



**HAL**  
open science

# Fluage à haute température d'un superalliage monocristallin : expérimentation in situ en rayonnement synchrotron

Laura Dirand

► **To cite this version:**

Laura Dirand. Fluage à haute température d'un superalliage monocristallin : expérimentation in situ en rayonnement synchrotron. Autre. Institut National Polytechnique de Lorraine, 2011. Français. NNT : 2011INPL079N . tel-01749489

**HAL Id: tel-01749489**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01749489>**

Submitted on 29 Mar 2018

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

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



## AVERTISSEMENT

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

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

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

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE  
Ecole Doctorale : ÉNERGIE MÉCANIQUE ET MATÉRIAUX  
Laboratoire : INSTITUT JEAN LAMOUR

## THÈSE

Présentée par

**Laura DIRAND**

Pour l'obtention du grade de Docteur de l'INPL  
Spécialité : Science et ingénierie des matériaux et métallurgie

### **Fluage à haute température d'un superalliage monocristallin : expérimentation *in situ* en rayonnement synchrotron**

Soutenue le 10 novembre 2011

Tome 1

#### **Composition du jury**

<b>COUJOU Armand</b>	Président
<b>CARON Pierre</b>	Rapporteur
<b>VIGUIER Bernard</b>	Rapporteur
<b>BASTIE Pierre</b>	Examineur
<b>CORMIER Jonathan</b>	Examineur
<b>CHATEAU-CORNU Jean-Philippe</b>	Examineur
<b>JACQUES Alain</b>	Examineur
<b>SCHENK Thomas</b>	Invité





# Remerciements

Je souhaite tout d'abord exprimer ma reconnaissance envers toutes les personnes avec lesquelles j'ai pu être en relation au cours de ma thèse et qui ont contribué de près ou de loin à l'aboutissement de ce projet.

Pendant ces trois années une grande liberté m'a été offerte pour explorer des domaines captivants des matériaux et de la métallurgie. J'adresse donc mes remerciements à mon directeur Alain Jacques qui a su me faire confiance, pour ses apports scientifiques et à mon co-directeur, également mon tuteur de monitorat Jean-Philippe Chateau-Cornu qui m'a beaucoup appris sur différentes compétences telles que la plasticité et la pédagogie en particulier.

Je tiens à remercier l'ensemble des membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail et pour leurs remarques constructives en particulier Armand Coujeu, qui a accepté de présider mon jury. Merci à Pierre Caren d'avoir été rapporteur de mon travail. Merci aussi à Bernard Viguier pour avoir accepté le rôle de rapporteur, de m'avoir invitée à présenter mon travail à Toulouse et pour l'ensemble de nos discussions notamment sur la microscopie électronique à transmission. Je remercie également Pierre Bastie et Thomas Shenk pour leur aide lors des essais au synchrotron et pour nos échanges sur la diffraction. J'adresse mes sincères remerciements à Jonathan Cormier pour sa grande disponibilité, pour sa sympathie et pour nos discussions scientifiques. Son aide a été précieuse notamment en ce qui concerne la partie microscopie électronique à balayage et analyse d'images.

J'en profite pour remercier l'ensemble des équipes qui m'ont très bien accueillie :

- l'équipe de diffraction X de l'ILL à Grenoble pour leurs conseils et leur dynamisme;
- le LMPM de l'institut P' à Poitiers pour la transmission de leur savoir-faire, l'échange scientifique et la convivialité du groupe aussi bien de la part des doctorants (en particulier Immanuel et Jean-Briac...) que des permanents (Patrick Villechaise...);
- le CIRIMAT pour ma visite qui a été des plus enrichissantes au sein d'un groupe de personnes enthousiastes pour discuter de mes travaux;
- l'ESRF à la ligne de lumière ID15 managée par Thomas Buslaps;
- DESY à la ligne de lumière BW5 gérée par Martin Von Zimmermann;

*J'adresse toute ma gratitude à Sabine Denis pour son écoute, son soutien et sa gentillesse. Merci aussi à Abdessalam Dahoun pour son appui au cours de ma thèse et sa confiance pour animer les cours de polymères.*

*Je n'oublie pas non plus les personnes avec lesquelles j'ai travaillé au cours de mes activités d'enseignements en masterat, en particulier Gérard Lescult, Gérard Michot, Silvière Barrat, Philippe Sassiop, Jean-François Pierson... Je leur transmets tous mes remerciements pour mon initiation à la pédagogie et leur conseils avisés en la matière.*

*Je remercie mes différents collègues de bureau Audrey Hémeb, Philippe Masschelein et Olivier Ferry, qui a veillé au bon déroulement des essais mécanique, pour leur bonne humeur et leur humour taquin « qui aime bien châtie bien ». Merci à Sylvianne Tranchant, Petra De Renseraay, Marc Pençot, Jean-Philippe Finnes, Jean-Marie Hiver, Pascal Martin, à toute l'équipe 304 pour son accueil.*

*Toute ma reconnaissance va également à Sylvie Migot et Bouzid Nedjar pour m'avoir initié à la microscopie électronique en transmission et à Marie-Cécile de Weerd pour l'utilisation du Laue.*

*Je remercie aussi l'équipe de l'atelier mécanique en particulier Patrice Pérot et Jacques Paties.*

*Merci pour le coup de pouce de Pierre Mafféis et Marc Gauthanou.*

*Une bonne thèse ne peut se faire sans compagnon de galère, alors merci encore à l'ensemble des stagiaires thésards post-doc (de ex-LSGS, ex-LSG2M, ex-LPM, LAEGO et INERIS).*

*J'associe aussi mes amis à ces remerciements. Et un grand merci à mes parents pour leur soutien en toutes circonstances.*

« *La vérité ne se possède pas, elle se cherche* »  
Albert Jacquard



# Table des matières

<b>INTRODUCTION GENERALE</b>	<b>1</b>
<b>CHAPITRE 1 : Etude Bibliographique</b>	<b>3</b>
<i>Introduction</i>	4
<i>1- Présentation des superalliages à base nickel</i>	4
1.1- Historique du développement des superalliages	4
1.2- Microstructure des superalliages, en particulier de l'AM1	6
1.2.1- Composition chimique des phases $\gamma$ et $\gamma'$ de l'AM1	8
1.2.2- Fractions volumiques des deux phases	9
1.2.3- Désaccord paramétrique naturel	10
1.3- Traitements thermiques des éprouvettes utilisées	11
1.3.1- Microstructure après solidification : dendrite et espace interdendrite	11
1.3.2- Homogénéisation par remise en solution	12
1.3.3- Traitements thermiques de vieillissement	12
<i>2- Comportement mécanique du superalliage</i>	<b>13</b>
2.1-Comportement général en fluage des superalliages à moyenne et haute températures	14
2.2-Comportement détaillé en fluage à haute et très haute températures ; évolution de la microstructure	15
2.2.1- Fluage primaire	16
2.2.2- Fluage secondaire	18
2.2.3- Transition du fluage secondaire au fluage tertiaire en fonction de la température	18
2.2.4- Fluage tertiaire	22
<i>3- Mécanismes de déformation plastique</i>	<b>22</b>
3.1- Déformation des couloirs de la phase $\gamma$	22
3.2- Déformation de la phase $\gamma'$	24
3.2.1- Fluage à moyenne température	24
3.2.2- A haute température, supérieure à 900°C	26
<i>4- Contexte de l'étude : récapitulatifs des travaux antérieurs en rayonnement synchrotron</i>	<b>32</b>
4.1- Influence de la température	33
4.1.1- Influence de la température sur le désaccord paramétrique d'une microstructure non déformée cuboïdale	33
4.1.2- Influence de la température sur les désaccords paramétriques perpendiculaire et parallèle après mise en radeaux de la microstructure	35
4.1.3- Influence de la température sur le désaccord paramétrique naturel	36
4.2- Influence de la contrainte	36
4.2.1- Variations des contraintes de Von Mises dans chaque phase au cours d'un essai isotherme à contrainte appliquée variable	36
4.2.2- Evolution du désaccord paramétrique perpendiculaire en fonction de la contrainte appliquée lors d'un essai isotherme	37
4.3 Evolution de la largeur des pics de diffractions au cours du fluage	39
<i>Conclusion</i>	<b>40</b>
<i>Bibliographie du Chapitre 1</i>	<b>41</b>
<b>CHAPITRE 2 : Techniques expérimentales</b>	<b>47</b>
<i>Introduction</i>	<b>48</b>

<b>1- Etudes « in situ » : Diffraction de rayons-X de haute énergie : diffractomètre à trois cristaux</b>	<b>48</b>
<b>1.1- Description générale des lignes de lumières (beamlines) et du diffractomètre à trois cristaux</b>	<b>49</b>
1.1.1- Lignes de lumière (beamlines)	49
1.1.1.1- Description du synchrotron	49
1.1.1.2- Ligne BW5 de DESY HASYLAB	51
1.1.1.3- Ligne ID15A ESRF	52
1.1.2- Description générale de l'instrumentation du diffractomètre à trois cristaux (TCD)	52
1.1.2.1- Monochromateur et analyseur	53
1.1.2.2- Détecteur	53
1.1.3- Principe de fonctionnement et intérêt du diffractomètre à trois cristaux (TCD)	54
1.1.4- Réglage du TCD (Three Crystals Diffractometer)	61
1.1.5- Analyse des spectres de diffraction	61
<b>1.2- Machine d'essais mécanique à haute température</b>	<b>64</b>
1.2.1- Caractéristique technique générale	64
1.2.2- Descriptif	65
1.2.2.1- Dispositif mécanique d'application de la contrainte	65
1.2.2.2- Four	66
1.2.2.3- Pompe à vide	68
1.2.2.4- Système de refroidissement	68
1.2.3- Description des éprouvettes et des prédéformations	69
1.2.3.1- Description des éprouvettes	69
1.2.3.2- Procédure de préparation des essais	70
<b>2- Observations post mortem et caractérisations</b>	<b>71</b>
<b>2.1- Microscopie électronique à Balayage (MEB)</b>	<b>71</b>
2.1.1 Préparation des échantillons	71
2.1.2- Analyse d'image	71
<b>2.2- Microscopie électronique en Transmission (MET)</b>	<b>73</b>
2.2.1- Préparation des lames minces	73
2.2.2- Observations	75
2.2.3- Mesures des distances entre les dislocations aux interfaces	75
<b>Conclusion</b>	<b>76</b>
<b>Bibliographie du chapitre 2</b>	<b>77</b>
<b>CHAPITRE 3 : Observations expérimentales du comportement du superalliage AM1</b>	<b>79</b>
<b>Table des symboles</b>	<b>80</b>
<b>Introduction</b>	<b>81</b>
<b>1- Comportement de l'AM1 à haute température sous contrainte variable : expérimentation in situ en rayonnement synchrotron</b>	<b>81</b>
<b>1.1- Introduction</b>	<b>81</b>
<b>1.2- Présentation du modèle en série</b>	<b>83</b>
1.2.1- Description du modèle	83
1.2.2- Détermination des contraintes de Von Mises	83
1.2.3- Déformations et vitesses de déformation plastiques	87
<b>1.3- Présentation des essais</b>	<b>90</b>
<b>1.4- Exemple de dépouillement pour l'échantillon 5A1</b>	<b>92</b>
1.4.1- Description de l'essai	92
1.4.2- Détermination de la fraction volumique	93
1.4.3- Détermination du désaccord paramétrique	93
1.4.4- Détermination des contraintes caractéristiques au cours de l'essai	95
1.4.5- Déformation plastique de chacune des deux phases	97
1.4.6- Evolution des largeurs de pics au cours de l'essai	99

<b>2- Caractérisation de la microstructure par microscopie électronique</b>	<b>101</b>
2.1- Description générale de la morphologie	101
2.1.1- Description qualitative de la morphologie	101
2.1.2- Microstructure de déformation : localisation des dislocations	104
2.1.3- Des réseaux de dislocations aux interfaces $\gamma/\gamma'$ au désaccord paramétrique	104
2.2- Caractérisation par microscopie électronique d'une éprouvette : 4N2	108
2.2.1- Mesures caractéristiques de la morphologie générale	108
2.2.2- Microstructure de déformation	113
<b>3- Synthèse des résultats expérimentaux</b>	<b>118</b>
3.1- Fiabilisation des mesures de températures via les fractions volumiques déduites <i>in situ</i> et <i>post mortem</i>	118
3.2- Evolution des tailles de radeaux et couloirs	120
3.3- Connexité	122
3.4- Modules d'Young	122
3.5- Comparaison des valeurs du désaccord paramétrique <i>in situ</i> et <i>post mortem</i>	124
3.6- Evolution des densités de dislocations en fonction des essais	126
3.7- Evolution des largeurs de pics de $\gamma'$ en fonction de celle de $\gamma$	127
3.8- Récapitulatif des données <i>in situ</i> et <i>post mortem</i> :	129
<b>Conclusion</b>	<b>130</b>
<b>Bibliographie Chapitre 3</b>	<b>131</b>
<b>CHAPITRE 4 : Exploitations des données/ modélisations</b>	<b>133</b>
<b>Introduction</b>	<b>134</b>
<b>1- Evaluation des incertitudes de mesure</b>	<b>134</b>
1.1 Incertitude sur la température	134
1.2 Incertitude sur la déformation	134
1.3- Incertitude sur la contrainte	136
1.4- Effets de moyenne	136
<b>2- Comportement mécanique des couloirs <math>\gamma</math></b>	<b>136</b>
2.1- Contrainte seuil de déformation	137
2.2- Vitesse de déformation des couloirs lors de sauts de contrainte positifs	140
2.3- Exploitation des sauts de contrainte	142
2.4- Evolution de la densité de dislocations mobiles	143
2.5- Comportement des couloirs à la décharge	146
2.6- Conclusion sur la plasticité des couloirs $\gamma$	147
<b>3- Comportement mécanique des radeaux <math>\gamma'</math></b>	<b>147</b>
3.1- Mécanismes de déformation attendus et contrainte pertinente	147
3.2- Effet de $-\sigma'_{xx}$ sur la vitesse de déformation des radeaux	150
3.3- Effet de la température et de $-\sigma'_{xx}$ sur la vitesse de déformation des radeaux	153
3.4- Effet de la microstructure	154
3.5- Effet d'une décharge sur la vitesse de déformation	156

3.6- Conclusions sur la vitesse de déformation des radeaux	159
<b>4- Densité de dislocations et paramètre <math>W</math></b>	<b>159</b>
4.1- Microstructure, défauts, et forme des pics de diffraction	159
4.2- Simulation de la forme des pics	161
4.3- Variation de $W$ et $W'$ en cours d'essai : corrélation avec la déformation plastique	164
4.4- Conclusion sur la forme des pics	165
<b>5- Remarques sur la déformation plastique des radeaux</b>	<b>166</b>
5.1- Principaux résultats de l'analyse des données expérimentales	166
5.2- Essai d'interprétation des paramètres d'activation	166
5.3- Plasticité limitée par une réaction à l'interface et densité de dislocations	167
<i>Bibliographie du chapitre 4</i>	<i>168</i>
<b>CONCLUSION GENERALE</b>	<b>169</b>







# INTRODUCTION GENERALE

Les superalliages monocristallins à base de nickel, alliés principalement avec de l'aluminium et contenant d'autres éléments tels que le chrome, ont connu et connaissent encore un développement considérable dû à leur application dans le domaine de l'aéronautique. L'objectif des motoristes est d'améliorer le rendement des moteurs, qui est directement lié à la température d'entrée de la turbine à haute pression. Pour obtenir la température optimale, qui doit être la plus élevée possible, les efforts de conception se sont portés sur cette partie du moteur et plus particulièrement sur l'amélioration du comportement mécanique à haute température de l'alliage utilisé pour les aubes.

Les aubes de turbines sont soumises au flux des gaz de combustion à température très élevée et elles sont également sollicitées par des forces centrifuges le long de leur axe lors du plein régime des moteurs : les profils de contraintes et de températures varient sur toute la hauteur de l'aube. Elles doivent donc posséder des qualités permettant une résistance élevée en fluage, une bonne tenue à la fatigue thermomécanique, à la corrosion et à l'oxydation. C'est pour répondre à ces attentes que de nombreuses études fondamentales et industrielles ont été réalisées pour développer et améliorer les superalliages.

Ces superalliages sont dans un état biphasé, dans lequel une matrice  $\gamma$  cubique à faces centrées désordonnée est renforcée par des précipités  $\gamma'$  ordonnés cohérents. La morphologie des précipités est fortement liée à l'existence de contraintes d'interface entre matrice et précipités, contraintes dues à l'existence d'un désaccord paramétrique entre les deux phases. Au cours du stade I d'un essai de fluage à haute température (900°C et plus) en traction suivant un axe cristallographique [001], ces précipités prennent une forme dite « en radeaux » perpendiculaires à l'axe de traction et donnent à l'alliage une microstructure lamellaire.

De nombreuses études fondamentales ont été menées sur différents superalliages au cours des dernières décennies, mais la complexité des mécanismes de déformation mis en jeu et le manque de données quantitatives liées à ces mécanismes rendent difficile une modélisation prédictive de leur comportement mécanique. L'objectif de ce travail est de :

- compléter au niveau microstructural et des cinétiques des phénomènes impliqués les connaissances actuelles du comportement du superalliage AM1, selon différentes sollicitations thermomécaniques à haute température après mise en radeaux, c'est-à-dire dans le domaine du fluage stationnaire qui constitue la majeure partie de sa durée de vie,
- extraire des mesures des lois de comportement individuelles des deux phases.

Ainsi, cette étude est consacrée à modéliser le comportement en fluage du superalliage AM1 après mise en radeaux au cours d'essais de fluage isotherme à contraintes variables. Il est alors nécessaire de pouvoir mesurer ou estimer les vitesses de déformation, ainsi que les densités de dislocations dans chaque phase au cours de l'essai. Ces mesures peuvent être réalisées *in situ* par diffraction de rayons X de haute énergie en rayonnement synchrotron. Durant les essais la position et la forme des pics de diffraction de  $\gamma$  et  $\gamma'$  évoluent avec les caractéristiques microstructurales et les contraintes locales. Les mesures précises de leur position donnent accès aux paramètres de maille, qui permettent d'évaluer la déformation élastique des différentes phases. Il est possible de déduire la contrainte et la déformation plastique pour chaque phase et d'estimer la vitesse de déformation plastique. Ces résultats sont combinés à des observations en microscopie électronique *post mortem*.

Dans le chapitre 1 les superalliages à base de nickel sont présentés, depuis les premiers alliages polycristallins aux plus récents monocristallins. Ensuite, le comportement mécanique

du superalliage et les principales connaissances sur les modes de déformation élémentaires sont détaillés pour finalement aborder les résultats des travaux réalisés en rayonnement synchrotron antérieurement à cette étude.

Le chapitre 2 est consacré à la description des différentes méthodes expérimentales utilisées. La mesure simultanée des paramètres de maille est très intéressante pour comprendre le comportement de chacune des deux phases d'un échantillon de superalliage au cours d'un essai. Ces valeurs, difficilement obtenues pour les hautes températures à partir des instruments conventionnels de laboratoire, sont accessibles à l'aide de grands instruments tel que le synchrotron. La première partie présente le principe des expériences *in situ*, réalisées par diffraction des rayons X avec une description des lignes de lumière, du diffractomètre à trois cristaux (TCD) utilisé et de la machine de traction spécialement développée depuis plusieurs années au laboratoire pour ce type d'étude. La seconde partie est consacrée aux caractérisations effectuées *post mortem* par Microscopie Electronique à Transmission (MET) et Microscopie Electronique à Balayage (MEB).

Le chapitre 3 aborde le modèle mécanique, utilisé pour décrire la microstructure mise en radeaux et ses évolutions en cours d'essais : il s'agit d'un modèle « composite en série », dans lequel les radeaux et couloirs sont considérés comme une superposition de couches de phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ . Ce modèle permet d'extraire les paramètres locaux dans les deux phases (déformations élastiques et plastiques, vitesse de déformation plastique, contraintes,...) des données brutes obtenues en DRX (paramètres de maille et désaccord paramétrique). Ce chapitre passe ensuite en revue l'ensemble des résultats obtenus avec l'expérimentation *in situ* et présente un exemple de dépouillement des données appliqué à un échantillon. Ensuite, la caractérisation *post mortem* par microscopie électronique permet d'observer la morphologie générale en fin d'essai. La microstructure de déformation peut être caractérisée via la mesure des densités de dislocations aux interfaces et dans la phase  $\gamma'$  et l'identification des vecteurs de Burgers. Enfin, une synthèse est proposée combinant les résultats *in situ* et *post mortem* sur l'ensemble des essais.

Enfin, le chapitre 4 permet à partir des résultats expérimentaux obtenus et à l'aide du modèle composite d'analyser le comportement mécanique des deux phases,  $\gamma$  en couloirs et  $\gamma'$  en radeaux.

# CHAPITRE 1 : Etude Bibliographique

<i>Introduction</i>	4
<b>1- Présentation des superalliages à base de nickel</b>	<b>4</b>
1.1- Historique du développement des superalliages	4
1.2- Microstructure des superalliages, en particulier de l'AM1	6
1.2.1- Composition chimique des phases $\gamma$ et $\gamma'$ de l'AM1	8
1.2.2- Fractions volumiques des deux phases	9
1.2.3- Désaccord paramétrique naturel	10
1.3- Traitements thermiques des éprouvettes utilisées	11
1.3.1- Microstructure après solidification : dendrite et espace interdendrite	11
1.3.2- Homogénéisation par remise en solution	12
1.3.3- Traitements thermiques de vieillissement	12
<b>2- Comportement mécanique du superalliage</b>	<b>13</b>
2.1- Comportement général en fluage des superalliages à moyenne et haute températures	14
2.2- Comportement détaillé en fluage à haute et très haute températures ; évolution de la microstructure	15
2.2.1- Fluage primaire	16
2.2.2- Fluage secondaire	18
2.2.3- Transition du fluage secondaire au fluage tertiaire en fonction de la température	18
2.2.4- Fluage tertiaire	22
<b>3- Mécanismes de déformation plastique</b>	<b>22</b>
3.1- Déformation des couloirs de la phase $\gamma$	22
3.2- Déformation de la phase $\gamma'$	24
3.2.1- Fluage à moyenne température	24
3.2.2- A haute température, supérieure à 900°C	26
3.2.2.1- Formation de réseaux de dislocations à l'interface	26
3.2.2.2- Déformation plastique des précipités	28
<b>4- Contexte de l'étude : récapitulatifs des travaux antérieurs en rayonnement synchrotron</b>	<b>32</b>
4.1- Influence de la température	33
4.1.1- Influence de la température sur le désaccord paramétrique d'une microstructure non déformée cuboïdale	33
4.1.2- Influence de la température sur les désaccords paramétriques perpendiculaire et parallèle après mise en radeaux de la microstructure	35
4.1.3- Influence de la température sur le désaccord paramétrique naturel	36
4.2- Influence de la contrainte	36
4.2.1- Variations des contraintes de Von Mises dans chaque phase au cours d'un essai isotherme à contrainte appliquée variable	36
4.2.2- Evolution du désaccord paramétrique perpendiculaire en fonction de la contrainte appliquée lors d'un essai isotherme	37
4.3 Evolution de la largeur des pics de diffractions au cours du fluage	39
<i>Conclusion</i>	40
<i>Bibliographie du Chapitre 1</i>	41

## Introduction

L'alliage AM1 étudié dans cette thèse est un alliage à base de nickel monocristallin biphasé. Il fait partie d'une famille de matériaux appelés superalliages. Ce nom a été donné en raison de leurs excellentes propriétés mécaniques dans un large domaine de températures élevées et tenue à la corrosion et/ou à l'oxydation à chaud.

Dans ce chapitre sont présentés les superalliages à base de nickel, des premiers alliages polycristallins aux alliages monocristallins de dernière génération. Ensuite, le comportement mécanique du superalliage et les principales connaissances sur les modes de déformations élémentaires (dans la matrice, à l'interface et dans les précipités) sont détaillés pour finalement aborder les travaux précédents cette étude en rayonnement synchrotron.

## 1- Présentation des superalliages à base de nickel

### 1.1- Historique du développement des superalliages

Depuis leur création dans les années 1940, le développement des superalliages à base de nickel a été très intense dans les années 1950 et 1960 lorsque Versnyder [1] a montré l'intérêt de leur utilisation pour les aubes de turbine haute pression des turbines à gaz. Un nouvel essor technologique est franchi avec l'avènement des premiers monocristaux en 1970 [2], et ce n'est qu'à partir de 1980 qu'apparaissent les superalliages monocristallins dont la composition est spécifiquement développée pour obtenir une structure monocristalline.

La Figure 1.1 [3] synthétise l'évolution de la résistance au fluage des différentes familles de superalliages depuis leur création. Des évolutions continues ont pu être apportées à chaque génération, mais les améliorations les plus significatives ont progressé par paliers grâce aux modifications de la microstructure (des alliages polycristallins aux alliages monocristallins, en passant par les alliages à croissance dirigée), en lien avec l'amélioration des procédés d'élaboration.

L'AM1 n'est pas présenté dans ce graphe. Il possède une composition et des propriétés similaires à l'alliage SRR99 développé à la même période. L'AM1 a été breveté en 1983. Il résulte de la collaboration de quatre entreprises et laboratoires français : l'ONERA, l'école des Mines de Paris, IMPHY SA et la SNECMA.

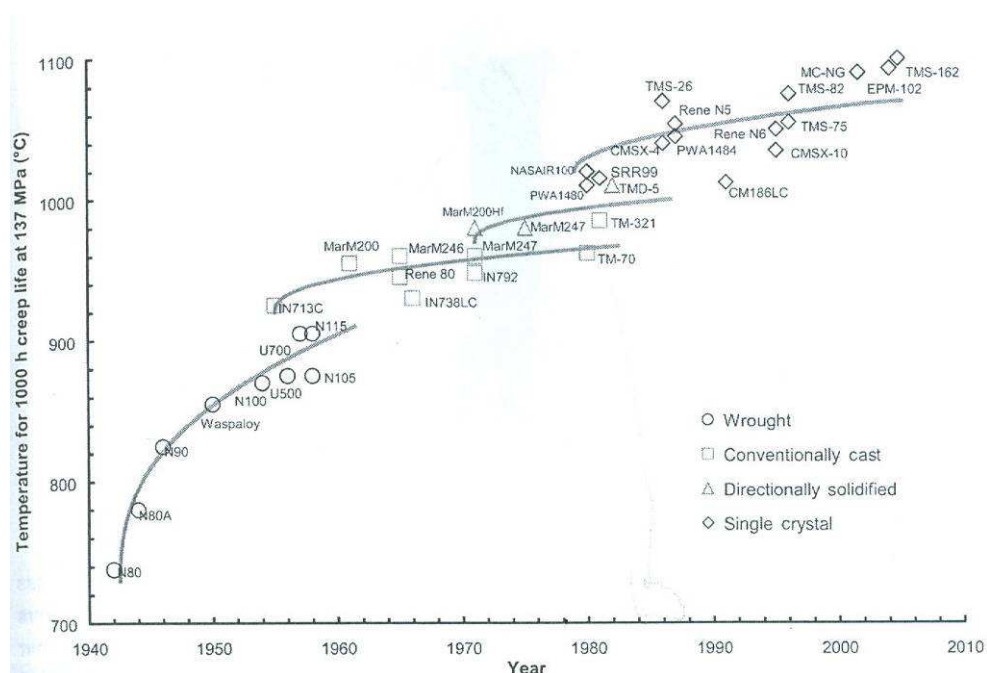
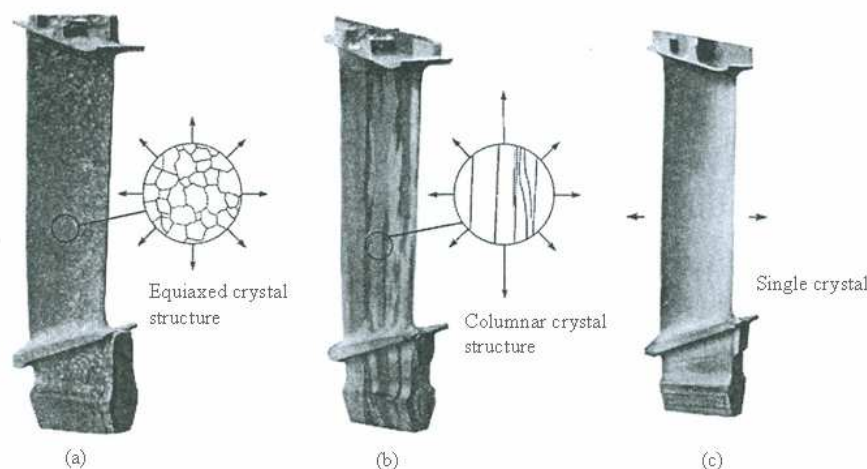


Figure 1.1 : Evolution de la résistance au fluage des superalliages à base de nickel pour aubes depuis leur création : température à laquelle chaque matériau a une durée de vie de 1000 h sous une charge de 137 MPa en fonction des années de développement [3].

Comme l'indique la Figure 1.1, une première évolution a lieu au début des années 1960 avec l'amélioration de la fonderie de précision. L'introduction de la refusion et de la coulée des pièces sous vide a permis de réaliser des aubes de turbines fixes ou mobiles. Il s'agit de coulées conventionnelles destinées à produire des grains équiaxes de grande taille (Figure 1.2a), dans le but de diminuer la vitesse de déformation en fluage qui augmente quand la taille de grains diminue (les joints de grains jouant le rôle de sources ou de puits de lacunes). La solidification dirigée des aubes de turbine a débuté dans les années 1970 : l'alliage coulé dans un moule avec sole refroidie se solidifie progressivement en donnant des joints de grains parallèles à l'axe de la pièce (Figure 1.2 b). Il en résulte une excellente réponse au chargement dans la direction des contraintes principales les plus élevées. Par la suite, en utilisant la même technique, mais en démarrant la solidification à partir d'un germe unique à la base du moule, il a été possible d'obtenir des aubes monocristallines sans joints de grains (Figure 1.2 c). J. Après et encore de nos jours, industriellement la technique de sélection de grain avec un sélecteur du type « chicane » ou « queue de cochon » est utilisée.



**Figure 1.2 : Aubes de turbine de microstructure (a) équiaxe, (b) colonnaire, (c) monocristalline [3]**

Depuis l'apparition des monocristaux, différentes générations ont vu le jour (Tableau 1.1). Ils sont constitués d'une matrice notée  $\gamma$  ductile renforcée par une fraction volumique importante de précipités d'une phase ordonnée notée  $\gamma'$ . La première génération de monocristaux, telle que l'AM1, le Nasair 100, le SRR99, contient des quantités non négligeables d'éléments durcissants ( $\gamma'$ -gènes) tels que l'aluminium Al, le titane Ti et le tantale Ta. Les éléments carbone C et bore B, renforçant les joints de grains pour les alliages colonnaire, ne sont plus présents. La seconde génération d'alliages monocristallins, avec des alliages tels que le CMSX-4®, le PWA1484 et le René N5, est caractérisée par une concentration de 3% en masse de rhénium Re. Cette concentration de Re est doublée, 6% en masse, pour les superalliages de troisième génération comme le CMSX-10® ou le René N6. Depuis les années 2000, une quatrième génération, caractérisée par l'ajout de ruthénium Ru, apparaît avec le MC-NG et le TMS-162. Une cinquième génération a été conçue, par exemple TMS-196, où les teneurs en Re et Ru sont ajustées pour obtenir un désaccord paramétrique élevé (différence de paramètre de maille entre les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ ) [4].

Génération	Alliage	Cr	Co	W	Mo	Re	Al	Ti	Ta	Hf	autres	Densité (g/cm <sup>3</sup> )
1ère	AM1	7,8	6,5	5,7	2	-	5,2	1,1	7,9	-	-	8,6
	Nasair 100	9	-	10,5	1	-	5,75	1,2	3,3	-	-	8,54
	CMSX-2	8	4,6	7,9	0,6	-	5,6	1	6	-	-	8,6
	CMSX-3	8	4,6	7,9	0,6	-	5,6	1	6	0,1	-	8,6
	CMSX-3	10	5	4	-	-	5	1,5	12	-	-	8,7
	PWA 1480	9	8	6	2	-	3,7	4,2	4	-	0,5 Nb	8,56
	René N4 SRR 99	8	5	10	-	-	5,5	2,2	3	-	-	8,56
2ème	CMSX-4	6,5	9	6	0,6	3	5,6	1	6,5	0,1	-	8,7
	PWA 1484	5	10	6	2	3	5,6	-	8,7	0,1	-	8,95
	René N5	7	8	5	2	3	6,2	-	7	0,2	-	8,7
3ème	CMSX-10	2	3	5	0,4	6	5,7	0,2	8	0,0 3	0,1 Nb	9,05
	René N6	4,2	12,5	5,4	1,4	5,4	5,75	-	7,2	0,1 5	0,05 C	8,97
	TMS 75	3	12	6	2	5	6	-	6	0,1	-	-
4ème	MC-NG	4	-	5	1	4	6	0,5	5	0,1	4 Ru	8,75
	TMS-162	2,9	5,8	5,8	3,9	4,9	5,8	-	5,6	0,0 9	6 Ru	-
5ème	TMS-196	4,6	5,8	5,0	2,4	6,4	5,6	-	5,6	0,1	5 Ru	-

Tableau 1.1 : Evolution des compositions chimiques dans les cinq générations de superalliages (% masse) [3,5].

## 1.2- Microstructure des superalliages, en particulier de l'AM1

Les superalliages, dont l'AM1, sont des alliages à base de nickel et d'aluminium principalement (plus d'autres éléments d'alliage). Les proportions de Ni et Al sont telles que l'alliage se situe dans le domaine biphasé où les phases notées  $\gamma$  et  $\gamma'$  coexistent en dessous de 1300°C (Figure 1.3). Au-dessus, seule la phase  $\gamma$  est présente.

