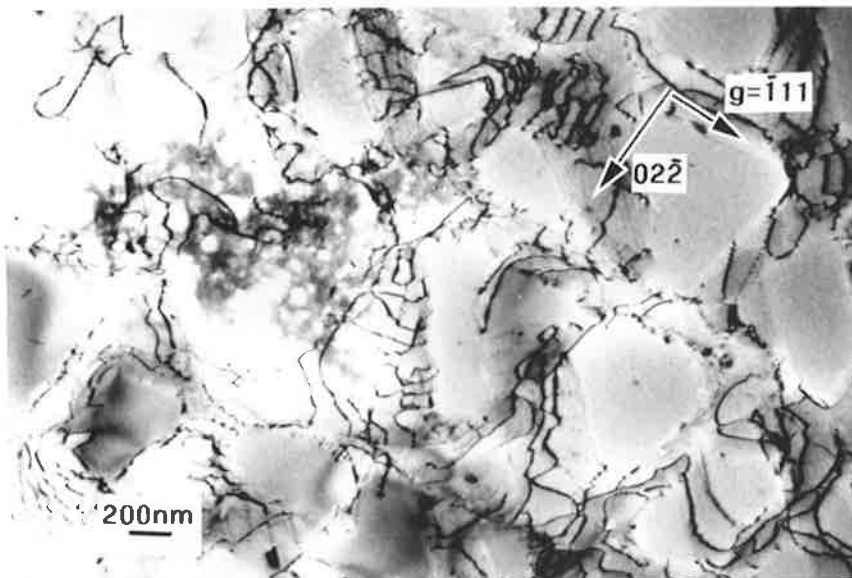


Figure V.44 : Vue d'ensemble de la structure de déformation notée pour toutes les lames de $\Delta\epsilon_4'-1300$. Pas de bandes de déformation. Axe de zone = $\langle 211 \rangle$

C.4.f/ Essai $\Delta\epsilon_4-1300'$:

Cet essai a été réalisé au même taux de déformation et stoppé au même nombre de cycles que le précédent.

La microstructure de déformation est la même que celle qui est décrite pour l'essai précédent avec une différence de taille : il n'y a pas de bandes (nous avons observé la plus grande plage possible de chaque lame : en l'occurrence par réamincissement des lames ; par ailleurs un nombre important de lames a été observé).

 $\Delta\epsilon_4-1300'$

- ➡ Anisotropie mais tendance à l'homogénéisation :
quelques réseaux aux interfaces {010} et {100}.
- ➡ Pas de bandes.

C.4.g/ Essai $\Delta\epsilon_1-200$:

$\Delta\epsilon_1-200$ présente une déformation anisotrope et ne concerne toujours que les couloirs perpendiculaires à $\langle 001 \rangle$; par ailleurs la densité de dislocations est apparemment plus faible ici que pour l'essai $\Delta\epsilon_4-1$; on note un nombre plus faible de réseaux (cf. figure V.45) Leur taille est de 120 à 150nm.

La micrographie en figure V.46 montre que les précipités de certaines zones du matériau ont coalescé.

Aucune bande, aucun cisaillement des précipités n'ont pu être observés.

Les réseaux étudiés ont leurs plans supplémentaires généralement dans γ' , comme c'est le cas pour l'étude présentée en figures V.47 et V.48.

 $\Delta\epsilon_1-200$

- ➡ Déformation anisotrope.
- ➡ Peu de réseaux.
- ➡ Plan supplémentaire indifféremment dans γ ou dans γ' .
- ➡ Coalescence occasionnelle (type N).

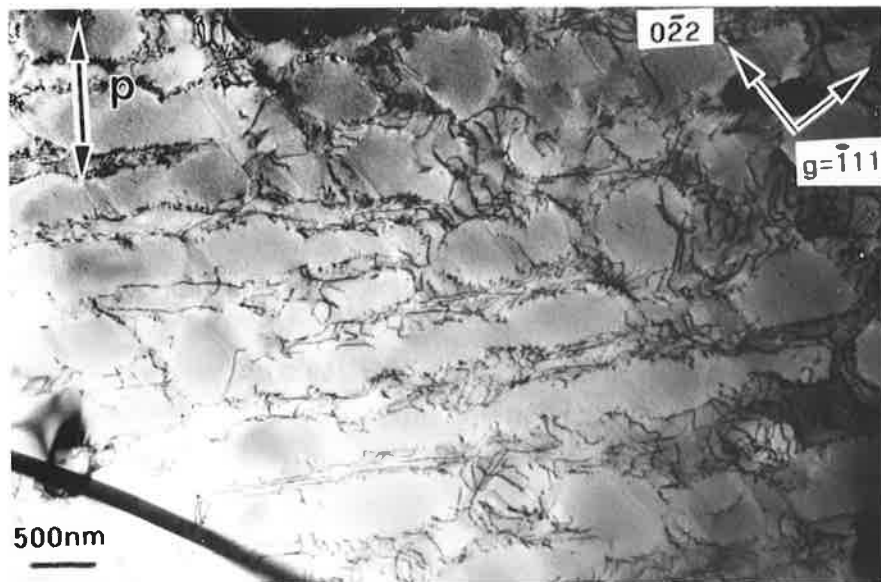


Figure V.45 : Concentration de la déformation essentiellement dans les canaux perpendiculaires à $\langle 001 \rangle$. Axe de zone = $\langle 112 \rangle$

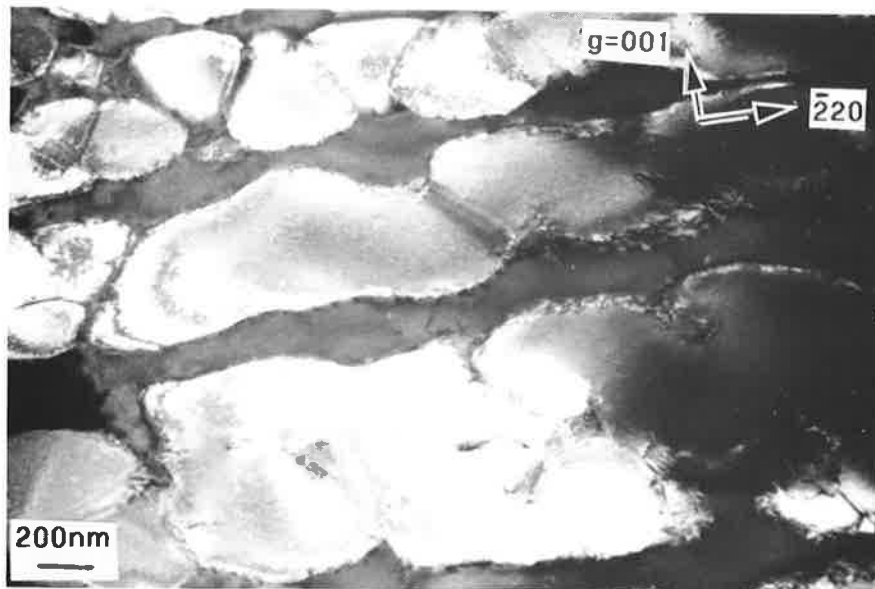


Figure V.46 : Coalescence de type N : perpendiculaire à $\langle 001 \rangle$. Image en champ sombre avec une tâche de surstructure de la phase L12. Axe de zone = $\langle 110 \rangle$

$\Delta\varepsilon_1-200$

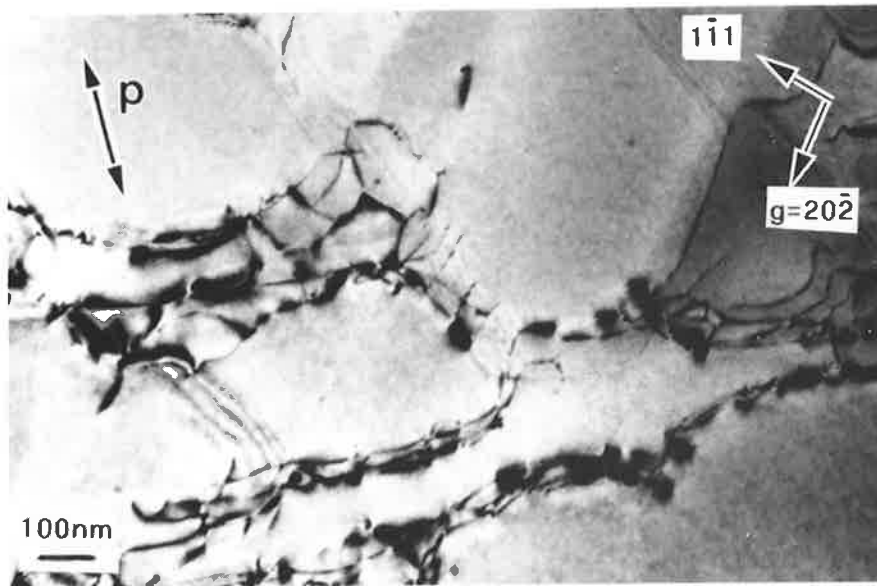


Figure V.47 : Axe de zone = $\langle 121 \rangle$

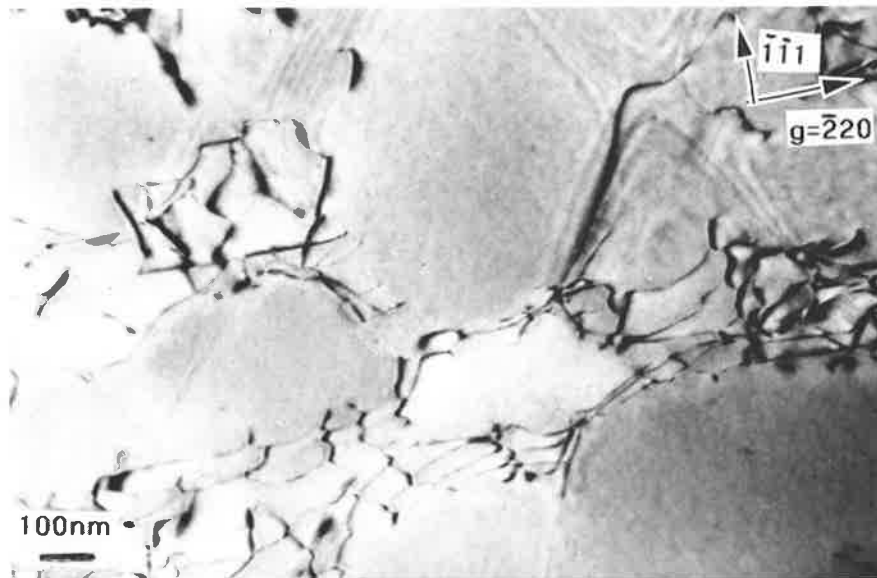


Figure V.48 : Axe de zone = $\langle 112 \rangle$

Figures V.47-48 : Les plans supplémentaires associés au réseau étudié ici, sont dans γ' .

C.4.h/ Essai $\Delta\epsilon_1$ -5630-R :

Cet essai présente une microstructure tout à fait particulière (voir les figures V.49 à V.51).

La caractéristique essentielle de cette microstructure est la présence de SSF de petite taille dans les précipités. Ces traces sont la preuve d'un cisaillement par un mécanisme de type II (cf. chapitre I en B.3.e.γ). Ces cisaillements ont eu lieu dans tous les plans octaédriques possibles, avec une préférence pour certains des 4 plans. Par ailleurs, la matrice contient une quantité importante de dislocations.

• Etude d'un de ces SSF :

Un événement de création de ces défauts a été analysé dans le plan $\{111\}$ (plan de la lame) ; nous avons ainsi pu travailler avec un défaut sans franges (cf. figures V.52 à V.57). L'analyse nous a permis de voir qu'il s'agit d'une superdislocation de vecteur $\langle 10\bar{1} \rangle$ cisillant le précipité, se dissociant en deux superpartielles de Schockley de chaque côté du défaut $\frac{1}{3}\langle 211 \rangle$ et $\frac{1}{3}\langle 112 \rangle$. Le défaut étudié est de caractère intrinsèque. On reconnaît le mécanisme de type II. Le schéma V.58 en donne la configuration.

Ce type de déformation affecte en profondeur toutes les lames observées, même les lames manipulées avec grand soin.

$\Delta\epsilon_1$ -5630-R

- ➔ Microstructure atypique :
- ➔ Cisaillement catastrophique des γ'
 - avec création de boucles fautées (SSF)
 - par cisaillement et dissociation de superdislocations

$\Delta\epsilon_1-5630-R$

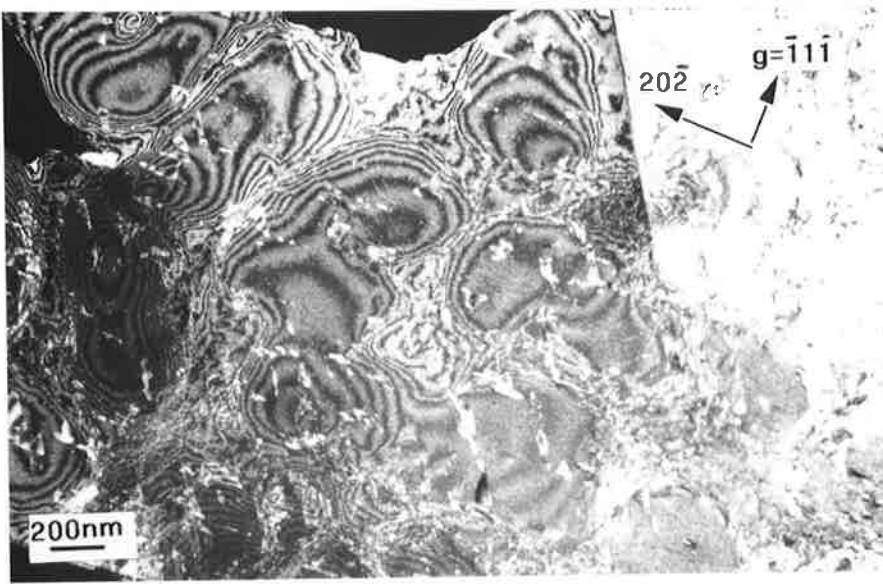


Figure V.49 : Observation près du trou de la lame. Axe de zone = $\langle 121 \rangle$

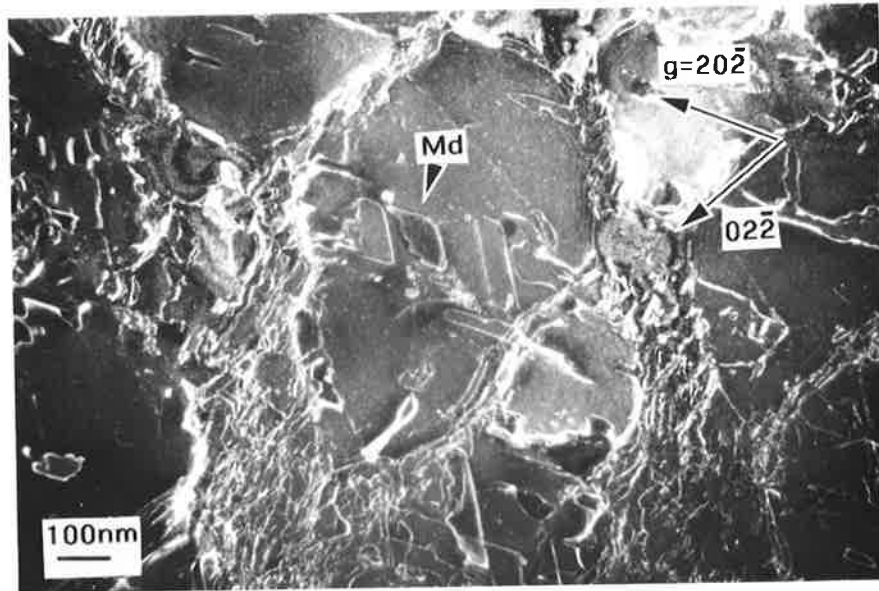


Figure V.50 : Observation en profondeur. Axe de zone = $\langle 111 \rangle$

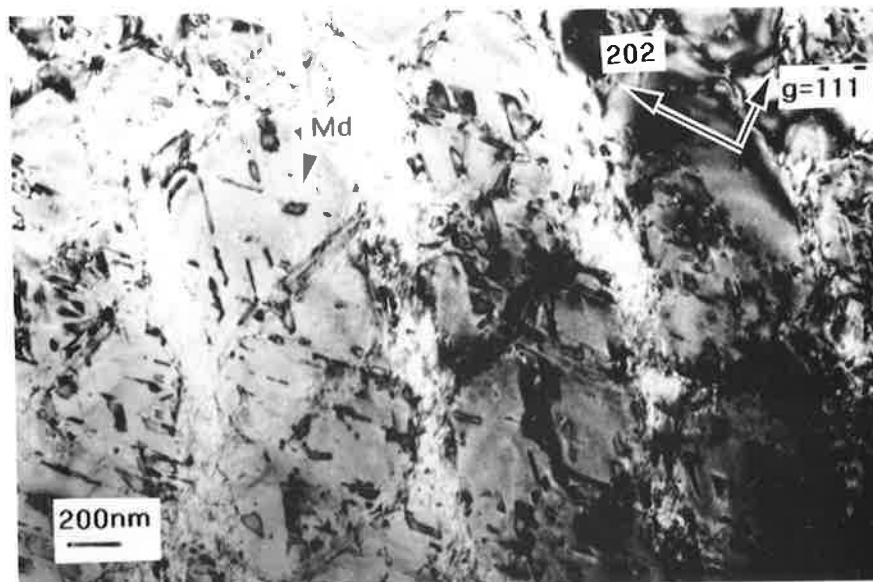


Figure V.51 : Les lames ne sont pas tordues : la condition de contraste est requise pour de très grandes plages grâce à la planéité de la lame. Axe de zone = $\langle 121 \rangle$

Figure V.49 à V.51 : Cisaillement catastrophique étendu dans toutes les lames de $\Delta\epsilon_1-5630-R$. En Md, les mini-défauts dans les précipités γ' . La phase cfc est pourvue d'une très intense déformation.

$\Delta\epsilon_1-5630-R$

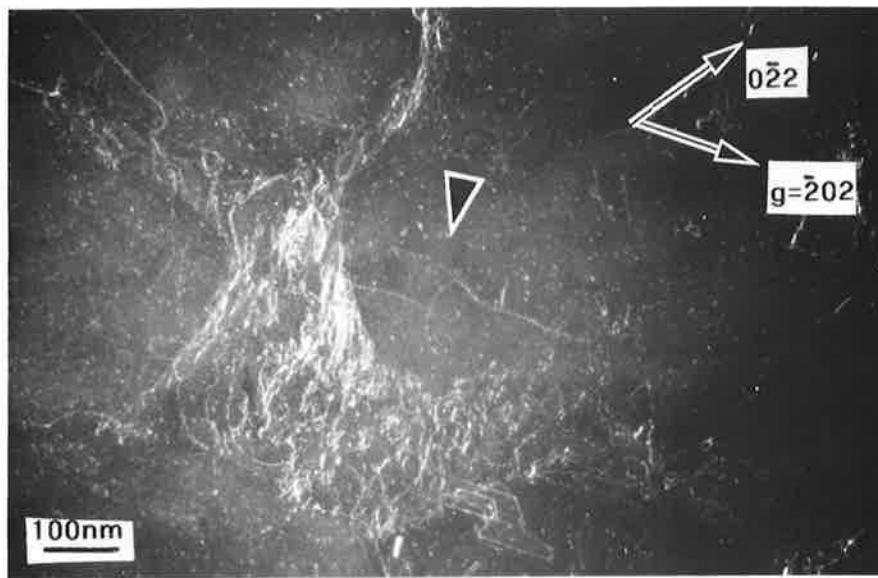


Figure V.52 : a, b et c sont en contraste. (cf schéma fig. 57 pour les notations).
Axe de zone - $\langle 111 \rangle$

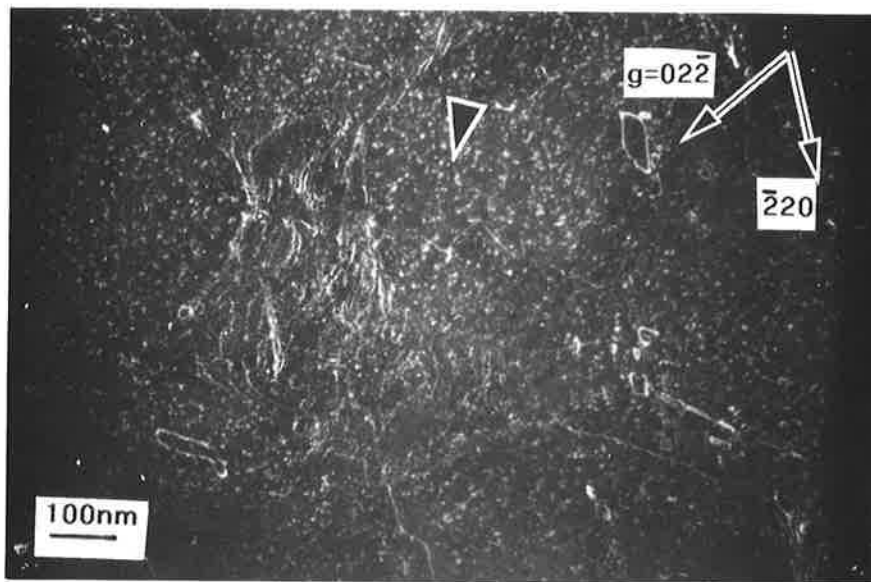


Figure V.53 : b est hors contraste. Axe de zone - $\langle 111 \rangle$



Figure V.54 : Image en champ clair donnant les signes des dislocations et par la suite avec la règle exposée au chapitre I la nature du défaut de surstructure, ici il est extrinsèque. On note le contraste double de a.
Axe de zone - $\langle 112 \rangle$

$\Delta\epsilon_1-5630-R$

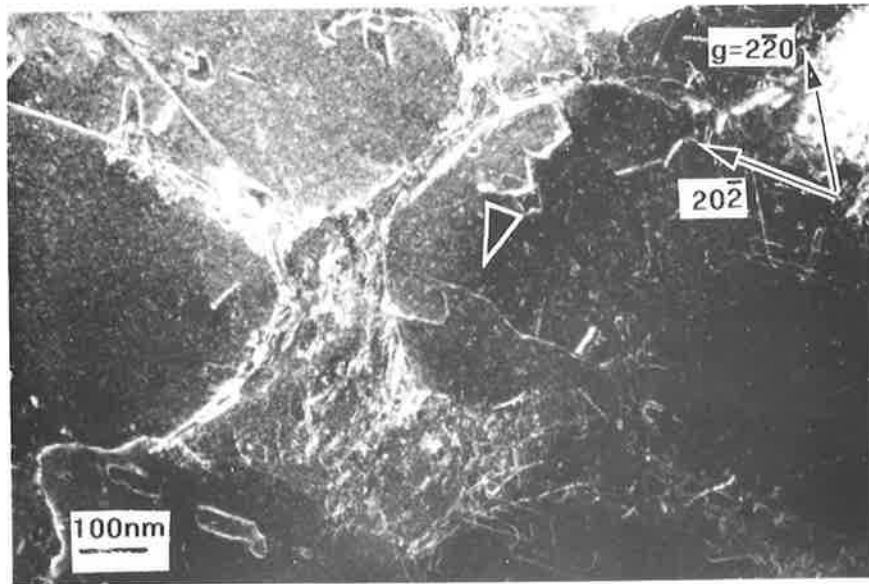


Figure V.55 : c est hors contraste. Axe de zone = $\langle 111 \rangle$

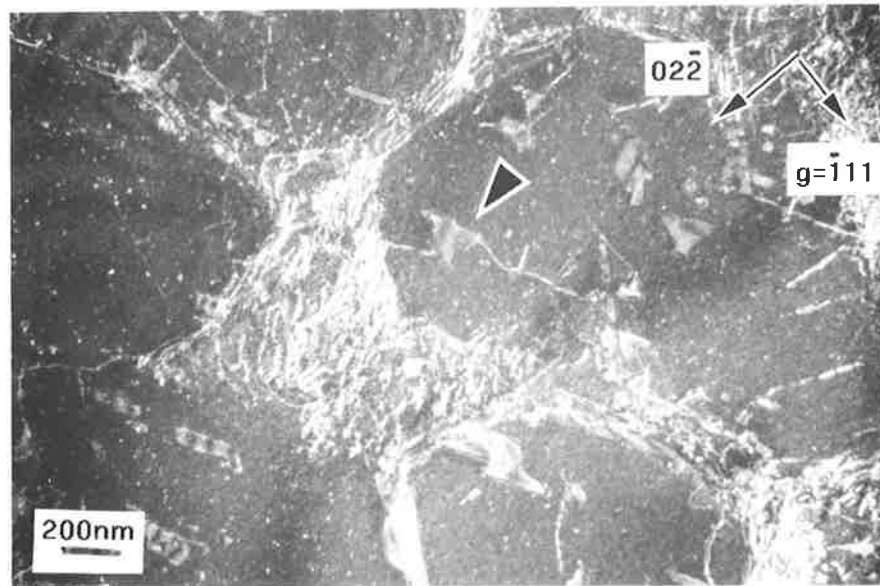


Figure V.56 : c est hors contraste. Axe de zone = $\langle 211 \rangle$

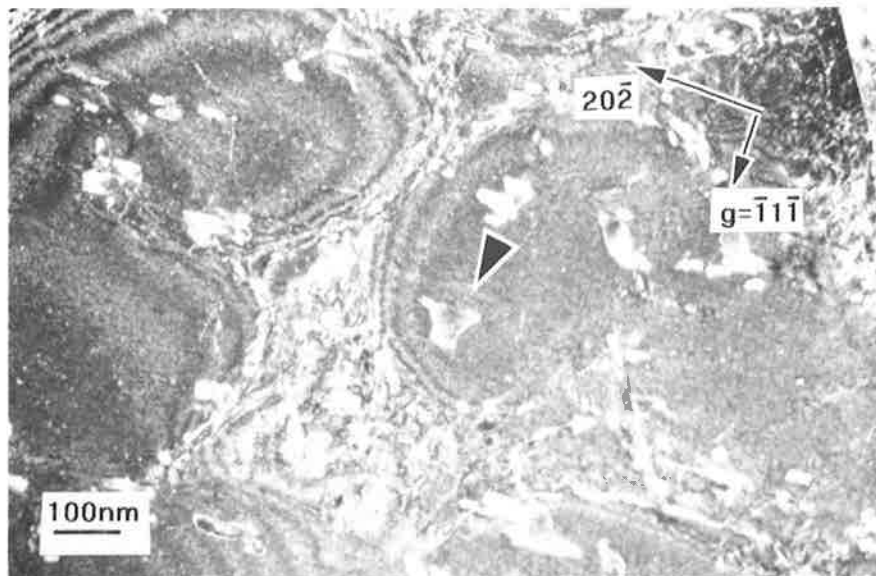
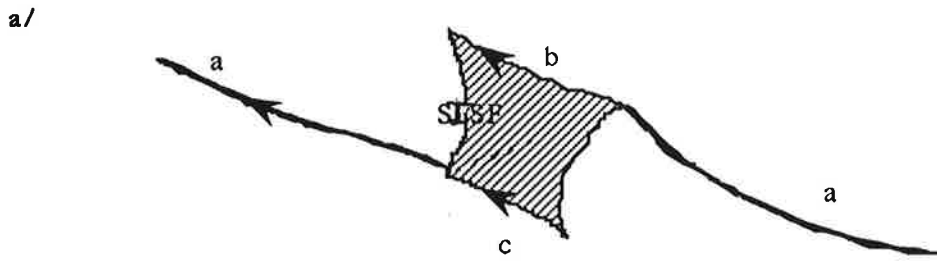


Figure V.57 : a est hors contraste. Axe de zone = $\langle 121 \rangle$

$\Delta\epsilon_1-5630-R$



$$\begin{aligned} \mathbf{a} &= \langle \bar{1}01 \rangle \\ \mathbf{b} &= \frac{1}{3} \langle \bar{2}11 \rangle \\ \mathbf{c} &= \frac{1}{3} \langle \bar{1}12 \rangle \end{aligned}$$

b/

dislo	g	$\bar{2}20$	$\bar{2}02$	$0\bar{2}2$	$\bar{1}11$	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	$\bar{1}11$
a		V	V	V	2	0	2
b		V	V	0	V ?*	?*	V ?*
c		0	V	V	V ?*	?*	0 ?*

* Le contraste du défaut gêne l'observation., il faudrait un calcul de simulation de contraste

Figure V.58 : a/ Schéma du cisaillement des précipités dans $\Delta\epsilon_1-5630-R$, avec les vecteurs de Burgers. Ceux ci sont obtenus d'après le tableau b/ donnant les contrastes pour a, b et c. V pour visible, 0 pour invisible, et 2 si le contraste est double.