La phase  $\gamma$  est une phase cubique à faces centrées (CFC) désordonnée, dans laquelle précipite la phase  $\gamma'$ , proche du composé intermétallique Ni<sub>3</sub>Al, de structure ordonnée L1<sub>2</sub> dans la notation du Strukturbericht (Figure 1.4). La phase  $\gamma'$  est une phase durcissante qui renforce la phase  $\gamma$  plus malléable. Les précipités, cohérents avec la matrice et en forme de cuboïdes mesurent environ 450 nm et occupent environ 70% du volume total (Figure 1.5 et Figure 1.6) à température ambiante, après traitements thermiques de remise en solution et de vieillissement (cf § 1.3).



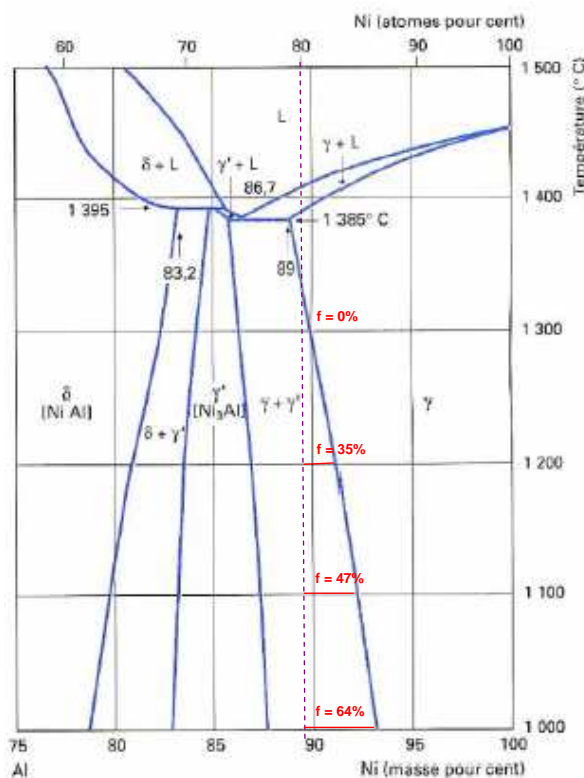


Figure 1.3 : Diagramme d'équilibre Ni-Al indiquant la fraction  $f$  de la phase  $\gamma'$  à différentes températures et à la composition équivalente de l'AM1 [6]

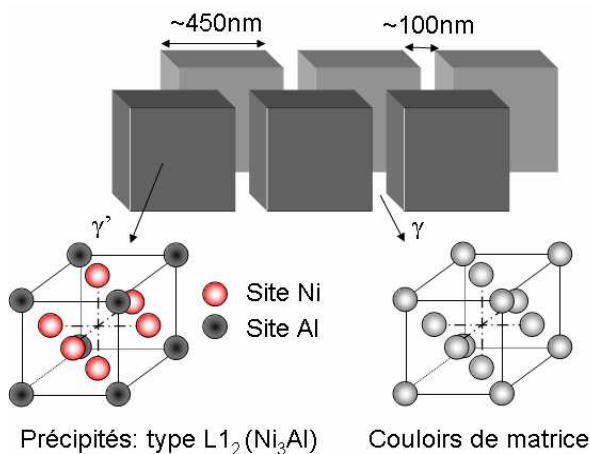


Figure 1.4 : Représentation de la microstructure d'un superalliage

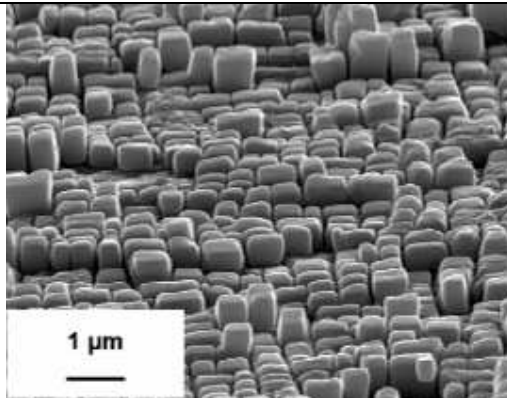


Figure 1.5 : Microstructure de MC2 avec précipités  $\gamma'$  cuboïdaux (tiltée de 70°), vue en trois dimensions [7]

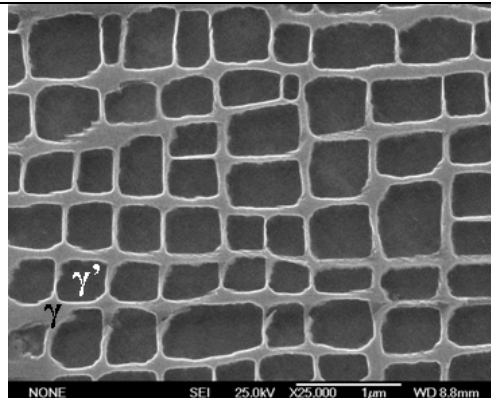


Figure 1.6 : Microstructure de l'AM1 en vue bidimensionnelle

### 1.2.1- Composition chimique des phases $\gamma$ et $\gamma'$ de l'AM1

Les éléments d'alliage autre que le nickel et l'aluminium dans l'AM1 sont le chrome, le cobalt, le tungstène, le molybdène, le titane et le tantale. A l'état d'équilibre dans le domaine des températures étudiées, ils se répartissent dans les deux phases suivant leur affinité,  $\gamma'$ -gènes ou  $\gamma$ -gènes.

Le coefficient de partage  $k_i$  permet de quantifier la répartition de chaque élément chimique :

$$k_i = C_i^\gamma / C_i^{\gamma'}$$

avec  $C_i^\gamma$  et  $C_i^{\gamma'}$  les concentrations atomiques de l'élément  $i$  dans les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  respectivement. Le Tableau 1. donne la composition chimique de l'AM1, avec les concentrations de chaque élément dans chacune des phases en pourcentages massiques et atomiques et leur coefficient de partage.

	Cr	Co	W	Mo	Al	Ti	Ta
AM1 % mas.	7,8	6,5	5,7	2	5,2	1,1	7,9
AM1 % at.	8,7	6,6	1,8	1,3	11,8	1,5	2,7
$C_i^\gamma$	26,1	11,1	2,3	2,5	3,	0,4	0,7
$C_i^{\gamma'}$	2,1	2,1	2	0,7	15,2	2,1	3,7
$k_i = C_i^\gamma / C_i^{\gamma'}$	12,4	5,3	1,2	3,6	0,2	0,19	0,19

**Tableau 1.2 : Composition chimique du superalliage AM1 en %massique et en % atomique. Analyses chimiques des précipités et de la matrice des superalliages réalisées à l'aide des sondes atomique et tomographique (% at.) [8]**

Le chrome, le cobalt et le molybdène sont  $\gamma$ -gènes et ségrègent préférentiellement dans la matrice alors que l'aluminium, le titane et le tantale qui sont  $\gamma'$ -gènes se trouvent majoritairement dans les précipités  $\gamma'$ . Le titane et le tantale se substituent à l'aluminium dans la structure cristalline de la phase  $\gamma'$  de type  $Ni_3Al$ . Le tungstène, avec un coefficient de partage  $k_W = 1,2$ , tend à se répartir à parts égales entre les deux phases.

Les éléments chimiques influent de diverses manières sur les propriétés du superalliage. Le tungstène, qui se répartit à parts égales, est un élément contribuant au durcissement par solution solide des deux phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ . C'est également le cas du molybdène mais uniquement pour la phase  $\gamma$ . Les teneurs de ces éléments lourds et celle du chrome doivent être contrôlées car ils peuvent contribuer à la formation des phases topologiquement compactes (« Topologically Close Packed » =TCP)  $\sigma$  et  $\mu$ . Ces phases fragilisent la microstructure car elles peuvent favoriser l'amorçage et la propagation de fissures [9].

Le cobalt augmente la solubilité des éléments durcissants (W, Mo, Ta). Le chrome assure la tenue à la corrosion à chaud par la formation d'oxyde de chrome en surface, qui favorise la passivation et améliorent la résistance au fluage. L'aluminium permet également une meilleure tenue à l'oxydation à haute température, grâce à la formation d'une couche d'alumine protectrice. De plus, il favorise la formation de la phase  $\gamma'$ . L'aluminium, le titane et le tantale sont des éléments qui participent au durcissement structural et ils améliorent la tenue en fluage à haute température.

La composition chimique de l'AM1 assure un bon compromis entre son élaboration (fenêtre de traitement thermique) et son utilisation (propriété thermomécanique).

## 1.2.2- Fractions volumiques des deux phases

### 1.2.2.1- Tenue en fluage en fonction de la fraction volumique

Le comportement mécanique d'un monocristal à base de nickel dépend de la fraction volumique de précipités  $\gamma'$ . Le taux de  $\gamma'$  est directement relié aux composés formant la phase  $\gamma'$ , tels que l'aluminium, le titane, le tantale. La fraction volumique de  $\gamma'$  maximisant la résistance au fluage dépend des conditions d'utilisation. Par exemple, la Figure 1.7 met en évidence une durée de vie à 900°C sous un charge de 392 MPa maximale pour une fraction volumique de  $\gamma'$  à température ambiante de 65-70%, alors que la fraction volumique optimale est inférieure à 60% à 1100°C et 137 MPa [10].

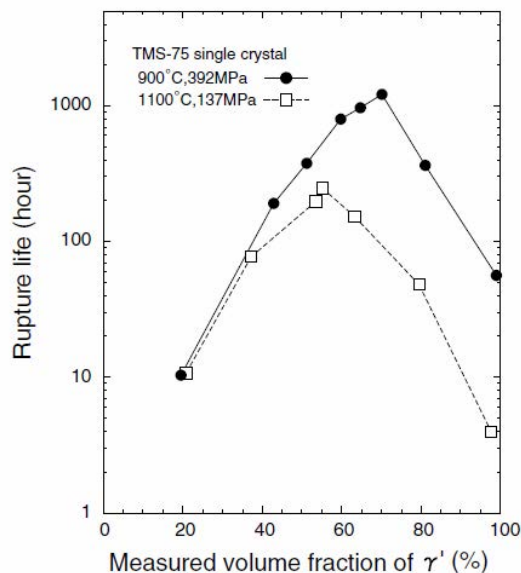


Figure 1.7 : Influence de la fraction volumique de  $\gamma'$  sur le temps à rupture en fluage pour deux conditions de température et contrainte pour le superalliage monocristallin TMS-75 [10]

Lorsque cette valeur de 70% de fraction volumique est atteinte à l'ambiante après traitement thermique, il est important de la conserver la plus élevée possible même à haute température. Pour des températures proches de 1000°C, une partie de la phase  $\gamma'$  se dissout, ce qui entraîne une chute de la fraction volumique. Cet aspect est détaillé au paragraphe suivant.

### 1.2.2.2- Evolution de la fraction volumique $\gamma'$ en fonction de la température

Pour une composition donnée, la fraction volumique  $f$  des précipités  $\gamma'$  dépend uniquement de la température à l'équilibre thermodynamique et non pas de son histoire thermomécanique. Pour connaître sa valeur en fonction de la température, différentes techniques peuvent être utilisées :

- l'analyse d'image sur des clichés de Microscopie à Balayage [11,12] ;
- la sonde atomique [13];
- Extraction par dissolution chimique d'une des deux phases ;
- Mesure de résistivité [14,15] ;
- la diffraction de rayons X *in situ* [16].

Les deux dernières techniques ont l'intérêt d'être non destructives, contrairement aux autres pour lesquelles il faut tremper l'échantillon et faire les observations sur une éprouvette différente à chaque température.

La Figure 1.8 montre l'évolution de la fraction volumique  $f$  de  $\gamma'$ , avec la température. Il s'agit de mesures de diffraction *in situ* en rayonnement synchrotron. Un modèle de prévision de la fraction volumique de  $\gamma'$ , prenant la composition chimique, a été mis au point par Harada *et al.* [17]. Il est valable pour des températures supérieures à 900°C [11]

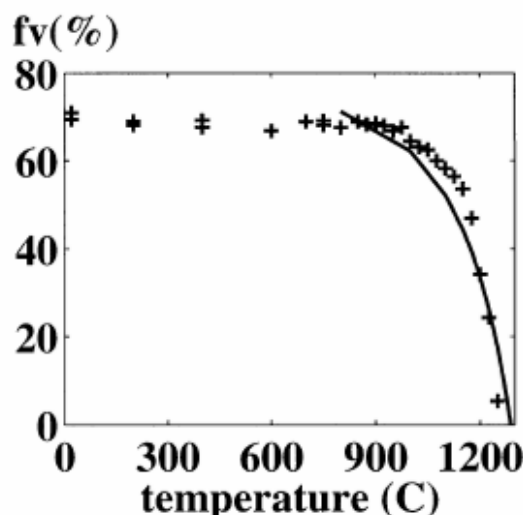


Figure 1.8 : Evolution de la fraction volumique de  $\gamma'$  en fonction de la température sur une éprouvette d'AM1 mise en radeaux obtenue par DRX en rayonnement synchrotron : (+) suivant une réflexion (200), (x) suivant (002) ; la ligne correspond au calcul d'Harada [16,17].

### 1.2.3- Désaccord paramétrique naturel

Les précipités et la matrice, de réseaux cristallins cubiques, sont cohérents dans l'alliage. Les mailles des deux phases libres ont des paramètres très proches, de l'ordre de 0,358nm mais présentent toutefois une faible différence appelée désaccord paramétrique naturel noté  $\delta$  :

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

Avec  $a_{\gamma}$  : paramètre de maille de la phase  $\gamma$

$a_{\gamma'}$  : paramètre de maille de la phase  $\gamma'$

Les paramètres cristallins  $a_{\gamma}$  et  $a_{\gamma'}$  dépendent, d'après les lois de Végard, de la concentration des éléments entrant dans la composition de chaque phase, exprimée en fraction atomique [18] :

$$a_{\gamma} = a_0^{\gamma} + 1,30C_{Cr}^{\gamma} + 4,21(C_{Mo}^{\gamma} + C_{W}^{\gamma} + C_{Nb}^{\gamma} + C_{Ta}^{\gamma}) + 1,83C_{Al}^{\gamma} + 3,6C_{Ti}^{\gamma} \text{ \AA}$$

$$a_{\gamma'} = a_0^{\gamma'} + 2,48(C_{Mo}^{\gamma'} + C_{W}^{\gamma'}) + 1,56C_{W}^{\gamma'} + 3,72(C_{Nb}^{\gamma'} + C_{Ta}^{\gamma'}) \text{ \AA}$$

A 20°C  $a_0^{\gamma} = 3,254 \text{ \AA}$  et  $a_0^{\gamma'} = 3,567 \text{ \AA}$ . Les relations permettent de calculer l'écart paramétrique à 20°C ainsi que ses variations de 20°C à 1050°C en fonction de la composition.

Malgré la faible valeur du désaccord paramétrique (de l'ordre de  $10^{-3}$ ) dans ces superalliages, il a un impact sur la morphologie des précipités de la phase  $\gamma'$ . La Figure 1.9 montre la morphologie des précipités après traitement à de 4 h à 1100°C et 24 h à 850°C pour avoir une distribution des précipités homogène : plus le désaccord paramétrique est négatif plus les particules de  $\gamma'$  ont une forme cubique parfaite (arrêtes à angle droit). Les deux phases étant cohérentes, le désaccord paramétrique naturel induit un champ de déformation élastique et il influence l'évolution de la microstructure et le comportement mécanique des superalliages [19].

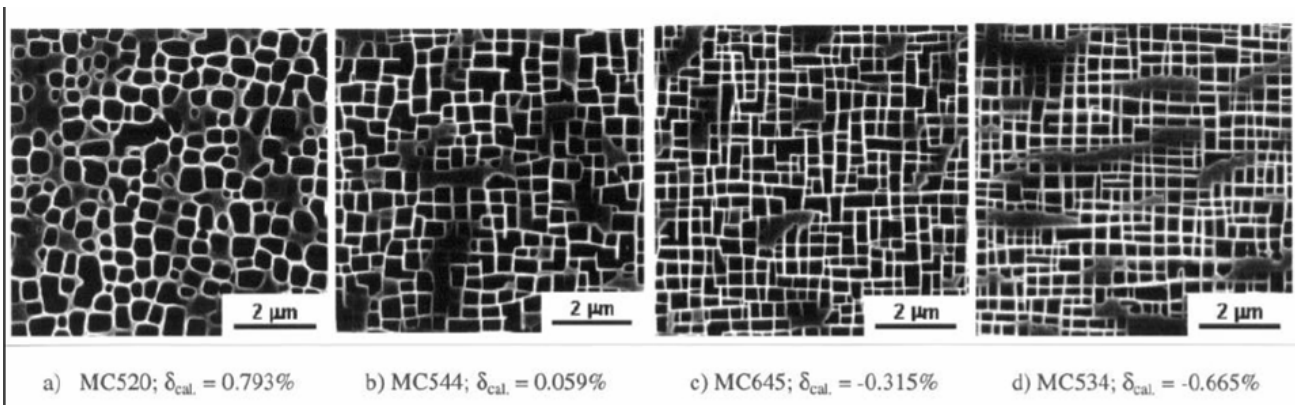


Figure 1.9 : Influence du désaccord paramétrique sur la forme des précipités sur quatre superalliages monocristallins de compositions chimiques différentes [20]

### 1.3- Traitements thermiques des éprouvettes utilisées

#### 1.3.1- Microstructure après solidification : dendrite et espace interdendrite

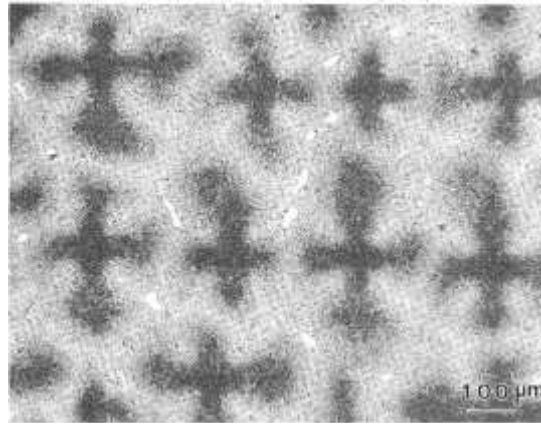
Comme il a été vu au paragraphe 1.1, l'élaboration des superalliages monocristallins se fait par solidification dirigée. Lors du refroidissement, il se produit au cours de la solidification un phénomène de ségrégation, qui donne naissance à deux régions microstructurales (Figure 1.10) :

- les dendrites qui se solidifient en premier ;
- les espaces interdendritiques (appelés par la suite interdendrites) qui se solidifient ensuite, concentrant des défauts eutectiques et des pores.

La solidification est telle que la direction naturelle de croissance des dendrites est suivant la direction  $\langle 001 \rangle$ , pour les bras primaires. Les bras secondaires des dendrites croissent perpendiculairement aux premiers. La Figure 1.10 présente une coupe normale à la direction de croissance  $\langle 001 \rangle$  des bras primaires de dendrites.

La solidification hors équilibre due à une vitesse de refroidissement non nulle provoque un enrichissement du liquide en éléments  $\gamma'$ -gènes tantale, aluminium et titane. La microstructure dendritique engendre donc une fraction volumique de la phase  $\gamma'$  plus élevée dans les interdendrites, avec des précipités plus gros et moins réguliers que dans les dendrites [18,21,22]. La concentration de tungstène et de rhénium dans les alliages de deuxième génération est supérieure dans les dendrites. Le cobalt, le chrome et le molybdène sont en concentrations égales dans les deux zones.

Les conditions de solidification influent sur la taille des dendrites, donc sur les distances entre les axes primaires des dendrites [23]. L'écart entre les bras primaires de dendrite s'étale entre 450 et 550  $\mu\text{m}$  (selon les conditions et/ou dans le même échantillon). Les régions dendritiques et interdendritiques varient en fonction du gradient thermique au niveau du front de solidification et de la vitesse de tirage de l'alliage en fusion. Des pores se forment dans les interdendrites lorsque celles-ci se contractent au moment de leur solidification. De grandes distances interdendritiques conduisent donc à augmenter la porosité, ce qui est néfaste pour la tenue mécanique de l'alliage, les pores constituant des sites préférentiels d'amorçage de l'endommagement.



**Figure 1.10 : Microstructure de l'alliage MC2 après solidification dirigée (microscope optique) [24]**

Afin de palier ces hétérogénéités de composition chimique et d'optimiser les microstructures des alliages bruts de solidification, différents traitements thermiques leur sont appliqués. Ceux-ci sont présentés dans le paragraphe suivant, avec une attention particulière portée au cas des éprouvettes d'AM1 utilisées pour cette étude.

### **1.3.2- Homogénéisation par remise en solution**

Les éprouvettes de superalliage AM1 ont été usinées à partir de barreaux monocristallins élaborés par solidification dirigée à partir de germes d'orientation [001]. Cette orientation permet un compromis optimal des différentes propriétés mécaniques. Il s'agit en outre de la direction préférentielle de croissance des aubes monocristallines de turbine des réacteurs d'avion. Les barreaux ont ensuite subi le traitement thermique standard [25,26] pratiqué par la SNECMA : homogénéisation à 1300°C pendant 3 heures dans le domaine monophasé de la phase  $\gamma$  (Figure 1.3), suivi de traitements thermiques de vieillissement.

La température de traitement a été choisie dans un intervalle de température où l'alliage est monophasé  $\gamma$ . Elle doit être suffisamment élevée pour que la dissolution des précipités  $\gamma'$  soit la plus complète possible et qu'il ne subsiste pas d'eutectiques dans les zones interdendritiques, mais inférieure à la température de début de fusion. Si le traitement dépassait la température du solidus, le matériau pourrait subir une brûlure, c'est-à-dire de fusion locale de la matrice. Cette plage de température de mise en solution, appelée fenêtre de mise en solution, est de l'ordre de 40 à 60°C pour les alliages monocristallins de première génération.

D'après les Figure 1.8, la fraction volumique de la phase  $\gamma'$  est nulle à partir de 1290°C [5] : le traitement d'homogénéisation doit donc être compris entre 1290°C et 1330°C (température du solidus). L'alliage AM1 aurait une composition équivalente dans le binaire correspondant à environ 10,05 % masse-Al ou 89,95 % masse-Ni soit 20%at-Al équivalent ou 80%at-Ni. En faisant cette hypothèse, la variation de la fraction volumique  $f$  de  $\gamma'$  (segment inverse rouge sur la Figure 1.3), relevée en fonction de la température sur le diagramme binaire, correspond à celle de la Figure 1.8.

Enfin, un refroidissement rapide de 1300°C à l'ambiante dans l'air est effectué. Ce refroidissement rapide entraîne une germination spontanée de la nouvelle phase  $\gamma'$  en petits précipités.

### **1.3.3- Traitements thermiques de vieillissement**

La mise en solution est ensuite suivie par un cycle thermique en deux étapes :

1<sup>ère</sup> étape : revenu R1 à 1100°C avec un maintien isotherme durant 5h sous atmosphère inerte qui favorise la croissance par coalescence des précipités pré-existants. La taille des précipités passe ainsi d'environ 300 à environ 450 nm. C'est lors de ce premier revenu que les précipités adoptent leur morphologie spécifique cuboïdale qui dépend donc de la valeur de l'écart paramétrique à 1100°C. Les petits précipités de la phase  $\gamma'$  forment de cuboïdes, alignés selon les directions  $\langle 100 \rangle$  de la matrice  $\gamma$  et régulièrement espacés. Il est suivi d'un refroidissement rapide de 1100°C à l'ambiante (trempe à l'air). Lorsque la

fraction volumique entre 1100°C et l'ambiante change, il apparaît des précipités dans les couloirs de la phase  $\gamma$ .

Pour cette première étape, un refroidissement lent aurait provoqué une germination progressive et étalée dans le temps de la nouvelle phase  $\gamma'$ , suivie de sa croissance, qui elle-même est accompagnée par la formation d'autres précipités. Ce phénomène aurait donc entraîné la formation de précipités de toutes tailles, arrangés de façon irrégulière et de formes quelconques.

2<sup>ème</sup> étape : revenu R2 à 870°C durant 16 heures. Le but de ce revenu est de faire coalescer ces petits précipités avec les plus gros déjà existants. Ce traitement R2 va ensuite conduire à un léger accroissement de la taille et de la fraction volumique des précipités de phase  $\gamma'$ , qui va ainsi atteindre sa valeur d'équilibre à 870°C. Ce sont les éléments  $\gamma'$ -gènes encore en légère sursaturation dans la matrice qui vont venir alimenter la croissance des précipités pré-existants. La température et le temps de traitement R2 contrôlent également la taille des précipités et la condition 870°C/16h.

C'est la température et la durée du traitement R1 qui contrôlent la morphologie et la taille des précipités et non le revenu R2. La tenue au fluage est optimisée via le revenu R1 [25,26].

## 2- Comportement mécanique du superalliage

Les superalliages présentent une anomalie de limite d'élasticité, c'est-à-dire une augmentation de la limite d'élasticité avec la température entre 100°C et 700°C (Figure 1.11). Toutefois, pour des contraintes inférieures à la limite d'élasticité, ils se déforment par fluage. Par exemple, le superalliage de seconde génération CMSX-4 a une limite d'élasticité de 900MPa à 750°C, mais une contrainte de 750MPa est suffisante pour induire 5% de déformation par fluage en 5 heures (Figure 1.12) [27].

La Figure 1.11 présente le domaine de contrainte et de température dans lequel une déformation par fluage apparaît dans le CMSX-4.

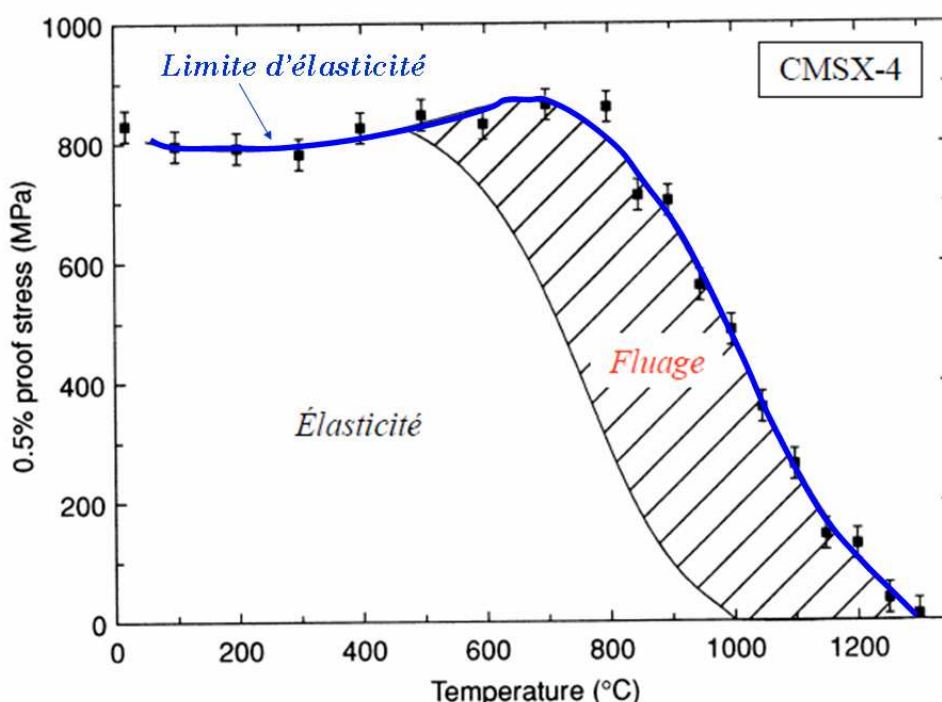


Figure 1.11 : Variation de la limite d'élasticité (contrainte d'écoulement à 0,5% de déformation plastique) du monocristal CMSX-4 orienté suivant  $\langle 001 \rangle$  ; la zone hachurée donne les conditions pour lesquelles la déformation plastique par fluage a lieu [3].

Deux types de comportements en fluage peuvent se distinguer en fonction du domaine de température :

- de 750°C à 900°C où la microstructure évolue peu ;

- au-dessus de 900°C où une évolution microstructurale est observée due à la diffusion des différents éléments d'alliage.

### **2.1-Comportement général en fluage des superalliages à moyenne et haute températures**

Le comportement en fluage des superalliages monocristallins suivant l'axe [001] présente différentes caractéristiques selon les conditions de températures et de contraintes. L'exemple du CMSX-4 présenté Figure 1.12 reflète le comportement général des superalliages. Deux types de courbes sont utilisés pour étudier le comportement en fluage : la déformation en fonction du temps et la vitesse de déformation en fonction de la déformation. En considérant le cas (a) à moyenne température et contrainte élevée (750°C, 750MPa), différents stades sont observés :

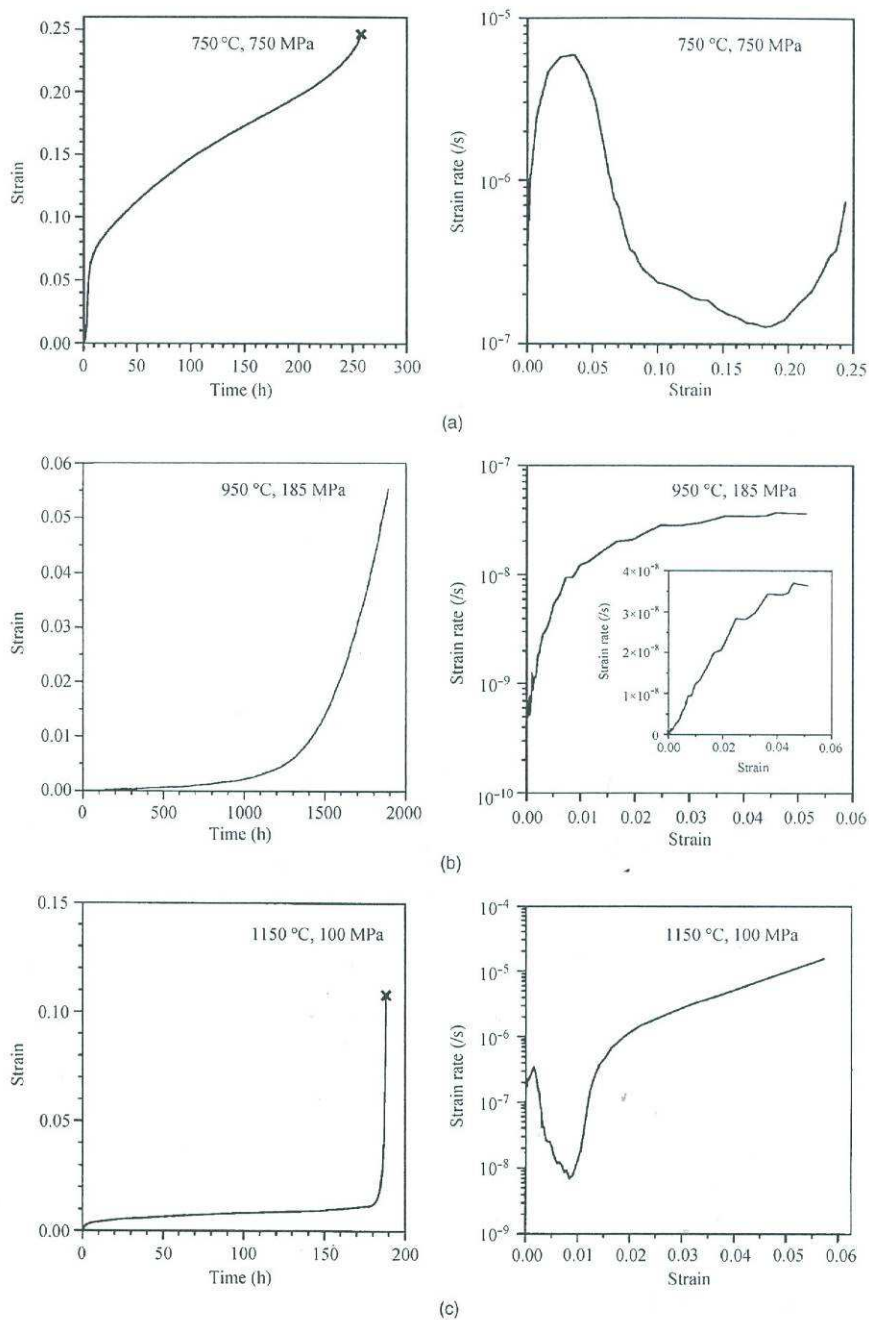
- 1<sup>er</sup> stade : la vitesse de déformation augmente puis diminue avec la déformation ;
- 2<sup>ème</sup> stade : la vitesse de déformation reste quasiment constante de l'ordre de  $10^{-7}$  /s. Il dure la majorité de l'essai.

L'essai (b) à 950°C et 185MPa est un essai typique mené sur les superalliages. Sur le graphe de gauche apparaît d'abord une période où la déformation évolue lentement au cours du temps, suivie d'une période d'augmentation progressive de la déformation. La vitesse de déformation en fonction de la déformation plastique cumulée tend à se stabiliser. Cette augmentation de la vitesse de déformation est associée à un stade de fluage tertiaire long et progressif qui conduit à la rupture. Cet essai à haute température est caractérisé par une augmentation continue de la vitesse de déformation et le 1<sup>er</sup> stade n'est pas observé.

Enfin, à des températures supérieures à 1050°C (c), dans la première partie de l'essai, un effet de durcissement est mis en évidence par l'augmentation puis la chute de la vitesse de déformation avec la déformation. Un long plateau se dessine ensuite sur la courbe de déformation en fonction du temps avant que la déformation en fluage ne croisse soudainement jusqu'à la rupture.

Dans le cadre de cette étude, l'ensemble des essais est mené à une température supérieure à 900°C. Ainsi, seuls les comportements à haute et très haute températures sont détaillés par la suite. Les références [5,25,28] décrivent plus en détail le régime observé aux plus basses températures.





**Figure 1.12 : Courbes de fluage du superalliage monocristallin CMSX-4 à différentes températures et contraintes : (a) 750 °C et 750MPa, (b) 950 °C et 185MPa, (c) 1150 °C et 100MPa [27,29].**

## 2.2-Comportement détaillé en fluage à haute et très haute températures ; évolution de la microstructure

La courbe de fluage de l'AM1 à 1050°C sous une charge de 150MPa présentée figure 1.13 peut être décomposée en trois stades successifs :

- le fluage primaire (stade I) : il peut être précédé d'une période d'incubation. Il se caractérise par une vitesse de fluage initiale élevée qui diminue progressivement par écrouissage du matériau ;
- le fluage secondaire (stade II) : stade durant lequel la vitesse de déformation est quasiment constante ;

- le fluage tertiaire (stade III) : la vitesse de déformation augmente rapidement à cause d'un endommagement du matériau qui conduit à la rupture finale.