Nous savons déjà qu'il s'agit d'un SSF, grâce à l'observation de ces défauts dans des plans octaédriques inclinés. Celui-ci est situé dans $\{\bar{1}11\}$. Les analyses des contrastes selon les réflexions $\bar{2}20$ nous permettent de trouver :

$$\bar{1}01 \rightarrow \frac{1}{3} \bar{2}11 + \text{SISF} + \frac{1}{3} \bar{1}12$$

$\Delta\epsilon_2-17117-R$

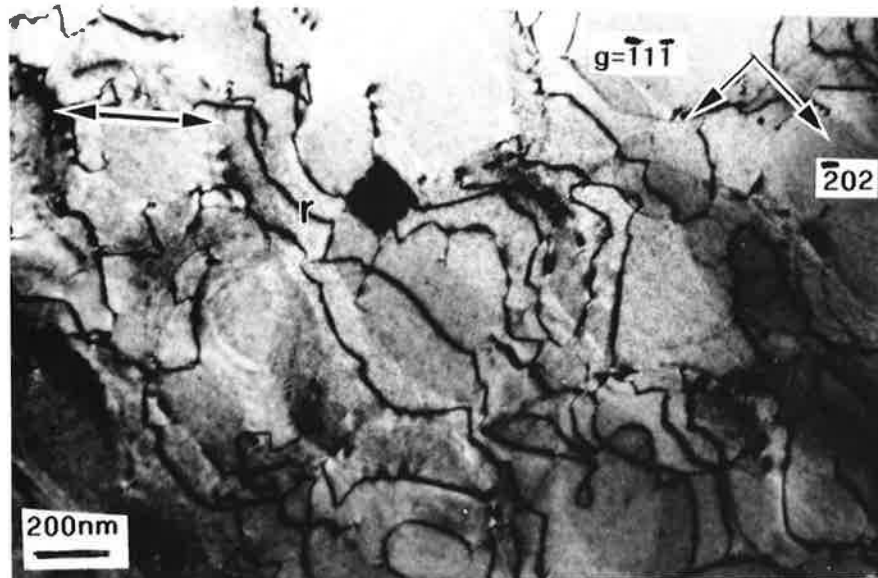


Figure V.59 : Déformation homogène. La taille des réseaux est large. La densité des dislocations est faible. Axe de zone = $\langle \bar{1}21 \rangle$

C.4.i/ Essai $\Delta\epsilon_2$ -17117-R (33) et $\Delta\epsilon_2$ -21314-R :

Ces deux essais présentent la même microstructure de déformation :

La déformation est répartie de façon homogène sans aucune préférence pour l'un ou l'autre des couloirs. Les interfaces sont tapissées de larges réseaux comme en r (cf. figures V.59 à V.62). La taille des cellules qui composent ces réseaux est environ de 270 nm.

On note l'existence de coalescence apparemment perpendiculaire à l'axe $\langle 001 \rangle$; la micrographie prise avec une tache de surstructure le montre (figure V.60).

Une zone de $\Delta\epsilon_2$ -17117-R présente la microstructure atypique de $\Delta\epsilon_1$ -5630-R, mais cette zone est près du bord et particulièrement écrouie.

 $\Delta\epsilon_2$ -17117-R et $\Delta\epsilon_2$ -21314-R

- ➔ Déformation entièrement homogène.
- ➔ Réseaux relativement larges.
- ➔ Coalescence de type N.

$\Delta\epsilon_2-21314-R$

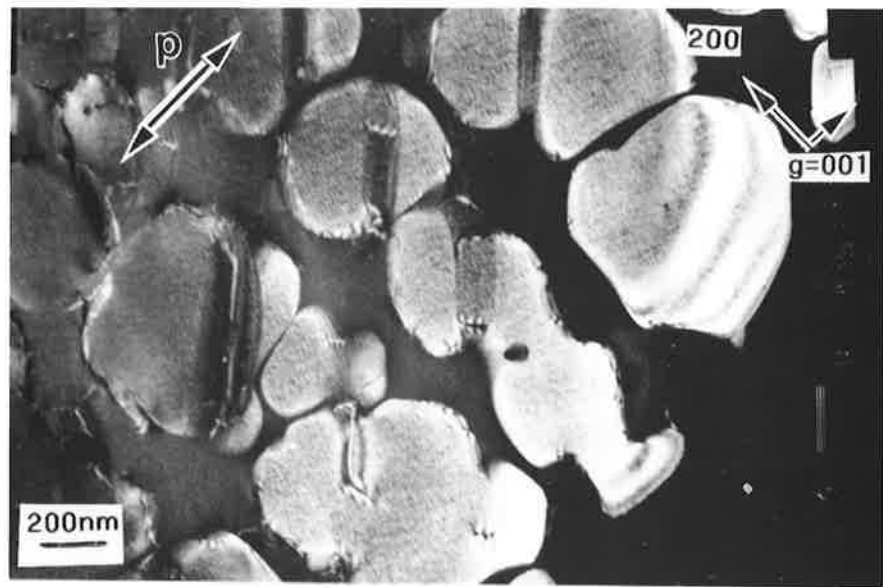


Figure V.60 : Coalescence de type N. Perpendiculaire à $\langle 001 \rangle$. Axe de zone - $\langle 001 \rangle$

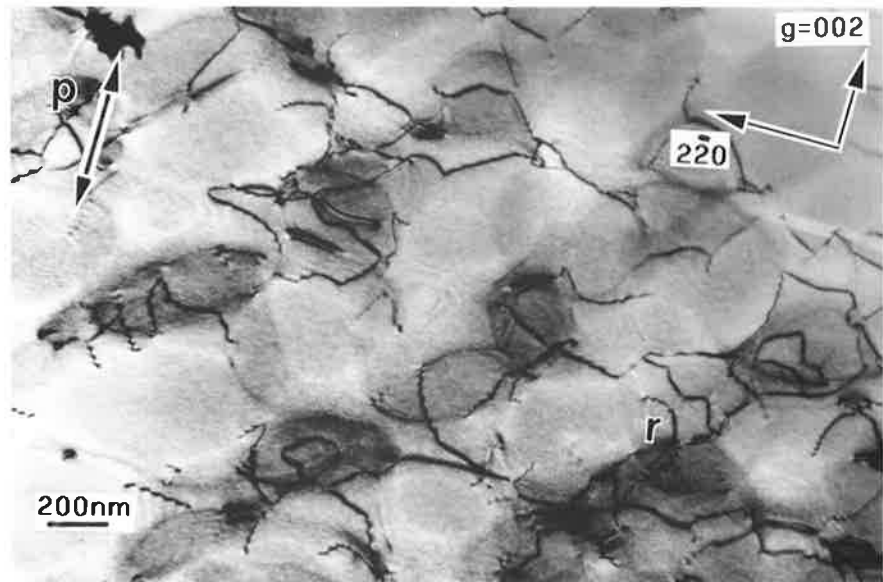


Figure V.61 : Déformation homogène. La taille des réseaux est large.
Axe de zone - $\langle 110 \rangle$

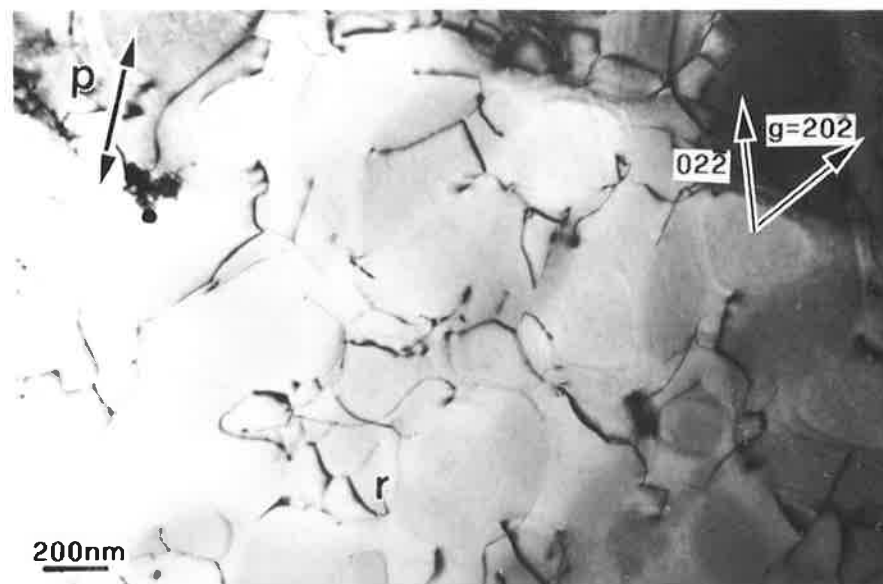


Figure V.62 : Autre zone illustrant les mêmes observations. Axe de zone - $\langle 111 \rangle$

C.4.j/ Essai $\Delta\epsilon_3$ -3345-R :

Dans l'ensemble, la microstructure de déformation de cet essai est homogène. De même que les interfaces perpendiculaires à $\langle 001 \rangle$, les interfaces parallèles sont tapissées de réseaux. Ces réseaux ont une taille de 140 à 190 nm. On ne discerne aucune différence d'excitation entre les couloirs, et tous les systèmes de glissement octaédriques sont rencontrés (cf. figure V.63).

Certaines zones présentent la microstructure atypique de $\Delta\epsilon_1$ -5630-R : on note par ailleurs clairement la présence de très longues paires de dislocations dans la matrice (cf. figure V.64), qui sont la trace d'un appariement des dislocations de matrice pour le cisaillement des précipités ordonnés.

Ce genre de microstructure n'affecte pas entièrement les lames, mais seulement des zones près du bord des lames qui apparaissent tordues. Aussi, nous avons pris une lame qui présentait la microstructure de la figure V.63 et nous l'avons maltraitée dans de l'eau (nous lui avons fait subir des mouvements transversaux) ; on peut voir la microstructure de la lame après le test en figure V.65 :

Avant, la déformation est homogène, localisée essentiellement dans la matrice. Après, les échantillons sont très écrouis et présentent la microstructure atypique de $\Delta\epsilon_1$ -5630-R. Nous discutons de ceci au chapitre VII en B.1.d et en tirons les conclusions nécessaires.

On observe peu de coalescence.

$\Delta\epsilon_3$ -3345-R

- ➡ Déformation complètement homogène
- ➡ Test de mauvais traitement d'une lame produit
la microstructure atypique de $\Delta\epsilon_1$ -5630-R

$\Delta\epsilon_3-3345-R$

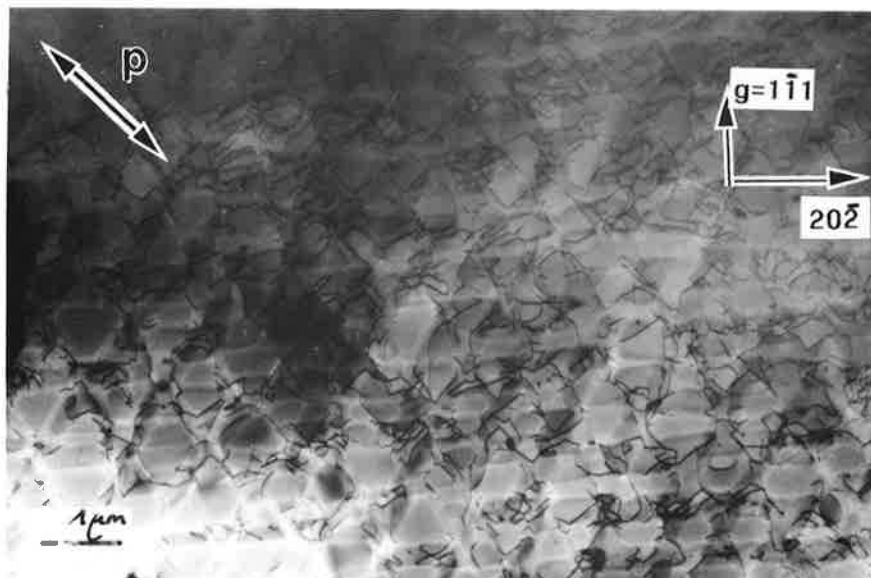


Figure V.63 : Déformation homogène, localisée essentiellement dans γ .
Microstructure de déformation avant maltraitement
Axe de zone = $\langle 121 \rangle$

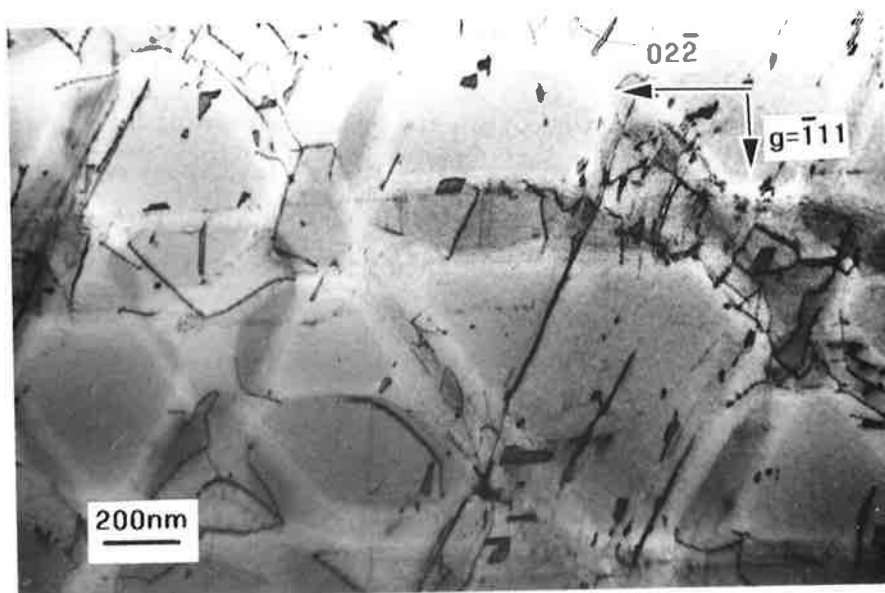


Figure V.64 : Microstructure atypique de $\Delta\epsilon_1-5630-R$ On note la présence de paires de dislocations droites et très longues, signe de cisaillement de γ' . Axe de zone = $\langle 211 \rangle$

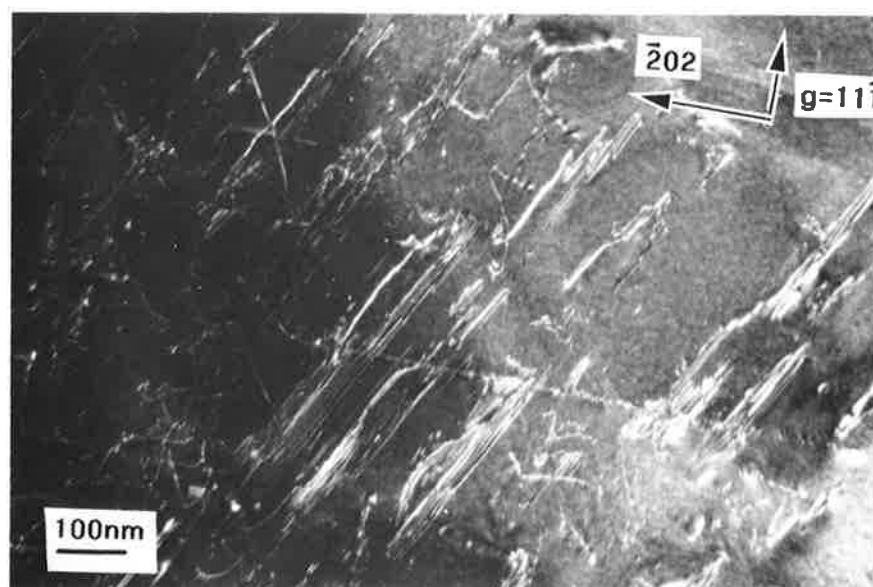


Figure V.65 : Microstructure de déformation après mauvais traitement : on retrouve la microstructure atypique.
Axe de zone = $\langle 121 \rangle$

C.4.k/ Essai $\Delta\epsilon_5-25$:

Globalement, la microstructure de déformation de $\Delta\epsilon_5-25$ semble identique à celle de $\Delta\epsilon_4-25$. On retrouve le canal perpendiculaire à $\langle 001 \rangle$ très sollicité par la déformation et les deux autres moins excités. La figure V.66 présente cette microstructure. La déformation est classiquement localisée aux interfaces sous la forme de réseaux à 6 côtés. La taille des cellules est de 120 à 160nm.

Par ailleurs, les images en tâche de surstructure ne montrent aucune coalescence (cf. figure V.67). On a occasionnellement observé du cisaillement des cuboïdes γ' par le mécanisme de paires (Mécanisme I).

On a noté aussi pour cet essai, des zones très écrouies et tordues, présentant la microstructure atypique de $\Delta\epsilon_1-5630-R$ (cf. figure V.68).

 $\Delta\epsilon_5-25$

- ➔ Anisotropie de déformation.
- ➔ Tendence à une homogénéisation.
- ➔ Cisaillement occasionnel par paires.
- ➔ Pas de coalescence.

$\Delta\epsilon_5-25$

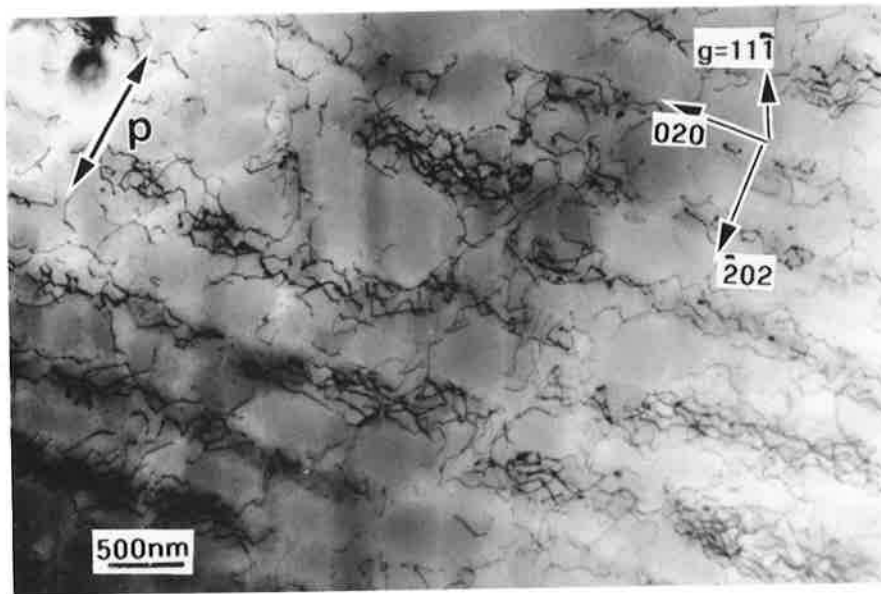


Figure V.66 : Déformation localisée sous la forme de réseaux à 6 côtés majoritairement dans les interfaces perpendiculaires à $\langle 001 \rangle$. Axe de zone = $\langle 101 \rangle$

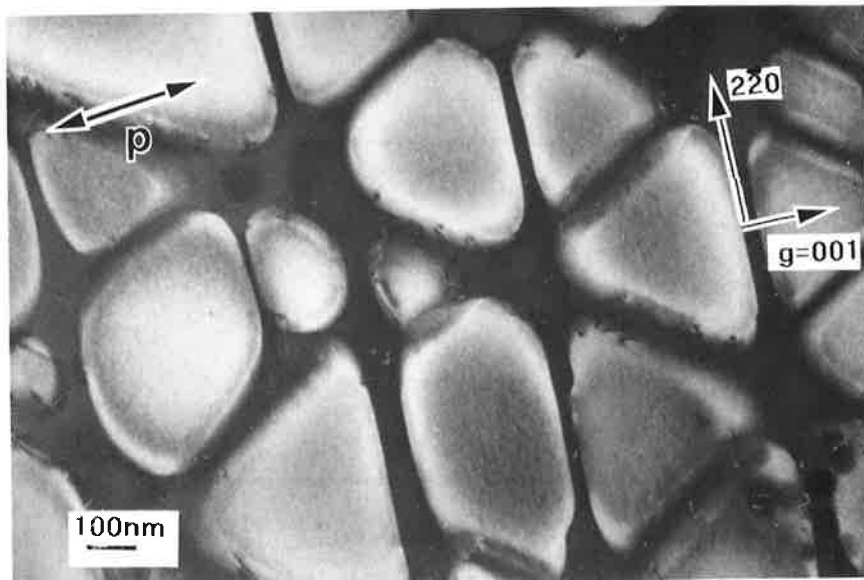


Figure V.67 : Pas de coalescence visible. Faisceau faible avec une tâche de surstructure de la phase L12. Axe de zone = $\langle 110 \rangle$

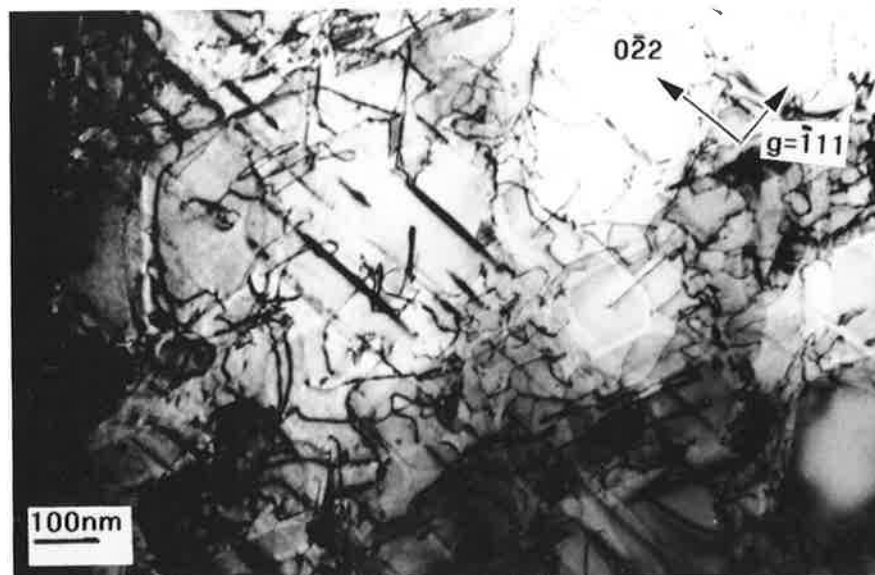


Figure V.68 : Microstructure atypique de $\Delta\epsilon_1-5630-R$ dans certaines zones près du bord des lames. Axe de zone = $\langle 211 \rangle$

C.4.1/ Essai $\Delta\epsilon_5-200$:

La microstructure de déformation est homogène (figure V.69), il est très difficile de retrouver une localisation préférentielle dans l'un ou l'autre des couloirs. Les dislocations aux interfaces constituent de larges réseaux ou sont seules. On note du cisaillement par paires de façon plus fréquente que pour $\Delta\epsilon_5-25$ (cf. figure V.70). On remarque ainsi la présence de longues dislocations de matrice appariées, de caractère coin.

Là encore, la microstructure présente par endroit la microstructure atypique de $\Delta\epsilon_1-5630-R$ sur des surfaces non négligeables (cf. figure V.71 et V.72).

 $\Delta\epsilon_5-200$

- ➡ Déformation homogène
- ➡ Larges réseaux ou dislocations seules aux interfaces
- ➡ Cisaillement par paires significatif

$\Delta\epsilon_5-200$

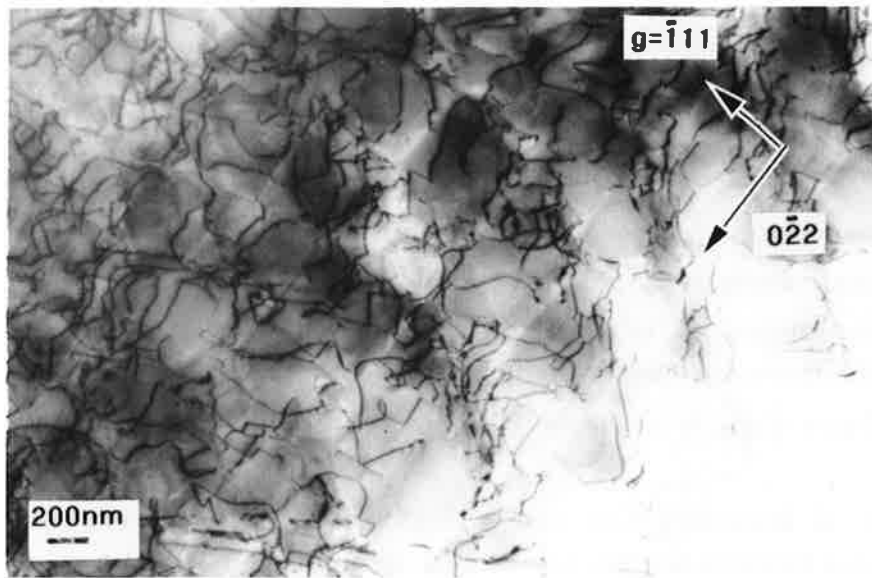


Figure V.69 : Déformation uniformément répartie dans la matrice. Pas de caractère anisotrope. Les dislocations sont toujours plaquées aux interfaces. Axe de zone = $\langle 211 \rangle$

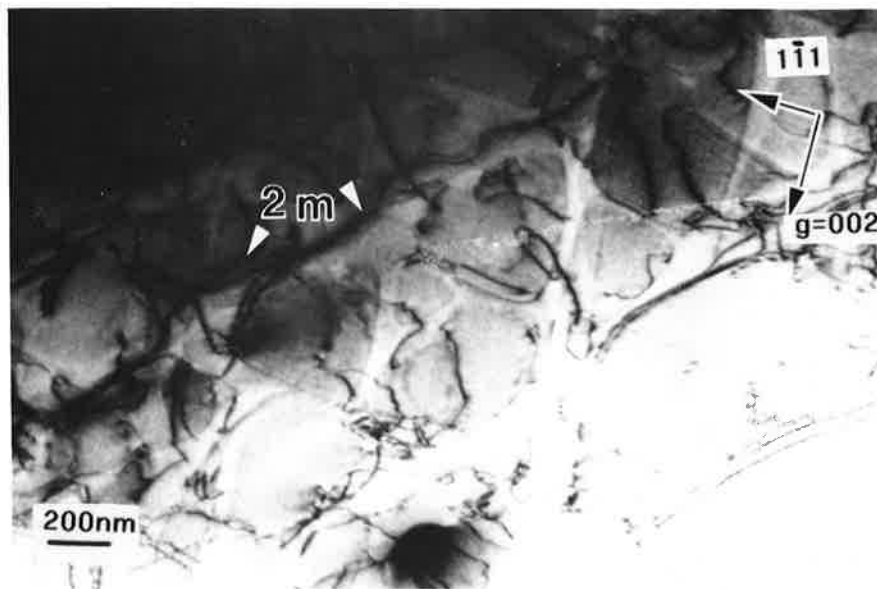


Figure V.70 : Cisaillement par le mécanisme I. Ici on peut voir des dislocations de matrice appariées. (2m). Axe de zone = $\langle 110 \rangle$

$\Delta\epsilon_5-200$

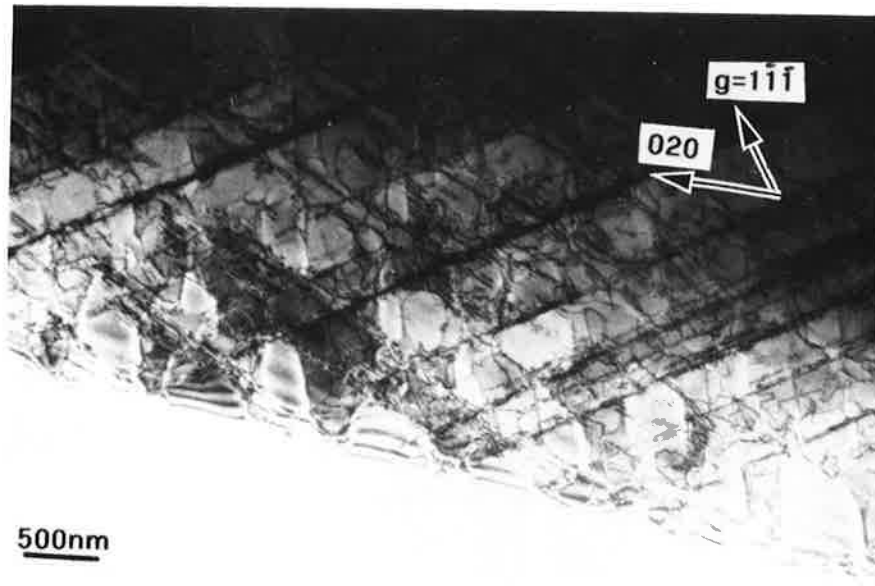


Figure V.71 : Axe de zone - $\langle 101 \rangle$

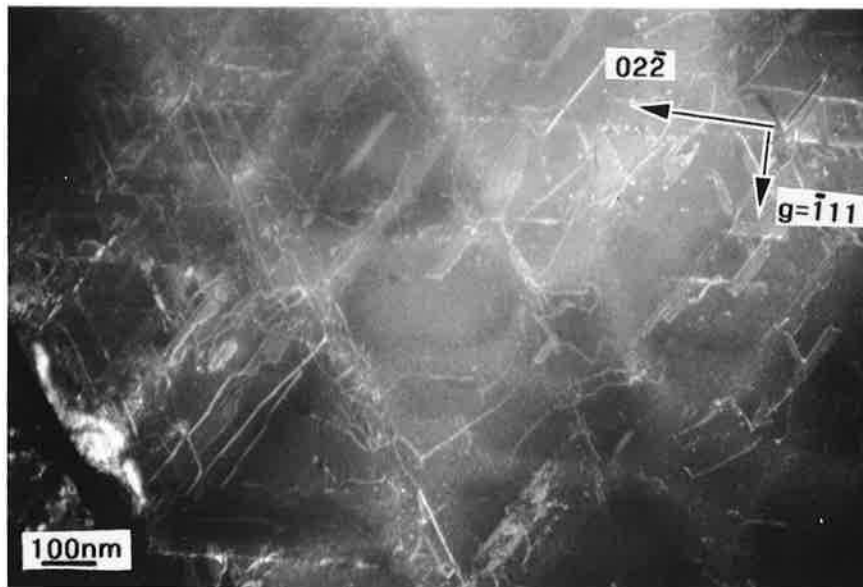


Figure V.72 : Axe de zone - $\langle 211 \rangle$

Figure V.71-72 : Certaines zones des lames présentent la microstructure atypique de $\Delta\epsilon_1-5630-R$.

C.4.m/ Essai $\Delta\epsilon_6-200$:

La déformation se répartit de façon très homogène au sein de l'échantillon (cf. figure V.73 et V.74) ; les dislocations sont toujours localisées aux interfaces γ/γ' , mais elles ne forment pas de réseaux, elles sont généralement seules.

Du cisaillement par paires a été observé de deux manières : soit collectif par dislocations coin (cf. figure V.75), soit isolé (cf. figure V.76).

Du cisaillement par dislocations $1/2\langle 001 \rangle$ a également été observé (cf. figure V.73).

Aucune coalescence n'a été observée pour cet essai.

 $\Delta\epsilon_6-200$

- ➔ Microstructure très homogène.
- ➔ Absence quasi totale de réseaux - dislocations seules aux interfaces.
- ➔ Cisaillement par superdislocations, isolé ou collectif.
- ➔ Cisaillement occasionnel par des dislocations $1/2\langle 001 \rangle$.
- ➔ Pas de coalescence.

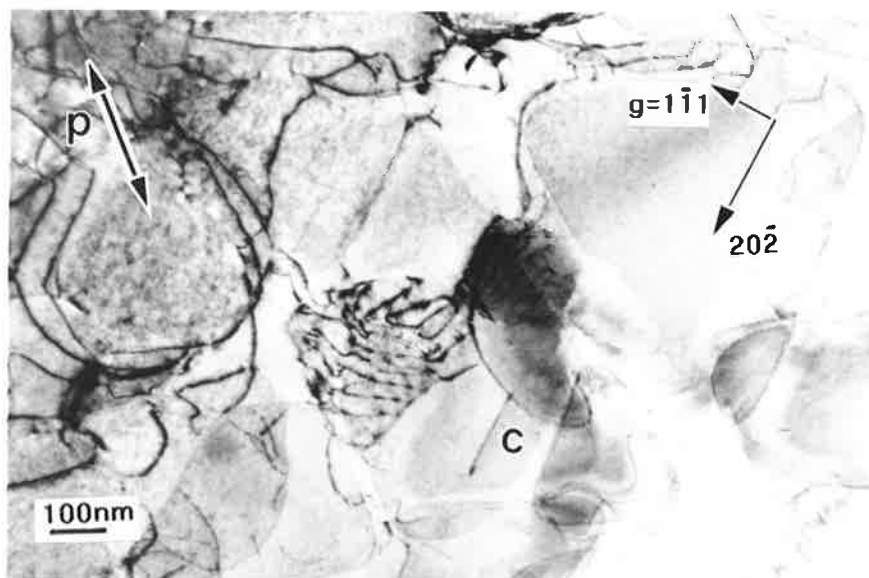


Figure V.73 : Axe de zone - $\langle 121 \rangle$

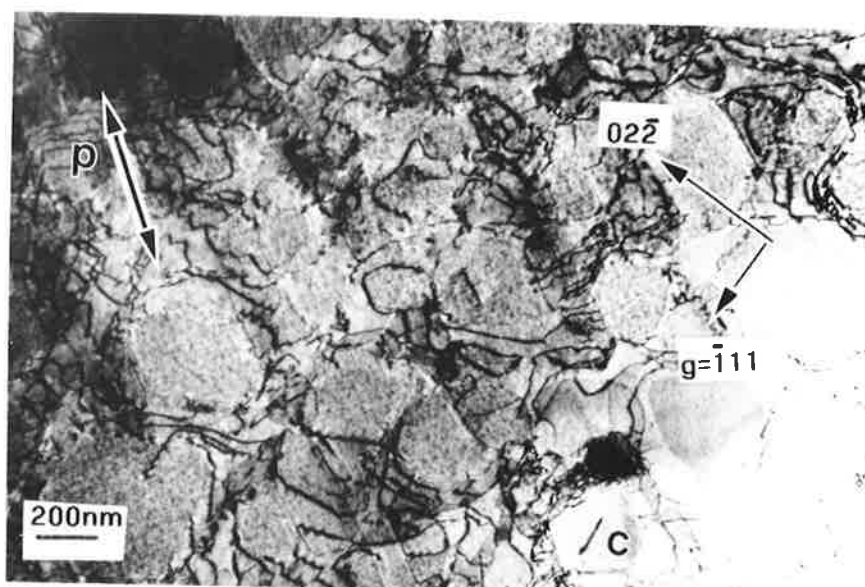


Figure V-74: Axe de zone - $\langle 211 \rangle$

Figure V.73-74 : Déformation uniformément répartie dans la matrice. Pas de caractère anisotrope. En C, cisaillement par une dislocation de vecteur $1/2\langle 010 \rangle$.

$\Delta\epsilon_6-200$

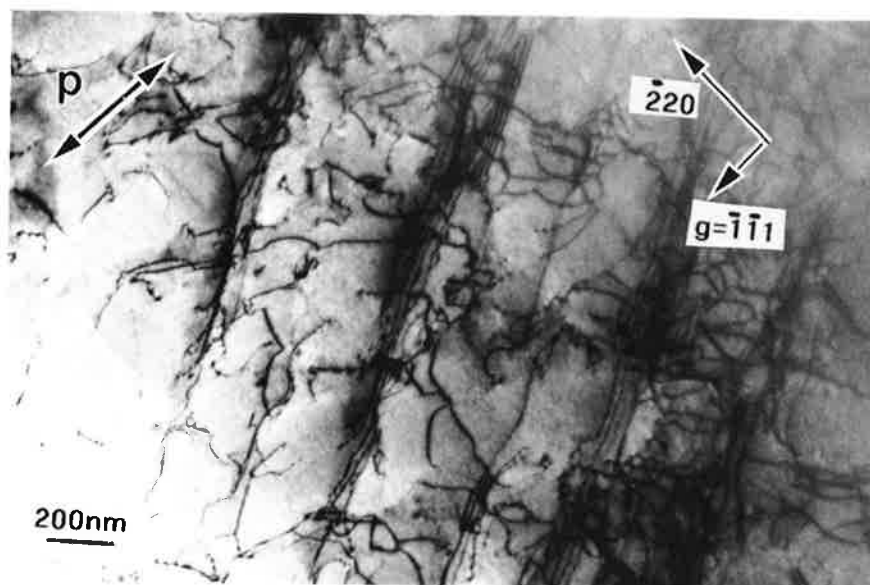


Figure V.75 : Cisaillement collectif par dislocations de matrice coin. Axe de zone - $\langle 112 \rangle$

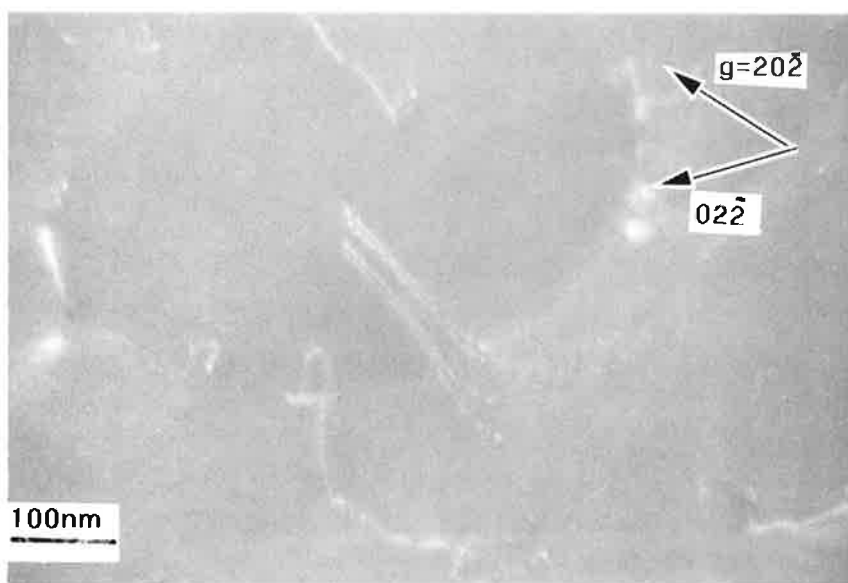


Figure V-76: Cisaillement isolé par dislocations de matrice. Axe de zone - $\langle 111 \rangle$

D/ FATIGUE ALTERNÉE : $R_{\epsilon} = -1$

D.1/ NATURE DES ESSAIS $R_{\epsilon} = -1$:

La gamme de déformation intéressante à explorer en fatigue alternée est la gamme de déformation pour laquelle nous avons le plus d'information en fatigue répétée, c'est à dire la gamme $\Delta\epsilon_4$. Les essais réalisés en fatigue alternée sont : $\Delta\epsilon_4(-1)-1$ et $\Delta\epsilon_4(-1)-115-R$. Leur amplitude totale de déformation est bien sûr deux fois plus grande que celle de la gamme $\Delta\epsilon_4-N$. Les essais ont respectivement 1 et 115 cycles.

D.2/ DONNÉES EXPÉRIMENTALES :

Le tableau V.4 donne les principales données expérimentales de ces deux essais où $R_{\epsilon} = -1$.

ESSAI	$\Delta\epsilon^{\text{tot}}/2$ %	Cycle	$\sigma_{\text{tens}}^{\text{max}}$ MPa	$\sigma_{\text{comp}}^{\text{max}}$ Mpa	Déformation plastique par cycle %	Déformation plastique cumulée totale %
$\Delta\epsilon_4(-1)-1$	1,26	1	932	952	(+) 0.253 (-) 0.449 (+) 0.111	0.81
$\Delta\epsilon_4(-1)-115-R$	1,26	1 Stabilisé	960 874	887 887	0,77	80 à 90

Tableau V.4 : Valeurs des données mécaniques des essais $R_{\epsilon} = -1$

D.3/ RÉPONSE MÉCANIQUE :

Les figures V.77 et V.78 présentent respectivement la réponse mécanique de $\Delta\epsilon_4(-1)-1$ et de $\Delta\epsilon_4(-1)-115-R$.

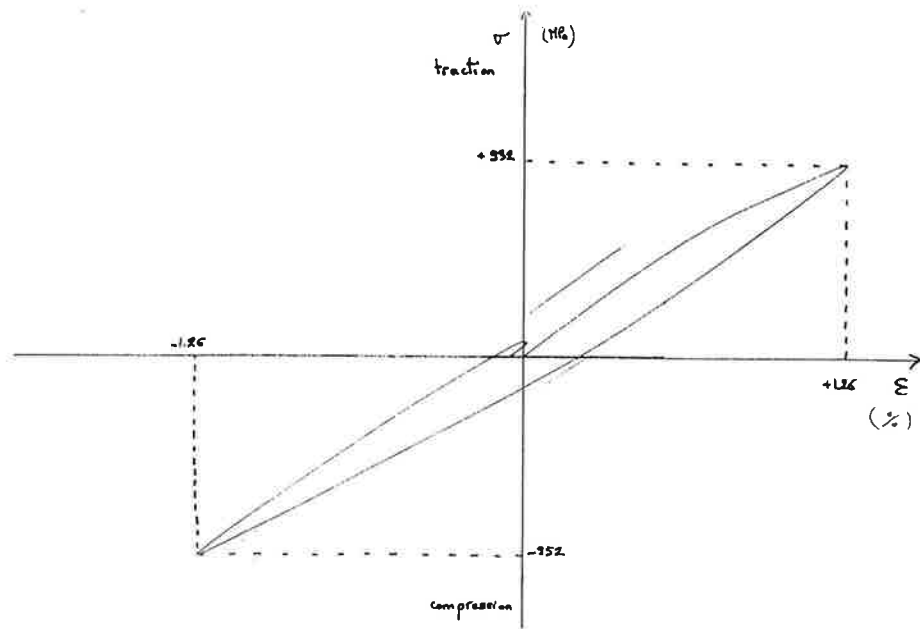


Figure V.77 : Courbe σ - ϵ de l'essai $\Delta\epsilon_4(-1)-1$

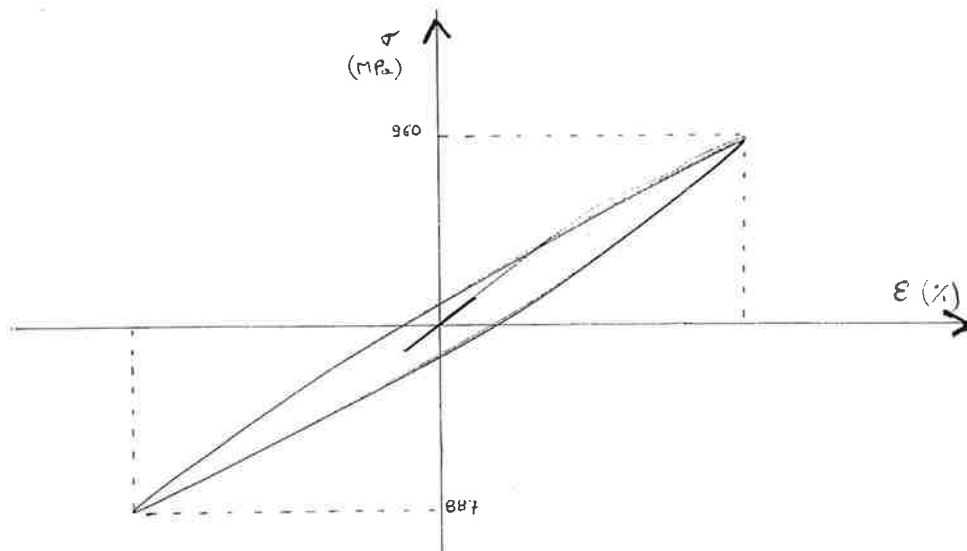


Figure V.78.a : Courbe σ - ϵ de l'essai $\Delta\epsilon_4(-1)-113-R$: 5 premiers cycles

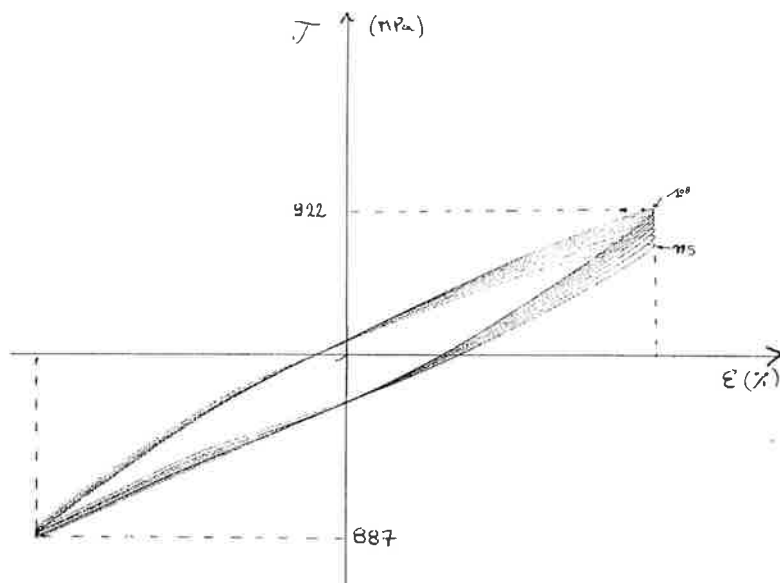


Figure V.78.b : Courbe σ - ϵ de l'essai $\Delta\epsilon_4(-1)-113-R$: 8 derniers cycles

D.4/ MICROSTRUCTURES DE DÉFORMATION :

D.4.a/ Essai $\Delta\epsilon_4(-1)-1$:

On retrouve, comme pour l'essai de simple traction, une confirmation de la déformation dans les couloirs perpendiculaires à $\langle 001 \rangle$, où plusieurs systèmes de glissement octaédriques sont activés. En plus de cette localisation particulière, la microstructure présente des faits nouveaux :

1) Un des deux couloirs contenant l'axe de sollicitation $\langle 001 \rangle$ ("verticaux") est aussi concerné par la déformation selon un seul système de glissement (cf. figure V.79). Il s'agit ici du système $\frac{1}{2}\langle \bar{1}01 \rangle \{1\bar{1}1\}$. Cela se présente généralement comme sur la figure V.80 : les dislocations ont la forme d'épingles à cheveux, sont vis en bout et coin sur les brins. Les brins sont localisés aux interfaces Matrice/Précipités. Dans ces interfaces, aucun réseau n'est présent (et pour cause, puisqu'un seul système est excité). L'autre couloir contenant l'axe de sollicitation ne présente quasiment aucune trace de déformation.

2) La déformation se localise majoritairement dans la matrice γ . Cependant, les précipités ont parfois été cisailés par le mécanisme II : on observe en effet la présence de superdéfauts d'empilement ; quelques analyses ont permis de révéler leur caractère majoritairement extrinsèque (cf. figure V.81).

3) Un dernier point à noter pour ce test, est que sa microstructure présente en certains endroits une coalescence significative. La figure V.83 présente une photo où $\langle 111 \rangle$ est en axe de zone et où, en l'absence de coalescence, la projection de la largeur des trois couloirs devrait être identique, ce qui n'est pas le cas. Cette coalescence est perpendiculaire à l'axe de sollicitation (ici encore de type N!). La figure V.84 montre une zone où la coalescence est fortement présente.

4) On a par ailleurs observé des configurations de dislocations tels qu'en figure V.82 qui peuvent être des sources de dislocations en cours de fonctionnement, ainsi que des boucles de dislocations localisées généralement aux intersections des couloirs de matrice.

$\Delta\epsilon_4(-1)-1$

➔ Microstructure de $\Delta\epsilon_4-1$.



➔ Déformation selon un seul système octaédrique d'un couloir contenant $\langle 001 \rangle$.

➔ Cisaillement par mécanisme II : Défauts extrinsèques.

➔ Coalescence de type N en certaines zones.

$\Delta\epsilon_4(-1)-1$

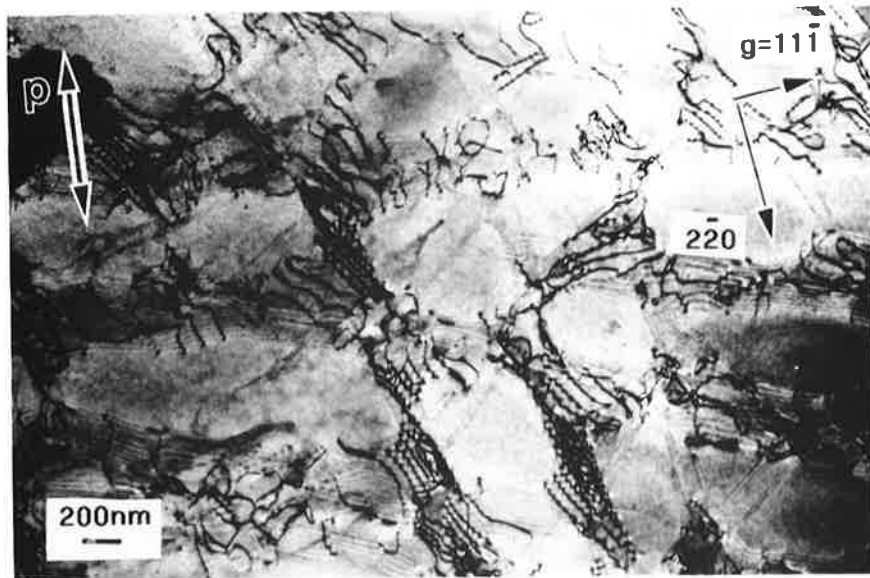


Figure V.79 : Les couloirs "horizontaux" sont concernés par la déformation comme après l'essai de traction. Le fait nouveau dû à la compression est la déformation selon un seul système de glissement d'un des couloirs "verticaux". Ici le système est $\frac{1}{2}\langle 101 \rangle (111)$. Axe de zone = $\langle 112 \rangle$.

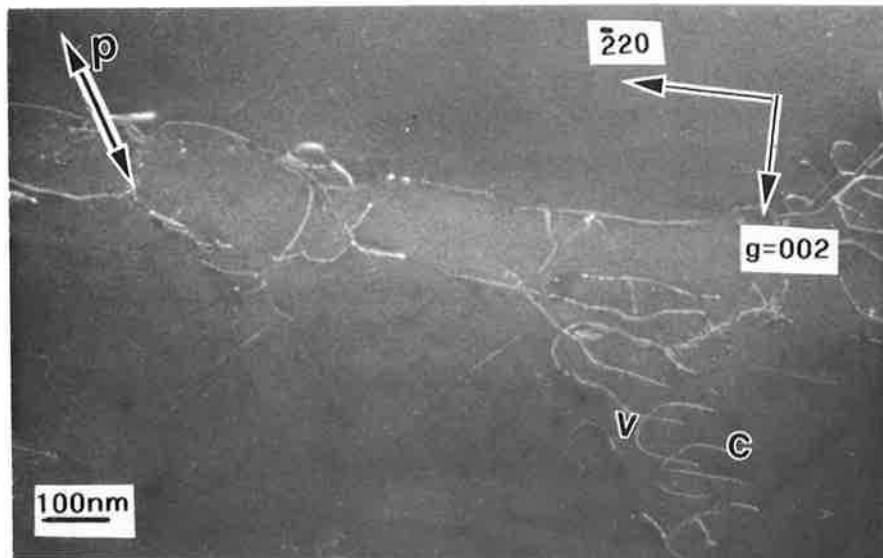


Figure V.80 : Les dislocations ont la forme d'épingles à cheveux, vis (v) en bout ici coin sur les brins (c). Axe de zone = $\langle 111 \rangle$.

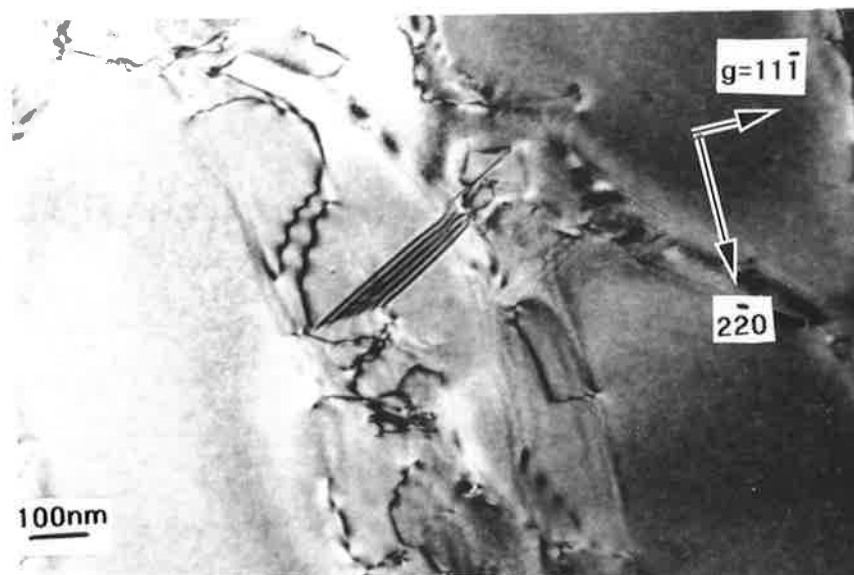


Figure V.81 : Cisaillement des précipités par le mode II. Ici un défaut extrinsèque situé dans le plan (111) . Axe de zone = $\langle 112 \rangle$.

$\Delta\varepsilon_4(-1)-1$

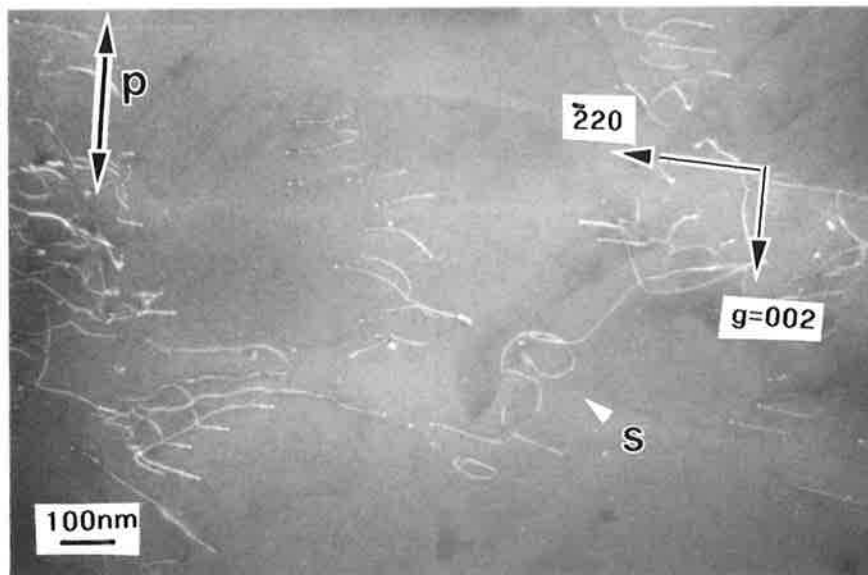


Figure V.82 : Dislocation localisée à l'intersection de deux couloirs, pourrait être une source ? Axe de zone = $\langle 110 \rangle$.

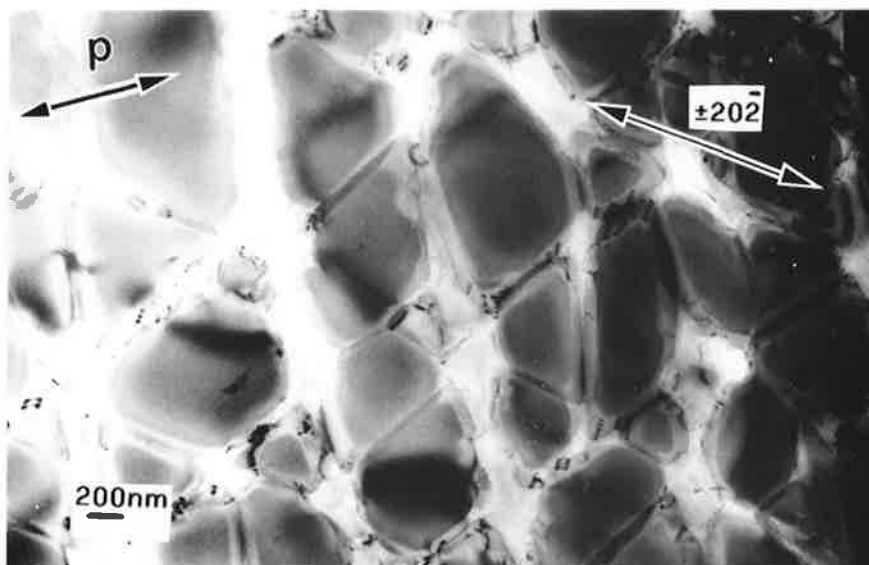


Figure V.83 : Coalescence de type N visible en certaines zones. Photo prise en Laue symétrique. Axe de zone = $\langle 111 \rangle$.

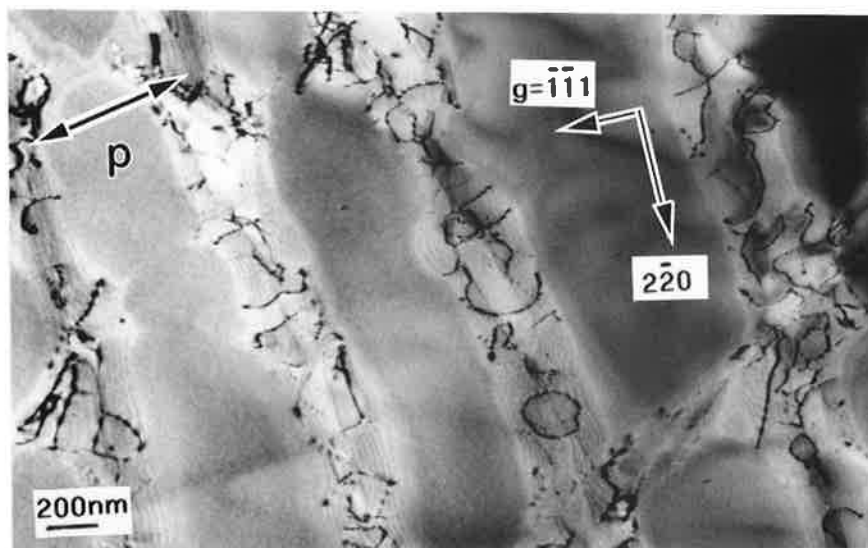


Figure V.84 : Coalescence extrêmement importante de type N dans d'autres zones, observée plus rarement que la figure V.83. Axe de zone = $\langle 112 \rangle$.

D.4.b/ Essai $\Delta\epsilon_4(-1)$ -115-R :

La caractéristique principale de cette microstructure est la coalescence relativement répandue dans tous les échantillons (cf. figure V.85). Cette coalescence est perpendiculaire à $\langle 001 \rangle$ (des lames $\{111\}$ et $\{001\}$ ont été examinées) elle est donc de même type qu'en fatigue $R_\epsilon=0$: de type N.

On note toujours l'existence des réseaux à 6 côtés aux interfaces $\{001\}$.

Sinon, dans les zones non complètement coalescées, les échantillons présentent la microstructure de la figure V.79 avec une densité de déformation plus importante. On retrouve la déformation dans les couloirs perpendiculaires à $\langle 001 \rangle$ et, comme pour $\Delta\epsilon_4(-1)$ -1 ; l'activation d'un système octaédrique unique dans un des couloirs contenant l'axe $\langle 001 \rangle$. Les réseaux ne sont observés qu'aux interfaces perpendiculaires à $\langle 001 \rangle$.