La microstructure observée au MEB est indiquée à différentes étapes est reportée sur la figure 3.13. A des températures supérieures à environ 900°C et même sous faible contrainte le comportement des superalliages monocristallins est fortement lié à la coalescence dirigée des précipités  $\gamma'$  [30–32]. Ils coalescent pendant le stade I pour former une structure lamellaire établie au début du stade II. Cette coalescence dirigée observée en fluage à haute température des superalliages est appelée mise en radeaux. Elle a été découverte par Tien et Copley en 1971 [33]. La mise en radeaux se fait parallèlement ou perpendiculairement à la direction de sollicitation selon les signes de la contrainte appliquée et du désaccord paramétrique [34]. Le phénomène de mise en radeaux a une forte incidence sur le comportement mécanique en fluage des superalliages à haute température.

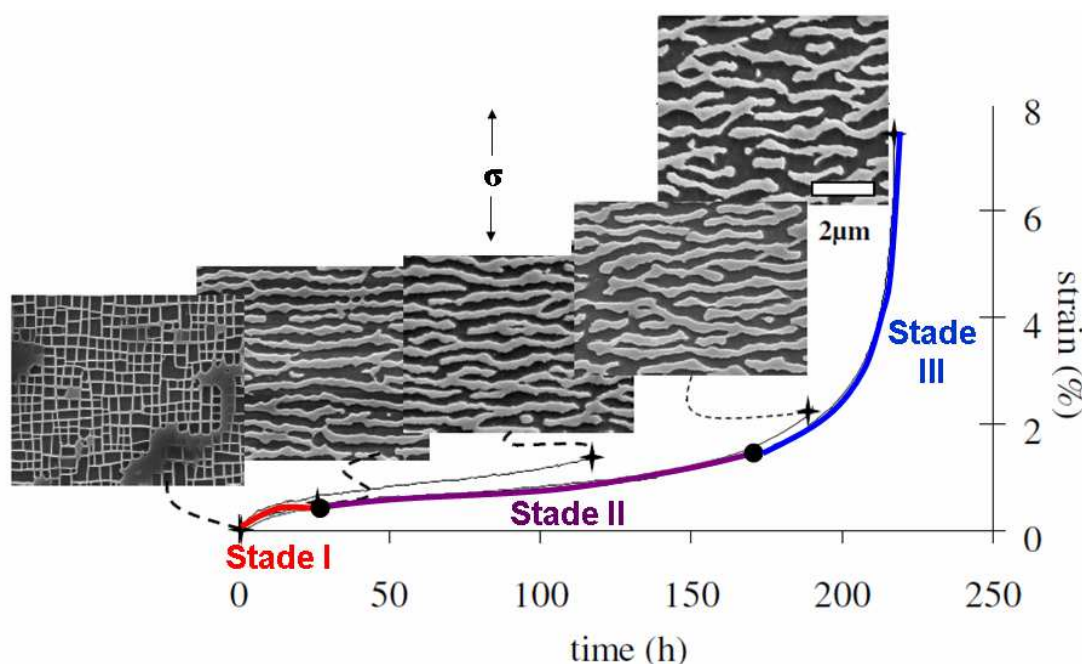


Figure 1.13 : Déformation en fonction du temps au cours d'un essai de fluage à 1050°C/150MPa dans l'AM1 et évolution de la microstructure. Adapté de [5].

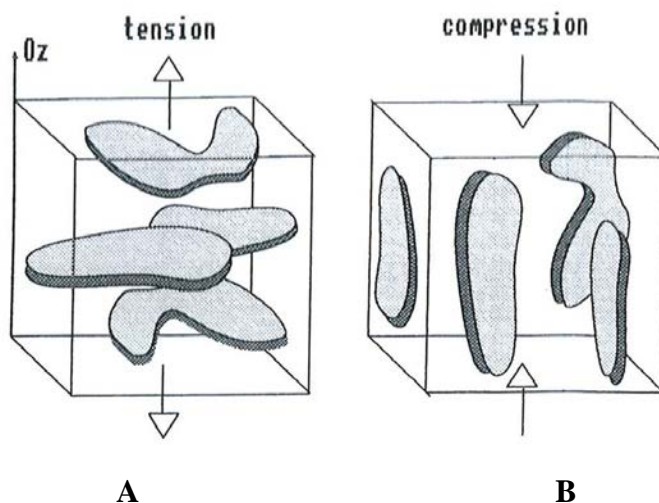
### 2.2.1- Fluage primaire

Le stade I correspond à la transformation de morphologie des précipités  $\gamma'$  de la forme de cubes à une structure en radeaux [35,36]. Il s'agit d'un phénomène diffusif qui n'apparaît qu'à des températures suffisamment élevées. La mise en radeaux est observée typiquement dans les superalliages de première génération pour des températures supérieures à 900°C. La cinétique de la coalescence orientée dépend de la contrainte appliquée, du désaccord paramétrique et des différences de constantes élastiques entre la phase  $\gamma$  et la phase  $\gamma'$ .

Comme la majorité des alliages commerciaux, l'alliage AM1 a un désaccord paramétrique négatif ( $a_\gamma > a_{\gamma'}$ ) et seul ce cas est discuté dans la suite. Le même raisonnement peut être appliqué au cas d'un désaccord paramétrique positif en inversant le signe de la contrainte. La Figure 1.14 montre un schéma de la structure en radeaux dans un superalliage à désaccord paramétrique négatif :

- si la contrainte appliquée est positive (en traction, Figure 1.14 A), les radeaux se forment perpendiculairement à l'axe de traction ;

- si elle est négative (en compression, Figure 1.14 B), les radeaux se forment parallèlement à la direction de la contrainte.



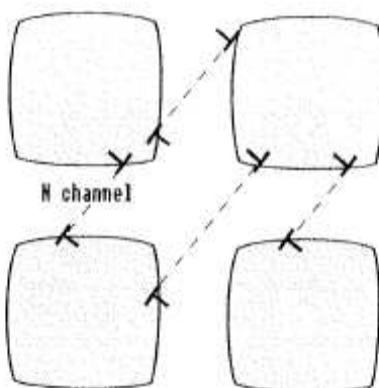
**Figure 1.14 : Schéma illustrant la mise en radeaux dans le cas d'un désaccord paramétrique négatif en fonction de la contrainte externe [35]**

**A contrainte appliquée positive : traction**

**B contrainte appliquée négative : compression**

Les dislocations activées par la contrainte appliquée dans les couloirs  $\gamma$  viennent se déposer aux interfaces  $\gamma/\gamma'$ . Elles interagissent et forment un réseau de dislocations qui relaxe ou augmente les contraintes internes induites par le désaccord paramétrique [37–40]. Dans le cas d'une contrainte de traction, la Figure 1.15 montre que le demi-plan supplémentaire des dislocations (composante coin) se trouve à l'intérieur des précipités pour celles qui se sont propagées dans les couloirs horizontaux et à l'intérieur des canaux pour celles qui se sont propagées dans les couloirs verticaux. Le désaccord paramétrique étant négatif, les dislocations vont donc relaxer les contraintes de cohérence dans les couloirs horizontaux et les augmenter dans les couloirs verticaux. L'énergie élastique stockée aux interfaces est donc plus forte dans les couloirs verticaux qui vont tendre à disparaître aux dépens des couloirs horizontaux par une coalescence orientée perpendiculairement à l'axe de traction. Le champ de contrainte des dislocations aux interfaces  $\gamma/\gamma'$  horizontales s'oppose au déplacement des dislocations dans ces mêmes couloirs. Ceci conduit à un ralentissement de la vitesse de déformation [41].

Inversement, pour une contrainte de compression, le sens de déplacement des dislocations est opposé et les radeaux se forment parallèlement à l'axe de compression.



**Figure 1.15 : Cas d'un désaccord paramétrique négatif et d'une contrainte de traction verticale : le demi-plan supplémentaire des dislocations activées par une contrainte se trouve à l'intérieur des précipités pour celles qui se propagent dans les couloirs horizontaux et à l'intérieur des canaux pour celles qui se propagent dans les couloirs verticaux.**

A la fin du fluage primaire, il y a mise en place :

- d'une microstructure en radeaux avec des largeurs de radeaux  $\gamma'$  sensiblement égale à la dimension initiale des cuboïdes, alors que les couloirs de matrice  $\gamma$  s'épaississent légèrement [42];
- de réseaux de dislocations d'interfaces bien établis, avec un nombre de dislocations dans les couloirs limité [43].

### 2.2.2- Fluage secondaire

Le stade II est associé à une vitesse de déformation quasi-constante, de l'ordre de  $10^{-10}$  à  $10^{-9}$ .s<sup>-1</sup> à 1050°C (140MPa) [44]. Il est généralement plus long lorsque la microstructure en radeaux s'est rapidement développée lors du stade I, c'est-à-dire lorsque la température de l'essai est élevée (>1000°C, Figure 1.12 (b) et (c)). Ce stade représente la majorité de la durée de vie en fluage des superalliages.

Les radeaux de la phase  $\gamma'$  agissent comme des obstacles au déplacement des dislocations de la matrice. Le réseau de dislocations, formé pendant le stade I (§ 2.2.1), continue à évoluer par différentes réactions entre les dislocations (voir §3) [18]. La structure des réseaux de dislocations aux interfaces contribue à une grande stabilité de la microstructure pendant le fluage secondaire [45].

La mise en place de la structure lamellaire par coalescence dirigée entre en compétition avec le mûrissement d'Ostwald des précipités (croissance isotrope) due au maintien à haute température durant l'essai. Au début du fluage secondaire, l'épaisseur des radeaux  $\gamma'$  correspond à la taille initiale des précipités. Chen et Immarigeon ont proposé un modèle qui permet d'estimer la variation de la largeur des radeaux  $\gamma'$  au cours du stade II [46]. Pour résumer leurs travaux, ils ont montré que si la taille des précipités initiaux était :

- inférieure à 500nm, alors les radeaux s'épaississent au cours du fluage ;
- environ égale à 500nm, les deux phénomènes de coalescence et mûrissement d'Ostwald sont en équilibre ;
- supérieure à 500 nm, les radeaux s'amincissent.

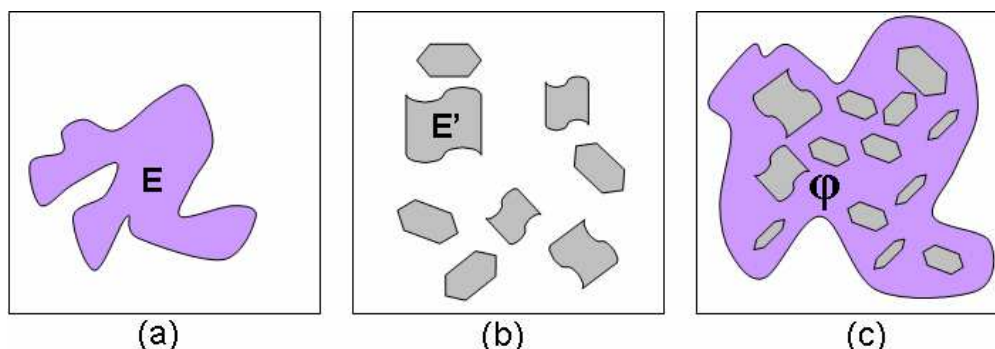
Toutefois ces prévisions sont vérifiées pour des températures supérieures à 1050°C [18] alors qu'en deçà, l'épaisseur ne varie quasiment pas.

### 2.2.3- Transition du fluage secondaire au fluage tertiaire en fonction de la température

La microstructure en radeaux est relativement stable durant le stade II. Le passage entre les stades II et III aux températures supérieures à 900°C est lié à la connexité entre les deux phases de l'alliage, d'après Fredholm [18] et Epishin [47,48]. La connexité traduit la déstabilisation de l'alliage. La phase  $\gamma'$  est initialement la phase enveloppée et  $\gamma$  la phase enveloppante mais au cours du fluage la connexité peut s'inverser : la phase  $\gamma'$  devient progressivement enveloppante. Cette inversion de connexité, dite aussi inversion topologique, conduit à l'apparition de nouveaux sites potentiellement cisillables.

#### a- Définition et mesure de la connexité

En topologie, la connexité correspond au concept d'un objet d'un seul morceau (Figure 1.16).



**Figure 1.16 : Notion schématique de la connexité :**

- (a) l'espace E continu est un espace connexe,  
 (b) l'ensemble des éléments E' dispersé et discontinu n'est pas connexe,  
 (c) extension à un système biphasé : l'espace violet  $\phi$  est connexe, parsemé de « trous ».

Pour un système physique, dans lequel deux phases sont en présence (Figure 1.16(c)), l'extension de la notion de connexité d'une phase  $\phi$  par rapport à une autre se traduit par l'introduction d'un paramètre  $Na(\phi)$  défini par la relation suivante [49] :

$$Na(\phi) = (\text{nombre d'objets connexes } \phi) - (\text{nombre de trous qu'il comporte})$$

Ce paramètre permet de déterminer de manière quantitative le caractère connexe d'une phase, suivant sa valeur :

-  $Na(\phi) < 0$  : la phase est enveloppante ou connexe car la matrice enveloppante possède 1 seul objet connexe (Figure 1.16(c)) ou moins d'objets connexes, que de trous (ou précipités),

-  $Na(\phi) > 0$  : par réciprocité, la phase est enveloppée : chaque précipité, pris séparément, constitue un objet connexe sans trou.

Ainsi, les changements de microstructure (Figure 1.13) peuvent être quantifiés en mesurant la variation du nombre de connexité spécifique  $Na(\gamma')$  de la phase  $\gamma'$ .

Dans le cas des superalliages ayant subi un traitement standard (§1.1.3), le nombre de connexité spécifique  $Na(\gamma')$  est égal aux nombres de précipité de  $\gamma'$ , pris séparément comme des objets connexes sans trous, par unité de surface, c'est-à-dire la densité de cubes  $\gamma'$  [18]. Lorsque le superalliage est dans son état initial, avec des précipités de la phase  $\gamma'$  en forme de cubes (Figure 1.13), la phase continue  $\gamma$  est enveloppante ou connexe avec  $Na(\gamma) < 0$ , car le nombre de connexité spécifique est égal à un seul objet connexe moins le nombre de précipités  $\gamma'$  ; dans ce cas, par réciprocité,  $Na(\gamma')$  est positive. A la fin d'un essai de fluage (1050°C, 150MPa ; Figure 1.13), la phase  $\gamma'$  devient continue et enveloppe la phase  $\gamma$ . Dans ce cas,  $Na(\gamma')$  est négatif.

Entre ces deux cas extrêmes avec inversion de la phase connexe, il n'est pas facile de déterminer les paramètres  $Na(\gamma)$  et  $Na(\gamma')$ , en comptant le nombre de précipités, lorsque la structure en radeaux évolue au cours de l'essai. C'est pourquoi, après avoir fait un squelette de la phase  $\gamma'$  (Figure 1.17), la formule suivante est utilisée [50]:

$$Na(\gamma') = \frac{N_T - N_{TP}}{2S}$$

$N_T$  : nombre de terminaisons

$N_{TP}$  : nombre de points triple sur le squelette de  $\gamma'$

$S$  : surface étudiée

Dans le cas de la Figure 1.17, Caron et al. trouvent la valeur :  $Na(\gamma') = (35-22)/101,2 = 0,128/\mu\text{m}^2$ , la phase  $\gamma'$  est toujours enveloppée par la matrice  $\gamma$ .

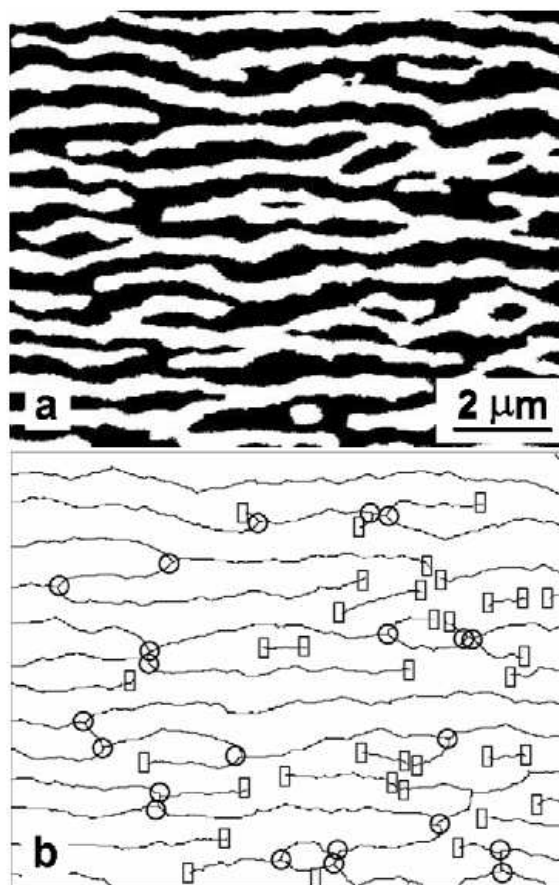


Figure 1.17 : Analyse d'image d'une microstructure  $\gamma/\gamma'$  en radeaux pour évaluer la connexité à partir de  $Na(\gamma')$  : a) image binaire ( $\gamma'$  en noir) ; b) Décompte du nombre de terminaison ( $\square$ ) et point triple (O) à partir du squelette de  $\gamma'$  [50].

L'inversion topologique de phase a donc lieu quand  $Na(\gamma')$  devient négatif. Par exemple dans le cas de l'AM1, l'inversion de connexité intervient environ à la moitié de sa durée de vie totale pour un essai de fluage à 1050°C, 150MPa Figure 1.18.

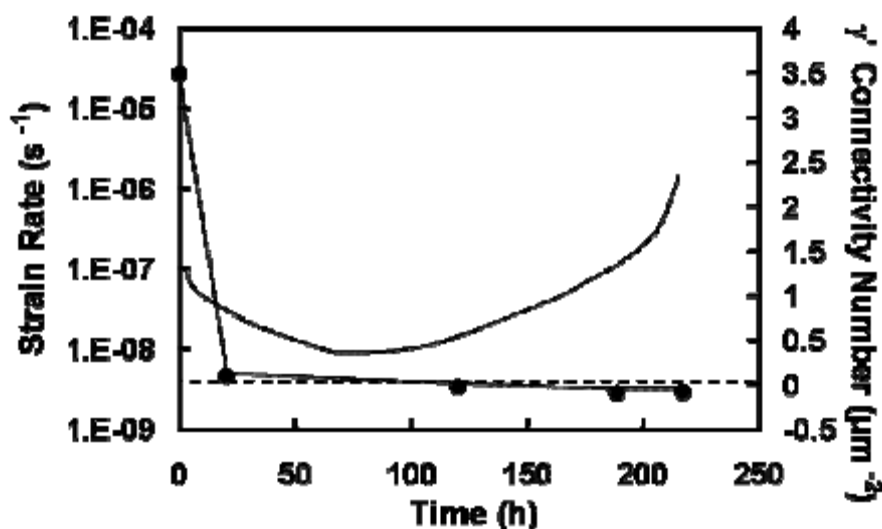


Figure 1.18 : Evolution du nombre de connexité spécifique  $Na(\gamma')$  pendant un essai de fluage à 1050°, 150MPa de l'AM1 [50]



### b- Comparaison de la connexité entre deux essais de fluage à haute température (>900°C) et à très haute température (>1100°C)

Le fluage secondaire dans l'AM1 évolue de façon différente à haute température et à très haute température. Cette distinction est également liée à la connexité.

D'après le Tableau 1.3, à très haute température (1150°C sous une contrainte de 100 MPa), l'inversion topologique n'est pas observée, quel que soit l'alliage :  $N_a$  est toujours positif en fin d'essai. En revanche, à 1050°C sous une contrainte de 150 MPa, pour l'AM1 notamment, une inversion de connexité a lieu, excepté pour MC544-LGP.

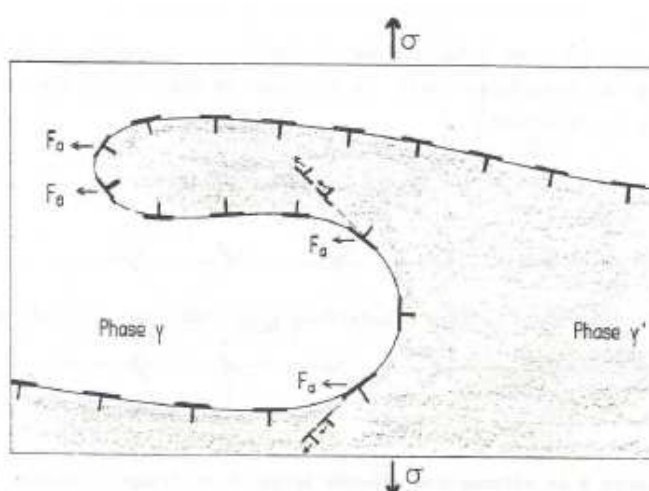
Alloy	T = 1050°C		T = 1150°C	
	$F_A(\gamma')$ (%)	$N_A(\gamma')$ ( $\mu\text{m}^{-2}$ )	$F_A(\gamma')$ (%)	$N_A(\gamma')$ ( $\mu\text{m}^{-2}$ )
AM1	52.0	- 0.081	42.5	+ 0.105
MC2	44.5	- 0.015	39.9	+ 0.265
MC544	62.4	- 0.221	48.6	+ 0.127
MC544-LGP	40.4	+ 0.080	nd	nd
René N6	61.1	- 0.093	46.4	+ 0.133
CMSX-10M	67.3	- 0.115	55.2	+ 0.094

**Tableau 1.3 : Corrélation entre la fraction volumique ( $F_a(\gamma')$ ) et le nombre de connexité spécifique ( $N_a(\gamma')$ ) de la phase  $\gamma'$  après rupture en fluage à 1050°C, 150MPa et 1150°C, 100MPa (nd : non déterminé) [50].**

Cette différence de comportement à haute et très haute température est liée à la variation de fraction volumique de la phase  $\gamma'$ . Au cours du fluage, la taille et la morphologie des précipités  $\gamma'$  évoluent afin de minimiser l'énergie totale d'interfaces  $\gamma/\gamma'$ . Le meilleur moyen de minimiser l'énergie totale d'interfaces  $\gamma/\gamma'$  est d'envelopper la phase minoritaire par la phase majoritaire. Ainsi, à 1150°C où la fraction volumique de la phase  $\gamma'$  est inférieure à 50% l'inversion topologique de phase ne peut pas intervenir. A 1050°C où la fraction volumique de  $\gamma'$  est supérieure à 50%, l'inversion de connexité se produit.

### c- Conséquence de l'inversion topologique

La transition entre le régime secondaire et le régime tertiaire au cours du fluage à haute température (~1000°C,  $f > 50\%$ ) se produit au moment de l'inversion topologique qui conduit à une déstabilisation de la microstructure [5,47,48].



**Figure 1.19 : Illustration de l'inversion de connexité entre les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  des superalliages monocristallins pouvant donner naissance à des nouveaux sites préférentiels de cisaillement [18]**

La Figure 1.19 schématise un domaine où apparaît l'inversion de connexité avec un ensemble de dislocations coins qui tapissent l'interface  $\gamma/\gamma'$ . Lorsqu'une contrainte est appliquée, le développement de dislocations dans la phase  $\gamma'$  est facilité dans les régions où les particules  $\gamma'$  ont une courbure fortement

négative qui induit une concentration de contrainte due à la géométrie comme le montre la Figure 1.19. Ceci se produit lorsque la phase  $\gamma'$  enveloppe l'autre phase. Le cisaillement des précipités  $\gamma'$  est alors activé et la vitesse de déformation augmente. Il s'agit du début du stade III pour les essais à haute température.

#### 2.2.4- Fluage tertiaire

Lors du stade III du fluage, la vitesse de déformation augmente fortement, ce qui mène à la rupture du matériau (Figure 1.12). Deux mécanismes peuvent expliquer cette variation :

- les paramètres de dommages intrinsèques, de nature microscopique ou mésoscopique (échelle des dislocations et précipités) tels que l'épaississement et la détérioration de la microstructure, l'augmentation de la densité de dislocations mobiles par le cisaillement massifs des précipités [20,51,52];

- les paramètres de dommages extrinsèques, de nature plutôt macroscopique tels que des endommagements liés à l'environnement (oxydation et corrosion), la coalescence des porosités, les microfissures.

Le rôle de l'inversion de connexité dans la dégradation de la microstructure à haute température (900-1050°C) est expliqué au paragraphe 2.2.3.

Pour les essais de fluage effectués à très haute température (> 1100°C) les mécanismes mis en jeu sont différents. Cox *et al.* expliquent que l'endommagement lors du fluage tertiaire pour le CMSX-4 à 1150°C est dû à une déformation très localisée [53]. La cavitation est à l'origine de ce mode de rupture par nucléation et croissance de pores de déformation [54,55] et par croissance des pores de fonderie/élaboration. Ceci implique une réduction de la section réellement porteuse et il y a donc une augmentation de la contrainte locale, qui permet d'activer des mécanismes de cisaillement de précipités  $\gamma'$ , d'où l'augmentation de la vitesse de déformation.

### 3- Mécanismes de déformation plastique

#### 3.1- Déformation des couloirs de la phase $\gamma$

Quelles que soient les conditions de fluage (basse ou haute température), la déformation des superalliages débute toujours par une déformation dans les couloirs  $\gamma$ , cubique faces centrées, où des dislocations parfaites de type  $a/2\langle 110 \rangle$  sont créées. Elles introduisent un cisaillement suivant les directions denses  $\langle 110 \rangle$  et glissent dans les plans denses  $\{111\}$ .

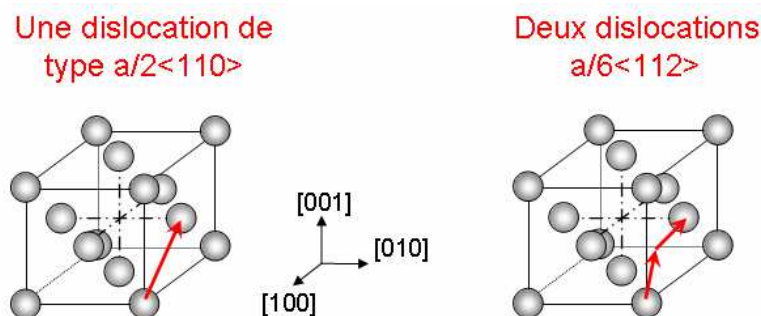
D'après la règle de Frank l'énergie d'une dislocation est proportionnelle au carré de son vecteur de Burgers. Dans ce cas, la dissociation d'une dislocation parfaite en deux dislocations partielles de Shockley peut-être énergétiquement favorable si l'énergie du défaut d'empilement créé n'est pas trop élevée. Cette dissociation (Figure 1.20) correspond à la réaction suivante mise en évidence par Décamps *et al.* [56] :

$$\frac{a}{2}[110] \rightarrow \frac{a}{6}[211] + ISF / ESF + \frac{a}{6}[12\bar{1}]$$

ISF : Intrinsic Stacking Fault = Défaut d'Empilement Intrinsèque ;

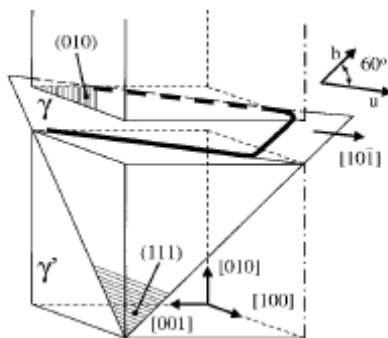
ESF: Extrinsic Stacking Fault = Défaut d'Empilement Extrinsèque.





**Figure 1.20 : A gauche une dislocation parfaite de vecteur de Burgers  $a/2 \langle 110 \rangle$  ; à droite dissociation d'une dislocation de type  $a/2 \langle 110 \rangle$  en deux dislocations  $a/6 \langle 112 \rangle$  avec création d'un défaut d'empilement intrinsèque dans une structure cubique à faces centrées.**

Les dislocations de la phase  $\gamma$ , en se déplaçant, vont rencontrer les précipités  $\gamma'$  qui vont gêner leur mouvement. Elles vont donc déposer sur chacune des deux interfaces  $\gamma/\gamma'$  un segment  $\vec{u}$  qui fait un angle d'environ  $60^\circ$  avec le segment  $\vec{h}$  (Figure 1.21) contenu dans  $\gamma$  [41,57].



**Figure 1.21 : Mécanisme de glissement des dislocations dans  $\gamma$  pendant le fluage primaire : glissement d'une dislocation parfaite  $a/2[101]$  entre deux précipités cubiques et conduisant au dépôt de deux segments de dislocations à  $60^\circ$  aux interfaces  $\gamma/\gamma'$  [43].**

Le cisaillement critique de glissement des dislocations dans la phase  $\gamma$  dépend du durcissement par solution solide, dû aux atomes de molybdène, chrome, cobalt et rhénium en substitution des atomes de nickel sur le réseau CFC. Une fine précipitation de  $\gamma'$  au sein de la matrice  $\gamma$  participe également au durcissement du matériau. Les précipités dans le cas des superalliages sont cohérents mais possèdent une très forte énergie de défaut et sont contournés par les dislocations [58,59].

Outre la contrainte intrinsèque de glissement dans la phase  $\gamma$ , les dislocations doivent se courber afin de satisfaire le critère d'Orowan de franchissement de précipités non cisailés et étendre les segments de dislocations déposés aux interfaces. La contrainte nécessaire est donnée par :

$$\tau_{or} = \left( \cos^2 \phi + \left( \frac{1}{1-\nu} \right) \sin^2 \phi \right) \left( \frac{\mu b}{2\pi l_g} \right) \ln \left( \frac{l_g}{2r_0} \right)$$

$\vec{b}$  : vecteur de Burgers

$\phi$  : Angle entre le vecteur de Burgers  $\vec{b}$  et la direction de ligne des dislocations d'interface

$\mu$  : module de Coulomb =  $C_{44}$  pour les monocristaux

$\nu$  : coefficient de Poisson

$l$  : largeur du couloir

$l_g$  : distance entre deux radeaux le long du plan de glissement :  $l_g = \sqrt{\frac{2}{3}} l$

$r_0$  : rayon de cœur des dislocations

Elle correspond à la contrainte dont le travail est égal à l'augmentation de l'énergie élastique stockée autour des deux segments déposés aux interfaces du fait de leur extension, qui tient compte de leur caractère mixte et qui varie en  $\ln(l_g/2)$ , la demi-distance les séparant. D'après cette relation, la largeur des couloirs de la matrice contrôle la contrainte d'écoulement.

### 3.2- Déformation de la phase $\gamma'$

Une fois la phase « molle »  $\gamma$  déformée, la phase  $\gamma'$  subit à son tour des déformations. Les mécanismes de déformation des précipités  $\gamma'$  dépendent essentiellement de la température de fluage.

#### Dislocations de type $a\langle 011 \rangle$ et $a\langle 001 \rangle$

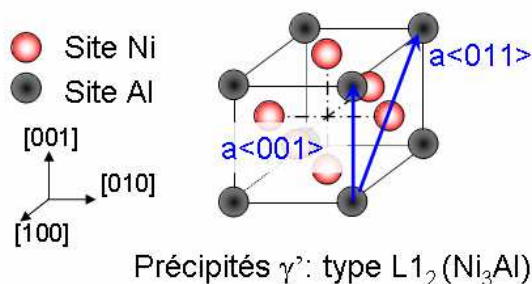


Figure 1.22 : Différents vecteurs de Burgers possibles dans la phase  $\gamma'$

La phase  $\gamma'$  a une composition proche de la stœchiométrie du composé  $Ni_3Al$  de structure  $L1_2$ , (Figure 1.22). Dans cette configuration les atomes de nickel et d'aluminium prennent les positions suivantes dans le réseau :

$$Al : 0, 0, 0$$

$$Ni : \frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0 ; 0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2} ; \frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}.$$

Pour ne pas perturber l'ordre de la structure  $Ni_3Al$ , le vecteur de Burgers d'une dislocation parfaite (le plus petit reliant deux atomes de même nature) est ici  $\vec{b} = a\langle 001 \rangle$ . Des dislocations ayant un vecteur de Burgers  $\vec{b} = a\langle 110 \rangle$  sont observées surtout à moyenne température. Les deux types de vecteurs de Burgers existent à haute température.

#### 3.2.1- Fluage à moyenne température

A moyenne température et avec une valeur de contrainte située dans la zone de condition de fluage (Figure 1.11), le cisaillement des précipités par les dislocations se fait directement par des dislocations parfaites, dites superdislocations, de type  $a\langle 110 \rangle$ . Ces superdislocations dans le plan  $\{111\}$  sont, en réalité, dissociées en superpartielles :

- deux dislocations de type  $a/2\langle 110 \rangle$  identiques ; le passage de la première conserve la position des atomes mais elle modifie l'ordre chimique ce qui génère une paroi d'antiphase (Antiphase Boundary : APB) [58] ;



$$a[\bar{1}01] \rightarrow \frac{a}{2}[\bar{1}01] + APB + \frac{a}{2}[\bar{1}01]$$

- quatre dislocations partielles de Shockley ; en reprenant la configuration précédente lorsque chaque dislocation  $a/2 \langle 110 \rangle$  se décompose en deux partielles de Schockley séparées par un défaut d'empilement ; compte tenu du caractère ordonné de la structure, le défaut d'empilement est appelé défaut d'empilement complexe (Complex Stacking Fault, CSF) [58] ;



$$a[\bar{1}01] \rightarrow \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}2] + CSF + \frac{a}{6}[\bar{2}11] + APB + \frac{a}{6}[\bar{2}11] + CSF + \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}2]$$

- six dislocations partielles de Shockley : configuration identique à la précédente, après nucléation de deux partielles de Shockley opposées dans l'APB, séparées par un défaut d'empilement intrinsèque ou extrinsèque (Superlattice Intrinsic/Extrinsic Stacking Fault, SISF/SESF) [60–62] .



$$a[\bar{1}01] \rightarrow \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}2] + CSF + \frac{a}{6}[\bar{2}11] + APB + \frac{a}{6}[\bar{1}2\bar{1}] + SISF + \frac{a}{6}[\bar{1}2\bar{1}] + APB + \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{1}2] + CSF + \frac{a}{6}[\bar{2}11]$$

- deux dislocations partielles de type  $a/3 \langle 112 \rangle$  séparées par un défaut d'empilement intrinsèque ou extrinsèque [63,64] ;



$$a[\bar{1}01] \rightarrow \frac{a}{3}[\bar{2}11] + SISF + \frac{a}{3}[\bar{1}\bar{1}2]$$

Malgré les défauts plans, ces configurations sont plus avantageuses énergétiquement que la dislocation  $\vec{b} = a \langle 001 \rangle$  non dissociée.