On note par ailleurs l'existence de boucles, le plus généralement localisées aux intersections des couloirs, comme pour $\Delta\epsilon_4(-1)$ -1 (cf. figure V.86). Ces boucles n'ont été observées pour aucun des essais de fatigue répétée, elles sont donc observées après un passage en compression. Des expériences complémentaires sont en cours afin d'approfondir ces configurations.

$$\Delta\epsilon_4(-1)$$
-115-R

- ➡ **Coalescence** perpendiculaire à $\langle 001 \rangle$ très répandue.
 - ➡ Déformation essentiellement dans les couloirs perpendiculaires à $\langle 001 \rangle$.
- +
- ➡ Déformation selon un seul système octaédrique dans les couloirs contenant $\langle 001 \rangle$ qui existent.

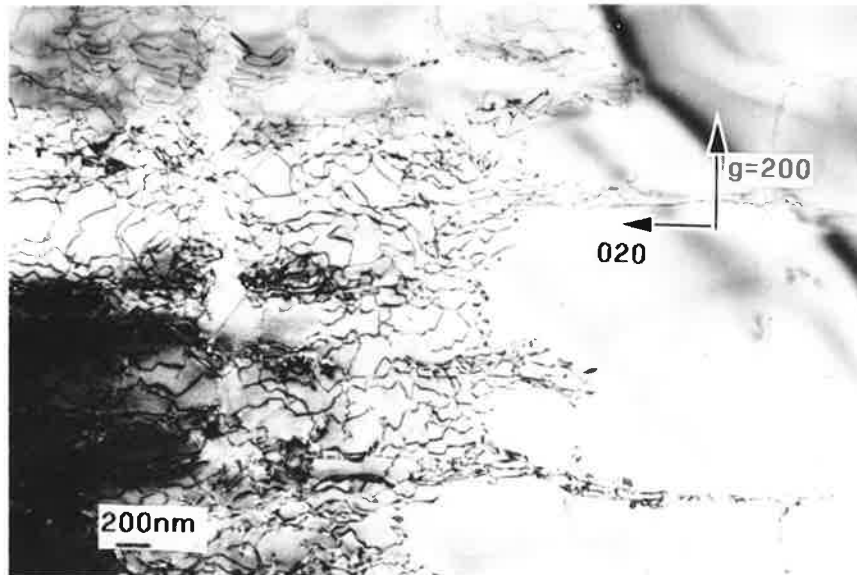


Figure V.85 : Forte coalescence de type N des précipités, très répandue au sein des lames. On note la présence de réseaux aux interfaces {001}. Lamé $\langle 001 \rangle$. Axe de zone = $\langle 001 \rangle$

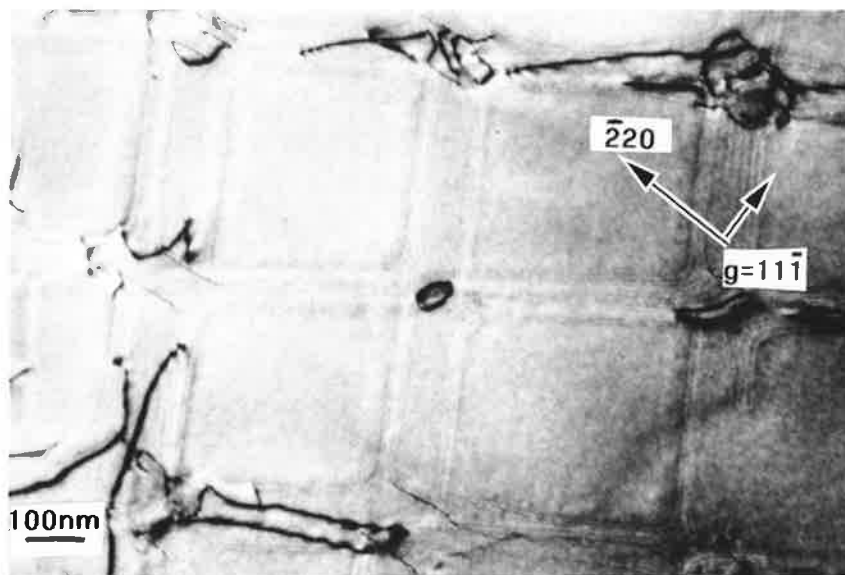


Figure V.86 : Boucle de dislocation à l'intersection de deux couloirs. Lamé $\langle 001 \rangle$. Axe de zone = $\langle 112 \rangle$

E/ ESSAI DE COMPRESSION $\Delta\epsilon_5$ -COMP-1 :

E.1/ DONNÉES EXPÉRIMENTALES :

La courbe σ - ϵ n'a pas été enregistrée, mais le tableau V.5 recense les données mécaniques essentielles de l'essai.

ESSAI	Cycles	$\Delta\epsilon^t$ (%)	σ^{\max} (Mpa)	ϵ^p (%)
$\Delta\epsilon_5$ -comp-1	1	1.73	738	0.05

Tableau V.5 : Valeurs des données mécaniques de l'essai de compression

E.2/ MICROSTRUCTURE DE DÉFORMATION DE $\Delta\epsilon_5$ -COMP-1:

La microstructure est présentée de la figure V.87 à V.89.

Seuls les couloirs contenant l'axe $\langle 001 \rangle$ sont concernés par la déformation, et selon un seul système de glissement : aucun réseau ne s'est formé. Les dislocations sont localisées uniquement dans la phase cfc. Ici, un seul vecteur de Burgers par couloir : $b_1 = \frac{1}{2} \langle 01\bar{1} \rangle$, $b_2 = \frac{1}{2} \langle \bar{1}01 \rangle$ glissant dans le plan $\{111\}$. Les brins aux interfaces sont de caractère coin. Nous avons trouvé que les plans supplémentaires associés aux composantes coin des dislocations logées aux interfaces, relaxent l'écart paramétrique (plan supplémentaire dans le précipité).

Aucun cisaillement de la phase ordonnée n'a été observé.

Nous n'avons pas observé de bande de déformation intense.

Comme dans l'essai $\Delta\epsilon_4(-1)1$, on observe la présence de boucles de dislocations dont l'étude est en cours. Celles-ci semblent être localisées de la même façon que dans l'essai de traction-compression $\Delta\epsilon_4(-1)1$: aux intersections des couloirs : seraient-elles des sources ?

$\Delta\epsilon_5$ -comp-1

- ➔ Couloirs parallèles à $\langle 001 \rangle$: un système de glissement.
- ➔ Couloirs perpendiculaires à $\langle 001 \rangle$: rien.
- ➔ Relaxation de l'écart paramétrique.
- ➔ Pas de bandes, pas de cisaillement de γ' .

$\Delta\epsilon_5$ -comp-1

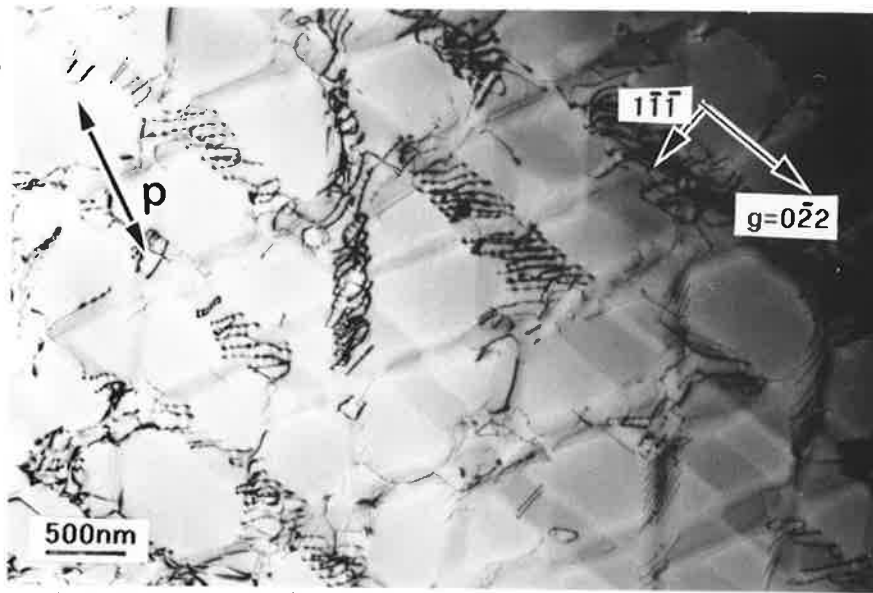


Figure V.87 : Axe de zone - $\langle 211 \rangle$

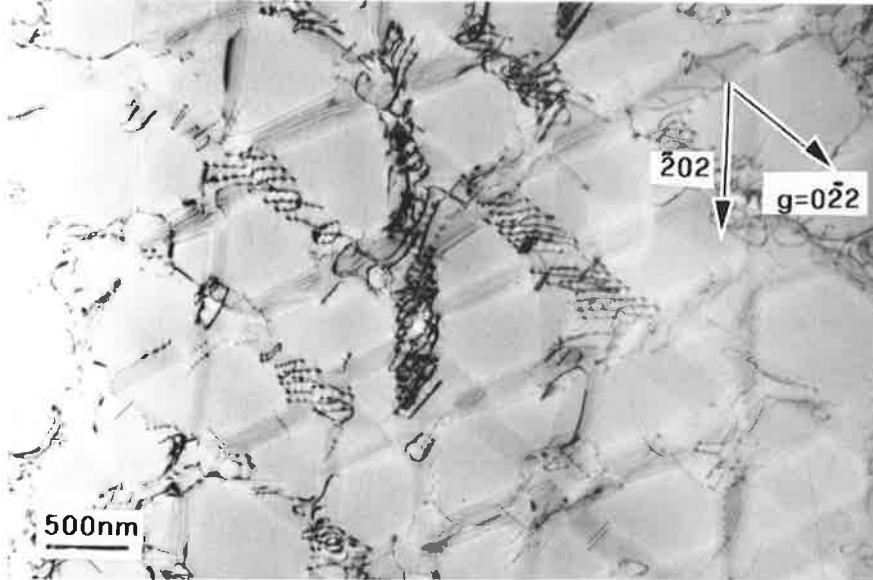


Figure V.88 : Axe de zone - $\langle 211 \rangle$.

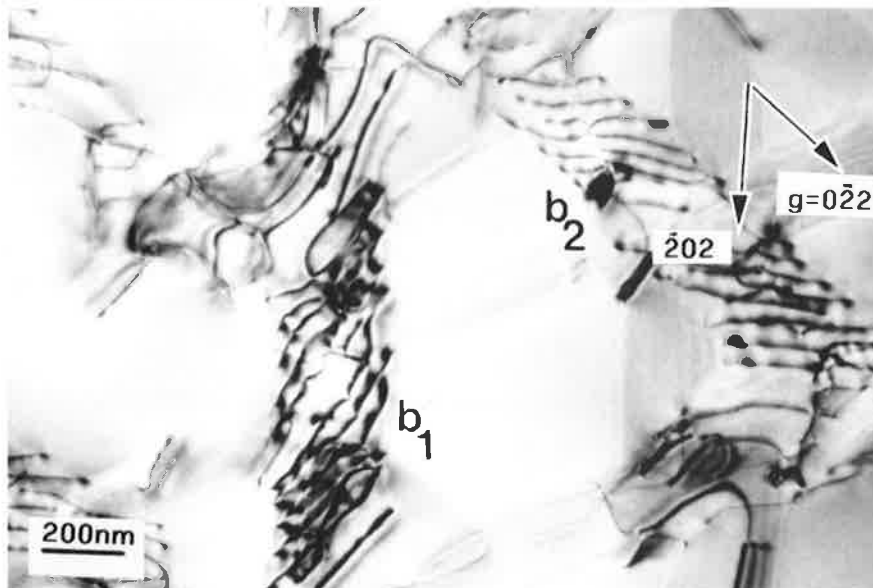


Figure V.89 : Axe de zone - $\langle 111 \rangle$.

Figure V.88-89 : Comme le suggèrent les observations de l'essai $\Delta\epsilon_4(-1)-1$. La déformation est essentiellement confinée ici dans les couloirs contenant l'axe de sollicitation $\langle 001 \rangle$ et selon un seul système de glissement par type de couloir. Le vecteur b_1 est $\frac{1}{2}\langle \bar{1}10 \rangle$, le vecteur b_2 est $\frac{1}{2}\langle \bar{1}01 \rangle$. La phase ordonnée n'est apparemment pas cisillée. Axe de zone - $\langle 111 \rangle$.

F/ ESSAI DE TRACTION RÉPÉTÉE $R_{\sigma}=0$, $\Delta\sigma_{6-5}$:

F.1/ DONNÉES EXPÉRIMENTALES :

La courbe σ - ε est donnée en figure V.90.

F.2/ MICROSTRUCTURE DE DÉFORMATION :

Les deux phases sont concernées par la déformation.

Dans la matrice, celle-ci se répartit de façon homogène dans les trois couloirs de matrice, avec une densité de dislocations plus importante pour un des couloirs (les lames n'ont pas été repérées, mais à la lumière des résultats précédents, on suppose qu'il doit s'agir du couloir perpendiculaire à $\langle 001 \rangle$). On se reportera aux figures V.90 à V.92 : on voit les trois projections de type $\{112\}$; et on peut observer la projection équivalente successive des trois couloirs.

Les précipités sont cisailés par un mécanisme de type II, avec création de superdéfauts d'empilement. La nature de ces défauts a été analysée : sur une cinquantaine de défauts étudiés, la majorité est de caractère intrinsèque (environ 2/3), le reste est extrinsèque (1/3). Ceux-ci se répartissent préférentiellement dans un des quatre plans octaédriques. Des réseaux existent aux interfaces mais n'ont fait l'objet d'aucune étude particulière.

$\Delta\sigma_{6-5}$

- ➡ Microstructure de déformation homogène avec préférence pour un des couloirs.
- ➡ Cisaillement des précipités par le mécanisme II :
2/3 SISF - 1/3 SESF.

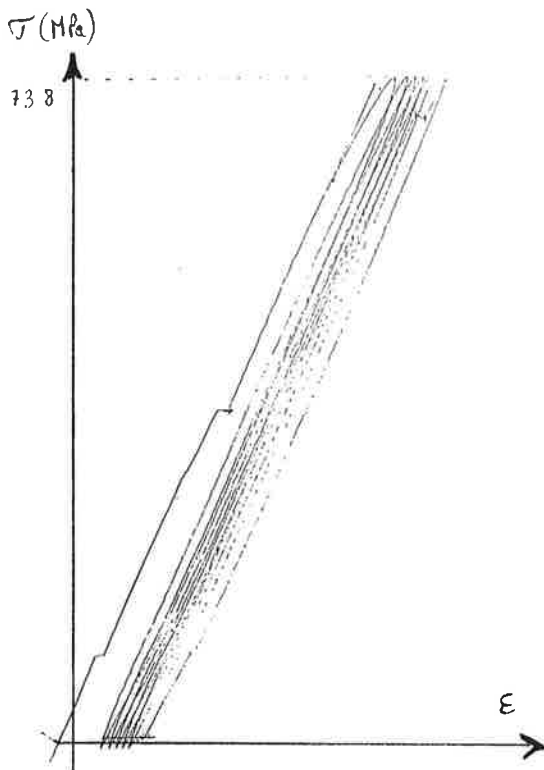


Figure V.90 : Courbe σ - ϵ de l'essai de traction répétée $\Delta\sigma_{6-5}$.

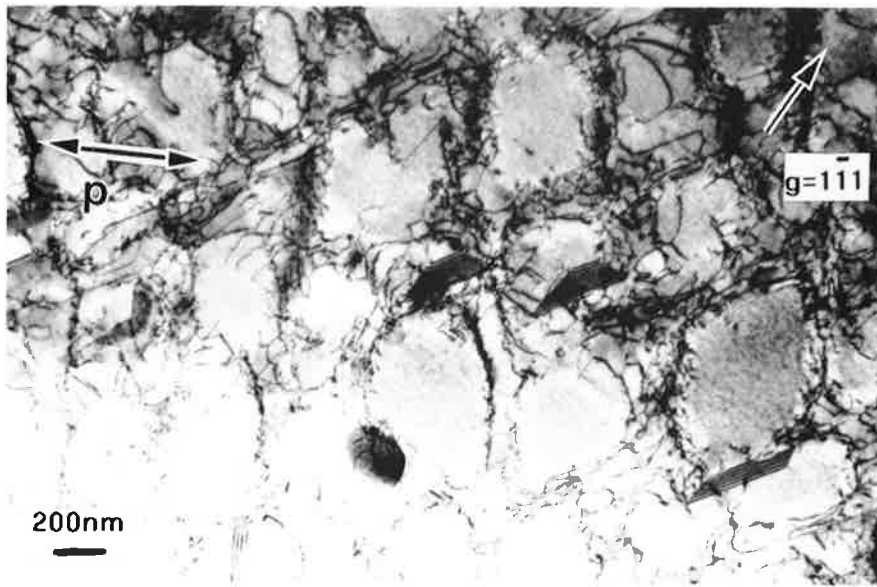


Figure V.91

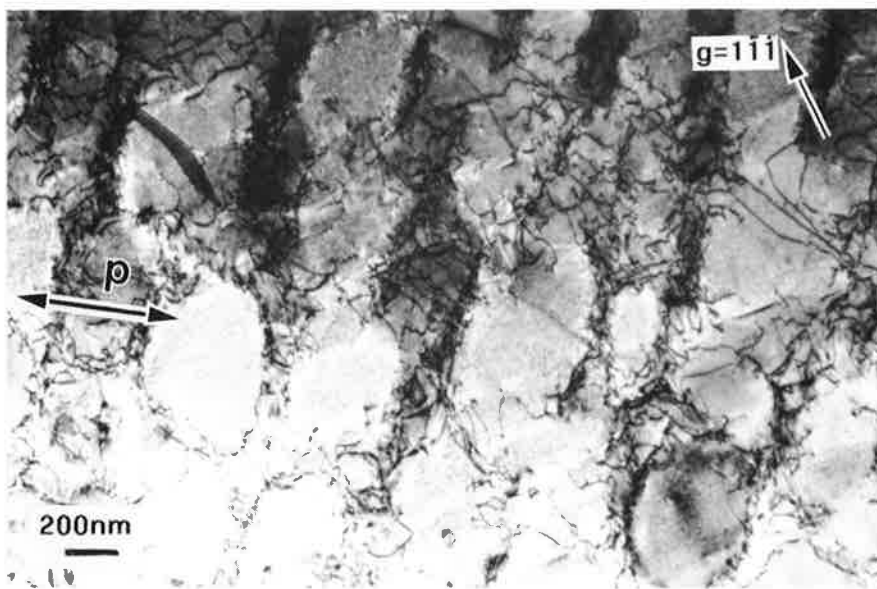


Figure V.92

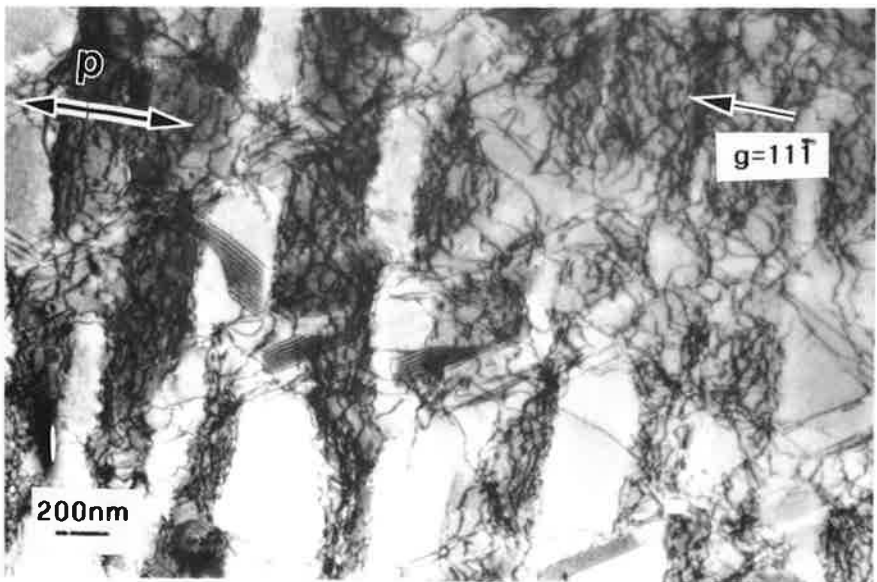


Figure V.93

Figure V.91 à V.93 : Les précipités sont cisailés par le mécanisme II. La majorité des superdéfauts est intrinsèque. (SISF) Les trois photos sont prises sur la même zone avec trois \vec{g} de type 111 différents afin de voir tous les SSF. Le couloir perpendiculaire à l'axe de sollicitation présente une densité de déformation supérieure aux autres.

CHAPITRE VI

DISCUSSIONS, INTERPRETATIONS SUR LES BANDES DE DEFORMATION

A/ Introduction	149
B/ Glissement octaédrique simple	150
C/ Conditions d'apparition	
1/ Apparition liée à la déformation plastique cumulée ?	150
2/ Apparition liée à autre chose ?	150
a. Les faits	150
b. Analyse	151
D/ Bandes et courbes de fatigue	151
E/ Conclusions	153
Références chapitre VI	154

CHAPITRE VI :

DISCUSSIONS, INTERPRÉTATIONS SUR LES BANDES DE DÉFORMATION :

A/ INTRODUCTION :

Ce chapitre discute des bandes de déformation.

Des précautions ont été prises pour observer des zones les plus grandes possibles des échantillons : on observe de grandes zones grâce d'une part aux amincissements successifs des lames et d'autre part grâce au grand nombre de lames amincies par essai. Il est certain, que pour augmenter ses chances d'intercepter les bandes de déformation octaédriques, il aurait mieux valu couper des lames parallèlement à des plans cubiques afin d'être sûr de ne pas manquer en l'occurrence le plan de glissement qui est celui de la coupe. Des expériences complémentaires actuellement en cours afin de réaliser des observations suivant le plan cubique, dans les éprouvettes pour lesquelles aucune bande n'a été notée.

La meilleure façon d'étudier les bandes de déformation est en fait, d'observer les surfaces des éprouvettes au MEB. Le problème qui se pose ici, est l'oxydation importante des éprouvettes du fait que les essais sont réalisés sous air à 950°C. Il faudrait réaliser des essais sous atmosphère inerte et en observer les états de surface.

Aussi, nous apportons des résultats bien modestes en ce qui concerne l'étude sur les conditions d'apparition des bandes, malgré quelques renseignements intéressants que nous présentons ici.

B/ GLISSEMENT OCTAÉDRIQUE SIMPLE :

Dans les lames observées, Les bandes sont toutes parallèles les unes aux autres.

Nous avons pu montrer que ces bandes sont constituées d'un seul type de vecteur de Burgers glissant dans un plan octaédrique. Ces bandes sont donc des bandes de glissement simple selon un système octaédrique.

Ces bandes cisailent les précipités par superdislocation (cf. étude complète de leur microstructure en V.C.4.b). Elles ont donc la même structure que les bandes de déformation observées à des températures moins élevées dans le même type de superalliage en traction (cf. Chapitre I B.5) ou en fatigue $R_g = -1$ (Gabb et al. 1986) dans du PWA1480.

C/ CONDITIONS D'APPARITION :

C.1/ APPARITION LIÉE À LA DÉFORMATION PLASTIQUE CUMULÉE ?

Ces bandes ont été observées pour un essai réalisé à deux cycles ($\Delta\epsilon_4 - 2$) : elles se créent donc très tôt. Leur apparition ne nécessite donc pas une déformation plastique cumulée importante (0.47%). Par ailleurs ce type de bandes est rencontré très fréquemment dans la littérature pour des superalliages sollicités en traction. Il semblerait donc que leur apparition soit plus liée au comportement en traction plutôt qu'en fatigue.

C.2/ APPARITION LIÉE À AUTRE CHOSE ?

C.2.a/ Les faits :

Nous avons testé la gamme de déformation $\Delta\epsilon_4$ pour laquelle un essai fourni par la SNECMA présentait des bandes.

Nous avons réalisé des essais dans cette gamme avec un, deux, 25 cycles et 1300 cycles (se reporter au chapitre IV où on a décrit la démarche expérimentale).

On obtient les résultats suivants : seuls les essais $\Delta\epsilon_4 - 2$ et $\Delta\epsilon_4 - 1300$ (et pas $\Delta\epsilon_4' - 1300$) présentent alors des bandes de déformation. On note que 7 à 8 lames ont été observées dans les zone utiles des éprouvettes $\Delta\epsilon_4' - 1300$ et $\Delta\epsilon_4 - 25$.

C.2.b/ Analyse :

Deux essais réalisés dans les mêmes conditions ne présentent pas la même microstructure : $\Delta\epsilon_4$ -1300 présente des bandes de déformation, $\Delta\epsilon_4'$ -1300 n'en présente pas.

Nous avons pensé qu'une telle différence de comportement pouvait provenir de la désorientation de l'axe expérimental de sollicitation à $\langle 001 \rangle$ selon une direction ou une autre ($\langle 111 \rangle$ ou $\langle 011 \rangle$). En effet, l'écart à l'orientation modifie les valeurs du facteur de Schmid de façon différente pour chaque système de glissement, et donc, peut favoriser l'activation préférentielle d'un système sur les quatre "normalement" attendus (cf. annexe 1).

Nous avons déterminé par la méthode de Laue (clichés de rayons X en retour), les orientations des éprouvettes testées dont celles de la gamme $\Delta\epsilon_4$. La carte en figure VI.1 les donne.

L'axe expérimental de sollicitation se situe dans un cône de 5° autour de l'axe de l'éprouvette. Cette carte montre que les axes des éprouvettes testées sont trop faiblement désorientées vis à vis de $\langle 001 \rangle$ pour qu'il soit possible de conclure quelque chose.

Nous avons pensé à un état de polissage en surface différent d'une éprouvette à l'autre, mais ceux-ci sont de même qualité.

Les bandes sont noyées au milieu d'une microstructure de déformation uniformément répartie (qui fait l'objet du chapitre suivant), aucun élément particulier de cette microstructure homogène et globale n'a pu être reliée à la présence des bandes. Elles semblent être complètement indépendantes l'une de l'autre. De la même façon, aucun défaut de la microstructure métallurgique de l'AM1 (on pense à une rupture éventuelle dans l'arrangement régulier des précipités) n'a été observé dans le voisinage des bandes.

D/ BANDES ET COURBES DE FATIGUE :

Les courbes $\sigma = f(t)$ et $\epsilon = f(T)$ pour les essais ne présentent aucun décrochement. Il s'agit donc de déformation non uniforme mais stable. Par ailleurs, il ne semble pas que les courbes des essais ayant présenté des bandes s'adoucissent ou se durcissent plus.

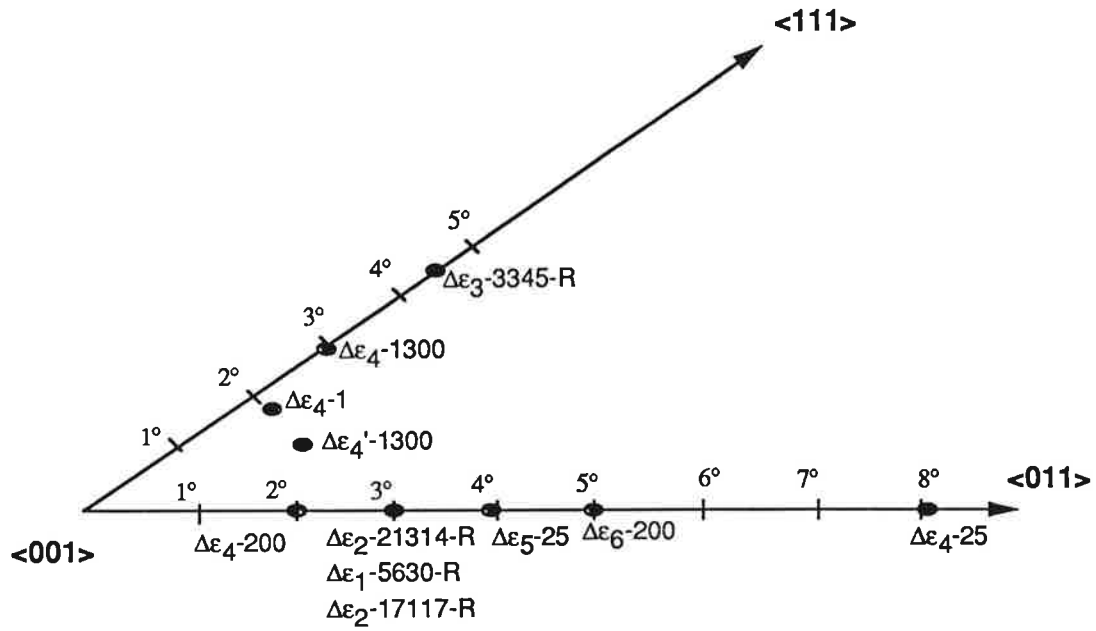


Figure VI.1 : Repérage des orientations des axes de sollicitation des essais de fatigue $R_c=0$.

E/ CONCLUSIONS :

Sous réserve de la confirmation que $\Delta\epsilon_4'-1300$ et $\Delta\epsilon_4-25$ ne présentent pas de bandes comme nous l'avons observé par coupes dans les plans octaédriques, nos expériences prouveraient que l'apparition des bandes dépend d'un paramètre que l'on a pas ou mal contrôlé ici. Nous pensons par exemple à la désorientation de l'axe expérimental vis-à-vis de $\langle 001 \rangle$. Il pourrait par ailleurs être possible que nos expériences soient réalisées dans un cas limite, près d'un seuil d'apparition de ces bandes pour un paramètre qui nous est inconnu.