Dans tous les cas décrits ci-dessus, les partielles sont dans un même plan  $\{111\}$  et la superdislocation peut glisser.

Dans ces modes de déformation, avec création d'une paroi d'antiphase, la particularité est la possibilité de former de cette paroi dans un plan de type  $\{100\}$  par glissement dévié des dislocations qui la bordent. La superdislocation n'est plus planaire et elle devient sessile. Il s'agit d'un verrou de Kear-Wilsdorf [65].



$$a[\bar{1}01] \rightarrow \frac{a}{2}[\bar{1}01] + APB + \frac{a}{2}[\bar{1}01]$$

Comme le glissement dévié nécessite la recombinaison des dislocations partielles qui bordent l'APB, il est activé thermiquement. Une élévation de température favorise donc la transformation de dislocations glissiles en dislocations sessiles. Ce phénomène explique l'origine de l'anomalie de comportement de la limite d'élasticité qui, dans le domaine des moyennes températures, augmente avec cette dernière (Figure 1.11).

Lors du fluage à moyenne température et forte contrainte, le cisaillement s'étend dans les deux phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  sur des vastes zones du matériau. La Figure 1.23 montre des bandes de défauts en dehors desquelles il apparaît très peu de déformation plastique ; elle est très localisée à l'intérieur de ces bandes. Ce mode de déformation n'engendre pas de phénomène de durcissement avec d'autres systèmes de glissement d'où un fort fluage primaire observé Figure 1.12 a.

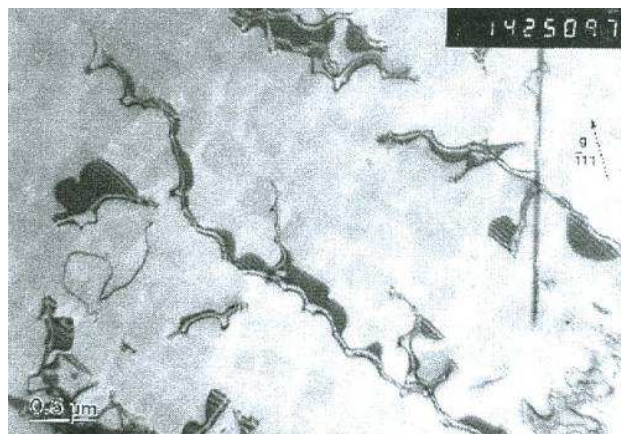


Figure 1.23 : Bande de défaut d'empilement de surstructure dans le CMSX-2 T1 déformé en fluage à 760°C sous 750MPa [25].

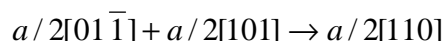
### 3.2.2- A haute température, supérieure à 900°C

Après la déformation de la matrice, la suite des mécanismes est différente dans les gammes de températures supérieures à 900°C. La transition du fluage primaire au fluage secondaire correspond à l'établissement d'un réseau stable de dislocations aux interfaces  $\gamma/\gamma'$  contrairement au cas précédent, les dislocations ne se propagent pas directement dans les précipités  $\gamma'$ .

#### 3.2.2.1- Formation de réseaux de dislocations à l'interface

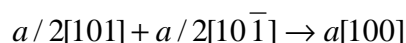
Le glissement des dislocations de type  $a/2 \langle 110 \rangle \{111\}$  dans  $\gamma$  est bloqué par les précipités de phase dure  $\gamma'$ . La résistance des précipités entraîne la formation d'un réseau aux interfaces  $\gamma/\gamma'$  qui relaxe les contraintes internes induites par le désaccord paramétrique [39,40,66].

Les interactions des dislocations lors de la formation des réseaux ont été analysées entre autres par Fredholm [18]. Une interface  $\gamma/\gamma'$  est dans le plan normal à la direction de traction [001]. Des dislocations de type  $a/2 \langle 110 \rangle$  viennent en contact avec les radeaux et forment un réseau en zig-zag de segments parallèles à [110] et  $[1\bar{1}0]$  (intersections de plans de glissement avec (001)). Par montée, ces réseaux se réorganisent en un réseau parallèle à [100] et [010] (figure 1.24 a). Le demi-plan supplémentaire dû à leur composante coin fait un angle de 45° par rapport à l'interface. Deux dislocations perpendiculaires interagissent selon, par exemple la réaction :



pour former un segment parallèle à  $[1\bar{1}0]$ . Ces dislocations sont de type coin et leur demi-plan supplémentaire est perpendiculaire à (001). Une réaction similaire dans la direction [110] conduit à la création de segments  $a/2[1\bar{1}0]$ .

Il se forme un réseau constitué d'octogones et de carrés (figure 1.24 b). Les carrés constitués des dislocations initiales ont tendance à se réduire pour favoriser les segments les plus efficaces pour relaxer les contraintes de cohérence dues au désaccord paramétrique naturel (figure 1.24 c). Puis des réactions entre dislocations de glissement parallèles peuvent également conduire à des dislocations coin  $a[100]$  (figure 1.24 d) ou  $a[010]$  (figure 1.24 e), selon par exemple la réaction :



qui peuvent pénétrer dans la phase  $\gamma'$  par montée.

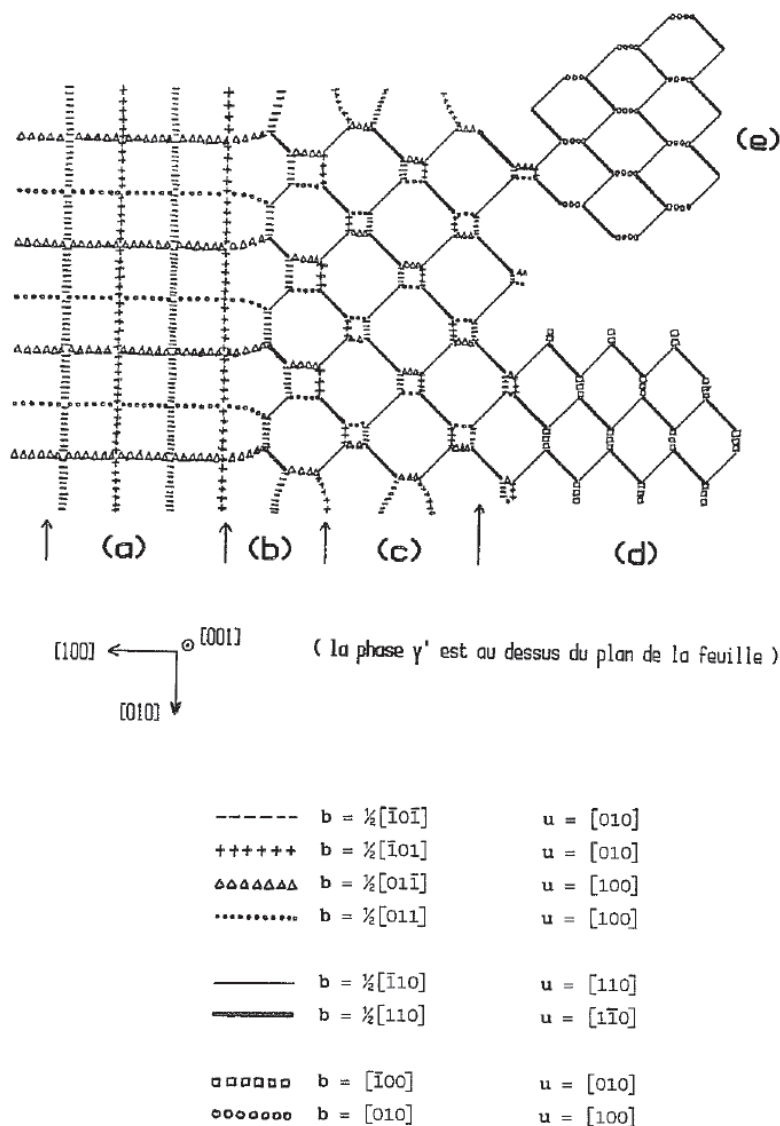


Figure 1.24 : Evolution du réseau de dislocations d'interface, d'après Fredholm [18]

a) réseau carré de dislocations de glissement, ayant une composante coin hors interface, b) réseau constitué d'octogones et de carrés dû à la formation de jonctions dont le vecteur de Burgers est dans l'interface, c) stabilisation des dislocations les plus efficaces pour relaxer les contraintes de cohérence, d) et e) formation de segments de type  $a[100]$  ou  $a[010]$ .

La stabilité des réseaux d'interfaces influe sur les performances en fluage des superalliages monocristallins [45]. Ils créent un champ de contraintes autour d'eux : plus les dislocations sont proches et distribuées de façon homogène, plus il protège efficacement les précipités du cisaillement [45,67-70]. Ce phénomène limite le cisaillement de  $\gamma'$  et réduit indirectement le glissement des dislocations dans les couloirs de matrice, ce qui diminue la vitesse macroscopique de fluage  $\dot{\epsilon}$ , donnée par la relation d'Orowan :

$$\dot{\epsilon} = \rho_m v b$$

$\rho_m$  : densité de dislocations mobiles,

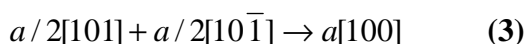
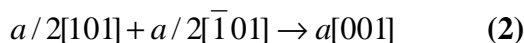
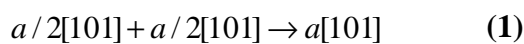
$v$  : vitesse de déplacement des dislocations

$b$  : vecteur de Burgers

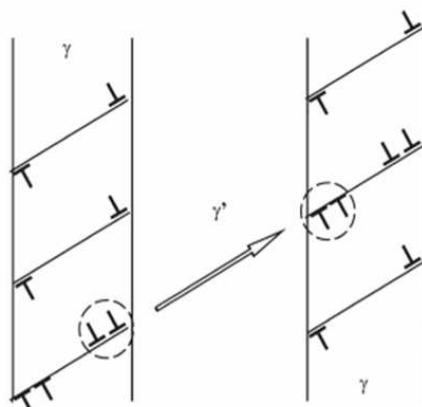
Ceci explique en partie le plateau observé sur les courbes de fluage de déformation en fonction du temps lors de stade II à haute température (Figure 1.12).

### 3.2.2.2- Déformation plastique des précipités

Pour expliquer les mécanismes de déformation dans la phase  $\gamma'$ , Prost-Hein et al. [43,57,71] se sont appuyés sur des calculs de forces de Peach et Koehler. Les interactions entre les dislocations d'interface génèrent des forces de montée dirigées vers l'intérieur des précipités. Lorsque leur densité augmente au cours de la déformation de la matrice, ces forces augmentent. Au-delà d'une certaine densité critique, ces forces poussent les dislocations d'interface à pénétrer dans les précipités. Des réactions entre les dislocations venant de  $\gamma$  arrêtées aux interfaces sont possibles, entre deux plans denses du système octaédrique  $(1\bar{1}\bar{1})$  et  $(111)$  et peuvent donner naissance à des superdislocations de type  $a\langle 100\rangle$  ou  $a\langle 110\rangle$  dans la phase  $\gamma'$  selon des réactions du type :



La poursuite de la déformation plastique dans le matériau est liée à l'existence de processus d'annihilation de dislocations de signes opposés issues des interfaces avec les deux couloirs de part et d'autre d'un même radeau [72]. Ils sont assurés par montée des dislocations ou par cisaillement des précipités (Figure 1.25).



**Figure 1.25 : Processus de restauration des dislocations par cisaillement des précipités  $\gamma'$  [72]**

De nombreuses études ont été menées sur la déformation plastique de la phase  $\gamma'$  à haute température [73–80]. Elles révèlent que les dislocations de type  $a\langle 100\rangle$  sont régulièrement observées. Ces dislocations sont généralement coin et sont alignées selon les directions  $\langle 101\rangle$ . Des dislocations de type  $a/2\langle 110\rangle$  sont parfois également présentes malgré une énergie de ligne plus élevée que les dislocations de type  $a\langle 100\rangle$ . De plus, la majorité des dislocations observées sont de type  $a[100]$  ou  $a[010]$ . L'initiation de leur mouvement est à l'origine de nombreuses discussions puisque ce type de dislocations n'est soumis à aucune force de la part de la contrainte de traction appliquée suivant  $[001]$  : la force de Peach et Koehler est nulle. Différentes hypothèses ont été proposées quant à leur formation et déplacement :

➤ Link et Epishin [76] expliquent leur apparition, par le fait qu'elles peuvent monter en réponse à une sursaturation de lacunes, produites par le mouvement des dislocations  $a[001]$  qui, elles, produisent un allongement selon  $[001]$ . Cette hypothèse est basée sur le mécanisme de montée pure entre deux systèmes, dont un n'est pas activé par la contrainte mais par une force osmotique due aux lacunes : ce modèle a également été évoqué par Mompou et Caillard dans les quasi-cristaux [81] et les superalliages [82].

Pour mieux comprendre ce phénomène, les expressions des deux forces qui contrôlent la diffusion des lacunes sont représentées (Figure 1.26) et rappelées :



- la force élastique (par unité de longueur de ligne de dislocation) due à la contrainte appliquée (ici elle est uniaxiale) :

$$F_{el} = \left| \left( \bar{\sigma} \cdot \vec{b} \right) \times \vec{\xi} \right|$$

$\vec{F}_{el}$  : Force élastique

$\bar{\sigma}$  : tenseur des contraintes

$\vec{\xi}$  : ligne de dislocation

- la force osmotique due aux lacunes (par unité de longueur de ligne de dislocation)

$$F_{os} = \frac{kTb}{\Omega} \ln \frac{c}{c_0}$$

$k$  : constante de Boltzman,

$\Omega$  : le volume atomique ( $\Omega = b^3 / 4$  pour la structure CFC)

$c$  : concentration en lacunes

$c_0$  : concentration d'équilibre des lacunes

Lorsque le matériau est soumis à un chargement uniaxial, le mécanisme de montée dû à la contrainte appliquée entraîne la croissance du demi-plan supplémentaire des dislocations coin a[001] et une augmentation de la déformation plastique dans le sens de traction [83]. Pour générer ce mouvement de montée de dislocations par déplacement d'atomes, des lacunes sont consommées et la concentration locale diminue, ce qui se traduit par une force osmotique qui s'oppose à la force élastique.

Pour que le demi-plan supplémentaire puisse se développer, un deuxième système de dislocations montantes est alors créé avec un vecteur de Burgers perpendiculaire à la contrainte et subissant une force élastique nulle. D'après [76] et [82] seule la force osmotique agit sur la montée de ces dislocations. Leur montée fait disparaître leur demi-plan supplémentaire (déformation horizontale négative) en consommant les lacunes produites par le premier système (Figure 1.26).

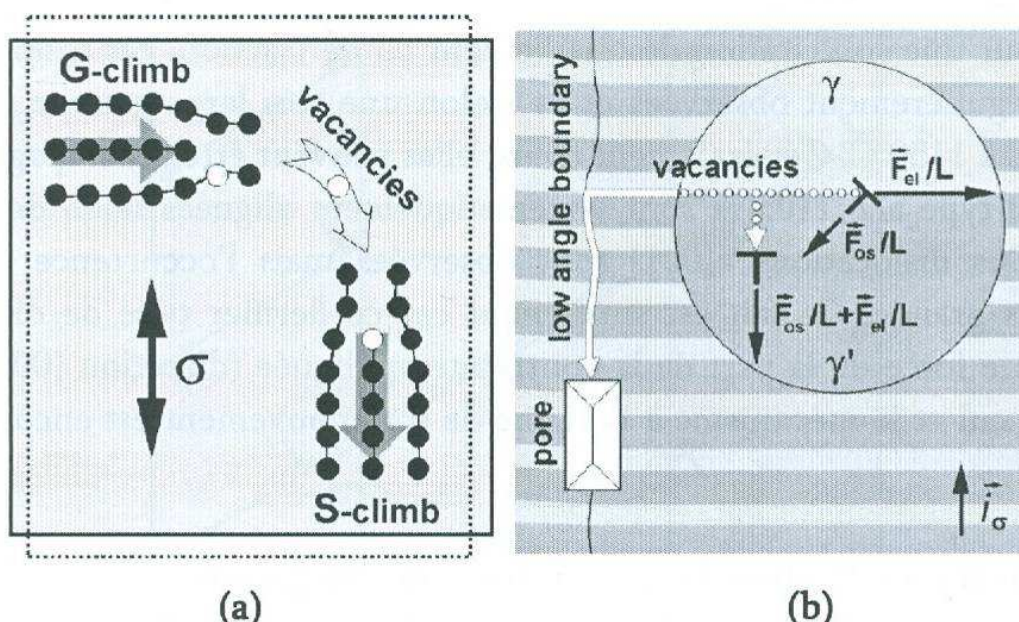
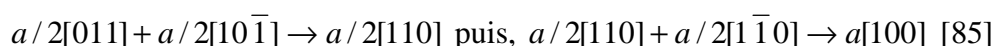


Figure 1.26 : Mécanisme de montée de dislocations du type [100] et [001] par échange de lacunes (a) dans un matériau monophasé (b) au sein d'un superalliage [84]

Les dislocations d'interface donnent naissance à des dislocations de type  $a/2[100]$  ou  $a/2[010]$  dans la phase  $\gamma'$ , suivant l'équation suivante :



Ensuite ces superdislocations  $a[100]$  ou  $a[010]$  vont se mouvoir dans les radeaux grâce à la force osmotique créée par les lacunes du demi-plan supplémentaire des dislocations de type  $a[001]$ .

➤ Dans de nombreux travaux [39,54,77,79,86,87], une observation plus fréquente de dislocations de type  $a[100]/[010]$  que celles de type  $a[001]$  a été constatée. Or si seule la montée des dislocations de type  $a[100]/[010]$  s'effectuait en réponse à une saturation en lacune locale de celles de type  $a[001]$ , autant de dislocations de chaque type devraient être observées. C'est pourquoi d'autres hypothèses ont été énoncées :

- Kostka *et al.* ont montré qu'une superdislocation de type  $a[010]$  (Figure 1.27) peut être la somme de deux superpartielles  $a/2 < 211 >$  résultant chacune de l'association de deux dislocations  $a/2 < 110 >$  émanant de la phase  $\gamma$  qui réagissent entre elles [87] :

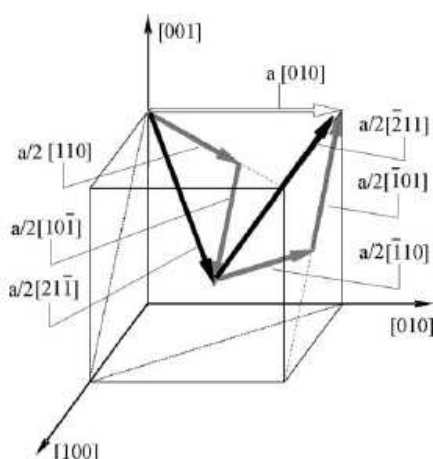
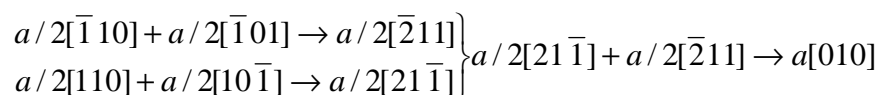
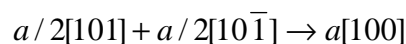


Figure 1.27 : Schéma illustrant le processus de réarrangement de dislocations  $a/2 < 211 >$  en superdislocation  $a[010]$  observé à haute température et faible contrainte dans un superalliage LEK94 [87].

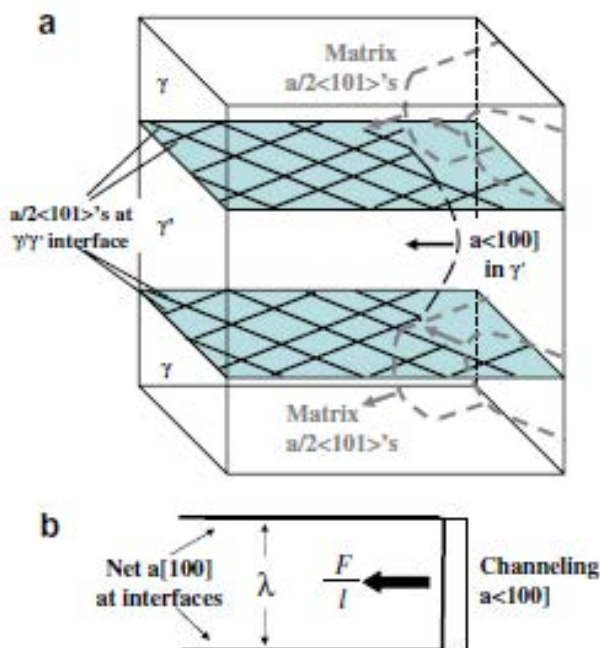
- Sarosi *et al.* [78] introduisent un nouveau modèle dans lequel les forces contrôlant le mouvement des dislocations  $a[010]$  et  $a[100]$  provient de la recombinaison suivant la relation (3) précédente :



et du champ de contraintes du réseau à l'interface  $\gamma/\gamma'$ . Les auteurs se basent sur un modèle simplifié des réseaux de dislocations à l'interface  $\gamma/\gamma'$  schématisés par des dipôles (Figure 1.28), ce qui leur permet de déduire les champs de contrainte dans les radeaux et les couloirs par :

$$DipoleStress = \frac{Gb_{int}}{2\pi(1-\nu)\lambda} \ln\left(\frac{\lambda}{b}\right) + \frac{2E_{core}}{\lambda b^2}$$





**Figure 1.28 :** (a) Schéma montrant la montée d'une dislocation dans le radeau  $\gamma'$  (channeling  $a\langle 100 \rangle$ ) conduisant à l'élimination de deux dislocations sur chaque interface  $\gamma/\gamma'$  ;  $a\langle 100 \rangle$  correspond à  $a[100]$  ou  $a[010]$   
 (b) géométrie simplifiée pour calculer la contrainte du dipôle induisant le mouvement de la dislocation  $a\langle 100 \rangle$  dans le radeau  $\gamma'$  [78]

Quand les dislocations  $a[100]$  ou  $a[010]$  glissent ou montent dans  $\gamma'$ , elles n'induisent pas de déformation longitudinale mais leur présence peut être expliquée par le fait qu'elles permettent à des mécanismes de restauration de se produire. La montée de la dislocation  $a[100]$  ou  $a[010]$  élimine deux à deux des dislocations issues du glissement dans  $\gamma$  selon la réaction (3) dans les interfaces inférieure et supérieure du radeau. La densité de dislocations aux interfaces  $\gamma/\gamma'$  diminue, ce qui crée une augmentation locale de la contrainte effective dans la matrice  $\gamma$  et permet l'activation de nouvelles dislocations dans les couloirs. Les dislocations  $a/2[100]$  ou  $a/2[010]$  jouent donc un rôle indirect sur la déformation plastique du matériau.

- Touratier *et al.* [88] supposent que l'activation des dislocations  $a[010]$  ou  $a[100]$  est un processus secondaire qui agit tel un mécanisme de restauration pour les dislocations aux interfaces  $\gamma/\gamma'$  (système 1 sur la Figure 1.29). Ce réseau de dislocations est directement lié à la contrainte appliquée et produit une déformation suivant la direction  $[001]$ . Un tel processus de restauration induit l'annihilation des dislocations du réseau à l'interface  $\gamma/\gamma'$  quand les dislocations de type  $a[010]$  ou  $a[100]$  (système 2) se propagent dans le radeau. De plus, elles absorbent les lacunes émises par la montée d'une dislocation du système 1 (Figure 1.29).

Les auteurs concluent sur le fait que la diffusion des lacunes est suffisamment rapide pour qu'elle ne soit pas le facteur limitant du processus de restauration aux interfaces.

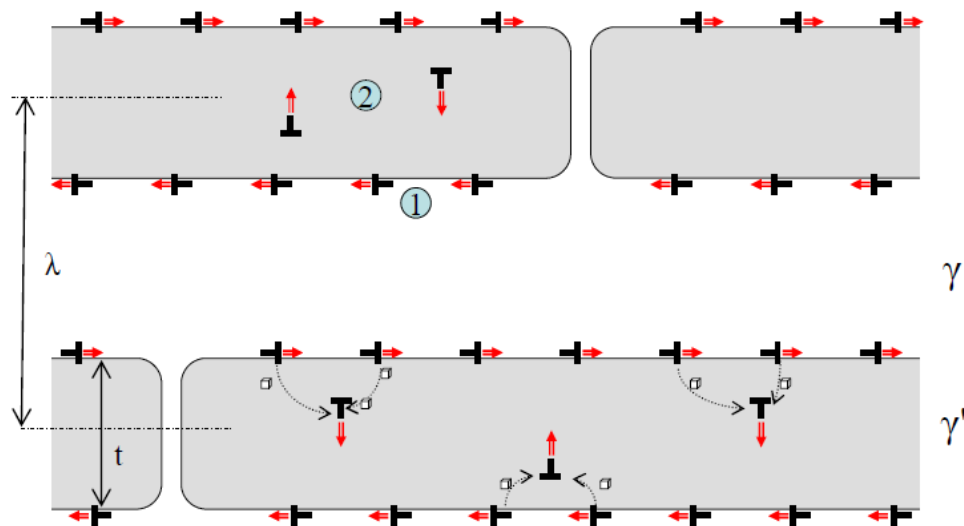


Figure 1.29 : Schéma de la microstructure d'un superalliage au cours du fluage à haute température montrant deux systèmes de dislocations (1) et (2) qui se déplacent par des mécanismes de montée (flèche rouge avec un trait double) et les flux de lacunes correspondants (ligne en pointillée dans le radeau du bas). Seule la composante coin des dislocations aux interfaces est représentée (dislocations de type  $a/2\langle 110 \rangle$  ou  $a\langle 100 \rangle$ ).

#### 4- Contexte de l'étude : récapitulatif des travaux antérieurs en rayonnement synchrotron

Plusieurs techniques sont utilisées pour mesurer les différents paramètres tels que la fraction volumique, le désaccord paramétrique ou l'évolution de la microstructure au cours du fluage :

- la diffraction des rayons X de hautes énergies issues d'un rayonnement synchrotron [89–91] ;
- l'analyse d'image par microscopie électronique en transmission [92,93] ou à balayage [15] (chapitre 2) ;

Dans les conditions expérimentales utilisées, les rayons X à haute énergie traversent l'éprouvette ; cette possibilité conduit à une observation globale non-destructive et à des mesures moyennées (ou statistiques) sur l'ensemble de l'échantillon. De plus, la diffraction *in situ* en rayonnement synchrotron permet, de façon continue au cours de l'essai, de déterminer avec une grande précision le désaccord paramétrique en fonction de la température jusqu'aux très hautes températures ( $>1200^\circ\text{C}$ ).

Les techniques de microscopie électronique, quant à elles, sont par nature destructives puisqu'il faut extraire de l'échantillon une préparation observable. De plus, l'observation ne peut se faire de façon continue, car pour accéder aux divers paramètres, l'essai doit être interrompu à différents stades du fluage : les observations ne peuvent donc pas se faire sur le même échantillon. L'analyse de clichés de microscopie permet cependant d'accéder aux valeurs de la fraction volumique  $f$  de la phase  $\gamma'$ , par exemple, du désaccord paramétrique à haute température et de distinguer différentes zones de la microstructure (zones dendritiques et interdendritiques § 1.3.1) après avoir figé la microstructure par une trempe en fin d'expérience *in situ*. Toutefois, les informations fournies restent très locales.

Dans la suite de cette partie sont détaillées les mesures déterminées dans la littérature en majorité par la diffraction de rayons X de hautes énergies [89,91,94,95] et les grandeurs déduites qui sont pertinentes pour comprendre le comportement du matériau.

## 4.1- Influence de la température

### 4.1.1- Influence de la température sur le désaccord paramétrique d'une microstructure non déformée cuboïdale

Des études [5,18,96–98] montrent que le désaccord paramétrique du matériau non déformé évolue avec la température, lorsque les précipités sont sous forme de cuboïdes. La figure 1.30 montre l'évolution des pics de diffraction (200) dans l'AM1 en fonction de la température [16]. A basse température, les précipités sont cohérents et un seul pic est visible. Il est cependant dissymétrique (visible à 1050°C), en raison d'un étalement de la distribution du paramètre de maille de  $\gamma$  correspondant à deux distributions distinctes : les couloirs parallèles à [100] sont contraints par les précipités et ont un paramètre de maille dans cette direction proche de celui de  $\gamma'$ , tandis que les couloirs perpendiculaires à [100] sont faiblement contraints par les précipités dans cette direction et ont un paramètre de maille supérieur (Figure 1.31). A partir de 1150°C, deux pics distincts pour  $\gamma$  et  $\gamma'$  sont observables, puis le pic de gauche disparaît à très haute température avec la dissolution de la phase  $\gamma'$ .

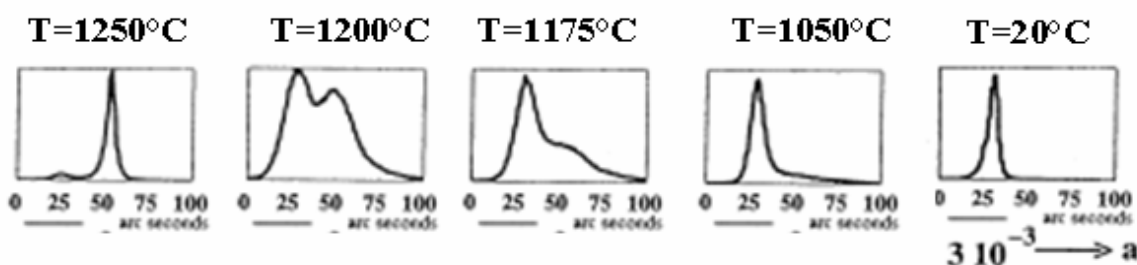


Figure 1.30 : Influence de la température sur les spectres de diffraction des plans (200) d'une éprouvette non déformée. d'AM1[16].

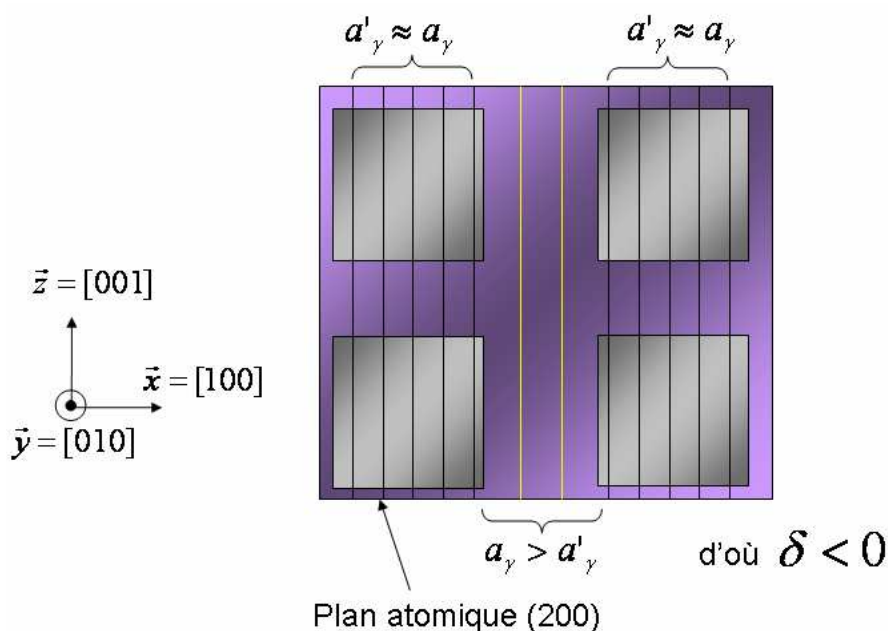


Figure 1.31 : Schéma des plans (200) dans une microstructure non déformée. Les plans passant par les précipités  $\gamma'$  conduisent à des pics de diffraction (200) pratiquement confondus, les couloirs étant fortement contraints par les précipités. Les plans contenus dans les couloirs verticaux sont peu contraints horizontalement et ont un paramètre de maille supérieur.

En conséquence, une décroissance algébrique du désaccord paramétrique avec la température est observée dans les superalliages à désaccord paramétrique négatif par diffractométrie en laboratoire

conventionnel [98] (Figure 1. 32) et par diffraction de rayons X en rayonnement synchrotron [5]. Elle est très faible à basse température et est attribuée à la différence entre les coefficients de dilatation thermique des deux phases ; celui de la phase  $\gamma$  étant plus élevé que celui de la phase  $\gamma'$ , la différence  $a_{\gamma'} - a_{\gamma}$  augmente en valeur absolue. Elle est suivie d'une forte décroissance au-dessus de 900°C.

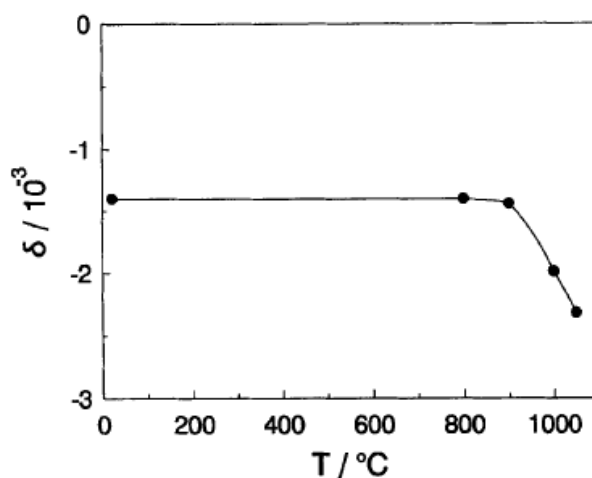


Figure 1. 32 : Evolution du désaccord paramétrique du SRR99 non déformé avec la température [98].