Nous apportons la preuve que leur apparition n'est pas reliée à un seuil de déformation plastique cumulée. Nous montrons que ces bandes cisailent les précipités par superdislocations et qu'elles ont la même structure que celles qui sont observées jusqu'à moyenne température dans les superalliages en traction.

Une étude, en mesure de mieux répondre à la détermination des conditions d'apparition des bandes devrait établir un plan d'expériences avec désorientation systématique plus large vis à vis de $\langle 001 \rangle$, et suivre les microstructures des essais réalisés sous atmosphère inerte, afin de permettre des observations en M.E.B.

Durant ce travail, cela ne nous a pas été possible de le faire vu le caractère limité en temps de celui-ci et vu le second but que l'on s'était fixé sur le comportement général de la microstructure.

REFERENCES CHAPITRE VI

Gabb T.P., Miner R.V. & Gayda J., 1986, Scripta Met, Vol.20, pp. 513-518.

CHAPITRE VII

DISCUSSIONS, CONCLUSIONS SUR LE COMPORTEMENT GÉNÉRAL

A/ Introduction	155
B/ Fatigue répétée $R_{\epsilon}=0$	156
1/ Evolution générale de la microstructure de déformation en fonction de $\Delta\epsilon^t$ et N, discussions	156
a. 1er cycle	156
α Systèmes de glissement	156
β Localisation anisotrope de la déformation	156
γ Localisation de la déformation aux interfaces	157
δ Ecart à la coïncidence et dislocations aux interfaces	158
ϵ Cisaillement des précipités	159
ϕ Contournement des précipités	160
b. Influence du nombre de cycles en fatigue $R_{\epsilon}=0$	162
α Systèmes de glissement	162
β Evolution du caractère anisotrope et de la déformation localisée aux interfaces	162
γ Ecart à la coïncidence et dislocations aux interfaces	163
δ Effet du nombre de cycles sur la diffusion, conséquences	163
ϵ Cisaillement des précipités	164
ϕ Contournement des précipités	164
η Conclusions sur l'influence de N en fatigue $R_{\epsilon}=0$	165
c. Influence de $\Delta\epsilon^t$ en fatigue $R_{\epsilon}=0$	165
α Systèmes de glissement	165
β Evolution du caractère anisotrope et de la déformation localisée aux interfaces	165
γ Ecart à la coïncidence et dislocations aux interfaces	166
δ Influence de $\Delta\epsilon^t$ sur le cisaillement des précipités	166
ϵ Influence de $\Delta\epsilon^t$ sur la diffusion	168
ϕ Conclusions sur l'influence de $\Delta\epsilon^t$ en fatigue $R_{\epsilon}=0$	168

d. Test atypique des essais de fatigue $R_E=0$ - Microstructure atypique	168
α Présentation de l'essai	168
β Discussion sur la validité de l'observation	168
γ Mécanisme de cisaillement catastrophique	169
2/ Cartes de déformation en fatigue $R_E=0$ en fonction de deux paramètres N et $\Delta\epsilon^1$	170
C/ Cas de la fatigue alternée $R_E=-1$	172
1/ 1er cycle	172
a. Systèmes de glissement	172
b. Evolution du caractère anisotrope	172
c. Evolution de la localisation aux interfaces	172
d. Ecart à la coïncidence et dislocations aux interfaces	172
e. Cisaillement des précipités	173
f. Contournement des précipités	173
2/ Effet du nombre de cycles sur la fatigue $R_E=-1$	173
a. Ce qui n'est pas modifié	173
b. Effet du nombre de cycles sur la diffusion	173
c. Evolution du caractère anisotrope et de la localisation aux interfaces en fonction de N	174
d. Conclusions sur l'influence de N en fatigue $R_E=-1$	174
D/ Compression simple	175
1/ Compression et fatigue $R_E=-1$ à un cycle	175
2/ Compression simple et traction simple	175
E/ Traction répétée et essai de fatigue à même niveau de contrainte	176
1/ Essai $\Delta\sigma_6-5$	176
2/ Essai $\Delta\sigma_6-5$ et $\Delta\epsilon_6-200$	176
F/ Adoucissement en terme de σ^{\max} et microstructure des essais $R_E=0$:	176
G/ CONCLUSION	
Références chapitre VII	180

CHAPITRE VII :

DISCUSSIONS, CONCLUSIONS SUR LE COMPORTEMENT GÉNÉRAL :

A/ INTRODUCTION

Ce chapitre discute et tire des conclusions des observations expérimentales exposées au chapitre V.

Dans ce chapitre, nous décrivons l'évolution du caractère général de la microstructure sans parler des bandes. Celles-ci ont fait l'objet du chapitre VI.

Nous avons séparé les bandes de déformation du comportement général, du fait que leur apparition n'a pu être corrélée à aucun élément de la microstructure de déformation globale adoptée par le matériau (cf chapitre VI).

Nous décrivons l'évolution générale de la fatigue $R_{\epsilon}=0$ en fonction de deux paramètres : la déformation totale appliquée $\Delta\epsilon^t$ et le nombre de cycles N . Nous nous sommes attachés à suivre l'influence de ces deux paramètres sur les mécanismes de déformation : localisation de la déformation, façon dont elle se fait, systèmes activés... bref sur la microstructure de déformation.

Nous dressons une carte des microstructures de déformation de l'alliage en fatigue $R_{\epsilon}=0$ en fonction de ces deux paramètres, en y plaçant les éléments qui l'influencent.

Nous dégageons l'influence du nombre de cycles sur la microstructure en fatigue $R_{\epsilon}=-1$, et comparons les sollicitations en $R_{\epsilon}=0$ et $R_{\epsilon}=-1$.

Nous comparons les microstructures de déformation d'une traction et d'une compression simple, ainsi qu'un essai de traction répétée et un essai de fatigue à même niveau de contrainte initial.

Ce chapitre donne quelques interprétations dont certaines sont reprises au chapitre VIII.

B/ FATIGUE RÉPÉTÉE $R_\epsilon=0$

B.1/ ÉVOLUTION GÉNÉRALE DE LA MICROSTRUCTURE DE DÉFORMATION EN FONCTION DE $\Delta\epsilon^t$ ET N, DISCUSSIONS :

B.1.a/ 1er cycle :

B.1.a.α/ *Systèmes de glissement* :

La nature des systèmes de glissement activés d'un monocristal est donnée par le critère de Schmid. Ce critère est présenté en annexe. Pour une orientation de sollicitation $\langle 001 \rangle$, ce critère prévoit que seuls 8 systèmes octaédriques sur les 12 possibles sont normalement excités (et aucun système cubique).

Aussi, il n'est pas surprenant de retrouver non seulement du glissement octaédrique multiple, mais des activations préférentielles de certaines directions.

Dans les lames qui ont été repérées vis à vis de $\langle 001 \rangle$, on retrouve effectivement l'inhibition des directions $\langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$, dont le facteur de Schmid est nul.

A cette température, le glissement dévié et la montée qui sont des phénomènes thermiquement activés, jouent un rôle important. Cependant, ici la montée demande de la diffusion et donc du temps n'a pas eu le temps d'agir (durée de l'essai = 4s).

B.1.a.β/ *Localisation anisotrope de la déformation* :

Après un cycle, c'est à dire en fait après une simple traction, nous avons mis en évidence une particularité remarquable de la microstructure de déformation.

La déformation est essentiellement localisée dans les couloirs perpendiculaires à $\langle 001 \rangle$ dans la matrice γ aux interfaces matrice-précipité. La microstructure de déformation présente un CARACTERE MICROSCOPIQUE ANISOTROPE (cf. figure V.8).

Ce type de localisation bien particulier a déjà été signalé par d'autres auteurs : (Benyoucef 1994 : étude du superalliage MC2 sollicité in situ en traction à 850°C, Véron 1995 : étude sur l'AM1 en fluage traction). Benyoucef explique cette localisation par la différence des champs de contraintes locaux, résultant de la contrainte appliquée et de la contrainte provenant de l'écart paramétrique entre les deux phases, entre les deux types de couloirs (verticaux et horizontaux). C'est un argument que nous reprendrons.

B.1.a.γ/ Localisation de la déformation aux interfaces :

Les dislocations analysées se déplaçant dans les couloirs sont de caractère vis. Ces dislocations, en se déplaçant, déposent des traces de leur passage aux interfaces (001) : ces traces sont des brins de dislocations qui ne peuvent avoir qu'un caractère coin ou mixte à 60° , (cf. figure VII.1). La figure V.1 montre que les réseaux à 4 côtés sont rigoureusement plaqués contre l'interface.

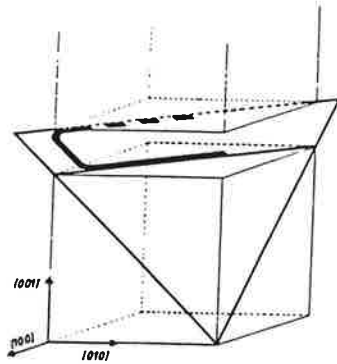


Figure VII.1 : Géométrie d'une dislocation vis se déplaçant dans un plan de glissement (111) laissant des brins. Ceux-ci sont soit mixtes à 60° soit coin.

Ces dislocations bloquées aux interfaces sont des dislocations géométriquement nécessaires au sens d'Ashby.

Quand deux systèmes ont été activés dans le même couloir (et dans la même zone), ils s'intersectent aux interfaces et forment des réseaux orthogonaux quadrilatères. Ces réseaux quadrilatères ne sont pas stables; ils disparaissent ensuite. En effet, leur stabilisation énergétique produit des réseaux à 6 côtés : on obtient une configuration dite en nids d'abeille, où le troisième vecteur de Burgers est la somme des vecteurs des deux systèmes intersectés.

Certains réseaux à 6 côtés sont composés de 5 vecteurs : ils sont obtenus par intersection de 2 systèmes avec un troisième : on a alors 3 brins de dislocations mères et 2 filles.

Ces réseaux sont des configurations typiques observées aux interfaces de ces superalliages en fluage (Fredholm et al. 1986, Feller-Kniepmeier et al. 1989, Véron 1995).

B.1.a.δ/ Écart à la coïncidence et dislocations aux interfaces :

Les dislocations des réseaux logés aux interfaces après une simple traction, ont une composante coin, de telle manière que le plan supplémentaire associé soit dans γ' . L'écart paramétrique entre les deux phases à 950°C est négatif, $\delta = -10^{-3}$, (cf. figure VII.2).

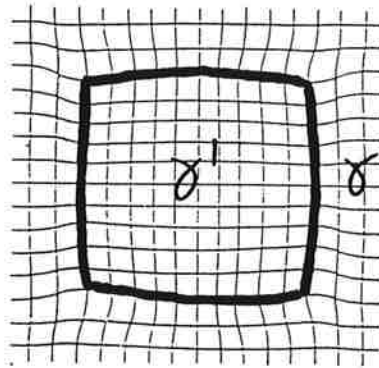


Figure VII.2 : Visualisation de l'écart paramétrique négatif entre les deux phases.

Les dislocations activées après un cycle sont donc celles qui possèdent la meilleure configuration pour **relaxer** l'écart à la coïncidence, et de par le fait, les contraintes qui lui sont associées.

On peut retrouver, comme l'ont fait Buffière et al (Buffière 1993 et Buffière et al 1995), par un calcul de Peach-Koehler qui ne considère que le tenseur de la contrainte appliquée sur les dislocations en fonction de leur vecteur et caractère, que les dislocations sollicitées par la contrainte appliquée sont celles qui possèdent le signe adéquat pour relaxer en traction les contraintes dues à l'écart aux interfaces perpendiculaires à $\langle 001 \rangle$. Ces dislocations sont plaquées aux interfaces (001) et ont un effet neutre ou relaxant sur les autres interfaces. En compression, ils trouvent que les dislocations activées relaxent les contraintes de cohérence aux interfaces (010) et (100) (cf tableau VII.1)

Nous reprendrons ce calcul de Peach-Koehler en faisant intervenir les contraintes dues à l'écart paramétrique (chapitre VIII).

Vecteurs de Burgers théoriquement activé	Contrainte de traction				Contrainte de compression				
	$\frac{a}{2} [011]$	$\frac{a}{2} [0\bar{1}1]$	$\frac{a}{2} [101]$	$\frac{a}{2} [10\bar{1}]$	$\frac{a}{2} [011]$	$\frac{a}{2} [0\bar{1}1]$	$\frac{a}{2} [101]$	$\frac{a}{2} [10\bar{1}]$	
Interface sur laquelle la contrainte plaque un brin de dislocation vis	(100)	(100)	(010)	(010)	(100)	(100)	(010)	(010)	
Effet des brins de dislocations sur la relaxation du désaccord paramétrique	(001)	r	r	r	r	a	a	a	a
	(00 $\bar{1}$)	r	r	r	r	a	a	a	a
	(010)	a	a	n	n	r	r	n	n
	(010)	a	a	n	n	r	r	n	n
	(100)	n	n	a	a	n	n	r	r
	(100)	n	n	a	a	n	n	r	r

Tableau VII.1 : Tableau résumant les effets des dislocations sur les écarts paramétriques. Vecteurs de Burgers activés lors d'une sollicitation [001] et interfaces sur lesquelles interagissent les dislocations. r : relaxent, a : augmentent, n : n'ont aucun effet (Buffière 1993)

B.1.a.ε/ Cisaillement des précipités :

Quel que soit le vecteur de diffraction \vec{g} utilisé, aucune dislocation dans la phase γ' n'est observée dans toutes les lames de l'essai de traction.

Cela ne garantit pas pour autant que la phase γ' ne soit tout de même cisailée. Y a-t-il eu cisaillement ou non ?

On est tout d'abord certain, que le cisaillement par le mécanisme II ne s'est pas fait du tout, sinon, on aurait observé des SISF ou SESF dans les précipités.

Il est plus délicat de conclure pour le mécanisme I (paires). Celui-ci ne laisse en effet aucune trace de son action dans les précipités (il forme des dislocations parfaites dans la phase L12). Cependant, on peut remarquer que si un précipité est cisailé par une paire de dislocations, celles-ci laisseraient des brins de dislocations, appariés ou non, aux interfaces des autres couloirs (verticaux). Il n'y a pas de raison pour qu'une paire de dislocations qui vient de cisailier puisse continuer à le faire, du fait que 1/ celle-ci a dû bénéficier de conditions favorables à son cisaillement et que 2/ la configuration géométrique rencontrée par cette paire pour la poursuite de son mouvement n'est pas la même (cf. figure VII.3). En effet, le cisaillement d'un triangle de précipité dans un plan octaédrique, est systématiquement suivi par le cisaillement d'un hexagone présentant un angle moins aigu et étant donc moins favorable au cisaillement (comparaison de l'énergie de ligne de la dislocation et de l'énergie de surface, Courbon 1990).

Or, on ne trouve non seulement aucune trace de brins appariés, mais quasiment aucune dislocation dans les interfaces de couloirs verticaux.

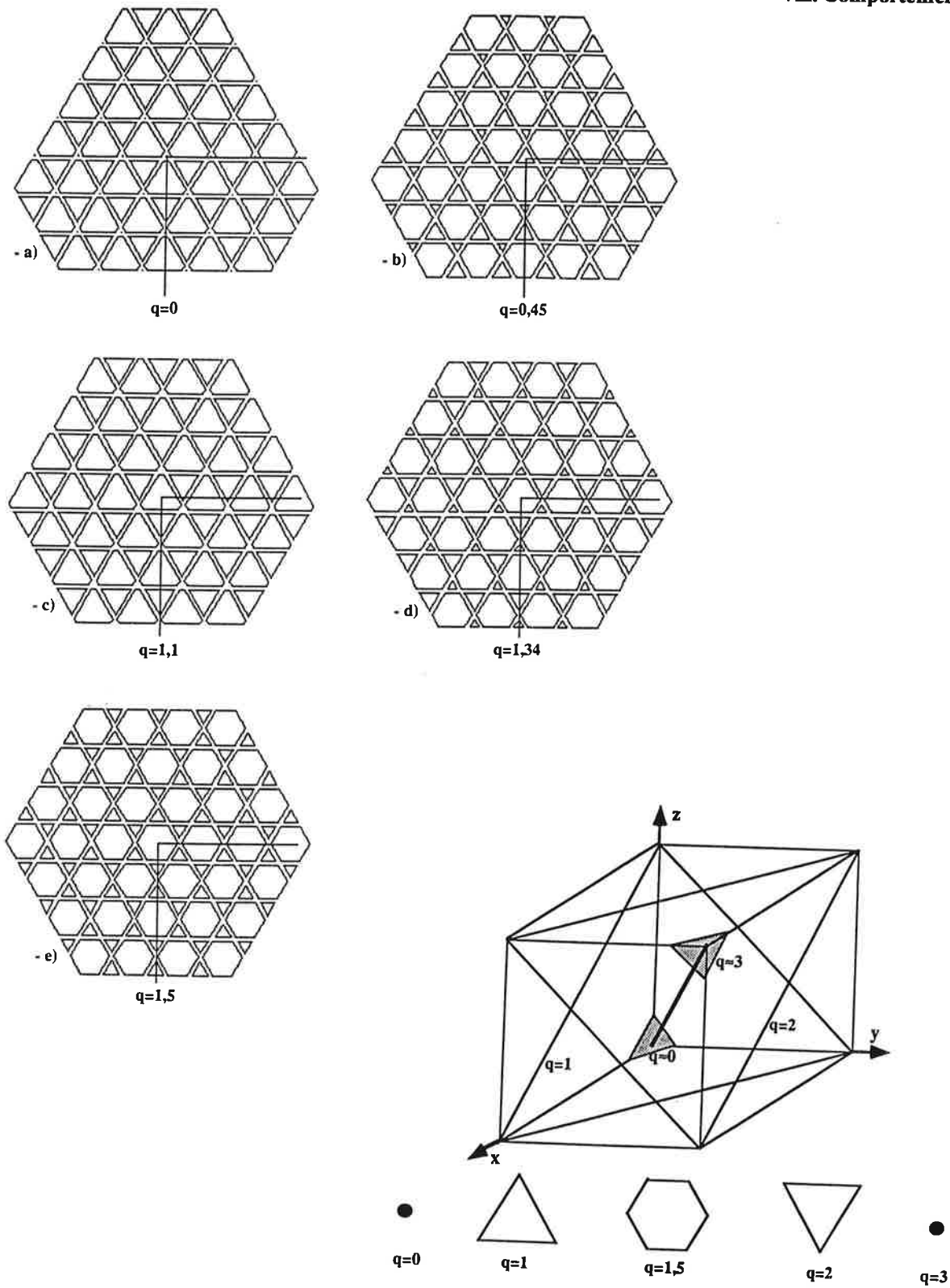
Tout ceci nous laisse donc penser que le cisaillement est un phénomène très peu fréquent.

De plus, les dislocations qui sont bloquées aux interfaces γ/γ' empêche le cisaillement ultérieur de se faire, elles forment une barrière ou un piège pour les dislocations.

B.1.a.φ/ Contournement des précipités :

Le contournement après un cycle est lui aussi un phénomène peu fréquent. Cependant, les seuls cas de présence de dislocations aux interfaces verticales sont des signatures de cas de contournement : chaque dislocation possède sa dislocation symétrique à l'interface d'en face : même vecteur de Burgers et signe opposé (dipôle). Ces cas de contournement sont des débuts d'extension de la déformation dans les canaux verticaux.

Les seuls cas de franchissement (ou début de franchissement) des précipités sont donc apparemment des cas de contournement.



Différentes intersections d'un précipité cubique par un plan (111).

Figure VII.3 : Intersections d'une structure régulière de précipités cubiques avec un plan octaédrique à plusieurs niveaux. (Lisiecki 1992)

B.1.b/ Influence du nombre de cycles N en fatigue $R_E=0$:

B.1.b.α/ Systèmes de glissement :

L'écart entre l'axe de sollicitation expérimental et $\langle 001 \rangle$ ainsi que l'écroutissage du matériau peuvent favoriser l'activation de ces directions non prévues à priori par le critère de Schmid et expliquent pourquoi elles peuvent être tout de même rencontrées. Ces directions peuvent par ailleurs résulter de l'interaction de deux autres systèmes à l'interface γ/γ comme nous l'avons suggéré en figure V.20.

Au bout d'un certain nombre de cycles, la diffusion a eu le temps d'agir et la montée des dislocations devient effective, cela se voit par les courbures des dislocations hors de leurs plans de glissement possibles (Figure V.38 en m).

A part ces points, la fatigue $R_E=0$ n'a pas d'action notable sur le caractère octaédrique multiple de la déformation.

B.1.b.β / Evolution du caractère anisotrope et de la déformation localisée aux interfaces :

L'influence de N sur le caractère anisotrope et sur la déformation localisée aux interfaces est suivie sur la gamme de déformation $\Delta\epsilon_4$.

A $N=2$, on constate une microstructure de déformation quasiment identique à celle de $N=1$, avec un peu plus de dislocations dans les canaux verticaux.

Les dislocations dans les canaux verticaux sont des dislocations vis laissant des brins de même nature que ceux laissés aux interfaces $\{001\}$, aux interfaces $\{010\}$ et $\{100\}$.

A $N=25$, la déformation s'est étendue de façon significative aux deux couloirs verticaux, mais la concentration de dislocations n'y est pas suffisamment importante pour qu'il y ait intersection des systèmes de dislocations aux interfaces et création de réseaux de dislocations.

Plus le nombre de cycles augmente, et plus le caractère anisotrope de la déformation diminue : la déformation est répartie de façon nettement plus homogène dans les trois couloirs.

A $N=1300$ cycles, le caractère existe encore mais la présence de réseaux dans les couloirs secondaires (verticaux), preuve de l'activation multiple et de l'interaction des différents systèmes de glissement dans ces canaux, donne un caractère complètement homogène à la déformation dans certaines zones.

Dans les microstructures de déformation des éprouvettes déformées dans cette gamme et cyclées à N, on n'observe plus que des réseaux à 6 côtés (3 ou 5 vecteurs).

Cette évolution de déformation dans cette gamme se retrouve qualitativement dans les autres gammes.

Quand le nombre de cycles augmente, il y a donc **extension de la déformation aux couloirs verticaux et perte progressive du caractère anisotrope.**

B.1.b.γ/ *Écart à la coïncidence et dislocations aux interfaces :*

Les dislocations composant les réseaux sont, pour un petit nombre de cycles, principalement les dislocations qui relaxent l'écart paramétrique. Par la suite, dès $N=25$, les dislocations qui viennent tapisser les interfaces peuvent renforcer l'écart, mais c'est rare.

On peut faire ici un petit calcul pour estimer combien de dislocations de caractère purement coin possédant un vecteur de Burgers de type $1/2\langle 110 \rangle$ qui seraient dans l'interface, sont nécessaires afin de réduire cet écart. On utilise la formule de Brooks (1952) où b est le vecteur de Burgers de la dislocation à l'interface, et $d\gamma'$ la largeur des précipités. Cette formule étant valable uniquement dans le cas où le vecteur de Burgers pointe dans la direction de la déformation, on considère la diagonale d'un précipité :

$$\frac{\sqrt{2}d\gamma' \cdot \delta}{|b|} = \frac{\sqrt{2} (400 \text{ à } 500) \cdot 10^{-3}}{\frac{\sqrt{2} \cdot 3,58 \cdot 10^{-1}}{2}} = 2 \text{ à } 3 \text{ dislocations}$$

On a donc besoin de très peu de dislocations purement coin pour réduire l'écart. Cela nous laisse penser que dès le cycle N_0 , où 3 à 4 dislocations (coin ou mixte à 60°) sont logées aux interfaces, l'écart va être réduit.

La détermination du cycle N_0 n'a pas fait l'objet d'une attention particulière d'un point de vue expérimental, mais on peut dire que ce nombre est petit. On peut voir qu'à $N=1300$, le nombre de dislocations à une interface (001) est grand (cf figures V.40 à V.42).

L'intersection des différents systèmes de glissement activés continue aux interfaces avec l'augmentation de N , ce qui a pour effet de diminuer la taille des cellules et qui au bout d'un certain nombre de dislocations va inverser l'écart paramétrique.

NB: On rappelle les tailles des cellules aux interfaces (001) : pour $\Delta\epsilon_4$: $N=1$ taille=120-170nm, $N=25$ taille=110-150nm, $N=1300$ taille=50-90nm).

B.1.b.δ/ *Effet du nombre de cycles sur la diffusion, conséquences :*

La diffusion est un phénomène chimique qui nécessite du temps et qui est actif à cette température ($950^\circ\text{C}=0,7T_f$). Il est logique de s'attendre à des microstructures

marquées par la diffusion à grand nombre de cycles. En effet, on observe, dans les microstructures des essais portés à rupture ($N=17117-19$ heures, $N=21314-24$ heures), des précipités coalescés.

Cette observation nous indique que la montée, qui est aidée par la diffusion, a été activée de façon très importante. Les plus faibles densités de dislocations alors notées peuvent s'expliquer par la restauration des dislocations par montée. On explique ainsi la grande taille des réseaux pour les essais comportant un grand nombre de cycles, alors que la déformation plastique cumulée est très importante (de l'ordre de $10^3\%$ pour $\Delta\epsilon_1-17117-R$ et $\Delta\epsilon_1-23314-R$).

Une particularité importante de cette coalescence est qu'elle est perpendiculaire à l'axe de sollicitation ; la fatigue $R_E=0$ produit donc une coalescence identique à celle qu'on obtient pour cet alliage en fluage. Il s'agit d'une coalescence dite de type N (N pour normale à l'axe de sollicitation, par opposition à P pour parallèle, Fredholm 1987).

Véron (1995) a réalisé une étude sur l'AM1 et le MC2 en fluage où elle démontre que le moteur de la coalescence est la relaxation anisotrope des contraintes de cohérence sur les interfaces par les dislocations mobiles. La coalescence dirigée perpendiculairement à $\langle 001 \rangle$ en fatigue $R_E=0$ n'est donc qu'une conséquence de l'anisotropie de déformation.

B.1.b..ε / Cisaillement des précipités

Il n'y a pas plus de trace de cisaillement de la phase ordonnée après cyclage du matériau. Cela signifie donc que, même pour une haute déformation plastique cumulée (125%), le cisaillement des précipités n'est pas provoqué.

B.1.b.φ / Contournement des précipités :

Quand le nombre de cycles augmente, il y a effectivement beaucoup de contournement : c'est d'ailleurs le seul moyen apparent de franchissement de la phase γ' . Ce contournement n'apparaît pas complet; la boucle ne se referme pas sur le précipité, mais s'étend dans les couloirs verticaux (épingles à cheveux).

Tous les cas d'extension de la déformation dans les canaux verticaux se font par ce mécanisme.

B.1.b.η/ Conclusions, influence de N en fatigue $R_E=0$:

Au début de la fatigue, les contraintes dues à l'écart paramétrique activent les dislocations qui vont le relaxer. Ces contraintes, étant des contraintes de compression, font chuter la contrainte locale dans les couloirs verticaux et empêchent la déformation de s'y étendre.

Cela provoque une anisotropie micromécanique de la microstructure de déformation caractérisée par des tapis réguliers de réseaux de dislocations "relaxantes" localisées essentiellement aux interfaces (001).

L'extension aux couloirs se fait alors. Les cycles de fatigue $R_E=0$ détruisent peu à peu ce caractère anisotrope.

Au bout d'un grand nombre de cycles, les transports diffusionnels deviennent très importants et provoquent une coalescence des précipités de type N, exactement comme en fluage. On explique ce type de coalescence à la lumière des démonstrations apportées par Véron (1995) : les dislocations (déformation plastique) sont la force motrice de la coalescence.

B.1.c/ Influence de $\Delta\epsilon^t$ en fatigue $R_E=0$:**B.1.c.α/ Systèmes de glissement :**

Que l'on baisse $\Delta\epsilon^t$, ou qu'on l'augmente, la nature des systèmes activés n'est pas modifiée.

On a juste remarqué un cas de cisaillement par glissement cubique dans la phase ordonnée pour l'essai $\Delta\epsilon_6-200$, qui est un essai à fort niveau de contrainte. Les états de contrainte locaux peuvent être fortement modifiés par la déformation locale (action des champs de contrainte des dislocations) et peuvent expliquer ce genre d'observations occasionnelles.

B.1.c.β/ évolution du caractère anisotrope et de la déformation localisée aux interfaces :

Pour suivre l'évolution de $\Delta\epsilon^t$ sur les microstructures de déformation, nous comparons les microstructures de déformation de $\Delta\epsilon_1-200$, $\Delta\epsilon_4-200$ et $\Delta\epsilon_6-200$.

$\Delta\epsilon_1-200$ présente une microstructure de déformation complètement anisotrope avec un début de coalescence très marqué.

$\Delta\epsilon_4-200$ présente une microstructure où le caractère anisotrope est visible, mais où l'extension de la déformation dans les couloirs verticaux est conséquente.

Quant à $\Delta\epsilon_6-200$, la microstructure est complètement homogène. On note par ailleurs que quelle que soit $\Delta\epsilon^t$, la déformation plastique est toujours située aux interfaces.

Il est clair qu'à nombre de cycles égal, plus la déformation totale imposée est élevée et donc plus les contraintes sont élevées, plus la déformation perd son caractère anisotrope.

Ce phénomène se retrouve sur tous les essais.

B.1.c.γ/ Écart à la coïncidence et dislocations aux interfaces :

Il nous est difficile de suivre expérimentalement l'influence de l'écart à la coïncidence en fonction de $\Delta\epsilon^t$, puisque celui-ci (nous l'avons vu) n'a un effet que pour un petit nombre de cycles ; par ailleurs les seuls essais dont nous disposons à petit nombre de cycles sont les essais de la gamme $\Delta\epsilon_4$.