La forte décroissance du désaccord paramétrique à haute température peut avoir deux origines :

- la différence entre les coefficients de dilatation thermique des deux phases provoque une augmentation des contraintes de cohérence avec la température, qui finissent par être relaxées par déformation plastique [16] ;

- la dissolution de la phase  $\gamma'$  à partir de 950°C : les éléments  $\gamma'$ -gènes tels que Al, Ti et Ta sont mis en solution dans la phase  $\gamma$  et contribuent à augmenter son paramètre de maille, tandis que la composition de la phase  $\gamma'$  évolue peu avec la température [5,18]. La Figure 1.33 met en évidence la corrélation entre le désaccord paramétrique et la fraction volumique de  $\gamma'$  dans MC-NG.

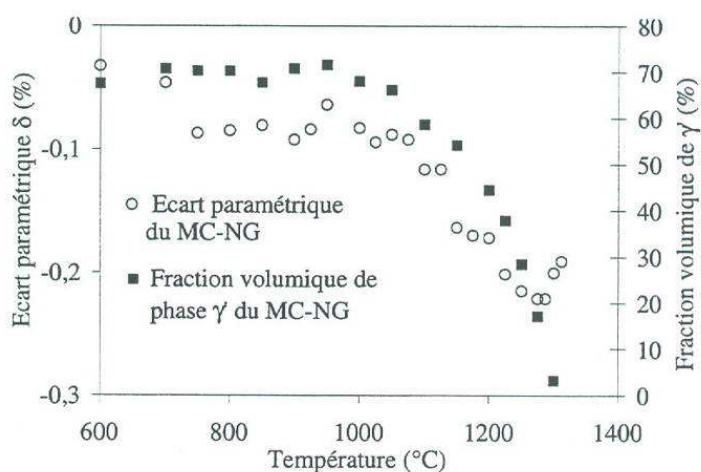


Figure 1.33 : Corrélation entre l'évolution de la fraction volumique de phase  $\gamma'$  et l'écart paramétrique du MC-NG avec la température [5]

#### 4.1.2- Influence de la température sur les désaccords paramétriques perpendiculaire et parallèle après mise en radeaux de la microstructure

Comme il a été vu au § 2.1.2, dans le cas d'un chargement en traction et d'un désaccord paramétrique négatif, les dislocations se propageant dans les couloirs perpendiculaires à l'axe de traction relaxent les contraintes de cohérence aux interfaces  $\gamma/\gamma'$ . La microstructure mise en radeaux est anisotrope et le désaccord paramétrique est différent dans les directions parallèle et perpendiculaire à l'axe de traction [16,99,100].

Ce phénomène a été étudié sur cinq éprouvettes ayant subi des traitements thermo-mécaniques différents, donnés Tableau 1.4 [99]. L'éprouvette R est une éprouvette de référence non déformée ayant des précipités en forme de cuboïdes. Les autres échantillons ont été sollicités en traction suivant l'axe [001] et les radeaux de phase  $\gamma'$  sont parallèles aux plans (001). Pour l'éprouvette S1 les couloirs entourent toujours les radeaux, alors que la connexité a commence à s'inverser pour S2. Une inversion topologique totale a eu lieu pour les éprouvettes TR1 et TR2.

La Figure 1.34 montre l'évolution des désaccords paramétriques  $\delta_{\perp}$  et  $\delta_{\parallel}$  respectivement perpendiculaire et parallèle à l'axe de traction en fonction de la température sur chaque microstructure [99,100].  $\delta_{\perp}$  est obtenu à partir des pics de diffraction (200)/(020) et  $\delta_{\parallel}$  à partir des pics de diffraction (002). Pour l'éprouvette R, le désaccord paramétrique est isotrope et diminue avec la température, tel que détaillé au paragraphe précédent. Pour les 4 microstructures en radeaux, le désaccord paramétrique perd son caractère isotrope.  $\delta_{\perp}$  est négatif et évolue peu avec la température en raison de la semi-cohérence des radeaux avec les couloirs due aux réseaux stables de dislocations d'interfaces.  $\delta_{\parallel}$  est positif à température ambiante et diminue quand la température augmente pour devenir négatif à haute température.

Sample	Precipitates morphology	Temperature (°C)	Applied stress (MPa)	Resultant deformation (%)	Duration of treatment (h)
R	cuboids	1050			16
S1	rafts	950	280	1.5	
S2	rafts	1050	150	1.033	118
TR1	rafts	1000	250	37.1	46.3
TR2	distorted rafts	1000	160	41.2	708.5

Tableau 1.4 : Description des éprouvettes d'AM1 avec leur histoire thermo-mécanique et la microstructure qui en résulte.

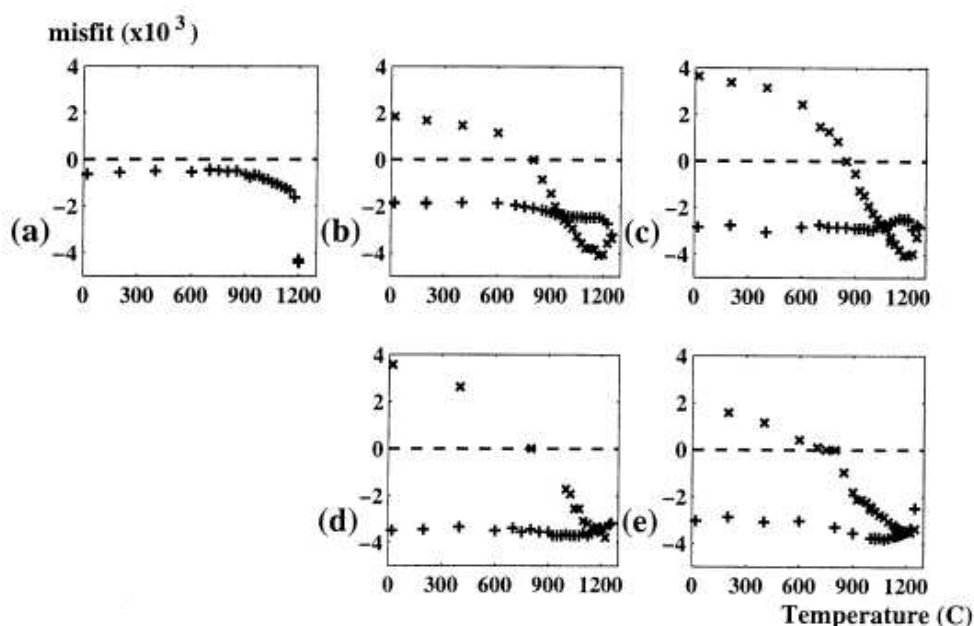


Figure 1.34 : Evolution des désaccords paramétriques  $\delta_{\perp}$  et  $\delta_{\parallel}$  respectivement perpendiculaire et parallèle à l'axe de traction [001] dans les échantillons d'AM1 du tableau 1.4 avec la température [16]. a) R, b) S1, c) R2, d) TR1, e) TR2.

### 4.1.3- Influence de la température sur le désaccord paramétrique naturel

D'après [94], le désaccord paramétrique naturel peut se déduire des expériences présentées au paragraphe précédent par la relation :

$$\delta \approx \frac{1-\nu}{1+\nu} \delta_{//} + \frac{2\nu}{1+\nu} \delta_{\perp} \quad 1.1$$

en faisant l'hypothèse simplificatrice de constantes d'élasticité identiques pour les deux phases.  $\nu$  est le coefficient de Poisson.

Cette relation a été appliquée aux échantillons S1 et S2 reportés Figure 1. 35(a) et le résultat pour  $\delta$  est présenté Figure 1. 35(b) pour  $\nu = 0,42$ . Bien que les conditions de mise en radeaux pour chacun des essais ne soient pas les mêmes et que les valeurs des désaccords paramétriques perpendiculaire et parallèle soient différents, les valeurs obtenues pour  $\delta$  sont identiques pour les deux échantillons à toutes températures. Ce résultat sera utilisé comme valeur du désaccord paramétrique naturel aux températures des essais de fluage présentés dans les chapitres 3 et 4.

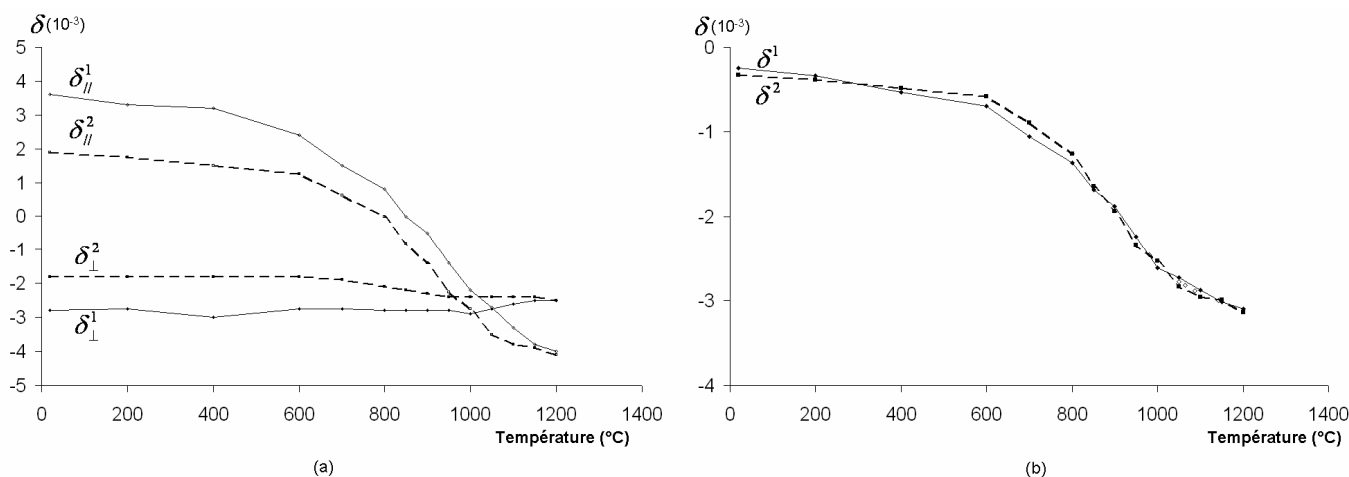


Figure 1. 35 : Evolution avec la température d'AM1 :

(a) des désaccords paramétriques parallèle et perpendiculaire présentés dans la Figure 1.34 : 1- correspond à l'essai S1 et 2 à l'essai S2

(b) du désaccord naturel déduit de la figure (a) et de la relation 1.1

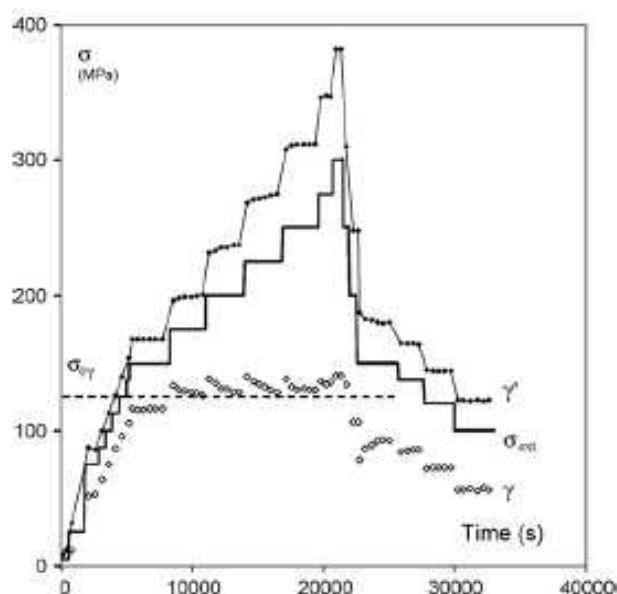
## 4.2- Influence de la contrainte

### 4.2.1- Variations des contraintes de Von Mises dans chaque phase au cours d'un essai isotherme à contrainte appliquée variable

A partir des valeurs du désaccord paramétrique naturel (Figure 1. 35 (b)) et perpendiculaire mesuré *in situ* par diffraction de rayons X au cours d'un essai isotherme à contrainte variable sur une microstructure préalablement mise en radeaux, Jacques *et al.* ont déterminé la contrainte de Von Mises dans chaque phase [101]. Leur résultat est présenté Figure 1. 36. La contrainte appliquée est représentée par un trait continu ; le chargement s'effectue par paliers de contrainte croissants de 0 à 300 MPa puis décroissants jusqu'à 0.

A l'instant initial, les contraintes dans chaque phase ne sont pas nulles puisque le désaccord perpendiculaire  $\delta_{\perp}$  est différent du désaccord paramétrique naturel  $\delta$ . Elles évoluent ensuite de la même manière tant que la valeur de la contrainte appliquée est inférieure à 120 MPa. Au-delà de cette valeur la contrainte de Von Mises  $\sigma'$  dans la phase  $\gamma'$  augmente plus rapidement qu'initialement et  $\sigma$ , celle dans la phase  $\gamma$ , reste quasiment constante et égale à une contrainte seuil. Le saut de contrainte lors de chaque

palier induit un saut pour la contrainte de Von Mises de chaque phase, suivi ensuite d'une relaxation dans les couloirs  $\gamma$  et d'une augmentation dans les radeaux  $\gamma'$  : le désaccord paramétrique  $\delta_{\perp}$  diminue.



**Figure 1.36 : Variation en fonction du temps des contraintes de Von Mises dans les radeaux  $\gamma'$  (losanges pleins) des couloirs  $\gamma$  (losanges creux) et de la contrainte appliquée donnée comme référence (ligne continue) [101], éprouvette d'AM1**

Pour les premiers paliers au cours de la décharge, la contrainte dans  $\gamma'$  décroît beaucoup plus rapidement que dans la phase  $\gamma$  : le désaccord paramétrique  $\delta_{\perp}$  augmente. En deçà de 150 MPa, les contraintes dans chaque phase diminuent de façon analogue : le désaccord paramétrique  $\delta_{\perp}$  évolue peu.

La contrainte seuil atteinte durant la montée en charge est la contrainte critique nécessaire pour faire glisser des dislocations dans les couloirs et laissant un segment de dislocation sur chaque interface  $\gamma/\gamma'$ . Il se produit un transfert de contrainte de la phase  $\gamma$  vers la phase  $\gamma'$  observable à la montée en contrainte.

#### 4.2.2- Evolution du désaccord paramétrique perpendiculaire en fonction de la contrainte appliquée lors d'un essai isotherme

Jacques *et al.* ont réalisé deux essais isothermes à 1080°C et à contraintes variables durant lesquels ils ont mesuré les paramètres de maille des deux phases par diffraction X *in situ* (Figure 1.37) et déduit les valeurs du désaccord paramétrique en fonction de la contrainte appliquée (Figure 1.38) [91].

La microstructure a été mise en radeaux par une prédéformation à 1080°C et 150 MPa. Pour l'essai Figure 1.37 (a), l'échantillon a subi des sauts de contraintes allant de 0 à 150 MPa puis la contrainte a été abaissée sur deux paliers successifs 100 MPa et 50 MPa respectivement avant d'être augmentée une dernière fois à 200 MPa. Pour cet essai, les paramètres de maille ont été mesurés suivant la direction [100]. Pour l'essai Figure 1.37 (b), l'éprouvette a été sollicitée jusqu'à 175 MPa puis déchargée totalement avant de subir à nouveau une montée par paliers de contrainte, cette fois jusqu'à 300 MPa. Les paramètres de maille ont été mesurés dans ce cas dans la direction [001]. Les variations de  $\delta_{\perp}$  mesurées sur la Figure 1.37 (a) et déduites de la Figure 1.37 (b) ont été reportés sur la Figure 1.38 en fonction de la contrainte.



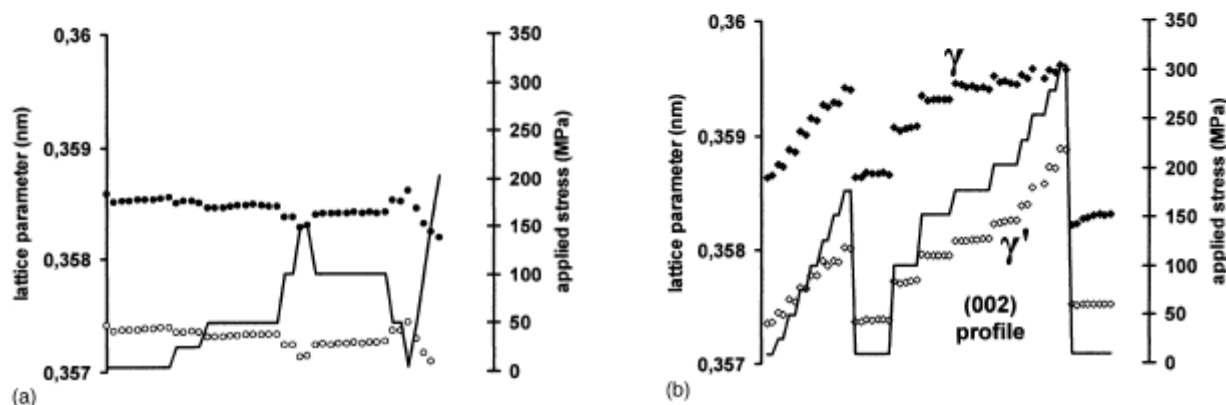


Figure 1.37 : Evolution des paramètres de maille dans les radeaux  $\gamma'$  et les couloirs  $\gamma$  (échelle à gauche) et de la contrainte appliquée dans la direction [001] (ligne continue, échelle à droite) d'éprouvettes en AM1 [91]

(a) mesures suivant les plans (200).  $\gamma$  : cercles pleins,  $\gamma'$  : cercles ouverts,  
 (b) mesures suivant les plans (002).  $\gamma$  : losanges pleins,  $\gamma'$  : losange ouverts.

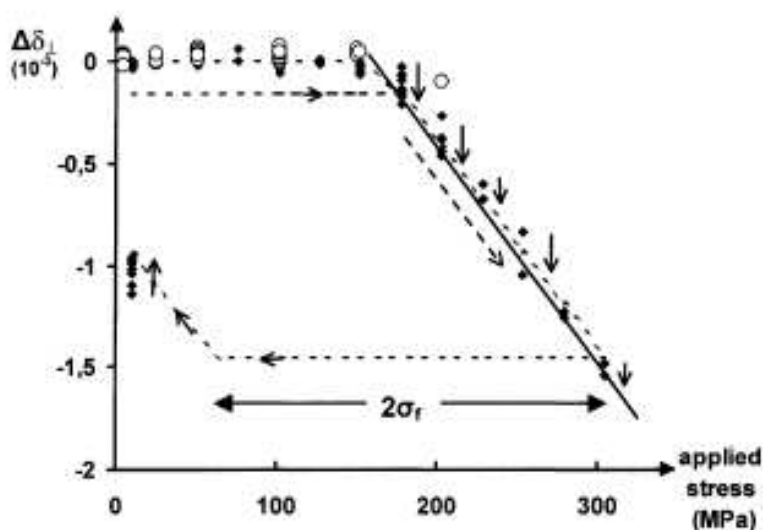


Figure 1.38 : Variations du désaccord paramétrique  $\delta_{\perp}$  en fonction de la contrainte appliquée. Mesure directe de  $\delta_{\perp}$  [91] suivant [200] (cercles ouverts) ;  $\delta_{\perp}$  déduit à partir des mesures suivant [002] (losanges pleins) [91]

D'après la Figure 1.38, le désaccord paramétrique perpendiculaire ne varie pas tant que la contrainte appliquée est inférieure à la contrainte de mise en radeaux 150 MPa : le comportement du matériau est purement élastique. Lors de la mise en radeaux, la contrainte effective sur les dislocations dans  $\gamma$  atteint une valeur d'équilibre égale à la friction  $\sigma_f$  dans  $\gamma$ . A la première décharge Figure 1.37 (b), la contrainte effective devient négative à cause des contraintes internes mais reste inférieure en valeur absolue à  $\sigma_f$  : aucun mouvement de dislocations en sens inverse n'est observé. A la deuxième montée en charge au-delà de 150 MPa, les couloirs  $\gamma$  se déforment à nouveau plastiquement et un nouvel équilibre se met en place à chaque palier.

En considérant le superalliage mis en radeaux comme un composite constitué d'une superposition de couches de phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ , la contrainte dans la phase  $\gamma$  s'exprime d'après [101] sous la forme :

$$\sigma = \left( \frac{\chi E}{1-\nu} \right) (\delta_{\perp} - \delta) + \left( 1 + \left( \frac{\chi \nu E}{1-\nu} \right) \left( \frac{1}{E'} - \frac{1}{E} \right) \right) \sigma_a = K_1 (\delta_{\perp} - \delta) + K_2 \sigma_a \quad 1.2$$

avec  $K_1$  et  $K_2$  deux constantes à une température donnée qui dépendent des constantes élastiques

$\sigma$  : contrainte dans la phase  $\gamma$

$\sigma_a$  : contrainte appliquée



Lors de la montée en charge, la contrainte dans  $\gamma$  atteint une valeur seuil à chaque palier de contrainte appliquée  $\sigma_a$  (§4.2.1). Pour  $\sigma$  constante, le désaccord paramétrique varie alors linéairement avec la contrainte appliquée, comme observé Figure 1.38. Au cours de la montée en charge la densité de dislocations aux interfaces a augmenté, ainsi que la contrainte interne.

A la dernière décharge, le retour est d'abord élastique, sans mise en mouvement de dislocations en sens inverse et le désaccord paramétrique ne varie pas, jusqu'à ce que la contrainte effective devienne inférieure à  $-\sigma_f$ . Le désaccord paramétrique augmente alors parallèlement à la pente précédente et la largeur de l'hystérèse correspond au double de la friction dans  $\gamma$ , soit 120 MPa.

Ce raisonnement néglige cependant la déformation de  $\gamma'$ .

### 4.3 Evolution de la largeur des pics de diffractions au cours du fluage

A partir des essais de fluage effectués *in situ* en rayonnement synchrotron, il est également possible d'observer l'évolution des pics de diffraction. *Jacques et Bastie* [94] présentent deux essais de fluage :

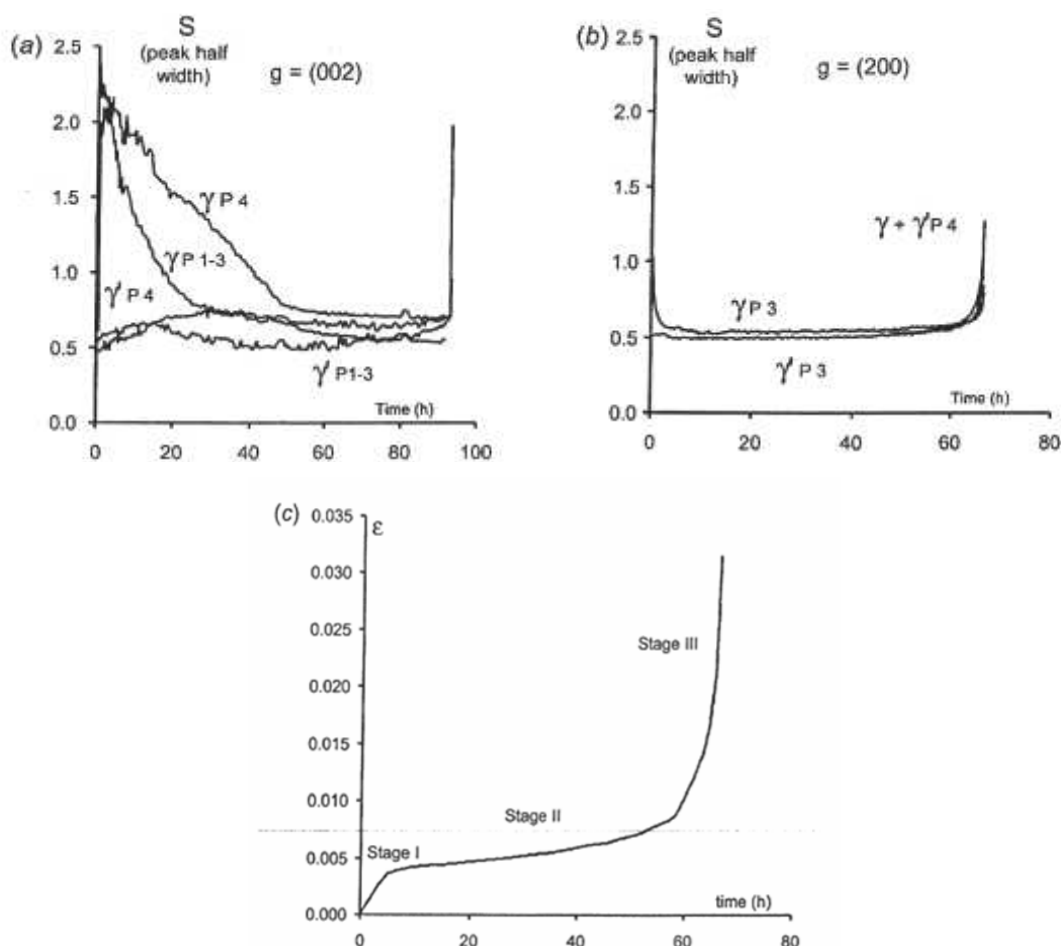
- le premier échantillon orienté suivant la réflexion (002) est chauffé à 1050°C et chargé à 150MPa. Après 43h la température est augmentée afin d'obtenir une striction dans le temps alloué pour réaliser l'expérience ; le profil de l'évolution des largeurs à mi hauteur,  $s$ , est tracé Figure 1.39 (a)

- le second orienté suivant la réflexion (200) est testé à 1080°C, 150MPa. La courbe de fluage est présentée Figure 1.39 (c) ; le profil de l'évolution des largeurs à mi hauteur,  $s$ , est tracé Figure 1.39 (b).

Les mesures sont effectuées de manière continue à des hauteurs différentes de l'éprouvette nommées P1, P2, P3 et P4 : il s'en suit les différentes valeurs présentées sur les deux Figure 1.39 (a) et (b).

Les largeurs des pics de diffraction suivant  $\vec{g} = [002]$  et  $\vec{g} = [020]/[200]$ , évoluent au cours du fluage (Figure 1.39 (a) et (b)). Elles rendent compte de la distribution des paramètres de maille et donc du désordre produit par les distributions de dislocations. La largeur des pics de diffraction de gamma diminue au cours du stade I (rapidement pour le paramètre perpendiculaire à l'axe de sollicitation et plus lentement pour le paramètre parallèle), pour tendre vers une valeur minimale au cours du stade II, qui évolue peu au cours du temps. La largeur des pics de gamma prime en réflexion (002) augmente légèrement pendant la mise en radeaux puis décroît légèrement durant le stade II, tandis qu'en réflexion (200), la largeur des pics évolue peu. Durant le stade III, les largeurs des pics de deux phases augmentent rapidement.

La décroissance initiale peut s'expliquer par un arrangement plus ordonné des dislocations aux interfaces et un nombre de dislocations fraîches arrivant aux interfaces au cours du temps qui diminue avec la vitesse de déformation. Lorsque la vitesse augmente à nouveau au stade III, les largeurs des pics augmentent également. Les auteurs montrent que les largeurs des pics dans les deux phases évoluent linéairement l'une par rapport à l'autre durant tout le stade II et suggèrent que cette évolution ne dépend pas des tailles caractéristiques de la microstructure (variation de la largeur des radeaux par maturation au cours du stade II). Durant le stade I, le désordre dû à l'évolution de la microstructure de cuboïdes aux radeaux prédomine. La différence entre les réflexions (002) et (200) pour gamma pendant la mise en radeaux est due à l'existence des deux types de couloirs (perpendiculaires et parallèles à l'axe de traction) qui se comportent différemment au début du fluage et dont la population parallèle disparaît au début du stade II.



**Figure 1.39 : Evolution des largeurs à mi hauteur des pics de diffraction de l'AM1 (a)  $\vec{g} = [002]$ , (b)  $\vec{g} = [200]$  et (c) courbe de déformation plastique en fonction du temps ( $\vec{g} = [200]$ ) pour un essai à 1050°C et 150MPa. [94]**

## Conclusion

Le travail, présenté par la suite, a pour objectif d'apporter des informations complémentaires aux recherches des trente dernières années sur les superalliages. Peu d'études ont été menées sur des essais isothermes à hautes températures de 900°C à 1150°C à contrainte variable et *in situ*. Dans le cadre de ce travail où le rayonnement synchrotron est utilisé, il est possible de connaître les fractions volumiques de la phase  $\gamma'$ , les paramètres de maille de chaque phase d'en déduire les contraintes de Von Mises, les contraintes transversales et les vitesses de déformation pour chaque phase *in situ* au cours de l'essai de fluage.

D'après ce qui a été présenté, il est naturel de vouloir comprendre la nature du phénomène à l'origine de la contrainte seuil dans la phase  $\gamma$  et s'il est possible de le confirmer à des températures comprises entre 900°C et 1150°C. Ces observations mènent aussi à d'autres questions sur les mécanismes mis en jeu, qui permettraient d'expliquer l'évolution des vitesses de déformation dans chacune des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  et donner les lois de comportement dans chaque phase.

Enfin, la variation des largeurs des pics de diffraction peut également être analysée. Comme ces fluctuations sont liées aux défauts dans le matériau, la question est de déterminer le lien avec la densité de défauts dans chaque phase  $\gamma$  et  $\gamma'$  et aux interfaces  $\gamma/\gamma'$ ?

## Bibliographie du Chapitre 1

- [1] F. I. VERSNYDER et R. W. GUARD, « Directional grain structure for high temperature strength », *Transactions of the American Society for Metals*, vol. 52, 1960.
- [2] F. I. VERSNYDER et M. E. SHANK, « The development of columnar grain and single crystal high temperature materials through directional solidification », *Materials Science and Engineering*, vol. 6, n° 4, p. 213-247, 1970.
- [3] R. C. REED, *The Superalloys - Fundamentals and Applications*. Cambridge, UK : Cambridge University Press, 2006.
- [4] A.-C. YEH, A. SATO, T. KOBAYASHI, et H. HARADA, « On the creep and phase stability of advanced Ni-based single crystal superalloys », *Materials Science and Engineering*, vol. 490, p. 445-451, 2008.
- [5] F. DIOLOGENT, « Comportement en fluage et en traction de superalliages monocristallins à base de nickel », Thèse de doctorat, Université de Paris Sud, Centre d'Orsay, 2002.
- [6] C. MONS, « Traitement thermique des superalliages », *Technique de l'ingénieur*, vol. M 1 165, avr. 1996.
- [7] J. CORMIER, X. MILHET, F. VOGEL, et J. MENDEZ, « Non-isothermal creep behavior of a second generation Ni-based single crystal superalloy : experimental characterization and modeling », in *Superalloys 2008*, Seven Springs, Champion, PA, USA, 2008, p. 941-949.
- [8] A. BUCHON, « Composition des phases, microstructure et distribution spatiale à très fine échelle des solutés dans quelques superalliages à base de nickel », Thèse de doctorat, Université de Rouen, 1990.
- [9] Q. Z. CHEN, N. JONES, et D. M. KNOWLES, « The microstructures of base/modified RR2072 SX superalloys and their effects on creep properties at elevated temperatures », *Acta Materialia*, vol. 50, p. 1095-1112, 2002.
- [10] T. MURAKUMO, T. KOBAYASHI, Y. KOIZUMI, et H. HARADA, « Creep behaviour of Ni-base single-crystal superalloys with various  $\gamma'$  volume fraction », *Acta Materialia*, vol. 52, p. 3737-3744, 2004.
- [11] T. GROSDIDIER, A. HAZOTTE, et A. SIMON, « Precipitation and dissolution processes in  $\gamma/\gamma'$  single crystal nickel-based superalloys », *Materials Science and Engineering A*, vol. 256, n° 1-2, p. 183-196, 1998.
- [12] T. GROSDIDIER, « Etude de la transformation de phase  $\gamma \leftrightarrow \gamma + \gamma'$  de Superalliages Monocristallins à Base de Nickel. Influence de Sollicitations Mécaniques et d'hétérogénéités Chimiques », Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, 1992.
- [13] A. BUCHON, S. CHAMBRELAND, et D. BLAVETTE, *Proceedings of Colloque National Superalloy Monocristallin*, Nancy, p. 129-140, 1990.
- [14] B. ROEBUCK, D. COX, et R. REED, « The temperature dependence of  $\gamma'$  volume fraction in a Ni-based single crystal superalloy from resistivity measurements », *Scripta Materialia*, vol. 44, p. 917-921, 2001.
- [15] T. LINK, A. EPISHIN, M. PAULISCH, et T. MAY, « Topography of semicoherent  $\gamma/\gamma'$ -interfaces in superalloys : Investigation of the formation mechanism », *Materials Science and Engineering*, vol. 528, n° 19-20, p. 6225-6234, 2011.
- [16] A. ROYER, P. BASTIE, et M. VERON, « In situ determination of  $\gamma'$  phase volume fraction and of relations between lattice parameters and precipitate morphology in Ni-based single crystal superalloy », *Acta Mater*, vol. 46, n° 15, p. 5357-5368, 1998.
- [17] H. HARADA, H. YOKOKAWA, T. OHNO, K. YAMAGATA, et M. YAMAZAKI, « In high temperature materials for Power Engineering », ed E. Bachelet et al. *Kluwer, Dordrecht*, p. 1387, 1990.
- [18] A. FREDHOLM, « Monocristaux d'alliages base nickel, relation entre composition, microstructure et comportement en fluage à haute température », Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 1987.