Nous pouvons cependant dire qu'il n'y a, de notre point de vue, pas de raison pour que cet effet soit modifié avec $\Delta\epsilon^t$. Les contraintes associées à l'écart paramétrique entre les deux phases ont la même valeur quelle que soit la gamme, avant l'essai. L'écart δ est une valeur intrinsèque de l'AM1 à une température fixée pour un alliage non prédéformé comme c'est le cas ici.

NB: L'alliage déformé présente un écart paramétrique différent de celui non-déformé. L'histoire thermomécanique de l'alliage est en effet déterminante pour δ (Biermann et al. 1991, Mughrabi et al. 1993).

La différence entre les différentes gammes se situera dans le nombre de cycles nécessaires N_0 pour réduire l'écart : en effet la déformation plastique par cycle dépend du taux $\Delta\epsilon^t$. Qualitativement, plus $\Delta\epsilon^t$ est petit, plus il faudra de cycles pour réduire l'écart. D'un point de vue quantitatif 1/ la réduction de l'écart se joue dans les tous premiers cycles quelle que soit la gamme de sollicitation et 2/ qu'environ 3 dislocations coin pures suffisent à réduire l'écart.

B.1.c.δ/ Influence de $\Delta\epsilon^t$ sur le cisaillement des précipités :

Aucun essai n'a présenté de cas de cisaillement par le mécanisme II (qui laisse des fautes d'empilement dans le précipité).

Par contre, l'essai $\Delta\epsilon_6-200$, a présenté des traces de cisaillement par le mécanisme de paires (mécanisme I). On a en effet rencontré plusieurs fois des paires de

dislocations en cours de cisaillement. La contrainte appliquée initiale vaut 975Mpa, elle est donc très élevée.

Cela signifie qu'à ce niveau de contrainte, on assiste à une transition du mécanisme de franchissement de γ' : on passe du mécanisme de contournement d'Orowan au cisaillement des précipités par superdislocations.

Ce cisaillement a lui aussi un effet destructeur sur l'anisotropie : une paire de dislocations qui cisaille en provenance d'un couloir horizontal se retrouve dans un couloir vertical (effet géométrique de la structure métallographique et de la nature octaédrique des systèmes de glissement). Par ailleurs, le fait que le cisaillement se fasse empêche l'accumulation des dislocations aux interfaces.

Le cisaillement est un élément homogénéisateur de la microstructure de déformation, il a lieu de façon significative à fort niveau de contrainte et explique la chute d'anisotropie dont on parle en B.1.c.β.

B.1.c.ε/ Influence de $\Delta\epsilon^t$ sur la diffusion :

Plus la contrainte est élevée, plus la force de montée s'exerçant sur les dislocations est grande. Les dislocations et les interfaces entre phases étant déjà des court-circuits de diffusion, les dislocations vont pouvoir, grâce à la montée, se déplacer par exemple le long des interfaces et passer des interfaces {001} dans les couloirs verticaux.

Ce phénomène de montée favorise par ailleurs la restauration des dislocations.

En définitive, cela a pour résultat de favoriser l'homogénéisation de la microstructure de déformation. On peut expliquer ainsi, pourquoi la taille des réseaux est plus large pour $\Delta\epsilon_6-200$ que pour $\Delta\epsilon_4-200$ et $\Delta\epsilon_1-200$, et pourquoi la microstructure de déformation est homogène à haute température.

Pour le second point nous faisons référence à la récente étude (Véron 1995) qui prouve que : la relaxation de l'écart paramétrique sur une des interfaces produit un gradient de densité d'énergie élastique entre les deux types de couloirs (relaxés, non relaxés) qui provoque des flux de matière ayant pour résultat la coalescence dirigée des précipités.

A haut $\Delta\epsilon^t$, ces gradients n'existent pas ; en effet, le cisaillement des précipités homogénéise la répartition des dislocations, et donc répartit la réduction de l'écart paramétrique de façon uniforme sur les 6 interfaces des précipités.

La diffusion a donc deux effets : à basse contrainte, elle est un facteur d'anisotropie à cause des gradients d'énergie élastique présents dans les deux couloirs, à

haut niveau de contrainte, elle renforce l'homogénéisation de la microstructure de déformation du fait qu'aucun gradient d'énergie élastique n'existe à cause du cisaillement.

B.1.c.φ/ Conclusions, influence de $\Delta\epsilon^t$ en fatigue $R_\epsilon=0$:

Les essais à fort $\Delta\epsilon^t$ sont des essais à fort niveau de contrainte. Ceux-ci ont pour effet d'empêcher (ou de détruire au bout d'un certain nombre de cycles) l'anisotropie microscopique de déformation via deux facteurs.

Le principal facteur est le cisaillement des précipités par paires de dislocations de matrice.

Le second est l'accroissement des forces de montée (par exemple le long des interfaces) qui renforcent l'homogénéisation et la restauration.

A grand taux de déformation, $\Delta\epsilon_6$ (200 cycles), on ne voit pas de coalescence, mais il serait intéressant de tester plus cette gamme pour voir quand et comment la coalescence intervient. La déformation plastique étant répartie de façon plus homogène, la coalescence se fait-elle ? et se fait-elle de façon plus homogène comme on serait en droit de l'attendre ?

A faible $\Delta\epsilon^t$, les précipités ne sont pas cisailés, la déformation se localise aux interfaces perpendiculaires à $\langle 001 \rangle$ et crée des gradients d'énergie élastique qui provoquent la coalescence de type N (rapide : elle est notée à $N=200$).

B.1.d/ Test atypique des essais de fatigue $R_\epsilon=0$ - Microstructure atypique :

B.1.d.α/ Présentation de l'essai :

L'essai $\Delta\epsilon_1-5630-R$ (cf. Chapitre V.C.4.g) présente la double particularité 1/ de s'être cassé plus tôt que ce à quoi on aurait pu s'attendre et 2/ de présenter une microstructure de déformation très particulière.

L'éprouvette s'est en effet rompue pour un nombre de cycles beaucoup plus petit que ce que les courbes contrainte en fonction de la durée de vie donnent le droit d'attendre par rapport à la gamme $\Delta\epsilon_2$.

B.1.d.β/ Discussions sur la validité de l'observation :

Le problème qui se pose ici, comme il se pose toujours lorsqu'une observation atypique est faite, est de connaître le degré de validité de l'observation. A-t-on affaire à un artefact ou à la véritable microstructure ?

Il se trouve qu'ici, cette microstructure de déformation a été prouvée comme étant l'exemple typique d'artefact possible lors d'un test de mauvais traitement des lames minces (cf. chapitre V en C.4.i). Le point est que dans ce cas de figure, la zone affectée de l'artefact est très tordue et localisée essentiellement près du trou de la lame.

Le second point important est que nous avons manipulé les lames de $\Delta\epsilon_1$ -5630-R observées ultérieurement pour confirmer ou infirmer la microstructure, avec un très grand soin, et que celles-ci présentaient bien cette microstructure de cisaillement catastrophique. Elle affectait l'échantillon dans toutes les plages observées, aussi loin qu'il nous était possible de le faire.

Nous penchons donc pour l'hypothèse de la véritable microstructure de déformation. Vu le petit nombre de cycles auquel la rupture est intervenue, on peut donc supposer que c'est cette microstructure qui l'a causé prématurément.

En revanche, nous pensons que les zones affectées de cette microstructure atypique en $\Delta\epsilon_5$ -25 et $\Delta\epsilon_3$ -3345-R relèvent de façon certaine de l'artefact, du fait du caractère localisé et tordu des régions affectées.

Il faut donc être très délicat, dans la manipulation des lames minces, et prudent en ce qui concerne l'interprétation des microstructures.

Nous sommes par ailleurs incapables d'expliquer pourquoi seul cet échantillon comporte cette microstructure.

B.1.d.γ/ Mécanisme de cisaillement catastrophique :

Nous avons identifié le mécanisme de cisaillement sur un événement de cisaillement d'un précipité en cours de réalisation (cf. chapitre V en C.4.g-Essai $\Delta\epsilon_1$ -5630-R). La dislocation qui cisaille est une superdislocation, qui s'est dissociée en deux dislocations superSchockley. Ces cisaillements ont lieu dans des plans octaédriques très proches et laissent derrière eux des boucles fautées. Celle que nous avons étudiée est de caractère intrinsèque (SISF).

Il s'agit du même mécanisme que celui proposé par Milligan et al (1991) pour le PWA1480 à basse température (20-→200°C) et observé par Pessah-Simonetti (1994) sur du MC2 à la température ambiante.

De façon générale, les défauts résultant de ces cisaillements sont bordés d'un côté très droit et d'un autre plus perturbé (cf. figure V.50). Ces perturbations sont le signe d'épinglages de la dislocation de queue lors du cisaillement (suggestion de Milligan et al.). Ces formes irrégulières ont été notées également par Douin (1991) dans Zr_3Al (de structure L12).

B.2/ CARTES DE DÉFORMATION EN FATIGUE $R_{\epsilon}=0$ EN FONCTION DES DEUX PARAMETRES N ET $\Delta\epsilon^t$:

Nous avons dressé un carte de déformation du superalliage en fatigue à 950°C (cf. figure VII.4).

En voici le commentaire :

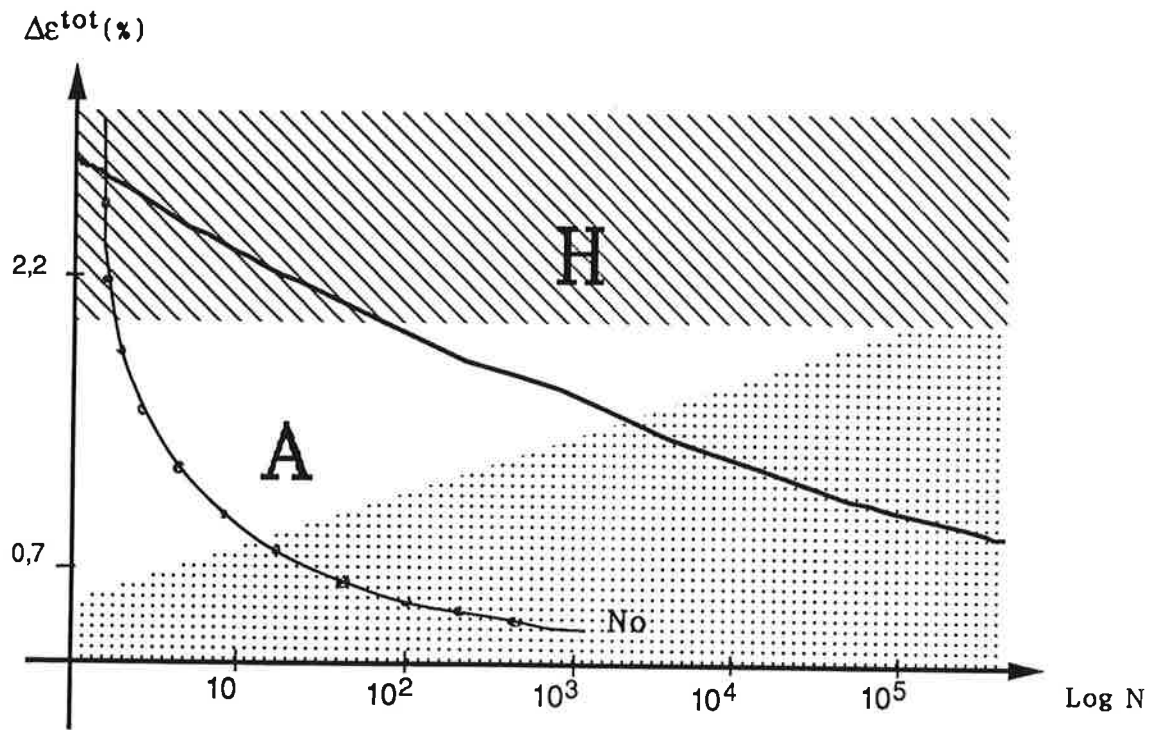
Pour des grandes déformations totales imposées, la contrainte imposée est grande, donc le **cisaillement** par mécanisme de paires et la **diffusion** se font facilement : la microstructure de déformation perd son caractère anisotrope et est homogène.


Pour un **petit nombre de cycles**, l'**écart paramétrique** crée des contraintes de compression dans la matrice qui ont pour effet 1/ d'empêcher la déformation de se faire dans les couloirs verticaux 2/ de favoriser le mouvement des dislocations qui relaxent l'écart et d'inhiber les autres (calcul de Peach-Koehler qui montre que les dislocations "relaxantes" ont tendance à être plaquées à l'interface, les autres repoussées), là où la déformation est autorisée à se faire i.e. dans les couloirs horizontaux. Il en résulte une anisotropie micromécanique de la déformation.


Cet écart paramétrique, une fois relaxé (cycle No), ne joue plus de rôle, mais les dislocations aux interfaces horizontales ont des champs de contrainte qui gênent la déformation ultérieure dans ces couloirs, ce qui pousse la déformation à s'étendre dans les couloirs horizontaux. Le caractère anisotrope micromécanique de la déformation noté A chute.

Au bout d'un **grand nombre de cycles**, la **diffusion** devient un phénomène extrêmement important, et provoque la coalescence des précipités entre eux perpendiculairement à l'axe de sollicitation ; la microstructure présente alors une microstructure typique du fluage.

Pour les petits $\Delta\epsilon^t$, il n'y a pas d'extension aux couloirs verticaux car la coalescence orientée de type N se fait avant. L'érouissage γ est insuffisant pour empêcher la déformation de continuer mais la relaxation aux interfaces {001} est suffisante pour créer des gradients d'énergie élastique et provoquer la coalescence.




 Domaine où le cisaillement et la diffusion sont efficaces

 Domaine de coalescence due aux gradients d'énergie élastique

A : Microstructure anisotrope

H : Microstructure homogène

 Séparation des domaines anisotrope et homogène


 Courbe N_0

Figure VII.4 : Carte de déformation du superalliage en fatigue $R_E=0$ à 950°C.

C/ CAS DE LA FATIGUE ALTERNÉE $R_{\varepsilon} = -1$

C.1/ 1er cycle

C.1.a/ *Systèmes de glissement :*

La compression n'a pas de raison de modifier la nature des systèmes activés. On est toujours en présence de glissement octaédrique multiple.

Cependant, il semblerait qu'elle réduise le nombre de ces systèmes activés en l'occurrence dans les couloirs verticaux.

Il semble par ailleurs que toutes les dislocations soient dans leur plan de glissement et que la diffusion n'ait agi que dans les intersections de couloirs (cf. figure V.82).

On note du glissement $\{111\}\langle 112 \rangle$ dans γ (cf. B.1.c).

C.1.b/ *Evolution du caractère anisotrope :*

L'essai présente la même microstructure qu'après une traction, à laquelle se rajoute, localement, l'activation importante d'un des deux couloirs parallèles à $\langle 001 \rangle$. Ces couloirs sont affectés de glissement selon un seul système de glissement de façon très dense. L'anisotropie est donc cassée.

Cette microstructure suggère que c'est la compression seule qui provoque ce glissement intensif dans les couloirs verticaux. Un test de simple compression a été réalisé afin de voir si cela ne tient qu'au simple fait de compression (cf. même chapitre en C).

C.1.c/ *Evolution de la localisation aux interfaces :*

La déformation se localise toujours aux interfaces, que ce soit dans les couloirs horizontaux ou dans les couloirs verticaux. La différence entre les deux couloirs est que les interfaces des couloirs horizontaux sont tapissées de réseaux grâce à l'intersection des différents systèmes activés, et que les interfaces des couloirs verticaux ne le sont pas, puisque un seul système y a été activé et qu'il faut au moins deux systèmes de glissement différents pour créer ces réseaux.

C.1.d/ *Écart à la coïncidence et dislocations aux interfaces :*

Les dislocations activées comme pour l'essai de simple traction, dans les couloirs horizontaux, relaxent l'écart paramétrique.

Nous avons pu voir que c'est aussi le cas des dislocations qui sont activées dans les couloirs verticaux.

C.1.e/ Cisaillement des précipités :

La compression a provoqué du cisaillement par le mécanisme II (SSF). L'étude de la nature des défauts a montré leur caractère extrinsèque : ce qui correspond à la nature de la majorité des défauts observée par Décamps et al dans les essais de compression dynamique (cf. figure I.17.2 pour le mécanisme de cisaillement).

C.1.f/ Contournement des précipités :

Le contournement se fait fréquemment, il n'est apparemment pas complet ici non plus.

C.2/ Effet du nombre de cycles sur la fatigue $R_E=-1$:

C.2.a/ Ce qui n'est pas modifié:

La nature des systèmes activés, le cisaillement et sa nature, ainsi que le contournement des précipités (quand il est encore possible de le faire) sont actifs à $N=115$ et ne sont pas modifiés.

Des signes de montée des dislocations sont observés dans les intersections de couloirs (courbure des dislocations).

C.2.b/ Effet du nombre de cycles sur la diffusion :

A $N=115$, en fatigue $R_E=-1$, la microstructure de déformation présente une coalescence de type N très étendue.

Alors que pour des essais de fatigue $R_E=0$, que ce soit à même niveau de contrainte maximum ($\Delta\epsilon_6-200$) ou à même amplitude de déformation maximale, on n'observe pas de coalescence pour deux fois plus de cycles. Ces essais prouvent que l'alternance des contraintes a un effet très important sur la coalescence.

La déformation plastique concerne ici beaucoup plus de volume de l'alliage. En traction, la déformation ne concerne qu'environ 10% du volume total du matériau. Après cet essai, elle concerne 30% du volume. Les dislocations étant des courts-circuits

de diffusion, la déformation plastique favorise donc la diffusion sur un volume beaucoup plus important qu'en fatigue répétée.

Cette coalescence, selon Véron, est mue par des gradients d'énergie élastique provoqués par la relaxation anisotrope des contraintes de cohérence par les dislocations.

On a vu qu'une traction (respectivement une compression) simple localise la déformation dans les couloirs horizontaux (respectivement verticaux). Supposons que ce soit le cas pendant toutes les tractions (respectivement compressions) des cycles de fatigue $R_E = -1$. Alors du fait que les couloirs verticaux représentent 2 fois plus de volume que les couloirs horizontaux, un couloir horizontal présente deux fois plus de déformation plastique qu'un couloir vertical. On peut dire que, globalement, la relaxation des contraintes a lieu pour un nombre de cycles deux fois plus petit pour les couloirs horizontaux que pour les couloirs verticaux. Donc, les gradients existent toujours et dans le même sens qu'en simple traction.

Ce raisonnement grossier expliquerait pourquoi on obtient le même type de coalescence en fatigue alternée qu'en fatigue répétée (type N).

On ne s'explique pourtant pas pourquoi l'alternance des contraintes favorise la rapidité de cette coalescence.

C.2.c/ Evolution du caractère anisotrope et de la localisation aux interfaces en fonction de N :

La déformation se localise toujours aux interfaces disponibles. Il est évident que lorsque la coalescence de type N a eu lieu, les interfaces libres ne sont plus que les interfaces {001}.

C.2.d/ Conclusions, influence de N en fatigue $R_E = -1$:

La fatigue $R_E = -1$ a pour effet de répartir la déformation dans les 3 couloirs de matrice grâce d'une part à la traction qui localise la déformation dans les couloirs horizontaux, et à la compression qui localise la déformation dans les couloirs verticaux. Elle a pour effet de cisailer les précipités selon mécanisme de cisaillement de type II (cf chapitre I). Très vite, à $N=115$, la coalescence dirigée des précipités perpendiculairement à $\langle 001 \rangle$ intervient et résulte en une structure en radeaux classiquement rencontrée en fluage traction (type N).

L'effet principal de la fatigue alternée est donc la coalescence des précipités. La nature de cette coalescence peut être expliquée par le modèle de Véron (1995).

D/ COMPRESSION SIMPLE :

D.1./ COMPRESSION ET FATIGUE $R_\epsilon = -1$ À UN CYCLE :

L'essai de simple compression confirme ce que suggère l'essai de fatigue alternée à un cycle : la déformation se localise essentiellement aux interfaces parallèles à $\langle 001 \rangle$.

La nature des systèmes de glissement est la même et ils se comportent de la même façon : leur activation se fait à un nombre réduit et a pour conséquence principale de ne pas former de réseaux aux interfaces verticales. Ces systèmes de glissement laissent des brins de dislocations tous parallèles.

De même, après une traction-compression, les dislocations logées aux interfaces verticales relaxent l'écart paramétrique. Un point que l'on retrouve lors de l'essai de compression simple est la présence de boucles de déformation aux intersections des couloirs de matrice.

Une différence est notée entre les deux essais sur le cisaillement de la phase γ . L'essai de traction-compression (950MPa/-950MPa) présente des traces de cisaillement par le mécanisme II alors que l'essai de compression simple (740MPa) n'en présente aucune. Quelques uns de ces défauts ont été analysés comme étant de caractère extrinsèque. Ce type de défaut est attendu en général en compression dynamique (Décamps et al 1991).

Cela signifierait donc qu'une traction de 950MPa à cette vitesse de déformation ne suffit pas pour cisailier, mais qu'une traction préliminaire à la compression favorise les configurations de cisaillement de la phase γ pendant cette compression.

Une étude portant sur la nature d'un plus grand nombre de défauts demanderait à être poursuivie avant de conclure sur ce point.

D.1./ COMPRESSION SIMPLE ET TRACTION SIMPLE :

La microstructure de déformation en compression présente une anisotropie exactement opposée (ou complémentaire) à celle adoptée en traction.

Une différence est notée aussi en ce qui concerne la présence de boucles aux intersections des couloirs de matrice, en compression et pas en traction.

En revanche, pour un même niveau de contrainte (même vitesse de déformation), aucun des deux essais ne présentent de cisaillement de la phase γ apparent.

E/ TRACTION RÉPÉTÉE ET ESSAI DE FATIGUE À MEME NIVEAU DE CONTRAINTE INITIAL :

Il s'agit de comparer les microstructures de déformation de $\Delta\sigma_{6-5}$ et de $\Delta\varepsilon_{6-200}$ et d'essayer d'expliquer les différences de comportement (nous avons publié ces résultats : Décamps et al 1994).

Ces essais ont en commun (mis à part la température, la fréquence d'essai, l'axe de sollicitation, ...) le niveau de contrainte initial qui se situe vers 950MPa. L'essai $\Delta\sigma_{6-5}$ est une traction répétée à ce niveau, et $\Delta\varepsilon_{6-200}$ est un essai de fatigue typique de cette étude $R_f=0$ ayant ce même niveau de contrainte pour le premier cycle.

On rappelle tout d'abord la microstructure de $\Delta\sigma_{6-5}$.

E.1/ ESSAI $\Delta\sigma_{6-5}$:

L'essai présente du cisaillement par le mécanisme II et présente une majorité de défauts intrinsèques. On retrouve donc, le même type de majorité observée par Décamps et al (1991) lors d'essais de traction dynamique. On rappelle que leur explication est basée sur l'écartement des particules différent en compression et en traction.

E.2/ $\Delta\sigma_{6-5}$ ET $\Delta\varepsilon_{6-200}$:

La comparaison des microstructures des deux essais nous apporte plusieurs renseignements :

une contrainte répétée de 950MPa provoque le cisaillement des précipités par le mécanisme II alors qu'une contrainte s'affaiblissant peu à peu accompagnée d'un passage en compression (de l'ordre d'une centaine de Mpa) ne le provoque pas.

On peut donc tirer les conclusions suivantes :

1/ On sait que les réseaux se forment dès le premier cycle ($\Delta\varepsilon_{4-1}$) avec une simple traction sans compression aucune, donc rien ne nous permet d'imaginer que cela se soit passé autrement ici pour les deux essais ($\Delta\varepsilon_{6-200}$ et $\Delta\sigma_{6-5}$). On est donc sûr que ce n'est pas la présence ou l'absence des réseaux qui jouent un rôle ici sur le cisaillement.

2/ Une traction simple ne suffit pas au mécanisme pour qu'il agisse, sinon, la microstructure de $\Delta\varepsilon_{6-200}$ aurait contenu des SSF.

Ces résultats indiquent que les niveaux de contrainte jouent un rôle important.

$\Delta\sigma_6-5$ présente des défauts et on sait que ces défauts ne sont pas apparus après une traction seule : cela indique que le mécanisme nécessite une période d'incubation à ce niveau de contrainte (950MPa).

Le fait qu'ils n'apparaissent pas pour $\Delta\varepsilon_6-200$ peut avoir deux raisons : 1/ la période d'incubation au niveau de contrainte nécessaire au cisaillement n'a pas été assez long, 2/ le passage en compression de la contrainte joue sur l'écartement des partielles et empêche le cisaillement.

F/ ADOUCISSEMENT EN TERME DE σ_{\max} ET MICROSTRUCTURES DES ESSAIS $R_{\epsilon}=0$:

Toutes les courbes de fatigue ont présenté un adoucissement en terme de contraintes maximales (et pas en terme d'amplitude de contrainte).

- Supposons que la quantité de déformation plastique par cycle soit la même pour les premiers cycles d'un essai (ce qui n'est pas loin de la vérité). Le second cycle ne nécessite alors pas autant de contrainte que le premier pour fabriquer la même quantité de déformation plastique. Une première explication est donc, qu'un certain nombre de sources existent déjà : plus précisément, il en existe plus au début du 2ème cycle par exemple, qu'au début du 1er cycle. Ce raisonnement intuitif peut se réitérer au cycles suivants.

- Une seconde provient du fait que les dislocations viennent se loger aux interfaces, elles ne provoquent pas de durcissement majeur dans les couloirs par leur présence.

- La troisième, et c'est la principale, est que les dislocations relaxent l'écart paramétrique. Le fort adoucissement du début correspond au fait que toutes les dislocations viennent relaxer l'écart, son ralentissement ultérieur est expliqué par le fait que les dislocations sont alors moins sollicités par les contraintes associées à l'écart puisque celui-ci est réduit.

G/ CONCLUSION

Nous avons dressé une carte de microstructures de déformation du superalliage AM1 à 950°C en fatigue $R_e=0$, en fonction de deux paramètres : le nombre de cycles et la déformation totale imposée. Nous dégageons l'évolution du caractère anisotrope de la déformation. Nous nous sommes attachés à expliquer ces microstructures. Pour cela, nous faisons appel aux contraintes de cohérence existant dans le matériau à cette température, à la diffusion, au cisaillement des précipités, à la montée des dislocations ou à l'absence de ces phénomènes.

Nous montrons qu'il est possible d'expliquer les coalescences de l'alliage grâce au modèle proposé par Véron, que ce soit en fatigue répétée, ou en fatigue alternée.

Nous avons vu que les contraintes de cohérence jouent un rôle important dans le caractère anisotrope des microstructures de déformation au début des sollicitations.

RÉFÉRENCES CHAPITRE VII

- Benyoucef** Moustafa, thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de Toulouse, "Etude in situ des mécanismes de déformation du superalliage MC2", 2 Février 1994.
- Biermann H., Kuhn H.A., Ungar T., Hammer J. et Mughrabi H.**, Proceeding de "9th ICSMA on Strength of Metals and Alloys", Juillet 1991
- Brooks H.**, 1952, Metals Interfacs, 20, ASM.
- Buffière J.Y. et Ignat M.**, 1995, Acta Met. Mater., Vol.43,N°5,pp.1791-1797
- Buffière Jean Yves** Thèse de doctorat de l'INPG. "Contribution à l'étude du comportement anisotrope d'un superalliage par essais de flexion" 17 Juin 1993.
- Courbon Joel** 14 Décembre 1990 Thèse de l'Institut National Polytechnique de Grenoble "Etude du cisaillement à haute température de la phase ordonnée d'un superalliage à base de Nickel"
- Décamps B., Brien V., et Morton A.J.**,1994, Scripta Met. et Mat., Vol.31, N°7, pp 793-798.
- Décamps, B., Morton, A.J. et Condat, M.**, 1991, Phil. Mag. A., 64, p641.
- Douin J.**,1991,Phil Mag letters, Vol.63,N°3, pp109-116
- Feller-Kniepmeier M. et Link T.**, 1989,Met. Trans. A, Vol.20A,pp1233-1238.
- Fredholm A, Ayrault D., Strudel J.L.**, Colloque National "Superalliages Monocristallins" Villard de Lans, 26-28 Février 1986
- Keller R.R., Maier H.J. et Mughrabi H.**, 1993, Scripta Met et Mat, Vol.28, pp23-28.
- Lisiecki Bruno**, 20 Oct. 1992, Thèse de l'université paris VI (Pierre et Marie Curie) "Déformation plastique en traction des superalliages monocristallins CMSX-2 et AM3"
- Milligan W.W., et Antolovich S.D.**, 1991, Met. Trans. A, Vol22A, pp2309-2318
- Mughrabi H, Biermann H., et Ungar T.**, 1993, JMEPEG, Vol.2(4), pp557-564
- Pessah-Simonetti Muriel**,1994, Thèse de l'Université Paris-Sud centre d'Orsay "Effet des instabilités structurales sur les propriétés mécaniques du superalliage monocristallin MC2 "
- Véron Muriel**, 1995, Thèse de l'INPG, "Etude et modélisation de la coalescence orientée dans les superalliages de nickel", 17 Janvier 1995.