- [19] F. LOUCHET, « La coalescence orientée sous contrainte », in *Colloque National Superalliages Monocristallins*, Toulouse, 1995, p. 119-129.
- [20] P. CARON, « High  $\gamma'$  solvus new generation nickel-based superalloys for single crystal turbine blade applications », in *Superalloys 2000*, Seven Springs, PA, USA, 2000, p. 737-746.
- [21] F. PYCZAK, B. DEVRIENT, F. C. NEUNER, et H. MUGHRABI, « The influence of different alloying elements on the development of the  $\gamma/\gamma'$  microstructure of nickel-base superalloys during high-temperature annealing and deformation », *Acta Materialia*, vol. 53, p. 3879-3891, 2005.
- [22] R. A. MACKAY et M. V. NATHAL, «  $\gamma'$  coarsening in high volume fraction nickel-base alloys », *Acta Metallurgica Et Materialia*, vol. 38, n<sup>o</sup>. 6, p. 993-1005, 1990.
- [23] M. McLEAN, « Directionally solidified materials for high temperature service », Londres, 1983.
- [24] M. PESSAH-SIMONETTI, « Effets des instabilités structurales sur les propriétés mécaniques du superalliage monocristallin MC2 », Thèse de doctorat, Université de Paris XI Orsay, Paris - France, 1994.
- [25] P. CARON et T. KHAN, « Improvement of creep strength in a nickel-base single crystal superalloy by heat treatment », *Materials Science and Engineering*, vol. 61, p. 173-194, 1983.
- [26] P. CARON, P. J. HENDERSON, T. KHAN, et M. McLEAN, « On the effects of heat treatments on the creep behaviour of a single crystal superalloy », *Scripta Metallurgica*, vol. 20, n<sup>o</sup>. 6, p. 875-880, 1986.
- [27] J. A. THOMPSON et T. W. CLYNE, « The effect of heat treatment on the stiffness of zirconia top coats in plasma-sprayed TBCs », *Acta Materialia*, vol. 49, n<sup>o</sup>. 9, p. 1565-1575, 2001.
- [28] KEAR BH, LEVERANT GR, et OBLAK JM, « Analysis of creep-induced intrinsic/extrinsic fault pairs in a precipitation hardened nickel-base alloy », *ASM-Trans*, vol. 62, n<sup>o</sup>. 3, p. 639-650, 1969.
- [29] N. MATAN, D. C. COX, P. CARTER, P. A. RIST, C. M. F. RAE, et R. C. REED, « Creep of CMSX-4 superalloy single crystals : effects of misorientation and temperature », *Acta Mater*, vol. 47, n<sup>o</sup>. 5, p. 1549-1563, 1999.
- [30] A. HAZOTTE et J. LACAZE, « Chemically oriented  $\gamma'$  plate development in a nickel base superalloy », *Scripta Metallurgica*, vol. 23, p. 1877-1882, 1989.
- [31] M. VERON, « Etude et modélisation de la coalescence orientée dans les superalliages à base de nickel », Thèse de doctorat, INP Grenoble, 1995.
- [32] M. VERON, Y. BRECHET, et F. LOUCHET, « Directional coarsening in single crystal nickel based superalloys : a simulation », *Mechanical and corrosion properties. Series A, Key engineering materials*, vol. 97-98, p. 213-218, 1994.
- [33] J. K. TIEN et S. M. COPLEY, « The effect of orientation and sense of applied uniaxial stress on the morphology of coherent gamma prime precipitates in stress annealed nickel-base superalloy crystals », *Metallurgical Transactions*, vol. 2, n<sup>o</sup>. 2, p. 543-553, 1971.
- [34] J. C. CHANG et S. M. ALLEN, « Elastic energy changes accompanying gamma-prime rafting in nickel-base superalloys », *Journal of Materials Research*, vol. 6, n<sup>o</sup>. 9, p. 1843-1855, 1991.
- [35] F. LOUCHET, M. VERON, Y. BRECHET, A. HAZOTTE, J.-Y. BUFFIERE, P. BASTIE, et A. ROYER, « New trends in directional coarsening of superalloys under stress », *La Revue de Métallurgie*, vol. 1998, p. 1482-1490, 1998.
- [36] M. VERON et P. BASTIE, « Strain induced directional coarsening in Nickel based superalloys: Investigation on kinetics using the small angle neutron scattering (SANS) technique », *Acta Materialia*, vol. 45, n<sup>o</sup>. 8, p. 3277-3282, 1997.
- [37] A. LASALMONIE et J. L. STRUDEL, « Interfacial dislocation networks around  $\gamma'$  precipitates in nickel-base alloys. », *Philos Mag*, vol. 32, n<sup>o</sup>. 5, p. 937-949, 1975.
- [38] M. FELLER-KNIEPMEIER et T. LINK, « Dislocation structures in  $\gamma$ - $\gamma'$  interfaces of the single-crystal superalloy SRR 99 after annealing and high temperature creep », *Materials Science and Engineering*, vol. 113, p. 191-195, 1989.
- [39] T. LINK, A. EPISHIN, M. KLAUS, U. BRUCKNER, et A. REZNICEK, «  $\langle 100 \rangle$  dislocations in nickel-base superalloys : formation and role in creep deformation », *Material Science and Engineering*, vol. 405, p. 254-265, 2005.

- [40] R. C. REED, N. MATAN, D. C. COX, M. A. RIST, et C. M. F. RAE, « Creep of CMSX-4 superalloy single crystals : effects of rafting at high temperature », *Acta Mater*, vol. 47, n<sup>o</sup>. 12, p. 3367-3381, 1999.
- [41] T. M. POLLOCK et A. S. ARGON, « Creep resistance of CMSX-3 nickel base superalloy single crystals », *Acta Metall. Mater*, vol. 40, n<sup>o</sup>. 1, p. 1-30, 1992.
- [42] O. PARIS, M. FAHRMANN, T. M. POLLOCK, et P. FRATZL, « Early stages of precipitate rafting in a single crystal Ni-Al-Mo model alloy investigated by Small-Angle X-Ray scattering and TEM », *Acta Metallurgica*, vol. 45, n<sup>o</sup>. 3, p. 1085-1097, 1997.
- [43] M. PROBST-HEIN, A. DLOUHY, et G. EGGELER, « Interface dislocations in superalloy single crystal », *Acta Mater*, vol. 47, n<sup>o</sup>. 8, p. 2497-2510, 1999.
- [44] S. DRYEPONDT, « Comportement et endommagement en fluage à haute température de parois minces en superalliage monocristallin MC2 : effets de l'oxydation et de l'application d'un revêtement MCrAlY », Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique, Toulouse - France, 2004.
- [45] J. X. ZHANG, T. MURAKUMO, Y. KOIZUMI, T. KOBAYASHI, et H. HARADA, « Slip geometry of dislocations related to cutting of the  $\gamma'$  phase in a new generation single-crystal superalloy », *Acta Materialia*, vol. 51, p. 5073-5081, 2003.
- [46] W. CHEN et J.-P. IMMARIGEON, « Thickening behaviour of  $\gamma'$  precipitates in nickel base superalloys during rafting », *Scripta Materiala*, vol. 39, n<sup>o</sup>. 2, p. 167-174, 1998.
- [47] A. EPISHIN, T. LINK, U. BRUCKNER, et P. D. PORTELLA, « Kinetics of the topological inversion of the  $\gamma/\gamma'$  microstructure during creep of a nickel-based superalloy », *Acta Mater*, vol. 49, p. 4017-4023, 2001.
- [48] A. EPISHIN, T. LINK, P. D. PORTELLA, et U. BRUCKNER, « Evolution of the  $\gamma/\gamma'$  microstructure during high-temperature creep of a nickel-base superalloy », *Acta Mater*, vol. 48, p. 4169-4177, 2000.
- [49] M. COSTER et J.-L. CHERMANT, *Précis d'analyse d'images*, Editions du CNRS. Paris, 1985.
- [50] P. CARON, C. RAMUSAT, et F. DIOLOGENT, « Influence of the  $\gamma'$  fraction on the topological inversion during high temperature creep of single crystal superalloys », in *Superalloys 2008*, Seven Springs, Champion, PA, USA, 2008, p. 159-167.
- [51] M. McLEAN et B. F. DYSON, « Modelling the effects of damage and microstructural evolution on the creep behaviour of engineering alloys », *Journal of engineering Materials and Technology*, vol. 122, p. 273-278, 2000.
- [52] D. W. MacLACHLAN, G. S. K. GUNTURI, et D. M. KNOWLES, « Modelling the uniaxial creep anisotropy of nickel base single crystal superalloys CMSX-4 and RR2000 at 1023K using a slip system based finite element approach », *Computational Materials Science*, vol. 25, p. 129-141, 2002.
- [53] D. C. COX, C. M. F. RAE, et R. C. REED, « Characterisation of damage accumulation during the creep deformation of CMSX-4 at 1150°C », in *Life Assessment of Hot Section Gas Turbine Components*, Edinburgh, 1999, p. 119-133.
- [54] A. EPISHIN et T. LINK, « Mechanisms of high temperature creep of nickel-base superalloys under low applied stress », *Phil. Mag. A.*, vol. 84, p. 1979-2000, 2004.
- [55] A. EPISHIN, T. LINK, H. KLINGELHOFFER, P. PORTELLA, et B. FEDELICH, « Creep damage of single-crystal superalloys : mechanisms and effect on low cycle fatigue », *Materials At High Temperature*, vol. 23, n<sup>o</sup>. 1, p. 53-59, 2010.
- [56] B. DECAMPS, M. CONDAT, P. CARON, et T. KHAN, « Dissociated matrix dislocations in a  $\gamma/\gamma'$  Ni-based single crystal superalloy », *Scripta Metallurgica*, vol. 18, n<sup>o</sup>. 10, p. 1171-1174, 1984.
- [57] M. PROBST-HEIN, A. DLOUHY, et G. EGGELER, « Dislocation interactions in  $\gamma$ -channels between  $\gamma'$ -particles of superalloy single crystals », *Material Science and Engineering*, vol. 319, p. 379, 2001.
- [58] D. P. POPE et S. S. EZZ, « Mechanical properties of Ni<sub>3</sub>Al and nickel-base alloys with high volume fraction of gamma prime. », *International metals reviews*, vol. 29, n<sup>o</sup>. 3, p. 136-167, 1984.

- [59] M. BENYOUCEF, N. CLEMENT, et A. COUJOU, « Transmission electron microscopy in situ deformation of MC2 superalloy at room temperature », *Material Science and Engineering*, vol. 164, p. 401-406, 1993.
- [60] G. R. LEVERANT, B. H. KEAR, et J. M. OBLAK, « Creep of precipitation-hardened nickel base alloy single crystals at high temperatures », *Metallurgical Transactions*, vol. 4, n<sup>o</sup>. January, p. 355-362, 1973.
- [61] B. H. KEAR, J. M. OBLAK, et A. F. GIAMEI, « Stacking faults in  $\gamma'$  Ni<sub>3</sub>(Al,Ti) precipitation hardened nickel-base alloys. », *Metallurgical Transactions*, vol. 1, n<sup>o</sup>. September, p. 2477-2486, 1970.
- [62] C. M. F. RAE, N. MATAN, et R. C. REED, « The role of stacking fault shear in the primary creep of [001]-oriented single crystal superalloys at 750°C and 750 MPa », *Materials Science and Engineering*, vol. 300, p. 125-134, 2001.
- [63] M. CONDAT et B. DESCAMPS, « Shearing of  $\gamma'$  precipitates by single  $a/2$   $\langle 110 \rangle$  matrix dislocations in a  $\gamma/\gamma'$  Ni-based superalloy », *Scripta Metallurgica*, vol. 21, p. 607-612, 1987.
- [64] B. DESCAMPS, J.-M. PENISSON, M. CONDAT, L. GUETAZ, et A. J. MORTON, « High resolution imaging of shearing configurations of  $\gamma'$  precipitates in Ni-based superalloys », *Scripta Metallurgica et Materiala*, vol. 30, n<sup>o</sup>. 11, p. 1425-1430, 1994.
- [65] Y. Q. SUN et P. M. HAZZLEDINE, « TEM weak-beam study of dislocation in gamma prime in a deformed Ni-based superalloy. », *Philosophical Magazine A : Physics of Condensed Matter, Structure, Defects and Mechanical Properties*, vol. 58, n<sup>o</sup>. 4, p. 603-618, 1988.
- [66] T. SUGUI, Z. JINGHUA, Z. HUIHUA, Y. HONGCAI, X. YONGBO, et H. ZHUANGQI, « Aspects of primary creep of a single crystal nickel-base superalloy », *Material Science and Engineering*, vol. 262, p. 271-278, 1999.
- [67] J. X. ZHANG, T. MURAKUMO, Y. KOIZUMI, et H. HARADA, « The influence of interfacial dislocation arrangements in a fourth generation single crystal TMS-138 superalloy on creep properties », *Journal of Materials Science*, vol. 38, p. 4883-4888, 2003.
- [68] J. X. ZHANG, T. MURAKUMO, Y. KOIZUMI, et H. HARADA, « Interfacial dislocations and creep strength in fourth generation SC superalloy TMS-138 », in *Advanced Materials and Processes for Gas Turbines*, Warrendale, PA, 2003, p. 169-175.
- [69] J. X. ZHANG, T. MURAKUMO, Y. KOIZUMI, T. KOBAYASHI, H. HARADA, et S. MASAKI, « Interfacial Dislocation Networks Strengthening a fourth-generation single-crystal TMS-138 superalloy », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33, n<sup>o</sup>. December, p. 3741-3746, 2002.
- [70] Y. KOIZUMI, T. KOBAYASHI, T. YOKOKAWA, J. ZHANG, M. OSAWA, H. HARADA, Y. AOKI, et M. ARAI, « Development of next-generation Ni-base single crystal superalloys », in *Superalloys 2004*, 2004, p. 35-43.
- [71] A. DLOUHY, M. PROBST-HEIN, et G. EGGELER, « Static dislocation interactions in thin channels between cuboidal particles », *Material Science and Engineering*, vol. A309-310, p. 278-282, 2001.
- [72] R. SRINIVASAN, G. F. EGGELER, et M. J. MILLS, «  $\gamma'$ -cutting as a rate-controlling recovery process during high temperature and low-stress creep of superalloy single crystals », *Acta Mater*, vol. 48, p. 4867-4878, 2000.
- [73] T. SUGUI, Z. HUIHUA, Z. JINGHUA, Y. HONGCAI, X. YONGBO, et H. ZHUANGQI, « Formation and role of dislocation networks during high temperature creep of a single crystal nickel-base superalloy », *Materials Science and Engineering A*, vol. 279, n<sup>o</sup>. 1-2, p. 160-165, 2000.
- [74] T. LINK, C. KNOBLOCH, et U. GLATZEL, «  $\langle 100 \rangle$  Burgers vector in single phase  $\gamma'$  material verified by image simulation », *Scripta Materialia*, vol. 40, n<sup>o</sup>. 1, p. 85-90, 1998.
- [75] A. DLOUHY, R. SCHAUBLIN, et G. EGGELER, « Transmission electron microscopy contrast simulations of  $\langle 100 \rangle$  superdislocations in the L12 ordered structure », *Scripta Materialia*, vol. 39, n<sup>o</sup>. 9, p. 1325-1332, 1998.
- [76] A. EPISHIN et T. LINK, « Mechanisms of high temperature creep of nickel-base superalloys under low applied stress », in *Superalloys 2004*, Seven Springs, 2004, p. 137-143.

- [77] F. LOUCHET et M. IGNAT, « Tem analysis of square-shaped dislocation configurations in the  $\gamma'$  phase of a Ni-based superalloy », *Acta Metallurgica*, vol. 34, n<sup>o</sup>. 8, p. 1681-1685, 1986.
- [78] P. M. SAROSI, R. SRINIVASAN, G. F. EGGELER, M. V. NATHAL, et M. J. MILLS, « Observations of  $a\langle 001 \rangle$  dislocations during the high-temperature creep of Ni-based superalloy single crystals deformed along the [001] orientation », *Acta Mater*, vol. 55, p. 2509-2518, 2007.
- [79] G. EGGELER et A. DLOUHY, « On the transformation of  $\langle 010 \rangle$ -dislocations in the  $\gamma'$ -phase of superalloy single crystals during high temperature low stress creep », *Acta Mater*, vol. 45, n<sup>o</sup>. 10, p. 4251-4262, 1997.
- [80] B. VIGUIER, F. TOURATIER, et E. ANDRIEU, « High temperature creep of single-crystal nickel-based superalloy, microstructural changes and effects of thermal cycling », *Philosophical Magazine*, 2011.
- [81] D. CAILLARD, F. MOMPIOU, L. BRESSON, et D. GRATIAS, « Dislocation climb in icosahedral quasicrystals », *Scripta Materialia*, vol. 49, n<sup>o</sup>. 1, p. 11-17, 2003.
- [82] F. MOMPIOU et D. CAILLARD, « On the stress exponent of dislocation climb velocity », *Materials Science and Engineering*, vol. A 483-484, p. 143-147, 2008.
- [83] C. CARRY et J. L. STRUDEL, « Apparent and effective creep parameters in single crystals of a nickel base superalloy - II. Secondary Creep », *Acta Metallurgica*, vol. 26, p. 859-870, 1978.
- [84] A. EPISHIN, T. LINK, U. BRUCKNER, B. FEDELICH, et P. PORTELLA, « Effects of segregation in nickel-base superalloys : dendritic stresses », in *Superalloys 2004*, Seven Springs, PA, USA, 2004, p. 537-543.
- [85] F. TOURATIER, « Etude des mécanismes de déformation et d'endommagement du superalliage à base de nickel MC2 en fluage aux très hautes températures », Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2008.
- [86] T. LINK, A. EPISHIN, et U. BRUCKNER, « Moiré fringes for misfit measurements at incoherent  $\gamma/\gamma'$ -interfaces of nickel-base superalloys », *Scripta Materialia*, vol. 39, n<sup>o</sup>. 10, p. 1463-1469, 1998.
- [87] A. KOSTKA, G. MALZER, G. EGGELER, A. DLOUHY, S. REESE, et T. MACK, « L12-phase cutting during high temperature and low stress creep of a Re-containing Ni-base single crystal superalloy », *Journal of Materials Science*, vol. 42, p. 3951-3957, 2007.
- [88] F. TOURATIER, B. VIGUIER, C. SIRET, S. LESTERLIN, et E. ANDRIEU, « Dislocation mechanisms during high temperature creep experiments on MC2 alloy », *Advanced Materials Research*, vol. 278, p. 7-12, 2011.
- [89] F. DIOLOGENT, P. CARON, T. d' ALMEIDA, A. JACQUES, et P. BASTIE, « The  $\gamma/\gamma'$  mismatch in Ni based superalloys : in situ measurements during a creep test », *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, vol. 200, p. 346-351, 2003.
- [90] A. ROYER et P. BASTIE, « A non-destructive technique for the microstructural investigation of nickel base single crystal superalloys : High resolution diffraction of high energy synchrotron radiation », *Scripta Materialia*, vol. 36, n<sup>o</sup>. 10, p. 1151-1159, 1997.
- [91] A. JACQUES, F. DIOLOGENT, et P. BASTIE, « In situ measurement of the lattice parameter mismatch of a nickel-base single-crystalline superalloy under variable stress », *Materials Science and Engineering*, vol. A 387-389, p. 944-949, 2004.
- [92] T. P. GABB, S. L. DRAPER, D. R. HULL, R. A. MACKAY, et M. V. NATHAL, « The role of interfacial dislocation networks in high temperature creep of superalloys », *Materials Science and Engineering*, vol. 118, p. 59-69, 1989.
- [93] L. J. CARROLL, Q. FENG, et T. M. POLLOCK, « Interfacial Dislocation Networks and creep in directional coarsened Ru-containing nickel-base single-crystal superalloys », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 39, p. 1290-1307, 2008.
- [94] A. JACQUES et P. BASTIE, « The evolution of the lattice parameter mismatch of a nickel-based superalloy during a high-temperature creep test », *Phil. Mag.*, vol. 83, n<sup>o</sup>. 26, p. 3005-3027, 2003.
- [95] A. ROYER, A. JACQUES, P. BASTIE, et M. VERON, « The evolution of the lattice parameter mismatch of nickel based superalloy : An in situ study during creep deformation », *Materials Science and Engineering A*, vol. 319-321, p. 800-804, 2001.

- [96] M. V. NATHAL, R. A. MACKAY, et R. G. GARLICK, « Temperature dependence of  $\gamma$ - $\gamma'$  lattice mismatch in Nickel-base superalloys », *Materials Science and Engineering*, vol. 75, n<sup>o</sup>. 1-2, p. 195-205, 1985.
- [97] H.-A. KUHN, H. BIERMANN, T. UNGAR, et H. MUGHRABI, « An X-ray study of creep-deformation induced changes of the lattice mismatch in the  $\gamma'$ -hardened monocrystalline nickel-base superalloy SRR 99 », *Acta Metall. Mater.*, vol. 39, n<sup>o</sup>. 11, p. 2783-2794, 1991.
- [98] H. BIERMANN, M. STREHLER, et H. MUGHRABI, « High-temperature measurements of lattice parameters and internal stresses of a creep-deformed monocrystalline nickel-base superalloy », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 27, n<sup>o</sup>. 4, p. 1003-1014, 1996.
- [99] A. ROYER et P. BASTIE, « Misfit and lattice parameters of single crystal AM1 superalloy : effects of temperature, precipitate morphology and  $\gamma/\gamma'$  interfacial stresses », in *Superalloys 1996*, , p. 221.
- [100] A. ROYER, P. BASTIE, D. BELLET, et J. L. STRUDEL, « Temperature dependance of the lattice mismatch of the AM1 superalloy, influence of the  $\gamma'$  precipitates morphology », *Phil. Mag. A*, vol. 72, n<sup>o</sup>. 3, p. 669-689, 1995.
- [101] A. JACQUES, F. DIOLOGENT, P. CARON, et P. BASTIE, « Mechanical behavior of a superalloy with a rafted microstructure : In situ evaluation of the effective stresses and plastic strain rates of each phase », *Materials Science and Engineering*, vol. A 483-484, p. 568-571, 2008.



## CHAPITRE 2 : Techniques expérimentales

<i>Introduction</i>	48
<b>1- Etudes « in situ » : Diffraction de rayons-X de haute énergie : diffractomètre à trois cristaux</b>	<b>48</b>
<b>1.1- Description générale des lignes de lumières (beamlines) et du diffractomètre à trois cristaux</b>	<b>49</b>
1.1.1- Lignes de lumière (beamlines)	49
1.1.1.1- Description du synchrotron	49
1.1.1.2- Ligne BW5 de DESY HASYLAB	51
1.1.1.3- Ligne ID15A ESRF	52
1.1.2- Description générale de l'instrumentation du diffractomètre à trois cristaux (TCD)	52
1.1.2.1- Monochromateur et analyseur	53
1.1.2.2- Détecteur	53
1.1.3- Principe de fonctionnement et intérêt du diffractomètre à trois cristaux (TCD)	54
1.1.4- Réglage du TCD (Three Crystals Diffractometer)	61
1.1.5- Analyse des spectres de diffraction	61
<b>1.2- Machine d'essais mécanique à haute température</b>	<b>64</b>
1.2.1- Caractéristique technique générale	64
1.2.2- Descriptif	65
1.2.2.1- Dispositif mécanique d'application de la contrainte	65
1.2.2.2- Four	66
1.2.2.3- Pompe à vide	68
1.2.2.4- Système de refroidissement	68
1.2.3- Description des éprouvettes et des prédéformations	69
1.2.3.1- Description des éprouvettes	69
1.2.3.2- Procédure de préparation des essais	70
<b>2- Observations post mortem et caractérisations</b>	<b>71</b>
<b>2.1- Microscope électronique à Balayage (MEB)</b>	<b>71</b>
2.1.1 Préparation des échantillons	71
2.1.2- Analyse d'image	71
<b>2.2- Microscopie électronique en Transmission (MET)</b>	<b>73</b>
2.2.1- Préparation des lames minces	73
2.2.2- Observations	75
2.2.3- Mesures des distances entre les dislocations aux interfaces	75
<i>Conclusion</i>	76
<i>Bibliographie du chapitre 2</i>	78

## Introduction

Ce chapitre est consacré à la présentation des différentes techniques expérimentales utilisées. La mesure des paramètres de maille pour chaque phase d'un échantillon en superalliage au cours d'un essai mécanique à haute température est une donnée pouvant permettre de comprendre le comportement de chaque phase mais elle est difficilement accessible à partir des instruments conventionnels de laboratoire. Dans le chapitre précédent, il a été montré que ces paramètres sont accessibles à l'aide de grands instruments tel que le synchrotron. La première partie présente le principe des expériences *in situ* réalisées par diffraction de rayons X à haute énergie avec une description des lignes de lumière, du diffractomètre à trois cristaux (TCD) et de la machine de traction utilisée. Ces mesures sont couplées à des observations *post mortem* des microstructures de déformation. La seconde partie est consacrée aux caractérisations effectuées par Microscopie Electronique en Transmission (MET) et Microscopie Electronique à Balayage (MEB).

### 1- Etudes « in situ » : Diffraction de rayons-X de haute énergie : diffractomètre à trois cristaux

Le rayonnement synchrotron n'est pas la seule source possible de rayons X, mais pour l'étude des superalliages il possède des caractéristiques que les autres techniques de laboratoire ne permettent pas d'obtenir [1–4]:

- une grande pénétration des rayons X dans le matériau en utilisant des photons d'énergie élevée (120 et 150 keV, soit une longueur d'onde  $\lambda$  de 0,01 nm à 0,008 nm) permettant d'effectuer des observations par diffraction en transmission sur des échantillons épais (3-4 mm) de superalliage (Figure 2.1). Les effets liés aux surfaces des échantillons sont donc réduits et l'influence de l'oxydation ou des défauts de surface est minimisée ;
- un flux de photons élevé : la source de lumière synchrotron englobe plus de photons dans un faisceau plus fin que les techniques conventionnelles : l'intensité du faisceau est 100 à 1000 fois supérieure à celle d'un appareil de laboratoire ;
- une précision dix fois meilleure à celle des neutrons [5];
- la possibilité d'expériences "*in situ*" : l'intensité extrême de la lumière permettant des acquisitions de données plus rapides que celles des techniques conventionnelles ;
- un essai non destructif : contrairement à d'autres moyens d'observation l'échantillon en rayonnement synchrotron peut être analysé directement sans traitement ni découpe.

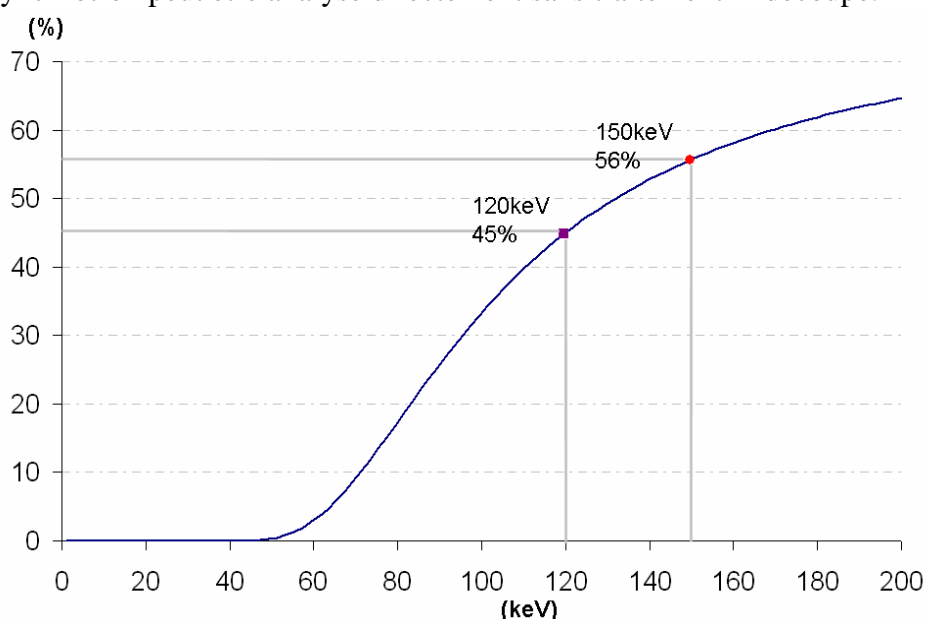


Figure 2.1 : Simulation avec le logiciel XOP de l'ESRF du pourcentage d'énergie transmis après passage à travers un échantillon Ni<sub>3</sub>Al d'épaisseur 3,4mm.

## 1.1- Description générale des lignes de lumières (beamlines) et du diffractomètre à trois cristaux

### 1.1.1- Lignes de lumière (beamlines)

#### 1.1.1.1- Description du synchrotron

Un synchrotron est une source de lumière puissante qui permet d'explorer la matière et d'obtenir des informations sur la structure et les propriétés chimiques des matériaux au niveau atomique ou moléculaire. Plus précisément, il s'agit d'un accélérateur d'électrons destiné à produire un rayonnement électromagnétique qui balaye le spectre de lumière des infrarouges jusqu'aux rayons X. Les applications concernent tous les domaines scientifiques.

Le synchrotron est constitué d'un ensemble de composants utilisés pour produire, canaliser et maintenir un faisceau d'électrons à haute énergie (Figure 2.2).

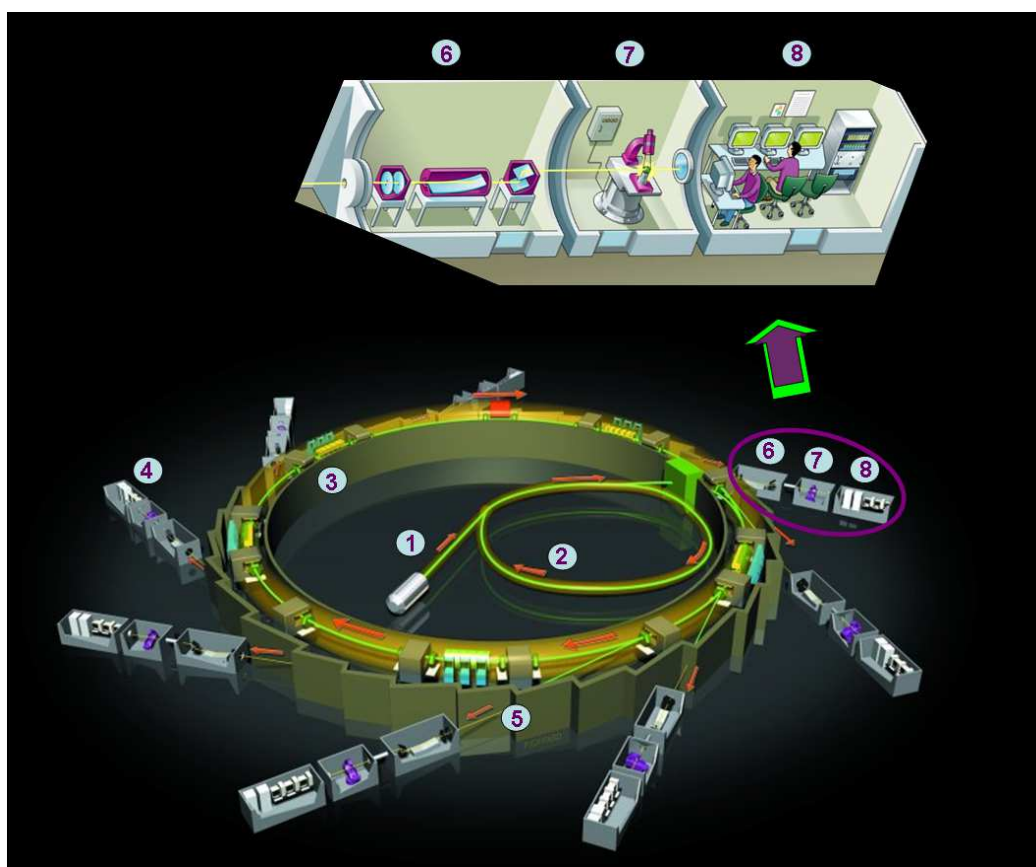


Figure 2.2 : Schéma d'un synchrotron (adapté d'un document SOLEIL), les zones numérotées sont détaillées dans le texte :

- 1- Canon à électron et accélérateur linéaire (Linac) ;
- 2- Accélérateur circulaire (booster) ;
- 3- Anneau de stockage ;
- 4- Lignes de lumières ;
- 5- Partie avant de la ligne de lumière ;
- 6- Cabine optique ;
- 7- Cabine d'expérience ;
- 8- Station de travail.

### 1- Canon à électron et accélérateur linéaire (Linac)

Les électrons (parfois les positrons) sont produits par une cathode à haute tension sous vide : canon à électrons. Ils sont ensuite accélérés et amenés à plusieurs milliers de keV dans un accélérateur linéaire (Linac)

### 2- Accélérateur circulaire (booster)

Le flux d'électrons est injecté dans un premier anneau. En général, cet anneau est composé de deux sections droites où les électrons sont accélérés et jointes par des courbes semi-circulaires : un champ magnétique permet de courber la trajectoire des électrons. L'énergie des particules venant du linac est de l'ordre de 0,1 GeV pour atteindre en sortie du booster quelques GeV.

### 3- Anneau de stockage

L'anneau de stockage est un long tube, pratiquement circulaire. Il est composé de sections droites et courbes, sous ultra-vide ( $\sim 10^{-8}$  Pa).

Le flux de particules injecté dans l'anneau de stockage a une durée de vie limitée de quelques heures sous un vide poussé. La trajectoire d'un faisceau d'électrons est courbée sous l'action de champs magnétiques puissants (1 à 2 T), les électrons perdent une partie de leur énergie en émettant des photons ; le rayonnement synchrotron est créé.

Différents types de dispositifs, constituent l'anneau qui comporte des parties rectilignes et des parties courbes.

Les parties courbes sont composées d'aimants de courbures qui permettent de boucler le flux sur lui-même. De part et d'autre de ces aimants se trouvent des quadrupôles et sextupôles (Figure 2.3, groupes de quatre et six aimants respectivement disposés de façon à alterner les pôles magnétiques nord et sud autour d'un axe) qui permettent de focaliser le faisceau (quelques centièmes de millimètre).

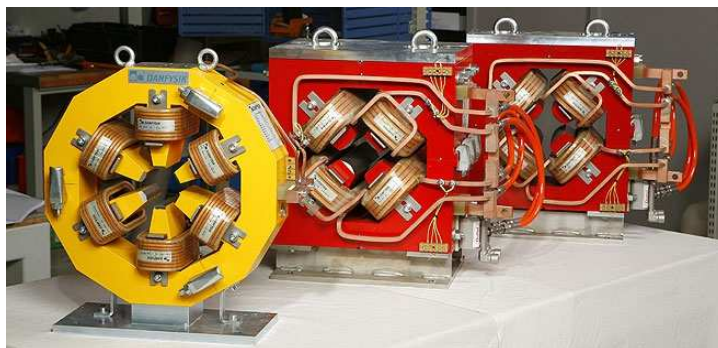


Figure 2.3 : Exemple d'un sextupôle au premier plan et de deux quadrupôles au second plan de l'anneau de stockage ELETTRA du Synchrotron de Trieste, Italy conçus par Danfysik ([www.danfysik.com](http://www.danfysik.com)).

Dans les premiers synchrotrons, seul le rayonnement produit par les aimants de courbures était exploité. Pour améliorer l'intensité de la lumière, d'autres dispositifs magnétiques ont été insérés dans les parties droites de l'anneau d'où leur appellation : « insertion device, ID ». Là où les aimants de courbure ne font opérer qu'un seul virage au faisceau d'électrons, les onduleurs et wigglers le font osciller un grand nombre de fois et, à chaque ondulation, les électrons émettent des photons.

### 4- Lignes de lumière

Ce rayonnement synchrotron est dirigé vers des lignes de lumière (beamlines en anglais), disposées tout autour de l'anneau, sachant que chaque ligne est spécialisée suivant la technique utilisée (longueurs d'onde) et le domaine de recherche. Ce sont des installations d'une vingtaine de mètres de long en moyenne.

Les lignes de lumières peuvent être décomposées en quatre zones principales :

- Partie avant liant l'anneau à la ligne de lumière ;
- Cabine optique ;
- Cabine d'expérience ;
- Station de travail.

### 5- Partie avant de la ligne de lumière

La partie avant de la ligne de lumière, constituée d'une enceinte en plomb, est installée sur l'anneau de stockage tangentiellement au rayonnement synchrotron. Elle permet de contrôler la position du rayonnement, de s'éloigner le plus possible de la source de chaleur due au rayonnement, de protéger la ligne de lumière si jamais une fuite a lieu et permet d'accéder à la cabine optique en toute sécurité.

### 6- Cabine optique

La maîtrise de la trajectoire d'un faisceau polychromatique demande de nombreux outils. Un monochromateur est d'abord placé à la sortie du faisceau. Le faisceau monochromatique est plus facile à manipuler. La longueur d'onde de travail est sélectionnée dans la cabine optique à l'aide de fentes, d'un monochromateur et de miroirs et le faisceau est concentré sur l'échantillon. Pour ne pas perdre d'intensité, la déviation du faisceau est réalisée par des miroirs à réflexion totale. Toutefois, les angles de réflexion doivent être très faibles (inférieurs au degré), sinon les photons traversent la matière sans être réfléchis. C'est pourquoi les lignes de lumières sont très longues.

### 7- Cabine d'expérience

Cette seconde cabine contient l'équipement expérimental. Après sélection des longueurs d'onde, le faisceau est focalisé sur l'échantillon. L'éprouvette est placée sur un goniomètre, entourée de détecteurs pour enregistrer les données fournies quand le rayon de haute énergie vient le frapper.

### 8- Station de travail

Les informations sont recueillies et traitées dans la station travail.

L'étude du superalliage AM1 par la méthode de la diffraction à trois cristaux (TCD : 1 monochromateur, le monocristal à analyser et 1 monocristal analyseur) a pu être effectuée à Hambourg en Allemagne à DESY (Deutsches Elektronen-Synchrotron) HASYLAB (Figure 2.4) sur la ligne BW5 de Doris III (Figure 2.5) ainsi qu'à Grenoble, à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility, Figure 2.6) sur la ligne ID15A.

#### 1.1.1.2- Ligne BW5 de DESY HASYLAB



Figure 2.4 : Doris III, anneau de 289 mètres de circonférence et 31 lignes de lumière



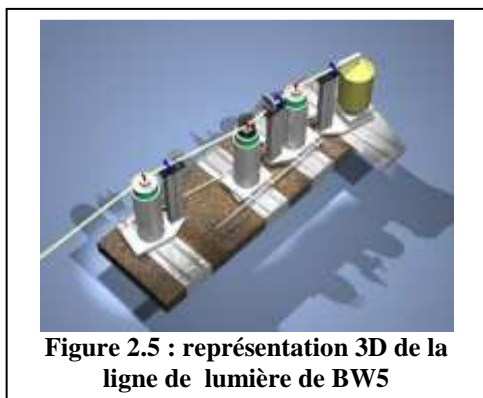


Figure 2.5 : représentation 3D de la ligne de lumière de BW5

La ligne BW5 (Figure 2.5) est consacrée aux expériences de diffraction dans le spectre des hautes énergies du rayonnement synchrotron entre 60 et 150 keV et des longueurs d'onde comprises entre  $0,21 \cdot 10^{-10}$  et  $0,08 \cdot 10^{-10}$  m, longueurs d'onde situées dans le domaine des rayons X durs [6–8]. La grande profondeur de pénétration, associée à ces énergies, de l'ordre de plusieurs millimètres à quelques centimètres, permet l'étude en volume des matériaux. La station est équipée d'un diffractomètre trois axes (§1.1.2).

### 1.1.1.3- Ligne ID15A ESRF

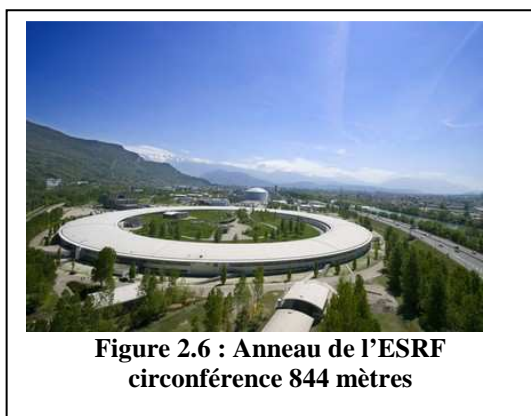


Figure 2.6 : Anneau de l'ESRF  
circonférence 844 mètres

A l'instar de la ligne BW5, la ligne ID15 est consacrée aux expériences dans le domaine des hautes énergies [9,10]. La disposition de la ligne de lumière est conçue pour pouvoir exploiter deux branches ID15A et ID15B indépendamment et simultanément. La diffraction à trois cristaux s'effectue sur ID15A. Le faisceau synchrotron d'ID15A est dans la gamme de 30-500keV. La configuration du monochromateur peut être facilement changée pour s'adapter à une expérience particulière. Le faisceau synchrotron polychromatique, appelé lumière blanche, ou un rayonnement rendu monochromatique peut être utilisée indifféremment sur ID15A.

Cette ligne contient comme installations expérimentales :

- la diffraction d'énergie dispersive (EDD) ;
- la micro-tomographie rapide pour des essais *in situ* ;
- la micro-diffraction à haute énergie (HEMD) ;
- la diffraction *in situ* au diffractomètre à trois cristaux (TCD, Triple Cristal Diffractometer).

### 1.1.2- Description générale de l'instrumentation du diffractomètre à trois cristaux (TCD)

Comme il a été mentionné précédemment, les expériences ont été réalisées sur les lignes haute énergie BW5 à HASYLAB (DESY, Hambourg) et ID15A à l'ESRF (Grenoble). Les mesures ont été acquises à l'aide d'un diffractomètre trois axes sous des énergies de 120 keV ( $\lambda = 0,01\text{nm}$ ) à HASYLAB et 150 keV ( $\lambda = 0,008 \text{ nm}$ ), à l'ESRF.

Les photons ayant ce niveau d'énergie sont faiblement absorbés par la matière et l'angle de Bragg est faible ; les échantillons sont donc étudiés en transmission suivant la géométrie de Laue (Figure 2.7).

Toutes les considérations dans la conception d'un diffractomètre à trois cristaux au synchrotron (Figure 2.7) sont les mêmes qu'un diffractomètre de laboratoire, excepté le fait que l'expérimentation se fait à des longueurs d'ondes plus faibles et que les angles de Bragg sont donc petits (de l'ordre de un à quelques degrés). Le faisceau vient d'abord rencontrer le monochromateur M puis l'échantillon E, l'analyseur A et enfin le détecteur D orientables [9]. A haute énergie, il est possible de travailler en transmission et ainsi de réaliser des mesures moyennes sur un grand volume de l'éprouvette ( $0,1\text{mm} \times 0,5\text{mm} \times 3,4\text{mm}$ ) intégrant dendrites et espaces interdendritiques. De plus, au synchrotron, le flux important permet éventuellement l'acquisition rapide d'un spectre de diffraction (en 300 secondes). Cela permet de suivre les phénomènes transitoires tels qu'une réponse à une charge ou une décharge.

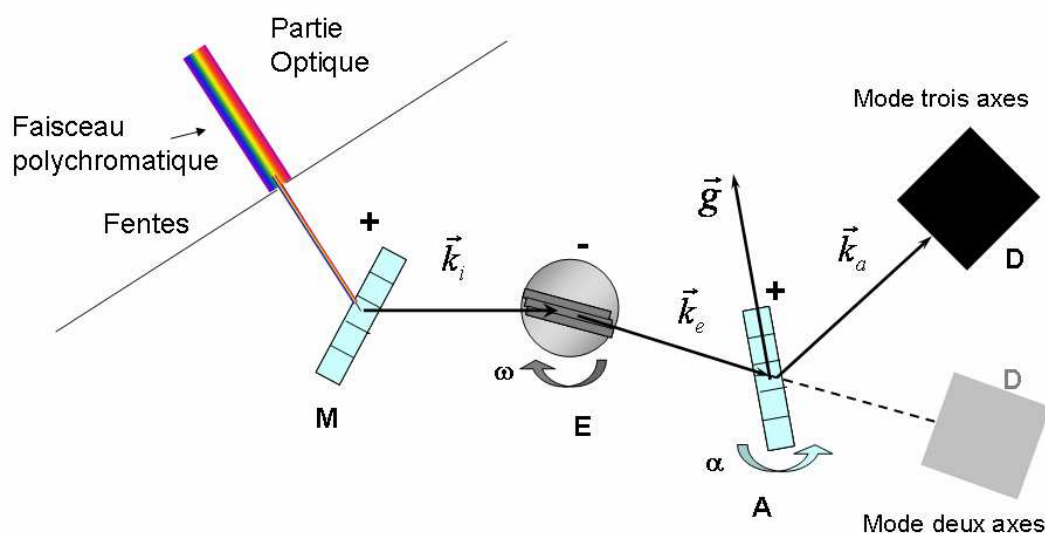


Figure 2.7 : Schéma du diffractomètre à trois cristaux. Le monochromateur M, l'échantillon E, l'analyseur A et le détecteur D avec les vecteurs incident  $\vec{k}_i$ , diffracté par l'échantillon  $\vec{k}_e$  et diffracté par l'analyseur  $\vec{k}_a$

### 1.1.2.1- Monochromateur et analyseur

Une analyse des réflexions (200) de l'échantillon est réalisée (avec un angle de Bragg de  $1,325^\circ$  pour 150 keV à l'ESRF et un angle de  $1,654^\circ$  pour 120keV à HASYLAB à la température ambiante). Le monochromateur, qui sélectionne la longueur d'onde particulière désirée du faisceau polychromatique, est un monocristal de silicium d'orientation (311), soit un angle de Bragg de  $1,445^\circ$  à 150 keV et  $1,808^\circ$  à 120 keV. L'analyseur situé après l'échantillon (Figure 2.8) est un monocristal de silicium identique au monochromateur. Ces cristaux sont montés sur des supports identiques avec des goniomètres, le tout fixé sur des rails permettant des translations horizontales. Ce montage laisse la possibilité de changer aisément de cristal et surtout de choisir le mode deux axes sans analyseur pour faire les réglages et trois axes pour une analyse plus fine.

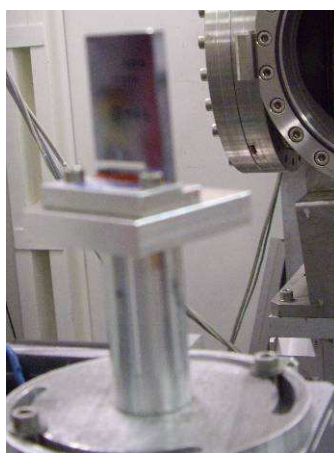


Figure 2.8 : Photographie en premier plan de l'analyseur en Si, derrière la machine de traction

### 1.1.2.2- Détecteur

Le faisceau est diffracté par l'éprouvette et son intensité est mesurée par le détecteur en Germanium Canberra (avec une épaisseur du cristal de 15 mm et 25,5 mm de diamètre) [7].

Le germanium est utilisé comme détecteur, car il est semi-conducteur : les rayons X ont la propriété d'exciter les électrons des atomes du cristal semi-conducteur et donc de générer des paires de charges électron-trou. Par exemple, à une température de 0 K il faut une énergie de l'ordre de 0,75 eV

pour conférer à un électron assez d'énergie pour passer dans la bande de conduction, laissant un trou dans la bande de valence. L'électron est alors libre de se déplacer dans la bande de conduction qui était vide. De même les trous, ainsi formés, permettent le déplacement de proche en proche des électrons dans la bande de valence. Ce mouvement électrons-trous crée un courant qui peut être mesuré.

Pour réduire l'agitation thermique, le détecteur au germanium est donc refroidi avec de l'azote liquide lors de notre expérience. Grâce à un dispositif électronique le courant est transformé en pic de tension et permet d'enregistrer le nombre de photons par seconde.

Le comptage peut être fait directement après l'échantillon (en mode deux axes) ou après l'analyseur (en mode trois axes). Un bruit de fond inférieur à 1 coup par seconde est observé [7].

### 1.1.3- Principe de fonctionnement et intérêt du diffractomètre à trois cristaux (TCD)

L'expérience est basée sur la loi de Bragg. Une famille de plans cristallins parallèles (h k l) et équidistants est en position de diffraction, si les plans font un angle  $\theta$  avec le faisceau X monochromatique incident de longueur d'onde  $\lambda$ , qui vérifie la relation de Bragg (Figure 2.9) :

$$2.d_{hkl} \sin \theta = \lambda$$

où les indices de Miller h, k et l des plans diffractant sont premiers entre eux et  $d_{hkl}$  est la distance inter-réticulaire des plans (h k l). Il suffit donc de mesurer précisément l'angle de Bragg pour connaître le paramètre de maille.

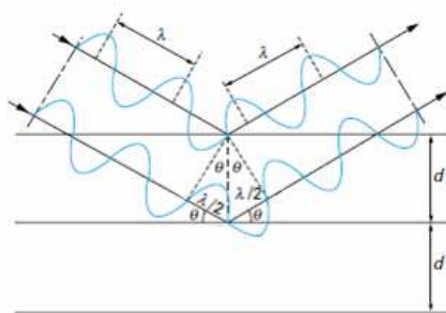


Figure 2.9 : Schéma de la diffraction d'un faisceau monochromatique par une famille de plans parallèles, conduisant à la loi de Bragg

Il faut remarquer dès à présent, en considérant que le faisceau est parfaitement monochromatique que :

$$|\Delta\theta| = \tan \theta \frac{\Delta d}{d}$$

Pour des angles de Bragg petits,  $\tan \theta$  est également faible et la sensibilité aux variations de paramètre de maille sera faible. Il faut mettre en œuvre une méthode de mesure permettant de surmonter cette difficulté.

Dans cette partie, il est montré comment l'ajout d'un troisième cristal (analyseur) permet d'obtenir de manière plus fine des distributions de paramètres de maille. Cette méthode à trois cristaux a déjà été utilisée sur les semiconducteurs dans des laboratoires conventionnels [11–13] et son utilisation s'est ensuite répandue au synchrotron. La construction d'Ewald est détaillée sur un exemple simple avant d'être utilisée pour détailler l'emploi du TCD pour le mode deux cristaux et trois cristaux.

#### 1.1.3.1- Généralité sur la construction d'Ewald

Par construction, la sphère dite « sphère d'Ewald », est placée au centre du cristal avec un rayon  $R = 1/\lambda$  (Figure 2.10). Le cristal diffracteur placé au centre reçoit le faisceau incident qui traverse la



sphère en O, de vecteur d'onde  $\vec{k}_i$ . Si le vecteur  $\vec{g} = \frac{\vec{k}_d - \vec{k}_i}{\lambda}$ , tel que  $\vec{k}_d$  est une direction de diffraction, alors M est un nœud du réseau réciproque construit avec le point O comme origine.

Avec un cristal orienté de manière aléatoire, il n'y a en général pas de rayon diffracté. Il faut tourner le cristal pour amener un nœud du réseau réciproque sur la sphère. Lors de la rotation du cristal, le réseau réciproque tourne autour du point O. Les directions de diffraction possibles sont les directions définies par les droites joignant le cristal aux nœuds du réseau réciproque qui sont situés sur la sphère d'Ewald.

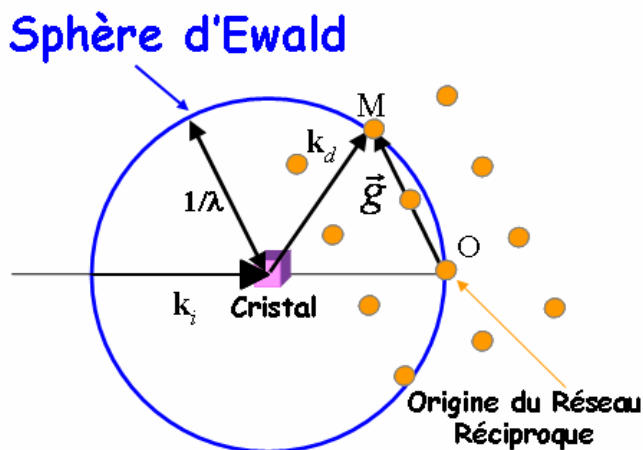


Figure 2.10 : Construction de la sphère d'Ewald

La direction du vecteur  $\vec{g}$  est associée à l'orientation des plans réticulaires tandis que le module du vecteur  $\vec{g}$  est associé à la distance entre les plans réticulaires.

### 1.1.3.2- Mode deux axes :

La Figure 2.11 présente une structure réciproque bidimensionnelle réalisée par diffraction X dans un mode de type double cristal.

En admettant que l'optique d'entrée soit parfaite (onde monochromatique parfaite), il n'y a qu'un seul vecteur d'onde incident. La diffraction du cristal réel, qui n'est pas parfait, n'est pas un point mais une tâche (Figure 2.11). Cet élargissement est dû aux distorsions du réseau cristallin, aux variations du paramètre de maille, à la forme et à la dimension du cristal. En tournant l'échantillon, l'intensité sera diffractée sur tout un arc de la sphère d'Ewald, le pic de diffraction sera large et la mesure de l'angle de Bragg peu précise. Cet effet est particulièrement important dans les superalliages où la mosaïcité du cristal est importante (de l'ordre de 0,1 à 0,5 degré) et ne permet pas en mode double cristal de distinguer les intensités diffractées par la phase  $\gamma$  et la phase  $\gamma'$ .

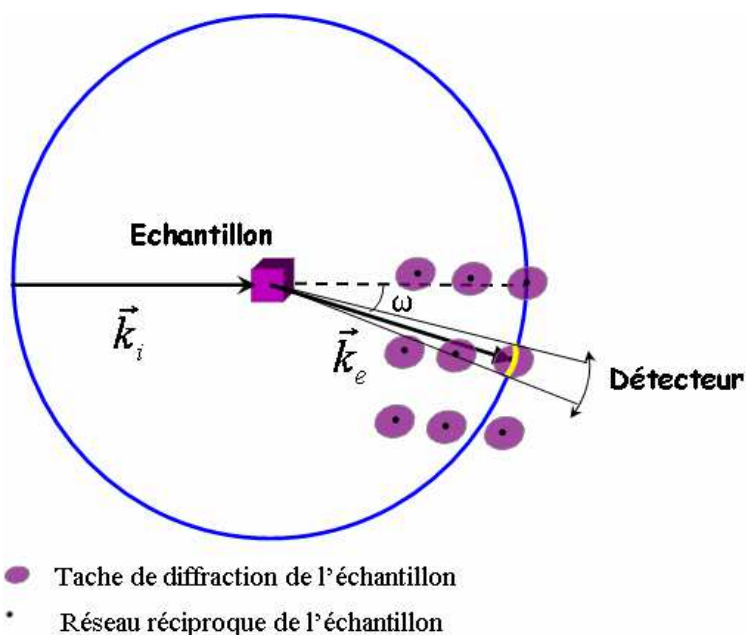


Figure 2.11 : Construction d'Ewald en mode deux axes montre en jaune l'intensité diffractée sur tout un arc de la sphère

La Figure 2.12 donne le schéma du TCD en mode deux axes et le spectre de diffraction obtenu : en tournant l'échantillon, un pic large est observé qui correspond principalement à la distribution des orientations des plans diffractant du matériau (mosaïcité).

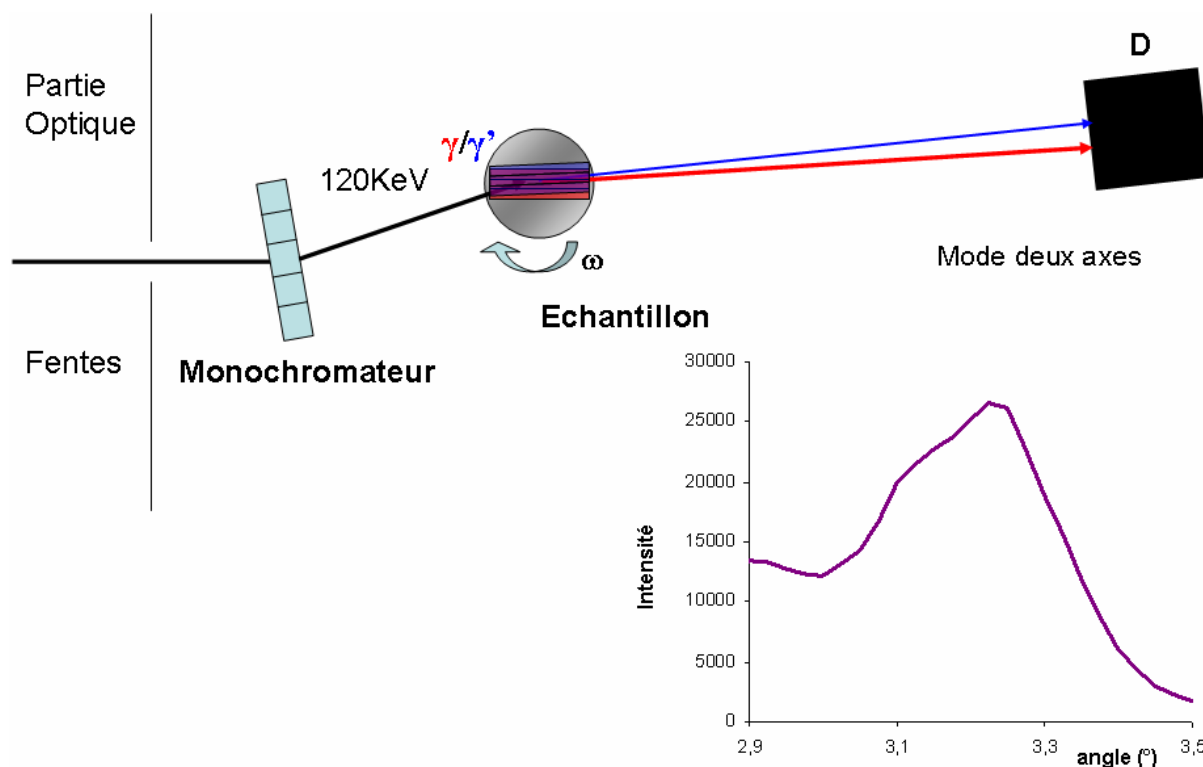


Figure 2.12 : Diffractomètre en mode deux axes avec le spectre [200] associé pour un superalliage après mise en radeaux.

## 1.1.3.3- Mode trois axes :

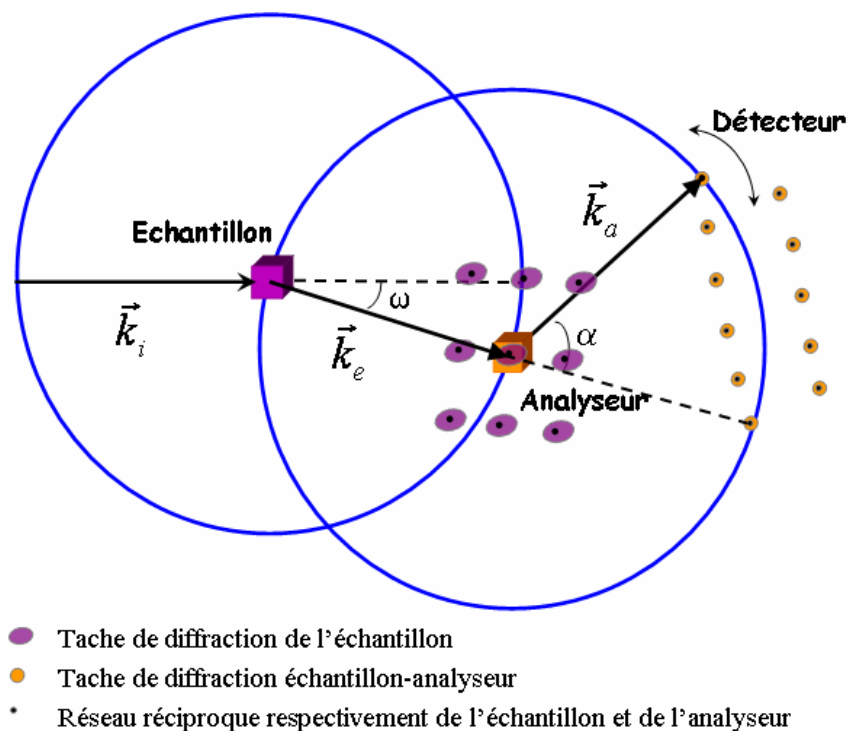


Figure 2.13 : Construction d'Ewald en mode trois axes pour le cas des structures réciproques à domaines bidimensionnels

Pour déterminer la structure fine, il ne faut pas intégrer sur un arc de la sphère d'Ewald mais faire une mesure sur un seul point du réseau réciproque. Cette sélection angulaire sur le faisceau diffracté est réalisée en mode trois cristaux par l'ajout de l'analyseur (Figure 2.13) qui est placé derrière l'échantillon. L'analyseur est un cristal quasi-parfait : seuls les rayons qui correspondent à l'angle de Bragg de l'analyseur en sortie de l'échantillon sont détectés. Ainsi la mesure n'est plus faite sur un arc de la sphère d'Ewald mais uniquement sur un point. Il devient alors possible d'obtenir le spectre précis en tournant le cristal analyseur.

Pour des photons de haute énergie (angles de Bragg petits), le mode trois cristaux permet de distinguer la diffraction des plans (200) de chacune des phases en tournant seulement l'analyseur. Les pics de diffractions correspondant à la phase  $\gamma$  puis à la phase  $\gamma'$  apparaissent successivement lors de la rotation de l'analyseur (Figure 2.14 et Figure 2.15).

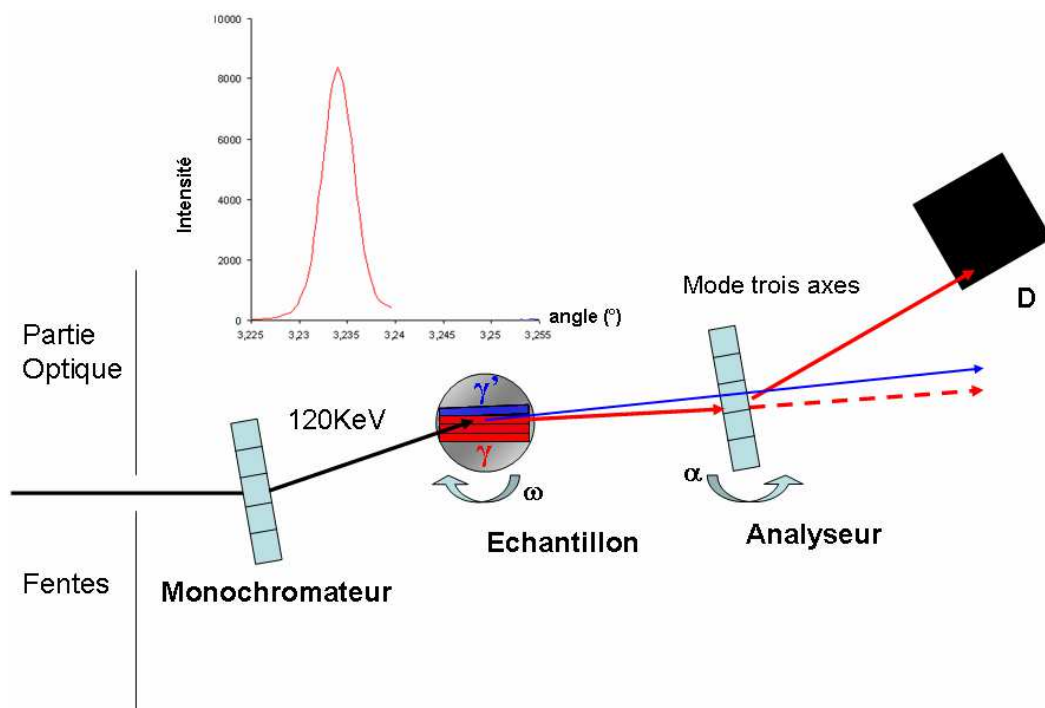


Figure 2.14 : Diffractomètre en mode trois axes avec le spectre [200] associé à la diffraction de la phase  $\gamma$

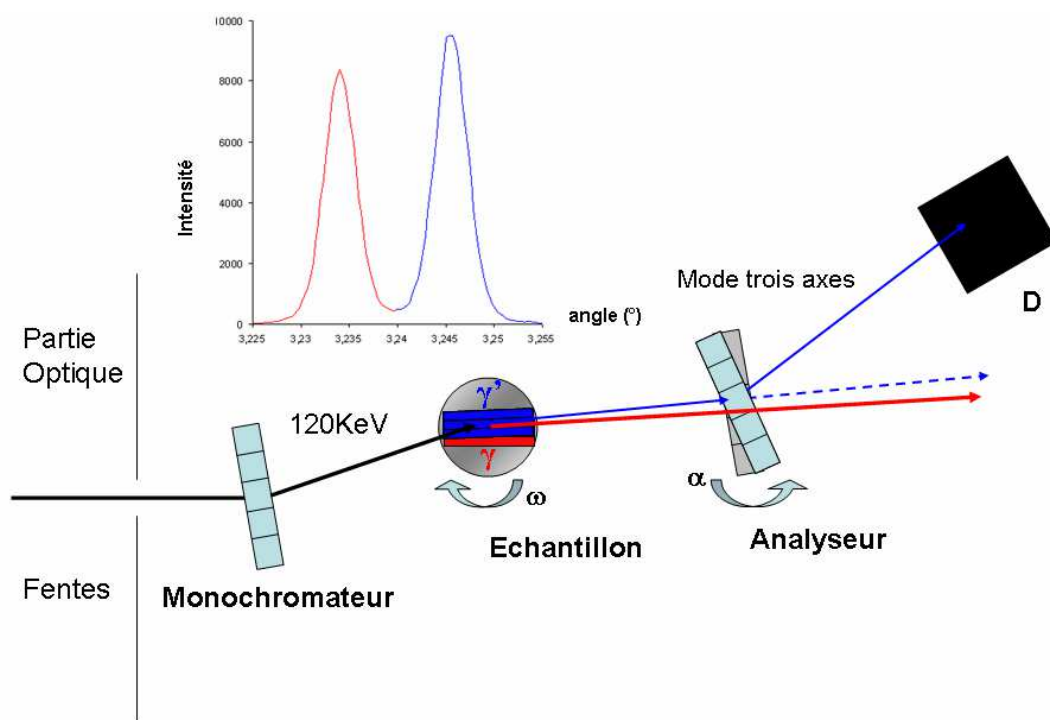


Figure 2.15 : Diffractomètre en mode trois axes avec le spectre [200] associé à la diffraction des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$

### ➤ Résolution

L'utilisation de cette méthode *in situ* en rayonnement synchrotron de haute énergie permet d'enregistrer en 300 secondes environ un profil de diffraction. De plus, la contribution de l'instrument à la largeur des pics étant dans ce cas inférieure à la seconde d'arc, cette méthode permet de mesurer, les paramètres réticulaires avec une précision relative de quelques  $10^{-5}$ .

➤ modes de mesure en diffraction trois axes

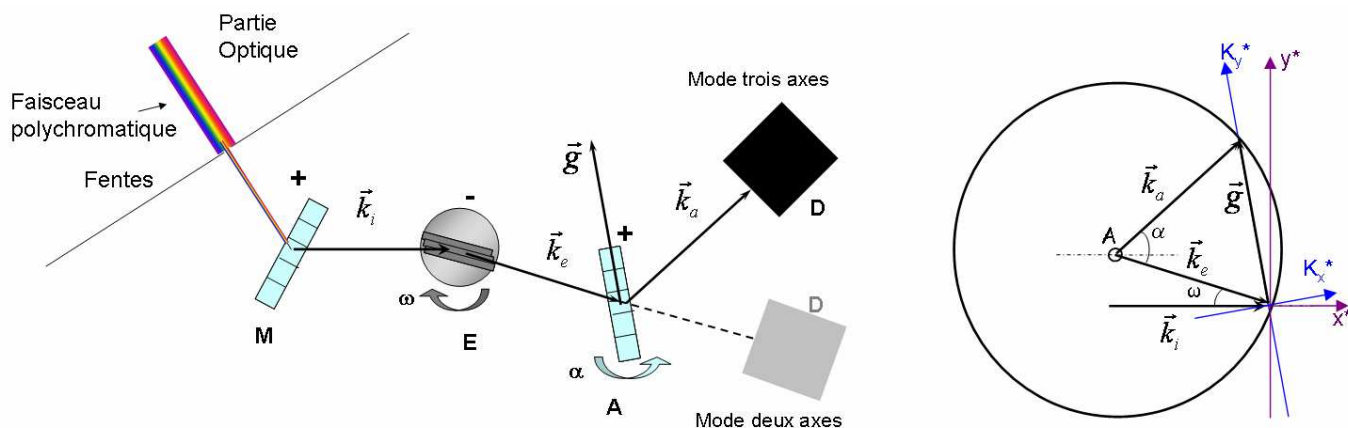


Figure 2.16 : Représentation réelle et dans l'espace réciproque du diffractomètre à trois cristaux où M, E, A et D représente le monochromateur, l'échantillon, l'analyseur et le détecteur, avec les vecteurs incident  $\vec{k}_i$ , diffracté par l'échantillon  $\vec{k}_e$ , diffracté par l'analyseur  $\vec{k}_a$ .