CHAPITRE VIII

CALCULS DE CONCENTRATION DE CONTRAINTES

A/ Introduction	181
B/ Contraintes internes	182
1/ Effet composite du superalliage	182
2/ Ecart paramétrique	187
C/ Synthèse sur les calculs de contrainte	192
D/ Evolution des contraintes en simple traction et simple compression	193
1/ Modélisation	193
2/ Conclusion	193
E/ Fatigue répétée	196
1/ Modélisation	196
2/ Conclusion	196
F/ Fatigue alternée	
1/ Modélisation	198
2/ Conclusion	198
G/ Conclusion	201
Références chapitre VIII	202

CHAPITRE VIII :

CONTRAINTES INTERNES :

A/ INTRODUCTION :

Nos résultats expérimentaux nous ont permis de dépeindre le comportement des microstructures de déformation en fatigue répétée en fonction de deux paramètres qui sont : la quantité de déformation (directement liée à la vitesse de déformation et à la contrainte), et le nombre de cycles. Nous avons notamment dégagé l'évolution de l'anisotropie micromécanique de la déformation.

Nous nous proposons dans ce chapitre d'interpréter de façon plus précise que nous l'avons fait au chapitre VII le comportement micromécanique du superalliage à la lumière d'estimations de contraintes internes, et le comportement du superalliage en fatigue.

Ces contraintes internes sont :

1/ la contrainte interne provenant de l'écart paramétrique entre les deux phases (bien connue : cf. chapitre I en B.1.g. γ)

2/ La contrainte interne provenant de l'effet fortement composite de l'alliage. Cette contrainte trouve son existence dans la partition de la contrainte appliquée entre les deux phases.

B/ CONTRAINTES INTERNES :

B.1/ EFFET COMPOSITE DU SUPERALLIAGE :

Nous nous sommes inspirés du modèle composite de la plasticité de Mughrabi, présenté en 1979 pour les distributions inhomogènes de déformation plastique adoptées par les métaux monophasés en fatigue (Mughrabi 1979).

Ce modèle composite est basé sur des calculs de plasticité de matériaux composites fibreux. L'idée de considérer les superalliages en tant que composites a déjà été exploitée par d'autres auteurs (Kuhn 1991, Mughrabi 1992 pour le SRR99, Véron 1995 dans le cadre d'un modèle de coalescence de l'AM1).

Nous assimilons le superalliage à la structure composite présentée en figure VIII.1. Elle est composée de la juxtaposition de colonnes mixtes (contenant les deux phases) et de colonnes composées d'un couloir vertical de phase γ .

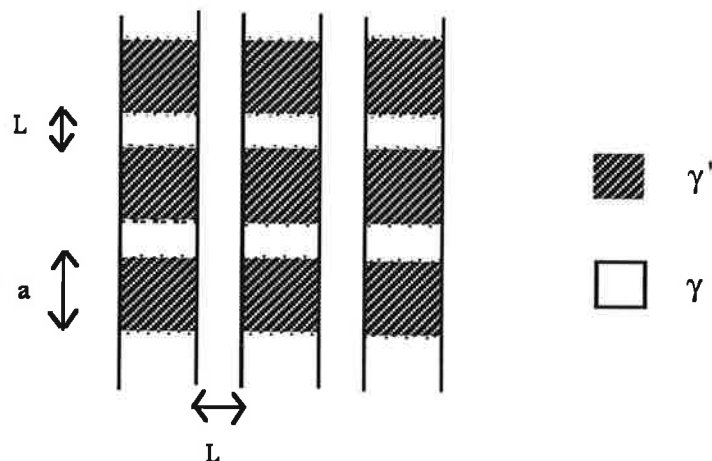


Figure VIII.1 : Description de la structure du superalliage comme un composite

Nous considérons cette structure sous contrainte unidirectionnelle σ_a , et nous nous intéressons à sa déformation selon l'axe de sollicitation $\langle 001 \rangle$.

Nous restreignons l'approche à cette direction afin de refléter simplement les choses. Il est clair qu'une étude plus élaborée pourrait tenir compte de la déformation dans les directions perpendiculaires.

En effet, lors d'une traction σ_a , l'alliage subit des contraintes de compression dans les directions perpendiculaires d'une valeur $\alpha \cdot \sigma_a$ ($\alpha < 1$). On considère ici que α est négligeable devant 1 afin de simplifier.

VIII. Contraintes internes

On découpe le composite en deux parties (cf. figure VIII.2), ce qui revient à interdire le déplacement de matière d'une partie à l'autre.

Puis, sur la base de la compatibilité de déformation des colonnes, nous montrons l'existence de contraintes internes dans la partie 1 et l'absence pour la partie 2, et nous la calculons.

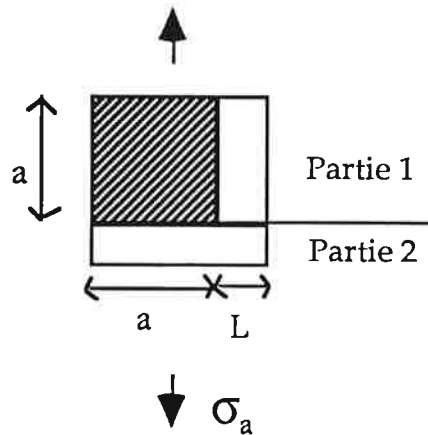


Figure VIII.2 : Partie 1 et 2 du composite

• Soit tout d'abord la partie 1 :

Si on appelle ϵ_γ la déformation totale de la phase γ (respectivement $\epsilon_{\gamma'}$ celle de la phase γ') suivant l'axe de sollicitation,

alors :
$$\epsilon_\gamma = \epsilon_{\gamma'} \quad (1)$$

On considère alors les lois d'érouissage des deux phases (figure VIII.3), avec l'hypothèse simpliste que les modules d'Young des deux phases sont égaux à E .

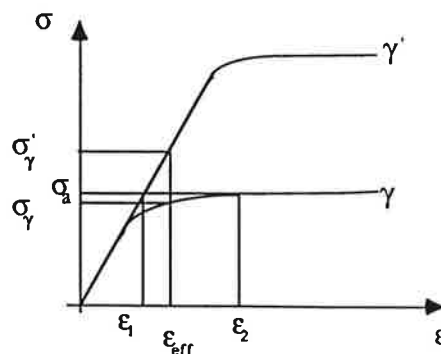


Figure VIII.3 : Lois d'érouissage des deux phases. ϵ_1 (ϵ_2) est la déformation des phases γ (γ') libres sous une contrainte σ_a . ϵ_{eff} est la déformation des deux phases assemblées (i.e. la déformation effective dans le superalliage).

On peut constater que :

1/ tant que les deux phases se déforment élastiquement (cas où la contrainte appliquée est inférieure à la limite d'élasticité), l'état de contrainte est le même dans les deux phases, mais que

2/ dès qu'une des phases (en l'occurrence ici γ) se déforme plastiquement, les contraintes dans les deux phases ne peuvent plus être égales du fait de la compatibilité de déformation de celles-ci.

On obtient alors une situation intermédiaire de déformation où la phase la plus ductile γ se déforme moins que si elle avait été seule à la même contrainte appliquée et où la phase la plus dure γ' se déforme plus ($\epsilon_{eff} > \epsilon_1$ et $\epsilon_{eff} > \epsilon_2$).

• Calculons les contraintes internes de compatibilité de la partie 1 :

On écrit que les contraintes locales σ_γ et $\sigma_{\gamma'}$ sont la superposition de la contrainte appliquée σ_a et des contraintes internes σ_μ et $\sigma_{\mu'}$ (dans γ et dans γ') ,et les déformations grâce aux lois d'érouissage. On obtient :

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma_\gamma = \sigma_\mu + \sigma_a \quad (2) \\ \sigma_{\gamma'} = \sigma_{\mu'} + \sigma_a \quad (3) \\ \epsilon_{\gamma'} = \frac{\sigma_{\gamma'}}{E} \quad (4) \\ \epsilon_\gamma = \frac{\sigma_\gamma}{E} + \frac{\sigma_\gamma - \sigma_0}{h} \quad (5) \end{array} \right.$$

Avec h le coefficient d'érouissage de la phase γ

σ_0 la limite d'élasticité de la phase γ dans le superalliage (cela comprend la contrainte d'Orowan, la contrainte nécessitée par la solution solide et la contrainte provenant de l'écart à la coïncidence).

La loi d'Albenga est vérifiée (la moyenne volumique des contraintes internes est nulle) :

$$F_\gamma \sigma_\mu + F_{\gamma'} \sigma_{\mu'} = 0 \quad (6)$$

$$L \sigma_\mu + a \sigma_{\mu'} = 0 \quad (6)$$

où F est la fraction volumique des phases dans la partie 1.

La résolution de (1) à (6) conduit à la valeur littérale des contraintes internes.

$$\sigma_\mu = - \frac{\sigma_a - \sigma_0}{\frac{h}{E} \left(1 + \frac{L}{a}\right) + 1}$$

et $\sigma_{\mu'} \approx - L/a \sigma_\mu$

• Soit la partie 2 : (partie complémentaire de la partie 1)

Cette partie ne "voit" aucun effet composite similaire à celui que l'on vient de présenter puisqu'elle est composée de la même phase tout du long.

Ce calcul a implicitement supposé que la contrainte interne σ_{μ} est uniforme, ce qui n'est pas exactement le cas dans la réalité.

En effet, la possibilité des couloirs de se déformer augmente au fur et à mesure que l'on s'éloigne des deux faces : la contrainte interne possède le profil de la figure VIII.4 dans le couloir. Aussi, le milieu des couloirs subit une contrainte minimale. La déformation va se faire comme en figure VIII.5. On note que l'intersection des couloirs est le siège de contraintes internes complexes.

La valeur que l'on vient de calculer est donc la valeur maximale de la contrainte interne de compatibilité dans le couloir. Cette valeur maximale est atteinte près des interfaces.

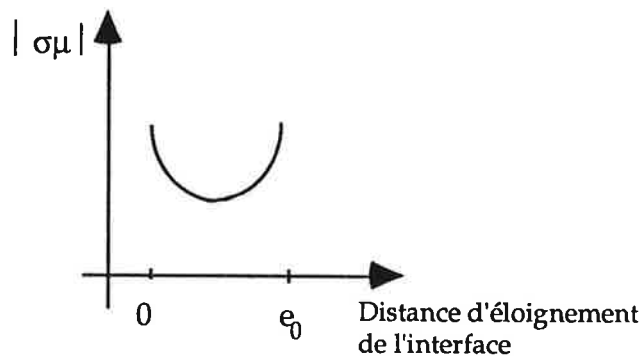


Figure VIII.4 : Profil de la contrainte de compatibilité dans le couloir vertical

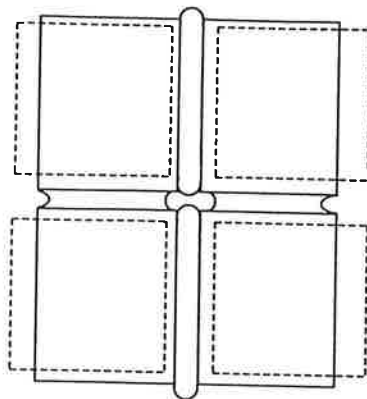
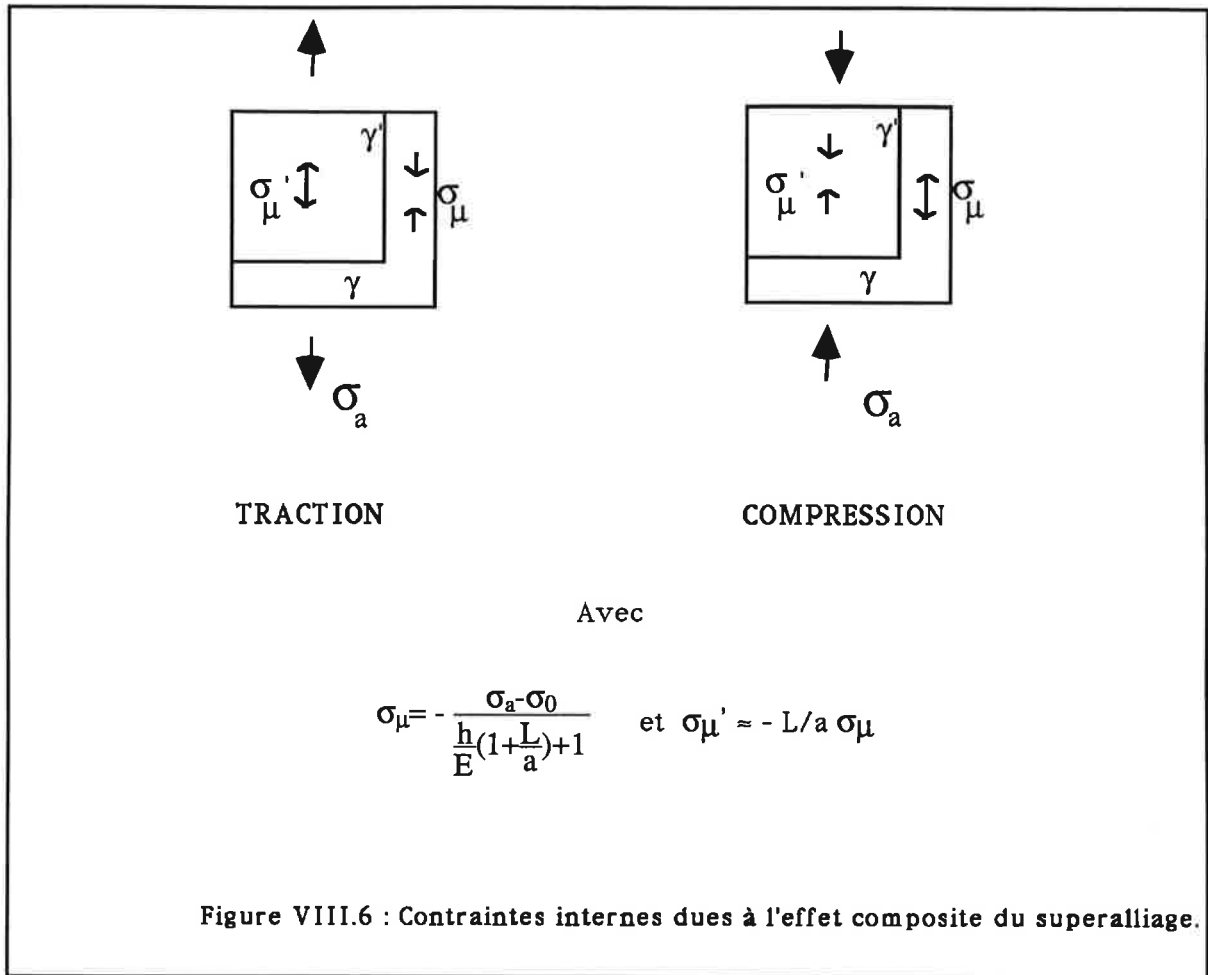


Figure VIII.5 : Évolution morphologique sous contrainte : trait continu.
Superaliage sous contrainte nulle : trait pointillé.

• Synthèse de l'effet composite :

Dès que le couloir vertical se déforme plastiquement, il apparaît des contraintes internes dites de compatibilité s'opposant à la déformation dans le couloir vertical ductile, et renforçant la contrainte appliquée dans le précipité "dur". La figure VIII.6 résume l'effet composite en traction et en compression.



Estimation numérique :

avec $h = \mu / 50 \approx 10-20$ GPa

$E = 90$ GPa

$L/a = 0,4$

On trouve :

$$\sigma_{\mu} \approx -0,8 \cdot (\sigma_a - \sigma_0)$$

$$\sigma_{\mu}' \approx +0,3 \cdot (\sigma_a - \sigma_0)$$

Ces valeurs sont d'autant plus grandes qu'on est loin de la limite d'élasticité.

B.2/ ÉCART PARAMÉTRIQUE :

Avant toute déformation, à 950°C, l'AM1 présente un écart paramétrique δ qui crée des contraintes internes de compression dans la matrice γ .

Nous faisons un calcul simple de cette contrainte afin d'évaluer l'effet de celle-ci sur l'activation des différents systèmes de glissement.

Pour cela nous reprenons un calcul réalisé par Saada (1989) où le champ de contrainte dû à une inclusion a été calculé dans le cadre de l'élasticité linéaire. Nous l'adaptions à un cube dont les faces sont perpendiculaires aux trois axes du trièdre direct (x_1, x_2, x_3) .

Ce résultat donne le champ de contraintes dans le matériau contenant l'inclusion (ici γ), il vaut pour la face 3 (face perpendiculaire à x_3) :

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma_{11} = \mu \left(\frac{1+\nu}{1-\nu} \right) \cdot \varepsilon \\ \sigma_{22} = \mu \left(\frac{1+\nu}{1-\nu} \right) \cdot \varepsilon \\ \sigma_{12} = 0. \end{array} \right.$$

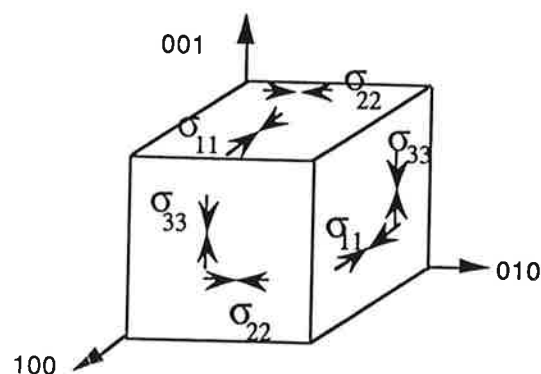
avec ε la déformation de la phase contenant l'inclusion donc $= \delta$
 μ le module moyen de cisaillement
 ν le coefficient de Poisson.

par symétrie on obtient pour la face i ($i \in \{1,2,3\}$) $\sigma_{ij} = \mu \left(\frac{1+\nu}{1-\nu} \right) \cdot \delta$ (cf. figure VIII.7)

ou bien

$$\sigma_{ij} = K \cdot \delta \quad \text{avec} \quad K = \mu \left(\frac{1+\nu}{1-\nu} \right)$$

$j \neq i, j = 1, 2 \text{ ou } 3.$



$$\sigma_{ij} = K \cdot \delta \quad \text{avec} \quad K = \mu \left(\frac{1+\nu}{1-\nu} \right)$$

$j \neq i, j = 1, 2 \text{ ou } 3.$

Figure VIII.7 : Effet de l'écart paramétrique dans le superalliage : contraintes internes.

VIII. Contraintes internes

L'écart paramétrique est négatif, on retrouve bien des contraintes de compression.

On peut calculer les contraintes projetées pour un système de glissement (\vec{b}, \vec{n}) avec la relation de Peach-Koehler :

si

$$\begin{aligned} \vec{b} &: \text{direction de glissement.} & \vec{b} &= (b_1, b_2, b_3). \\ \vec{n} &: \text{Normale du plan de glissement.} & \vec{n} &= (n_1, n_2, n_3). \\ \vec{b}^n &: \text{direction de glissement normalisée.} & \vec{b}^n &= (b_1^n, b_2^n, b_3^n). \end{aligned}$$

alors :

$$\sigma_{PK} = \sum_{i=1}^3 \sum_{j=1}^3 \sigma_{ij} b_i^n n_j \quad (\text{Relation de Peach-Koehler})$$

On obtient alors :

$$\left\{ \begin{aligned} \sigma_{PK}^H &= b_3^n n_3 (\sigma_a - K\delta) \\ \sigma_{PK}^{V1} &= \sigma_a (b_3^n n_3) - K \delta (b_2^n n_2) \\ \sigma_{PK}^{V2} &= \sigma_a (b_3^n n_3) - K \delta (b_1^n n_1) \end{aligned} \right.$$

avec H pour symboliser le couloir horizontal (perpendiculaire à $\langle 001 \rangle$)

V₁ et V₂ les deux couloirs verticaux (contenant l'axe $\langle 001 \rangle$).

La figure VIII.8 donne les valeurs littérales obtenues agissant sur tous les systèmes de glissement octaédriques pour les différents couloirs.

Ces calculs montrent (par exemple) que la direction $\langle 011 \rangle$ est activée. Cette direction se propage soit dans $\{11\bar{1}\}$ soit dans $\{\bar{1}11\}$. On peut alors reprendre les considérations de Buffière. L'intersection de chaque plan de glissement possible avec les interfaces est considérée (cf figure VIII.9). La dislocation forme un brin vis sur $\{100\}$, un brin coin sur $\{010\}$ et mixte à 60° sur $\{001\}$ (glissement dans $\{11\bar{1}\}$).

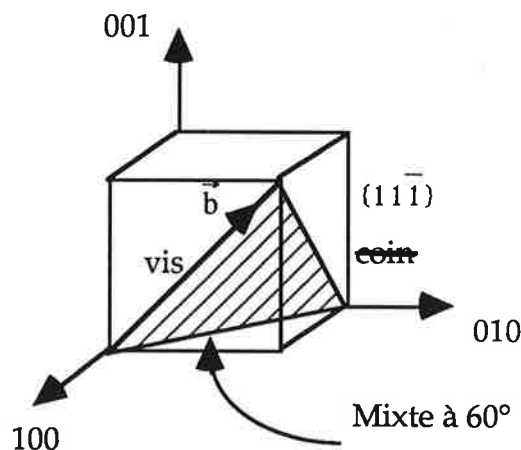


Figure VIII.9 : Intersection d'un plan de glissement d'une direction de glissement sollicitée en traction avec un précipité cubique.

VIII. Contraintes internes

Le brin vis n'a aucune action sur les contraintes de cohérence, ~~le brin coin apporte un plan supplémentaire de type {010} dans la matrice près de cette interface ; Buffière considère ce cas comme une augmentation de l'écart. Nous pensons plutôt qu'il n'a aucune action sur cet écart puisque l'écart se trouve dans les directions contenues dans le plan supplémentaire.~~ Enfin le brin mixte à 60° relaxe l'écart dans l'interface {001}. C'est le point important.

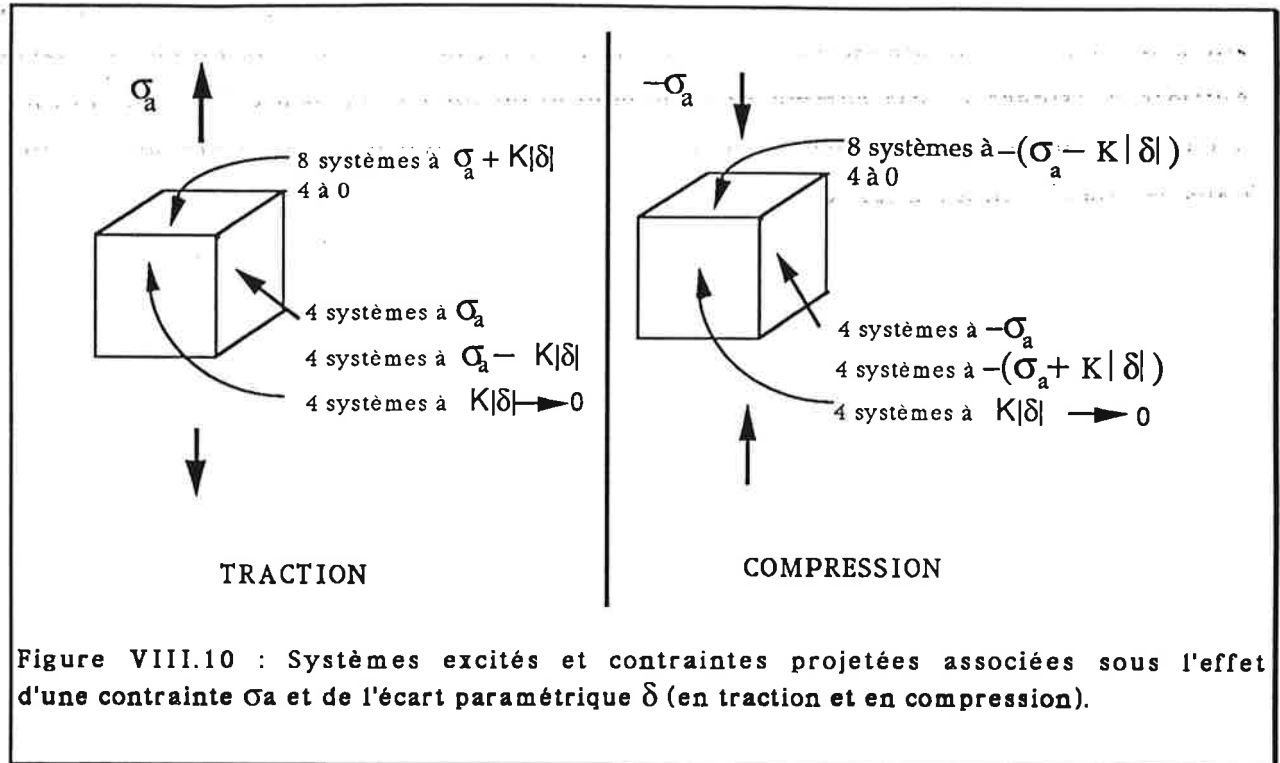
Si on regarde la contrainte projetée de cette direction dans les deux couloirs, on constate que l'écart paramétrique a pour effet d'inhiber ce système dans un des deux couloirs verticaux (ici V_2 - cf. figure VIII.8).

L'effet paramétrique a donc pour effet double

1) de favoriser les dislocations déjà excitées par la contrainte appliquée dans les couloirs H (dislocations qui, même sans contrainte de cohérence, sont des dislocations "relaxantes"),

2) d'inhiber ces systèmes dans un des deux couloirs, une fois que celui-ci est réduit dans le couloir H ; les contraintes de cohérence n'existent plus, et certains systèmes (ceux dont la contrainte projetée est la plus forte) sont excités de façon égale dans les couloirs H et V_1 ou V_2 à σ_a . L'extension dans les couloirs V peut se faire. La déformation continue à se faire dans les couloirs H et on peut supposer que ces dislocations peuvent alors changer le signe de l'écart.

Dans les couloirs verticaux, la déformation se fait petit à petit et l'écart s'y réduit ; une fois qu'il est complètement réduit, tous les systèmes de glissement alors excités dans les couloirs le sont à la même contrainte.



La figure VIII.10 visualise en traction et en compression le nombre de systèmes activés ainsi que leur contrainte d'activation. Tous les systèmes activés sont des systèmes qui relaxent les contraintes de cohérence (en traction comme en compression).

Ces calculs montrent qu'en traction et en compression le nombre de systèmes de glissement activés n'est pas systématiquement le même dans les deux types de couloirs et que, quel que soit le niveau de contrainte appliqué, les couloirs horizontaux sont plus sollicités que les couloirs verticaux en traction et inversement en compression. Nous détaillons cette analyse à partir de D/ .

C/ SYNTHÈSE SUR LES CALCULS DE CONTRAINTE :

Lorsqu'aucune déformation n'est encore apparue, donc en début de sollicitation, la contrainte due à l'écart paramétrique existe et agit afin de favoriser ou inhiber certains systèmes de glissement en fonction du couloir. Les dislocations formées viennent réduire l'écart paramétrique aux interfaces et donc diminuer les contraintes associées (Buffière 1992, Buffière et al 1995, chapitre 5 et 6).

Si une déformation apparaît dans les couloirs verticaux l'effet composite apparaît aussitôt et agit pour gêner la déformation dans ces couloirs.

Nous traitons l'évolution des contraintes pour tous les cas qui nous intéressent dans cette étude, afin de retrouver le comportement du superalliage :

- un essai de simple traction
- un essai de simple compression
- un essai de traction répétée ($R_{\epsilon}=0$)
- un essai de fatigue alternée

Nous avons pris différents niveaux de contrainte.

Les contraintes provenant de l'écart paramétrique sont non nulles uniquement pour un très petit nombre de cycles (on montre au chapitre 5 et 6 que l'écart est relaxé très tôt). Pour les essais de sollicitations simples (en traction et en compression) les deux contraintes agissent.

Pour les essais de fatigue $R_{\epsilon}=0$ et $R_{\epsilon}=-1$, on suppose que l'écart est relaxé après le nombre de cycles N_0 (très petit). Dès que N est supérieur à N_0 , seule la contrainte de compatibilité a un effet (si les couloirs sont déformés bien sûr).

On donnera les résultats du nombre de systèmes sollicités avec leur contraintes projetées sous la forme de tableaux.

D/ ÉVOLUTION DES CONTRAINTES INTERNES EN SIMPLE TRACTION ET EN SIMPLE COMPRESSION :

D.1/ MODÉLISATION :

Considérons la contrainte appliquée σ_a de $\sigma_0 - K|\delta|$. A l'aide de la figure VIII.10 on peut voir que :

- en traction 8 systèmes sont activés dans le couloir horizontal (perpendiculaire à $\langle 001 \rangle$) et aucun n'est activé dans les couloirs verticaux (V_1 et V_2)
- en compression, 4 systèmes sont activés dans chaque couloir vertical (pas les mêmes) alors qu'aucun n'est activé dans les couloirs horizontaux.

En traction, aucune contrainte de compatibilité n'apparaît puisqu'aucune déformation n'affecte les couloirs verticaux.

En revanche, lors d'une compression, cette contrainte existe et gêne la déformation ultérieure.

On raisonne de cette façon pour les différents niveaux de contrainte suivants :

$\sigma_0 - K|\delta|$, σ_0 , $\sigma_0 + K|\delta|$, $\sigma_0 - K|\delta| + \sigma_\mu$. On regarde d'abord l'effet de l'écart paramétrique sur les systèmes de glissement excités, puis si une déformation apparaît dans les couloirs verticaux, la contrainte de compatibilité surgit et gêne la déformation ultérieure. La valeur de σ_μ est prise égale à une constante de l'ordre de $K|\delta|$ pour plus de simplicité.

Nous avons regardé l'effet de ces contraintes sur les différents systèmes de glissement et placé les résultats dans le tableau VIII.1.

Les systèmes fortement excités sont notés ++, les systèmes très excités sont notés +, les systèmes gênés sont notés -, les systèmes très gênés sont notés -- (les contraintes projetées effectives sont indiquées dans la légende du tableau).

D.2/ CONCLUSION :

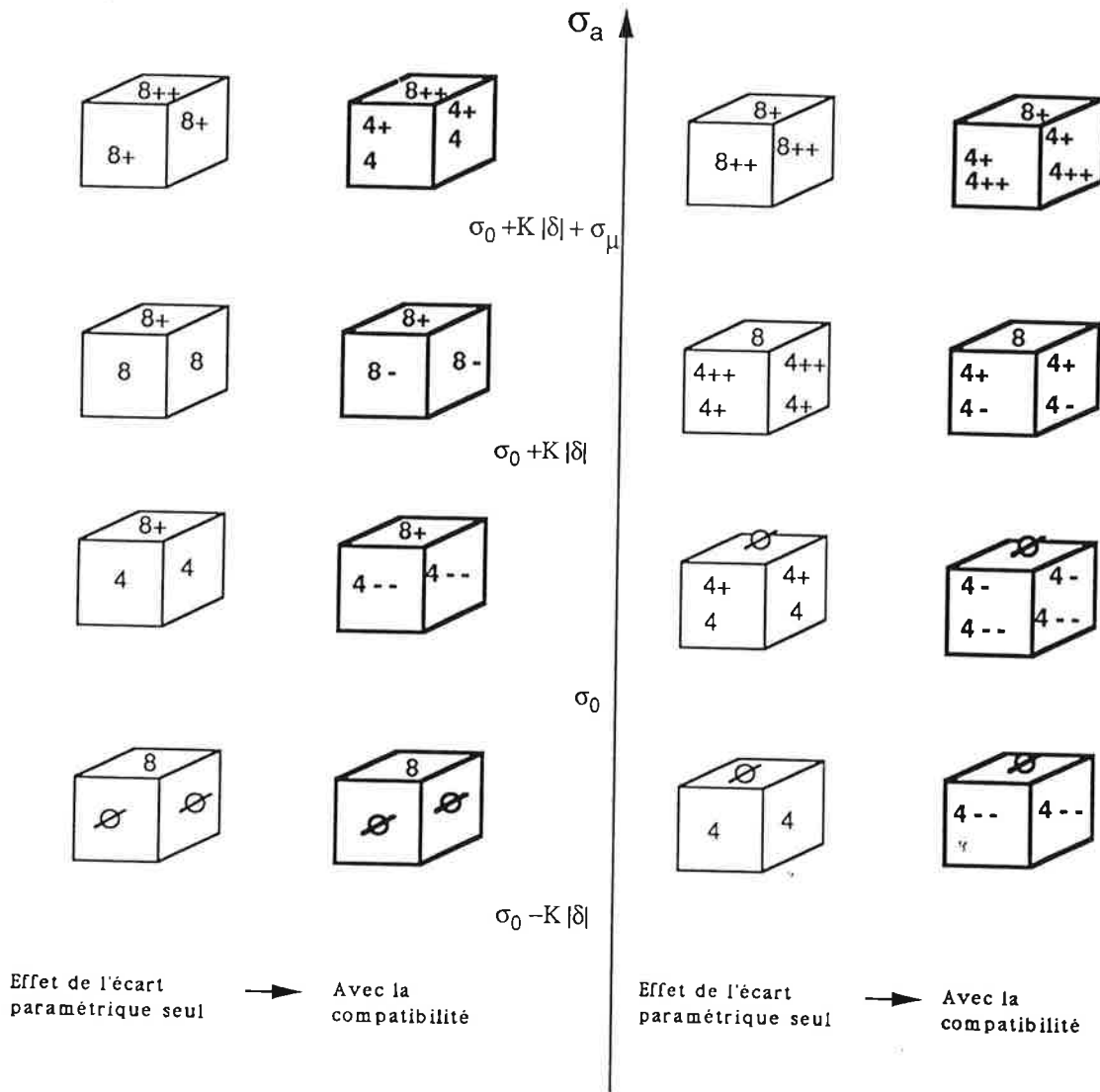
On retrouve bien la différence de comportement de l'alliage en traction et compression simple :

- **déformation préférentielle des couloirs horizontaux en traction,**
- **déformation préférentielle des couloirs verticaux en compression.**
- A contrainte égale, en traction et compression, par exemple σ_0 , on voit que dans les couloirs horizontaux en traction, 8 systèmes sont très sollicités, alors qu'en

MODELISATION DU COMPORTEMENT

EN SIMPLE TRACTION
N=1

EN SIMPLE COMPRESSION
N=1



Légende :

++	→ $\sigma_0 + K \delta + \sigma_\mu$ ou plus	rien	→ σ_0	--	→ $\sigma_0 - \sigma_\mu$
+	→ $\sigma_0 + K \delta $ ou $\sigma_0 + \sigma_\mu$	-	→ $\sigma_0 + K \delta - \sigma_\mu$	∅	→ Aucun système activé

Tableau VIII.1 : Modèle de comportement du superalliage en traction et compression. L'écart paramétrique n'est pas réduit. Nombre de systèmes de glissement excités et valeurs des contraintes projetées associées selon le couloir.

compression, 4 systèmes sont inhibés et 4 autres très inhibés. On explique ainsi le nombre moins important de systèmes de glissement observé dans ces couloirs en compression, et donc l'absence des réseaux dans les couloirs déformés en compression.

- En traction, on retrouve que les couloirs horizontaux sont toujours plus sollicités que les couloirs verticaux. On note que l'anisotropie diminue avec l'augmentation de la contrainte, à $\sigma_0 - K|\delta|$ il n'y a rien dans les couloirs verticaux et 8 systèmes activés dans les couloirs horizontaux, alors qu'à $\sigma_0 + K|\delta|$, 8 systèmes sont très activés dans les couloirs horizontaux mais 8 systèmes sont activés aussi dans les couloirs verticaux (dont 4 très). L'anisotropie diminue avec l'augmentation de la contrainte.

E/ FATIGUE RÉPÉTÉE :

E.1/ MODÉLISATION :

La fatigue $R_e=0$ débute par une simple traction. Comme nous l'avons déjà noté en C/, la chute des contraintes dues à l'écart paramétrique est très rapide (N_0 petit).

On reprend donc le cas d'une simple traction ($N=1$), et on traite le cas d'une traction où l'écart paramétrique est réduit (cycle $N > N_0$) et où seules la contrainte appliquée et la contrainte de compatibilité agissent.

Le tableau VIII.2 présente les résultats de l'analyse du nombre de systèmes sollicités et leur contraintes projetées.

Ce qui se passe en $N=1$ symbolise ce qui se passe dans l'alliage jusqu'à ce que l'écart paramétrique soit réduit, de même pour $N > N_0$ après.

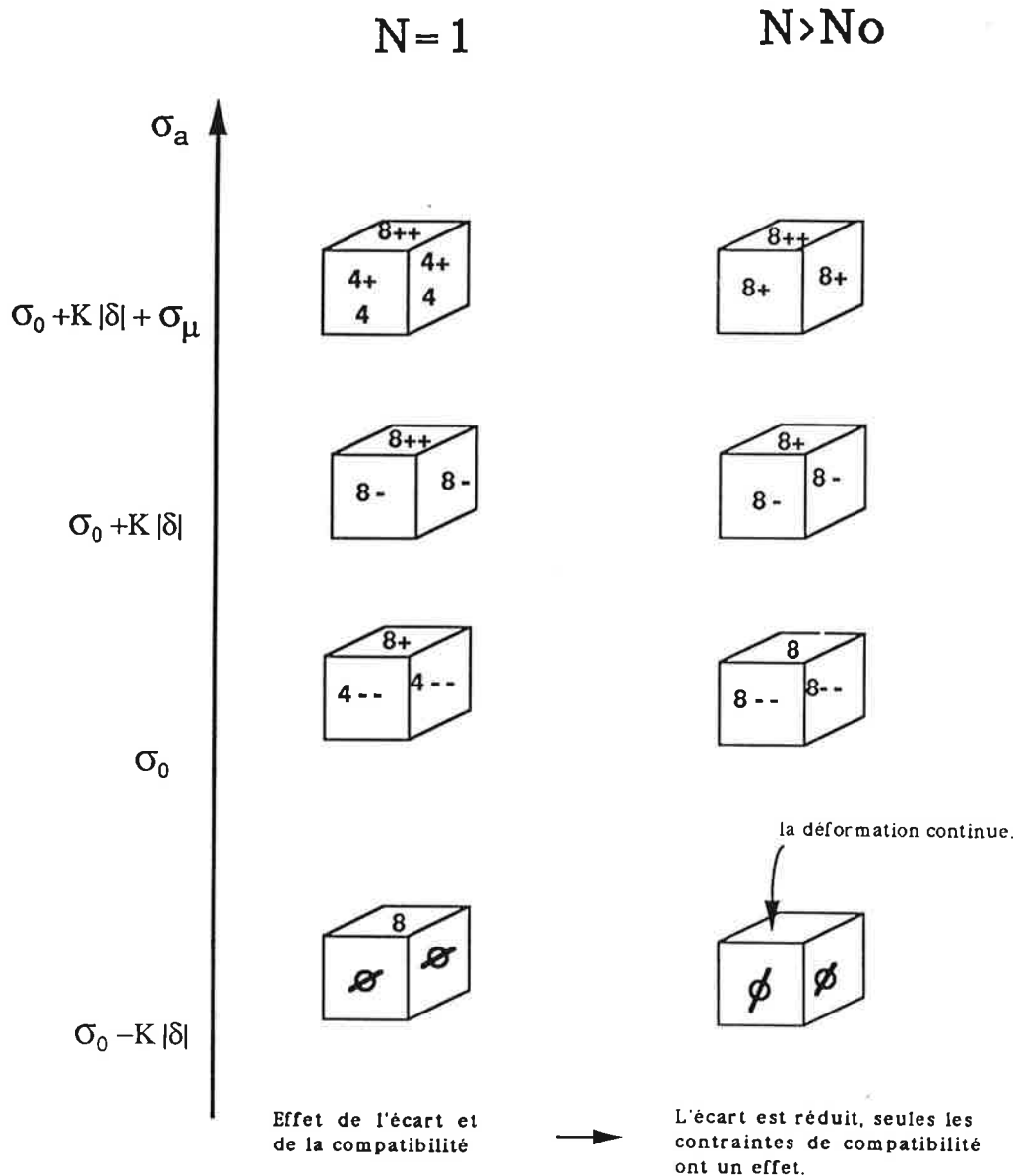
Comme on peut le voir, l'écart paramétrique a pour rôle de diminuer les contraintes projetées sur les différents systèmes dans les couloirs verticaux et de les augmenter dans les couloirs horizontaux.

E.2/ CONCLUSION :

- On retrouve la chute de l'anisotropie de déformation même pour $N > N_0$ quand la contrainte augmente.

- La deuxième observation expérimentale que l'on retrouve dans notre modélisation est la chute de l'anisotropie avec l'augmentation du nombre de cycles. Une fois l'écart paramétrique réduit, les couloirs verticaux sont moins inhibés et les couloirs horizontaux plus sollicités.

MODÉLISATION DU COMPORTEMENT EN FATIGUE $R_{\epsilon}=0$



Légende :

<p>++ → $\sigma_0 + K \delta + \sigma_\mu$ ou plus</p> <p>+ → $\sigma_0 + K \delta$ ou $\sigma_0 + \sigma_\mu$</p>	<p>rien → σ_0</p> <p>- → $\sigma_0 + K \delta - \sigma_\mu$</p>	<p>-- → $\sigma_0 - \sigma_\mu$</p> <p>∅ → Aucun système activé</p>
---	---	--

Tableau VIII.2 : Modèle de comportement du superalliage en fatigue répétée. On considère le premier cycle et un cycle à partir duquel l'écart paramétrique est réduit. Nombre de systèmes de glissement excités et valeurs des contraintes projetées associées selon le couloir.

F/ MODÉLISATION EN FATIGUE ALTERNÉE :

F.1/ MODÉLISATION :

La fatigue $R_e=-1$ débute par une simple traction suivie d'une simple compression, on reprend donc les résultats du tableau VIII.1. Et on traite le cas d'une traction et d'une compression lorsque l'écart paramétrique est relaxé (cf. tableau VIII.3).

Le tableau VIII.4 donne la modélisation du comportement du superalliage en fatigue $R_e=-1$. On a considéré comme en fatigue $R_e=0$ le premier cycle et un cycle pour lequel l'écart paramétrique est réduit.

F.2/ CONCLUSION :

Grâce à ce modèle, on retrouve le comportement expérimental du superalliage en fatigue alternée. Les observations que nous avons réalisées correspondent au plus bas niveau de contrainte considéré, puisqu'en traction, pour la même contrainte, rien n'était observé dans les couloirs verticaux (et inversement en compression).

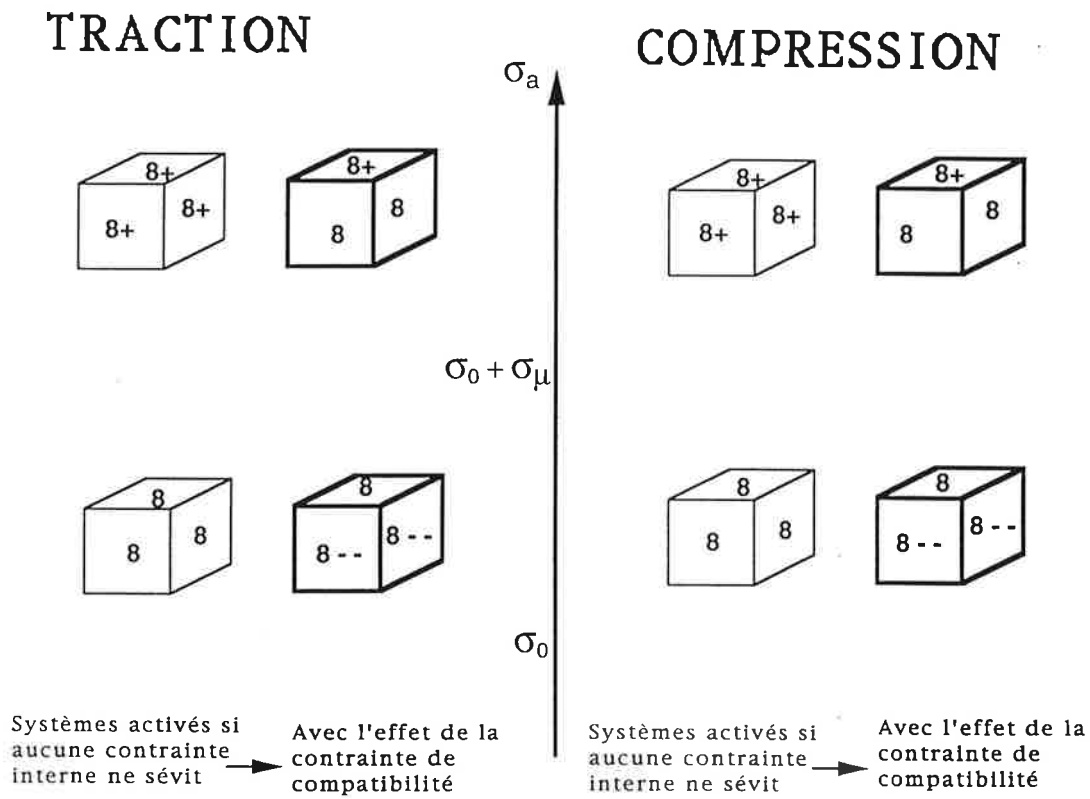
Notre modèle prédit qu'à plus forte contrainte, sans faire intervenir le cisaillement, la déformation doit se faire de façon beaucoup plus homogène dans les deux types de couloirs, que ce soit en traction ou compression.

Quand le nombre de cycles augmente, diffusion mise à part, l'effet composite favorise la déformation dans les couloirs horizontaux.

On pourrait sophisticationner le modèle en supposant que l'écart paramétrique n'est pas réduit au même nombre de cycles pour les deux types de couloirs (cf raisonnement au chapitre VII en C.2.b).

COMPORTEMENT D'UN CYCLE N

$N > N_0$
EN FATIGUE $R_\epsilon = -1$

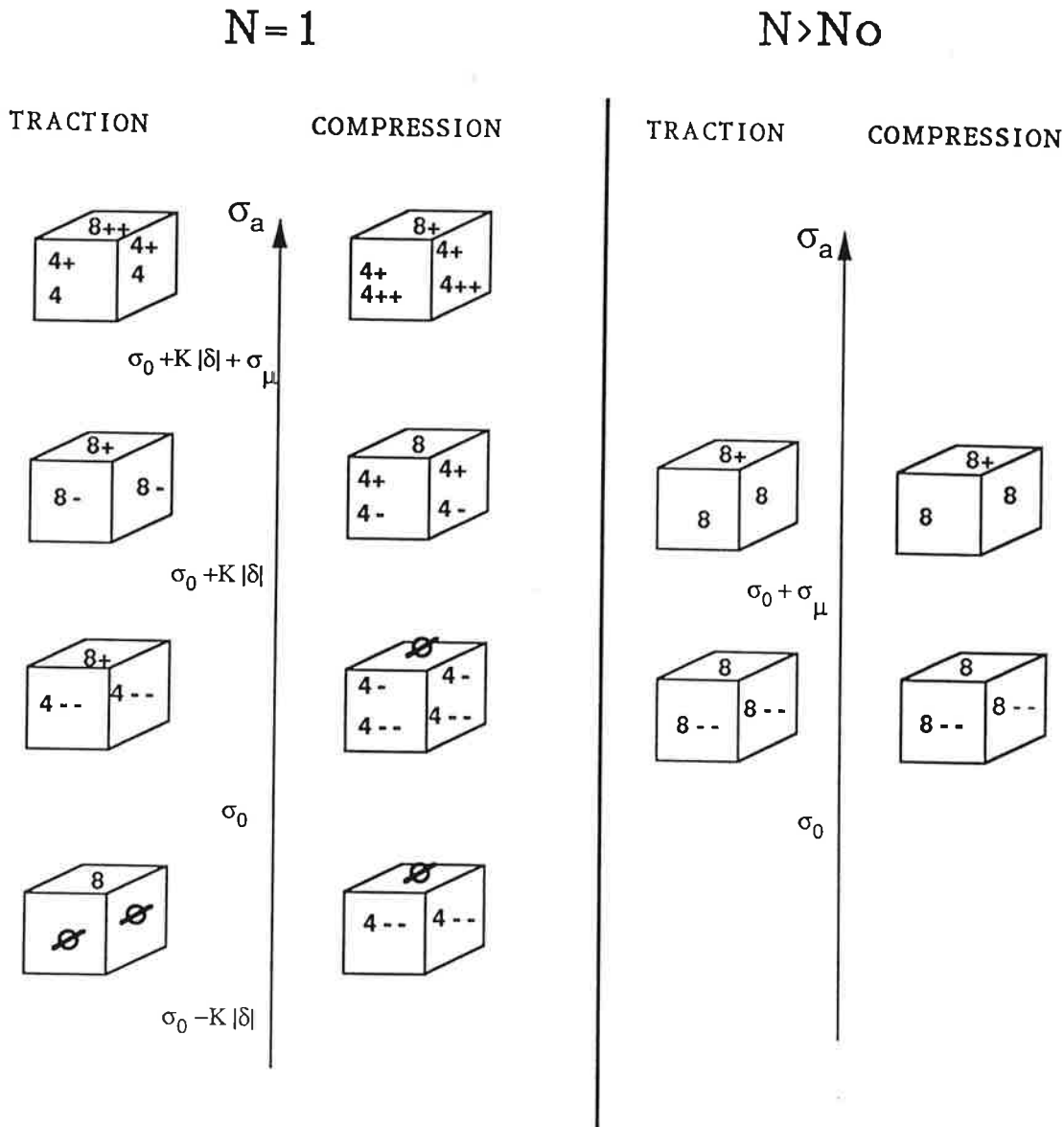


Légende :

+	→	$\sigma_0 + \sigma_\mu$	-	→	$\sigma_0 - \sigma_\mu$
rien	→	σ_0	∅	→	Aucun système activé

Tableau VIII.3 : Modèle de comportement du superalliage pour un cycle à partir duquel l'écart paramétrique est réduit.
Nombre de systèmes de glissement excités et valeurs des contraintes projetées associées selon le couloir.

MODÉLISATION DU COMPORTEMENT EN FATIGUE $R_{\epsilon} = -1$



Légende :		
++ \rightarrow $\sigma_0 + K \delta + \sigma_{\mu}$ ou plus	rien \rightarrow σ_0	-- \rightarrow $\sigma_0 - \sigma_{\mu}$
+ \rightarrow $\sigma_0 + K \delta $ ou $\sigma_0 + \sigma_{\mu}$	- \rightarrow $\sigma_0 + K \delta - \sigma_{\mu}$	\emptyset \rightarrow Aucun système activé

Tableau VIII.4 : Modèle de comportement du superalliage en fatigue alternée. On considère le premier cycle et un cycle à partir duquel l'écart paramétrique est réduit. Nombre de systèmes de glissement excités et valeurs des contraintes projetées associées selon le couloir.

G/ CONCLUSION :

Il est clair que cette "modélisation" est simple ; elle ne concerne que la déformation dans la matrice et ne tient pas compte des cisaillements, de la diffusion, et donc de la coalescence.

Ces calculs de concentration de contrainte sont des estimations qualitatives et nous permettent de dégager une différenciation géométrique pour la déformation, fonction du couloir de matrice considéré ainsi qu'une différence de comportement dépendant du mode de sollicitation que ce soit en compression, en traction, en fatigue répétée, ou en fatigue alternée.

Les différenciations géométriques prévues par le "modèle" sont celles qui sont observées expérimentalement :

on retrouve le caractère anisotrope et son évolution en fatigue $R_e=0$,

on retrouve la différence de comportement en traction et compression,

et on retrouve le comportement en fatigue alternée pour les petits nombres de cycles. Pour les grands nombres, c'est impossible puisque la coalescence des précipités a lieu très vite dans le matériau.

RÉFÉRENCES CHAPITRE VIII

Buffière J.Y. et Ignat M., 1995, Acta Met. Mat., Vol.43, N°5,pp1791-1797.

Buffière Jean Yves, 1993, Thèse de l'INPG (Grenoble), "Contribution à l'étude du comportement anisotrope d'un superalliage par essais de flexion".17 Juin 1993.

Kuhn H.-A., Biermann H., Ungár T., Mughrabi H., 1991, Acta. Met. Mat. Vol. 39, N°11,pp2783-2794.

Mughrabi H., 1979, Microscopic Mechanisms of Metals Fatigue ICSMA5 Vol.3,p1636.

Mughrabi H., Biermann H., Ungár T., 1992, Superalloys 1992, The Minerals, Metals & Materials Society.

Saada G.,1989, J. Phys, 50 pp2505-2517.

Véron Muriel, Thèse de l'INPG, "Etude et modélisation de la coalescence orientée dans les superalliages à base de nickel".17 Janvier 1995.

CONCLUSION GÉNÉRALE



L'originalité du travail présenté dans ce mémoire tient au manque important de connaissances des mécanismes élémentaires régissant la déformation dans les superalliages lors du stade d'accommodation en fatigue isotherme, notamment en fatigue répétée.

Ce travail a donc été entrepris dans le but de comprendre l'évolution des microstructures de déformation en fatigue $R_E=0$, d'apporter des renseignements sur la fatigue alternée, et de comprendre l'apparition de bandes de glissement.

Pour cela, nous avons étudié le comportement microstructural du superalliage AM1 sollicité en fatigue à 950°C (1223K) suivant la direction $\langle 001 \rangle$. Nous avons réalisé des essais de fatigue $R_E=0$ et $R_E=-1$, et avons observé les microstructures de déformation par Microscopie Électronique en Transmission.

Un des résultats essentiels est d'avoir caractérisé les microstructures et d'avoir dégagé leur évolution en fonction du nombre de cycles, ainsi qu'en fonction de la déformation totale pour la fatigue $R_E=0$.

En fatigue $R_E=0$, nos observations mettent en évidence le caractère très anisotrope des microstructures. Lors de sollicitations en fatigue, la déformation commence par se localiser uniquement dans les interfaces perpendiculaires à l'axe de sollicitation $\langle 001 \rangle$. Cette déformation se caractérise par des réseaux de dislocations à 6 côtés logés aux interfaces matrice/précipité, et nous montrons que ces réseaux relaxent l'écart paramétrique existant entre les deux phases.

Le comportement en fatigue répétée dépend alors du niveau de contrainte (liée au niveau de la déformation totale imposée). Si la contrainte est forte, le cisaillement des précipités et la montée des dislocations sont efficaces, et ont pour effet d'homogénéiser très vite la déformation : le caractère anisotrope disparaît complètement. Si la contrainte est faible, le caractère anisotrope n'est pas modifié et la coalescence dirigée des précipités, perpendiculaire à $\langle 001 \rangle$ (comme en fluage traction), intervient avant que l'extension de la déformation aux couloirs parallèles à $\langle 001 \rangle$ ne puisse se faire.

On a ainsi pu dresser une véritable carte de ces microstructures, en fonction du nombre de cycles et en fonction de la déformation totale, en y plaçant les mécanismes qui les influencent.

L'étude de la fatigue $R_{\epsilon}=-1$ est plus modeste.

Nous montrons cependant qu'une sollicitation en fatigue alternée produit le même type de coalescence dirigée (type N) qu'en fatigue $R_{\epsilon}=0$ et en fluage traction, mais beaucoup plus rapidement qu'en fatigue répétée.

L'étude de la fatigue alternée a été complétée par l'observation de la microstructure obtenue après une compression simple. Nous montrons que la compression déforme (au contraire de la traction) uniquement les couloirs parallèles à $\langle 001 \rangle$, et selon un nombre de systèmes de glissement moins important qu'en traction. Cette observation se retrouve en fatigue alternée.

Nous **interprétons** les observations expérimentales obtenues en fatigue sur la base :

- 1/ du cisaillement des précipités à haute contrainte,
- 2/ des contraintes dues à l'écart paramétrique,
- 3/ et des effets de la diffusion ; notamment de la montée assistée par la contrainte et de la diffusion provoquée par des gradients d'énergie élastique (Modèle Véron 1995). On explique ainsi la nature des coalescences du superalliage.

Nos travaux nous ont amené à étudier de plus près **l'évolution des contraintes internes du superalliage**. Nous proposons au chapitre VIII, une chronologie de l'évolution de ces contraintes et interprétons les changements des microstructures de déformation en fonction du nombre de cycles et de l'amplitude de déformation imposée selon l'évolution de la contrainte de cohérence (écart paramétrique) et selon l'évolution d'une contrainte interne due à l'effet composite du matériau.

En ce qui concerne les **bandes de déformation**, nous apportons la confirmation de leur apparition dans les microstructures de fatigue. Nous montrons que ces bandes cisailent les précipités par superdislocations et qu'elles ont la même structure que les bandes observées classiquement dans ce type de superalliage en traction à des températures plus basses (jusqu'à 850°C). Nous pensons que ces bandes doivent plus leur apparition au comportement de l'alliage en traction qu'en fatigue.

Cette étude a permis de dégager des mécanismes de fatigue du superalliage AM1 durant le stade d'accommodation. Nous apportons ici des renseignements nouveaux.

Il reste cependant un certain nombre de choses à comprendre.

Nous proposons notamment une étude plus orientée sur le comportement de l'alliage en traction pour répondre à la question des conditions d'apparition exacte de ces bandes qui ne sont pas claires ici. Une étude observant les microstructures de déformation de l'alliage en fonction d'une désorientation systématique mesurable vis-à-vis de $\langle 001 \rangle$ permettrait de savoir si ce paramètre est déterminant ou non.

Conclusion générale

La rapidité avec laquelle la coalescence intervient en fatigue alternée (par rapport à la fatigue répétée) n'a pu être expliquée. De même que nous ne comprenons pas bien pourquoi des boucles de dislocations sont présentes aux intersections des couloirs de matrice, dès que l'alliage a subi une compression.

La fatigue alternée mériterait donc qu'on s'y attarde un peu plus.

Annexe

Facteur de Schmid

Lorsqu'un cristal est soumis à une sollicitation mécanique chaque système de glissement subit une contrainte dite résolue.

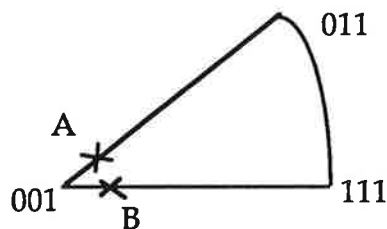
Le critère de Schmid et Boas postule que le cristal commencera à se déformer plastiquement lorsqu'au moins un des systèmes de glissement verra sa contrainte résolue σ^r dépasser une certaine valeur critique σ_c^r .

$$\sigma_c^r = \cos\lambda \cos\chi \sigma_E$$

$\cos\lambda \cos\chi$ est le facteur de Schmid où λ est l'angle entre l'axe de sollicitation et la direction de glissement \vec{b} et χ l'angle entre l'axe de sollicitation et la normale au plan de glissement.

Les tableaux donnent les valeurs des facteurs de Schmid pour les différents systèmes de glissement octaédriques dans le cas d'une sollicitation uniaxiale F égale à $[001]$, A ou B.

\vec{A} est désorienté de 6.34° de $[001]$ vers $[011]$ $\vec{A} = [0 \ 0.1 \ 0.9]$
 \vec{B} est désorienté de 8° de $[001]$ vers $[111]$ $\vec{B} = [0.1 \ 0.1 \ 1]$



Le facteur de Schmid pour les systèmes de glissement cubiques sont nuls pour $[001]$ et quasiment nuls pour A et B.