Le vecteur de diffraction est défini par  $\vec{g} = \vec{k}_a - \vec{k}_e$  sur la Figure 2.16, dans le repère  $(x^*, y^*)$ , les étoiles indiquant qu'il s'agit des coordonnées dans le réseaux réciproques. Ce repère est défini par rapport au repère réel alors que le repère  $(Kx^*, Ky^*)$  est défini par rapport au vecteur radial  $\vec{g}$ .  $\omega$  est l'angle de rotation de l'échantillon et  $\alpha$  celui de l'analyseur [14].

La norme du vecteur radial  $\vec{g}$  est défini comme suit :  $|\vec{g}| = \frac{2 \sin \theta}{\lambda}$  où  $\theta = \frac{\alpha}{2}$

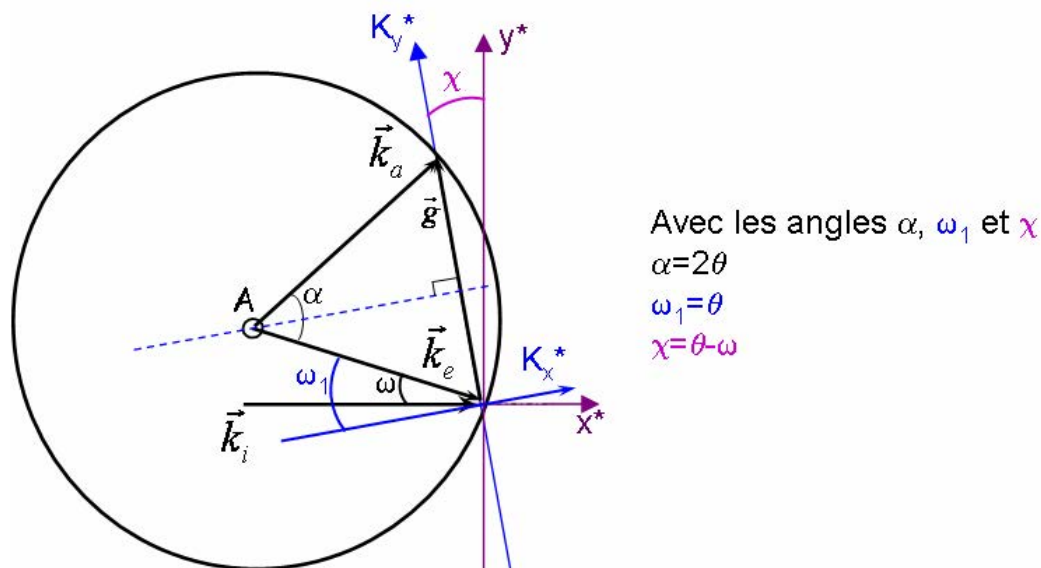


Figure 2.17 : Représentation dans l'espace réciproque du diffractomètre à trois cristaux avec les angles caractéristiques :

- $\omega$  : angle correspondant à la rotation de l'échantillon ;
- $\alpha$  : angle correspondant à la rotation de l'analyseur ;
- $\theta$  : angle de Bragg de l'échantillon suivant (200) ;
- $\omega_1$  : angle de projection du vecteur  $\vec{k}_e$  sur le repère  $Kx^*$  ;

$\chi$  : angle entre le repère lié au laboratoire  $(0x^*y^*)$  et le repère  $(0Kx^*Ky^*)$

avec les vecteurs incident  $\vec{k}_i$ , diffracté par l'échantillon  $\vec{k}_e$ , diffracté par l'analyseur  $\vec{k}_a$  et  $\vec{g} = \vec{k}_a - \vec{k}_e$ .

Pour déterminer le vecteur  $\vec{g}$  dans le repère  $(x^*, y^*)$  en fonction de  $\theta$  et  $\omega$ , il faut remarquer que  $\chi = \theta - \omega$ , d'où :

$$\vec{g} = |\vec{g}| \begin{bmatrix} -\sin \chi \\ \cos \chi \end{bmatrix} = \frac{2 \sin \theta}{\lambda} \begin{bmatrix} \sin(\omega - \theta) \\ \cos(\omega - \theta) \end{bmatrix}$$

A partir de cette expression, si lors d'un balayage  $\omega$  est toujours égal à  $\theta$  (balayage communément appelé  $\theta/2\theta$ ), seule la composante  $g_y$  varie ; le balayage est alors radial dans l'espace réciproque (Figure 2.18). Sur la Figure 2.17, si seul l'angle  $\omega$  varie, un arc de cercle centré sur l'origine est décrit dans l'espace réciproque.

La variation du vecteur  $\Delta\vec{g}$ , lorsque  $\theta$  et  $\omega$  varient de manière infinitésimale, s'exprime par :

$$\Delta\vec{g} = \frac{2}{\lambda} \begin{bmatrix} [\sin \theta \cos(\omega - \theta) - \cos \theta \sin(\omega - \theta)]\Delta\theta + \sin \theta \cos(\omega - \theta)\Delta\omega \\ [\cos \theta \cos(\omega - \theta) - \sin \theta \sin(\omega - \theta)]\Delta\theta - \sin \theta \sin(\omega - \theta)\Delta\omega \end{bmatrix}$$

En utilisant les formules trigonométriques  $\cos(a - b) = \cos a \cos b + \sin a \sin b$  et  $\sin(a - b) = \cos a \sin b + \sin a \cos b$  l'expression précédente devient :

$$\Delta\vec{g} = \frac{2}{\lambda} \begin{bmatrix} \sin(\omega - 2\theta)\Delta\theta + \sin \theta \cos(\omega - \theta)\Delta\omega \\ \cos \omega \Delta\theta - \sin \theta \sin(\omega - \theta)\Delta\omega \end{bmatrix}$$

En se plaçant dans le repère  $(Kx^*, Ky^*)$ , seule la valeur de  $\omega$  devient  $\omega$ , le reste dans l'expression de  $\Delta\vec{g}$  ne change pas, d'où :

$$\Delta\vec{g}_{repK} = \frac{2}{\lambda} \begin{bmatrix} \sin \theta (\Delta\omega - \Delta\theta) \\ \cos \theta \Delta\theta \end{bmatrix}$$

Et en remplaçant les variations avec  $\alpha = 2\theta$

$$\Delta\vec{g}_{repK} = \frac{1}{\lambda} \begin{bmatrix} \sin \theta (2\Delta\omega - \Delta\alpha) \\ \cos \theta \Delta\alpha \end{bmatrix}$$

Remarque :

- La réflexion est symétrique lorsque  $\omega = \theta$  et  $\alpha - \omega = \theta$ .
- Les réflexions sont dites asymétriques lorsque le rayon d'incidence est oblique :  $\omega = \theta - \phi$  et  $\alpha - \omega = \theta + \phi$ , ou lorsque le rayon diffracté est oblique :  $\omega = \theta + \phi$  et  $\alpha - \omega = \theta - \phi$ , où  $\phi$  est l'amplitude de l'angle entre les plans diffractant et la surface normale.

En effectuant un balayage appelé  $\theta/2\theta$  tel que  $2\Delta\omega = \Delta\alpha$ , la composante suivant  $\vec{K}x^*$  s'annule. Seule la composante suivant  $\vec{K}y^*$  varie ; c'est un déplacement colinéaire à  $\vec{g}$ . Ce balayage est bien un balayage radial (Figure 2.18). D'autres types de balayage peuvent être utilisés, comme par exemple un balayage transverse. Il s'agit d'une mesure réalisée à  $\alpha$  constant qui correspond à un déplacement dans l'espace réciproque le long d'un arc de cercle tangent en  $\vec{g}$  à  $\vec{K}x^*$ , soit pour des faibles déplacements perpendiculaires à  $\vec{g}$  (Figure 2.18).

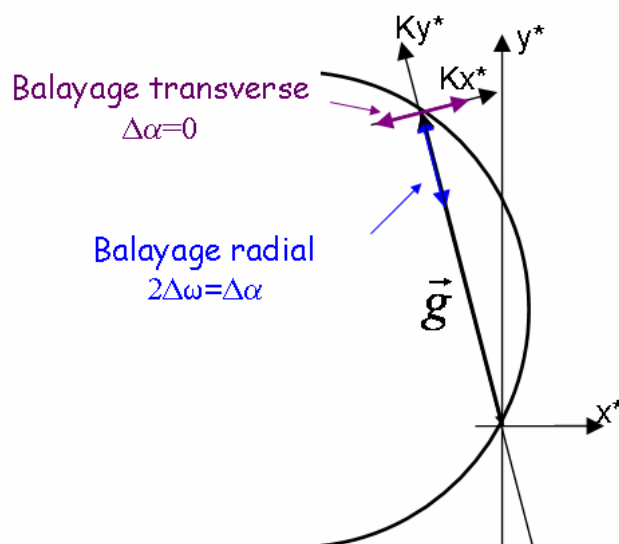


Figure 2.18 : Deux principaux balayages utilisés en diffraction trois cristaux.

#### 1.1.4- Réglage du TCD (Three Crystals Diffractometer)

L'alignement d'un diffractomètre à trois cristaux [15] repose sur les mêmes principes qu'avec deux cristaux. Les réglages sont facilités grâce à l'utilisation d'instruments commandés par ordinateur. Les étapes clés pour effectuer les ajustements sont :

- l'alignement du faisceau incident du monochromateur pour avoir un rayonnement qui passe à travers le second axe E (l'échantillon). Il s'agit de la même procédure utilisée pour la diffraction à deux axes,

- la rotation de l'échantillon avec le détecteur pour obtenir la position zéro pour l'angle  $\omega$ ,

- l'orientation de l'analyseur suivant le même angle de Bragg que le monochromateur indépendamment de l'axe du détecteur afin de localiser le pic de Bragg (Figure 2.7),

- l'optimisation de l'intensité du pic de Bragg en utilisant le tilt sur l'analyseur. Ceci est fait de manière itérative, en tournant et recentrant le pic de Bragg. Quand le maximum est atteint, l'analyseur est correctement positionné avec les plans de Bragg parallèles au faisceau du monochromateur.

- un retour en mode deux axes, en translatant l'analyseur en dehors du champ du détecteur.

Ensuite il faut faire tourner le détecteur de deux fois l'angle de la réflexion de Bragg de l'échantillon (Figure 2.17) et avoir un balayage radial. Pour améliorer le spectre, il est possible d'affiner les réglages en jouant sur les autres angles afin d'avoir l'intensité maximale du pic de Bragg.

- le repositionnement de l'analyseur devant le détecteur et si nécessaire des derniers ajustements de l'analyseur pour obtenir le meilleur signal.

Comme l'expérimentation est effectuée aux petits angles, seule une rotation de l'analyseur (équivalent à une rotation  $\theta-2\theta$  dans l'hypothèse des petits angles) est effectuée lors des essais une fois l'ensemble ajusté.

#### 1.1.5- Analyse des spectres de diffraction

Les spectres permettent d'accéder *in situ* à la distribution des paramètres de maille dans chacune des phases au cours d'un essai de fluage à haute température.

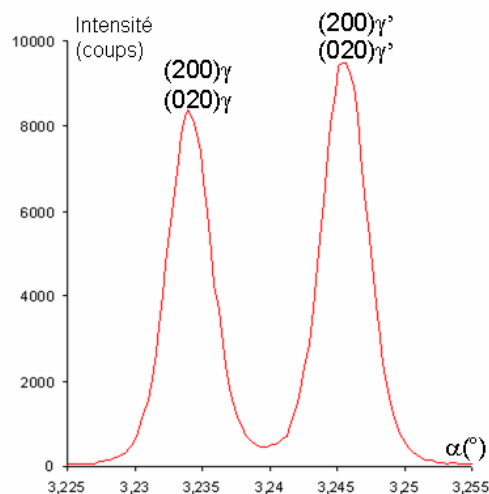


Figure 2.19 : Spectre de diffraction (200)/(020).

Les spectres de diffraction des plans (200) des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ , tels que celui présenté Figure 2.19, ont été obtenus par diffractométrie trois axes aux cours des essais *in situ* en rayonnement synchrotron, à haute température (930-1150°C). Durant les essais, les positions et les formes des pics  $\gamma$  et  $\gamma'$  évoluent avec les caractéristiques microstructurales. Les mesures précises de leur position donnent accès aux évolutions des paramètres de maille des deux phases dans le plan perpendiculaire à l'axe de traction et permettent de déduire la déformation plastique et la vitesse de déformation plastique pour chacune des deux phases.

L'analyse de la forme des pics donne :

- le paramètre statistique moyen correspondant au centre du pic ;
- la dispersion du paramètre de maille due à la présence de défauts cristallins correspondant à la largeur du pic.

Habituellement, les fonctions utilisées pour ajuster la forme des pics sont des fonctions analytiques gaussiennes, lorentziennes, Voigt ou pseudo-Voigt [16]. Cependant, en traçant l'intensité des spectres obtenus lors des essais en échelle logarithmique, une linéarité est observée sur plusieurs ordres de grandeurs (Figure 2.20). Ainsi, les pics ont été ajustés empiriquement par une fonction exponentielle de la forme suivante [17] :

$$P(\alpha) = A \exp \left[ 1 + \left[ 1 - \left( \frac{|\alpha - \alpha_0|}{w} \right)^\beta \right]^{1/\beta} \right] \quad \text{Eq. 1}$$

A : intensité maximale atteinte par le pic (coups)

$\alpha_0$  : paramètre statistique moyen ( $2\theta$  de Bragg en degrés),

w : inverse de la pente,

$\beta$  : courbure du sommet du pic comme l'illustre la Figure 2.20.

Il faut noter que les formes des pics principaux restent symétriques quel que soit le moment d'acquisition au cours de l'essai.



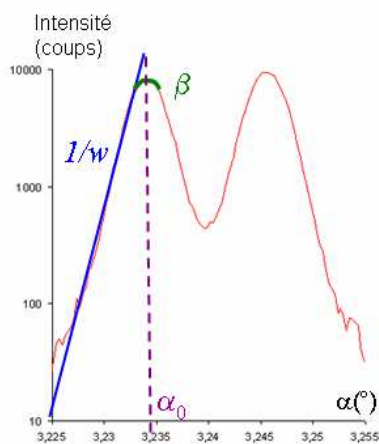


Figure 2.20 : Détermination des paramètres  $\alpha_0$ ,  $w$  et  $\beta$  pour ajuster la courbe où l'ordonnée représentant l'intensité est en échelle logarithmique.

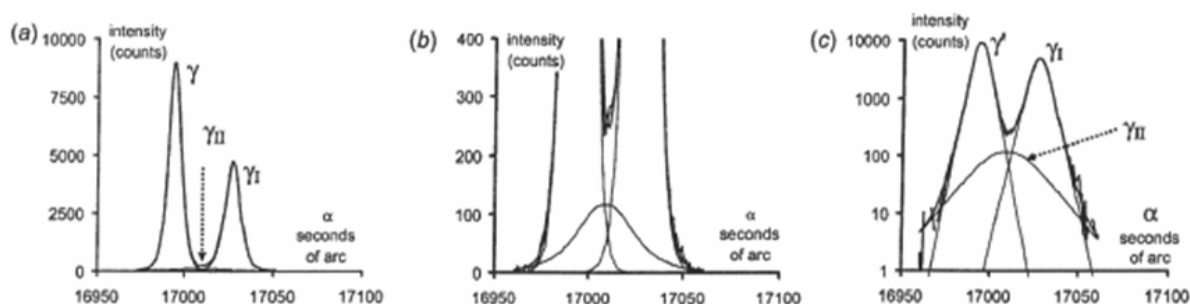


Figure 2.21 : ajustement des pics b et c intensité en échelle logarithmique [17].

La Figure 2.21 montre l'ajustement des deux pics à partir de l'équation précédente utilisée pour chaque phase. Chaque pic est ainsi défini avec quatre paramètres ( $A$ ,  $\alpha_0$ ,  $w$  et  $\beta$ ) au lieu de cinq dans le cas d'une combinaison d'une fonction Gaussienne avec une fonction Lorentzienne. Comme Jacques et Bastie [17] l'expliquent, tous les diffractogrammes sont définis avec deux ou trois pics  $P_j$  (Figure 2.21). Le troisième pic, de faible intensité, a son maximum entre les deux autres pics principaux. Gnaupel-Herold et Reimers [18] ont suggéré que le pic nommé  $\gamma_I$  correspond à la contribution des couloirs  $\gamma$  perpendiculaires à l'axe de traction, et celui nommé  $\gamma_{II}$  est dû majoritairement aux couloirs résiduels  $\gamma$  parallèles à l'axe de traction.

Comme la déviation standard du nombre de coups  $I(\alpha_i)$  mesurée à la position  $\alpha_i$  est proportionnelle à  $[I(\alpha_i)]^{1/2}$  [17], les pics ont été ajustés pour minimiser l'erreur  $E$  :

$$E = \left[ \frac{1}{n} \sum_i \frac{\left( I(\alpha_i) - \sum_j P_j(\alpha_j) \right)^2}{I(\alpha_i)} \right]^{1/2}$$

avec  $n$  : le nombre de points mesurés pour s'assurer que les extrémités des courbes sont bien décrites par le procédé d'ajustement

Pour l'ensemble des courbes traitées,  $E$  a une valeur en générale inférieure à 2 pour tous les ajustements effectués une fois le superalliage mis en radeaux.

La position et la largeur des pics évoluent avec les conditions expérimentales (température, contrainte appliquée,...). L'angle  $\alpha_0$  ( $2\theta$  de Bragg) donne accès aux valeurs des paramètres de maille dans chacune des phases par la relation de Bragg :

$$a = \frac{\lambda}{\sin(\alpha_0/2)}$$

et par différence entre les deux phases au désaccord paramétrique perpendiculaire à l'axe de traction  $\delta_{\perp}$ .

Quant à l'évolution des largeurs des pics au cours de l'essai, elle peut être suivie via le paramètre  $w$  inverse de la pente : l'élargissement des pics augmente avec le paramètre  $w$ , qui peut donc caractériser l'évolution de la concentration de défauts dans les deux phases.

De plus, l'aire d'un pic de diffraction relatif à une phase est proportionnelle à sa quantité présente dans le superalliage (cf Chapitre 3 §1.4.2). A partir de l'ajustement du spectre de diffraction, la fraction volumique  $f$  de  $\gamma'$  est déterminée en calculant l'aire sous les courbes, de la manière suivante :

$$f = \frac{A\gamma'}{A\gamma + A\gamma'}$$

avec  $A\gamma$  et  $A\gamma'$  les aires sous les courbes respectivement des pic  $\gamma$  de  $\gamma'$ . Cette valeur sert à :

- déterminer la température réelle de l'échantillon par comparaison avec un étalonnage réalisé par Diologent [19] ;
- calculer les caractéristiques mécaniques dans chacune des deux phases prises séparément.

## 1.2- Machine d'essais mécanique à haute température

Une machine d'essais mécanique spécifique a été mise au point précédemment au cours de la thèse de Vallino [20] au Laboratoire de Physique des Matériaux de l'Ecole de Mines de Nancy pour réaliser les mesures décrites dans le §1.1. Elle est transportable, et transparente aux rayons X. Elle a déjà été utilisée sur la ligne ID19 de l'ESRF et a subi certaines modifications depuis sa conception pour s'adapter aux lignes ID15 (ESRF) et BW5 de Doris III (DESY).

### 1.2.1- Caractéristique technique générale

Cette machine (Figure 2.22) d'essais mécaniques a été créée pour répondre à des critères imposés par l'expérience et pour être adaptée sur les lignes de hautes énergies des synchrotrons. Son encombrement ( $80 \times 80 \text{ cm}^2$ ) et sa masse (120kg) ont donc été optimisés. L'ensemble a été conçu pour permettre une mise en place rapide sur les lignes (installation, accès à l'échantillon, contrôle et pilotage par PC) afin d'optimiser le temps de faisceau.

Pour l'étude des superalliages et d'autres matériaux à haute limite d'élasticité, la machine est équipée d'un capteur de force d'une capacité maximale de 5000 N. L'application de la contrainte peut se faire en traction ou compression. De plus, un four en céramique équipé de 2 zones chauffantes par effet joule permet d'exploiter une gamme de température allant de l'ambiante à  $1200^\circ\text{C}$ . Le tout peut s'effectuer sous vide ( $10^{-4} \text{ Pa}$ ) ou sous atmosphère contrôlée.

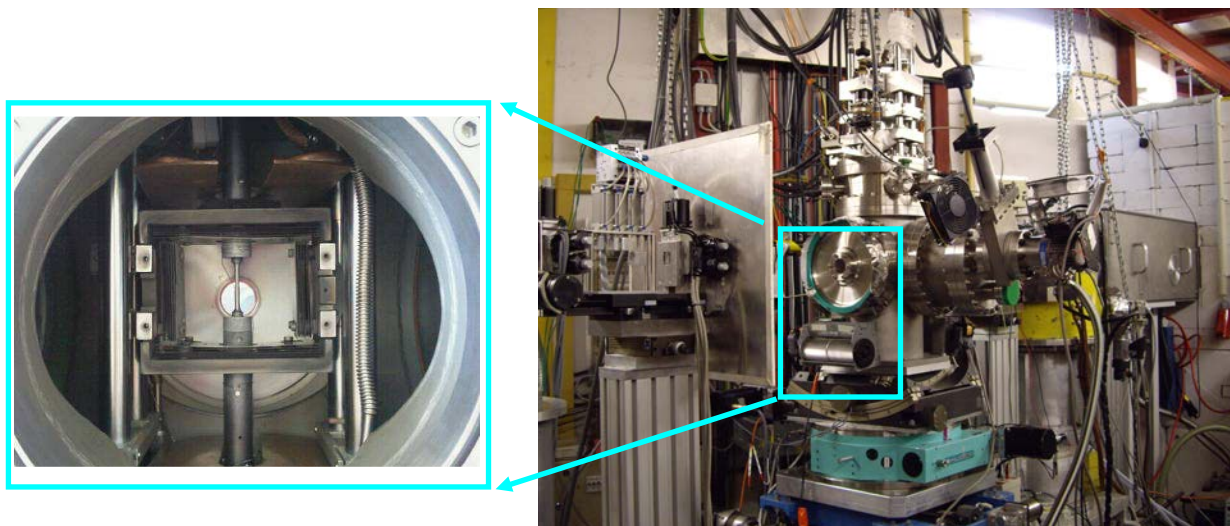


Figure 2.22 : Photographie de la machine de traction installée sur la ligne de lumière BW5 à Hambourg.

## 1.2.2- Descriptif

### 1.2.2.1- Dispositif mécanique d'application de la contrainte

Le banc de traction a été conçu pour pouvoir être installé tant horizontalement que verticalement, afin d'observer différentes orientations (soit parallèlement soit perpendiculairement à la traction). Dans le cadre de cette thèse, il est uniquement utilisé dans le sens vertical, c'est-à-dire pour observer les paramètres perpendiculairement à l'axe de traction. L'ensemble est divisé en deux :

- une partie « externe » qui comprend le moteur et le dispositif d'application des contraintes,
- une partie « interne », enceinte à vide qui englobe le four et l'échantillon, le capteur de force et les mors (image de gauche, Figure 2.22).

#### a- Partie externe

##### ➤ Dispositif d'application de la contrainte et le moteur

Le dispositif mécanique permettant de charger mécaniquement un échantillon en traction ou en compression est composé de deux poutres mobiles qui se déplacent par rapport à une poutre fixe. Un moteur pas à pas transmet le mouvement de rotation à deux vis à recirculation de rouleaux dont les écrous sont logés dans la poutre fixe. L'ensemble mobile est composé de quatre roulements linéaires se déplaçant sur des arbres rectifiés.

Il faut tout de même vérifier l'alignement avant de faire un essai car le jeu des roulements peut provoquer un décalage.

Le guidage de l'ensemble se fait sur 200 mm. Le moteur pas à pas permet d'obtenir un positionnement précis du mors mobile dans la gamme de vitesses de 1  $\mu\text{m}/\text{min}$  à 30  $\text{mm}/\text{min}$ .

##### ➤ Mesures de la déformation

La mesure de déformation est effectuée par un LVDT (Linear Variable Differential Transformer) qui suit le déplacement de la ligne d'amarrage. Le LVDT mesure la déformation totale :

$$\Delta L = \Delta L_{\text{machine}} + \Delta L_{\text{échantillon}} .$$

A partir de la déformation totale, il est possible de déduire la déformation plastique  $\epsilon_{\text{pl}}$  dans l'éprouvette en prenant en compte les diverses réponses élastiques (Figure 2.23) ; celle de l'échantillon, mais aussi celle des mors et de la machine d'essais. Il faut donc soustraire à la déformation totale  $\epsilon_{\text{tot}}$  la

déformation élastique de la machine et de l'éprouvette  $\varepsilon_{el}$  en faisant intervenir un module d'Young apparent de l'ensemble  $E_{app}$ .

$$\varepsilon_{pl} = \varepsilon_{tot} - \varepsilon_{el}$$

avec  $\varepsilon_{el} = E_{app} \sigma$  où  $\sigma$  est la contrainte appliquée.

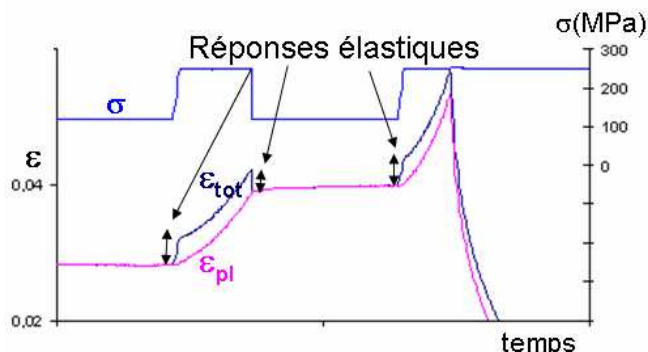


Figure 2.23 : Obtention de la déformation plastique à partir des mesures du LVDT.

Le LVDT a une étendue de mesure de 1000  $\mu\text{m}$  muni d'une carte d'acquisition CAN (Convertisseur Analogie Numérique) d'une résolution de 12 bit ce qui donne une résolution de 0,5  $\mu\text{m}$ .

## b- Partie interne

### ➤ Cellule de force

La cellule de force se trouve à l'intérieur de l'enceinte à vide. En effet, si celle-ci était située sur la poutre de la partie externe qui subit la contrainte atmosphérique extérieure, il y aurait une différence de pression. De plus, la pression dans l'enceinte à vide varie en fonction de la température et un étalonnage simple ne peut pas être réalisé. Le mieux est donc d'avoir une différence de pression nulle. Ceci est possible lorsque la poutre et la cellule sont toutes les deux à l'intérieur de l'enceinte à vide.

La cellule de force et un conditionneur de force sont utilisés pour mesurer les contraintes appliquées à l'échantillon. Toutefois la cellule de force est très sensible aux parasites électriques, nombreux dans ce contexte où se trouvent des moteurs et autres machines électriques. Pour isoler complètement la cellule, l'enceinte à vide est mise à la terre pour jouer le rôle d'une cage de Faraday. Les câbles utilisés sont blindés et leur tresse est reliée à la même terre. Son principe de fonctionnement est basé sur le pont de Wheatstone [21].

### ➤ Mors

Les mors sont en TZM (alliage de Molybdène : Mo 0,5Ti 0,1Zr) pour l'étude des superalliages. Ce choix de matériau permet des essais à très hautes températures. La machine d'essai mécanique peut être utilisée en traction comme en compression et pour d'autres matériaux tel que le silicium ; dans ce cas les mors sont en graphite.

### 1.2.2.2- Four

Le four se trouve tout autour de l'échantillon. L'armature est constituée de stumatite (silicate d'alumine : 55% de silice  $\text{SiO}_2$ , 40% d'alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , le reste étant composé d'impuretés). Ce matériau est facilement usinable après deux recuits (1050 et 1150°C) pendant plusieurs heures (même propriétés qu' $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) et possède une bonne résistance aux chocs thermiques.

Il se décompose en trois parties :

- une partie fixe (centrale) avec des amenées de courant en Mo,
- deux parties évidées (capots) amovibles venant se fixer de part et d'autre de la partie centrale. Ces capots supportent des résistors en carbone graphite (Figure 2.24).

Les résistors (Figure 2.24) sont réalisés à partir de plaques très pures de carbone graphite fournies par la Société Carbone Lorraine. Le but est d'optimiser la puissance de chauffage. Comme la longueur du résistor est limitée à la taille du capot (Figure 2.24), il a une forme en zigzag qui permet d'augmenter sa longueur, tout en diminuant la section de la résistance chauffante et ainsi de bien dimensionner le résistor. La résistance obtenue est d'environ 2 ohms.



Figure 2.24 : Capot avec les deux résistors après utilisation

Le mode de chauffage s'effectue donc par effet Joule à partir de deux alimentations à courant continu de 2,5 kW. Le travail se fait à puissance de chauffage constante, c'est-à-dire que des thermocouples pilotent les alimentations.

#### **Profil thermique du four :**

La température est mesurée dans trois zones du four, au niveau des têtes des mors fixe et mobile et au milieu de l'échantillon, à l'aide de trois thermocouples K (Chromel / Alumel) dont le domaine de travail est compris entre 200°C et 1200°C. A 1000°C, les thermocouples de 0,3mm gainés en Inconel 600 (alliage Ni-Cr) se détériorent très vite, ils ont été remplacés par des thermocouples de 0,5mm. A terme, des thermocouples S (Platine-Rhodium(10%) / Platine ) seront utilisés.

Les gradients de températures à l'intérieur du four sont principalement dus à la conduction le long des mors et au rayonnement lorsque la température dépasse 600°C : il n'y a pas de convection car l'enceinte est sous vide.

Lors d'essais au synchrotron à haute température, des variations du paramètre de maille dues au gradient thermique sont observées à contrainte constante selon la hauteur dans l'échantillon comme le montre la Figure 2.25 (les températures sont déduites des fractions volumiques obtenues à partir de l'aire sous les courbes). Les mesures au rayonnement haute énergie sont effectuées au point le plus chaud, c'est-à-dire là où le paramètre de maille est le plus élevé. Cette position correspond approximativement au milieu de l'éprouvette ce qui est en cohérence avec le profil attendu.

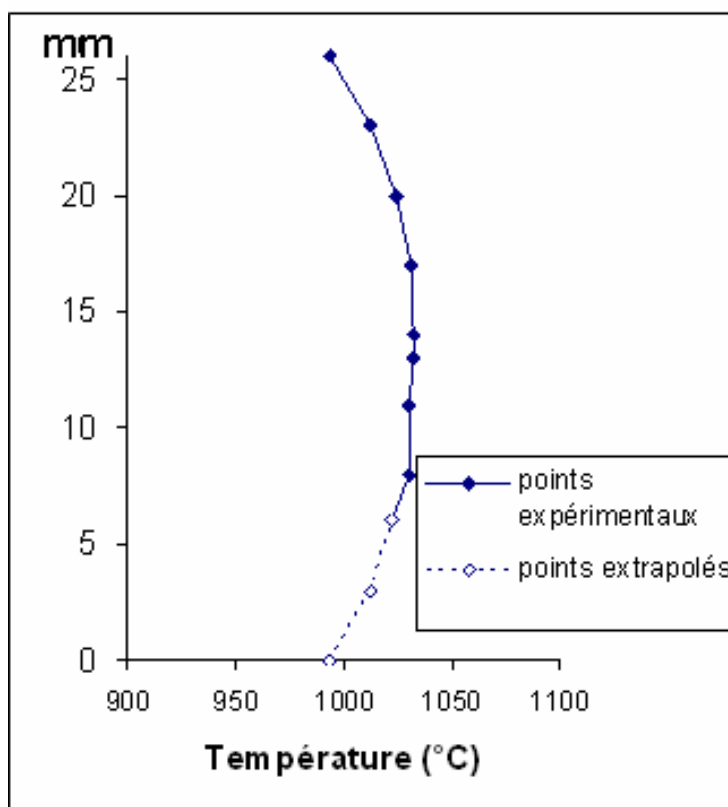


Figure 2.25 : Exemple de profil de la température sur la hauteur de l'éprouvette au cours d'un essai

### 1.2.2.3- Pompe à vide

La pompe à vide est un élément essentiel pour éviter l'oxydation de l'échantillon et la combustion des résistors en carbone, qui ne peuvent fonctionner que sous vide ou atmosphère inerte, et obtenir des résultats fiables à haute température. Elle est connectée à l'enceinte par une des ouvertures latérales. C'est un ensemble constitué d'une pompe à palettes et d'une pompe turbomoléculaire qui permettent d'obtenir respectivement un vide primaire ( $10^{-1}$  Pa) en quelques minutes puis un vide secondaire de l'ordre de  $10^{-3}$  Pa.

### 1.2.2.4- Système de refroidissement

En activant le four, l'ensemble du système est affecté par l'augmentation de température. En effet, laisser chauffer les poutres fixes ou mobiles pourrait impliquer :

- une diminution des contraintes maximales applicables à un échantillon,
- un changement de l'alignement de la machine,
- une diminution de la précision de la cellule de force directement en contact sur le mors fixe.

De même, un échauffement de l'enceinte à vide et des fenêtres serait destructeur.

Ainsi, pour éviter une montée de température dans l'ensemble mécanique, les montants proches du four constituent en réalité un système de refroidissement avec des tubes dans lesquels circule de l'eau. Une partie de cette circulation refroidit la partie basse de l'ensemble (mors fixe, cellule de force...).

Pour refroidir l'enceinte et les fenêtres, deux plaques en cuivre sont positionnées au-dessus et en dessous du four (Figure 2.26) avec une circulation d'eau, qui permettent d'intercepter le rayonnement thermique et de transférer la chaleur directement vers l'extérieur par l'intermédiaire du circuit de refroidissement.



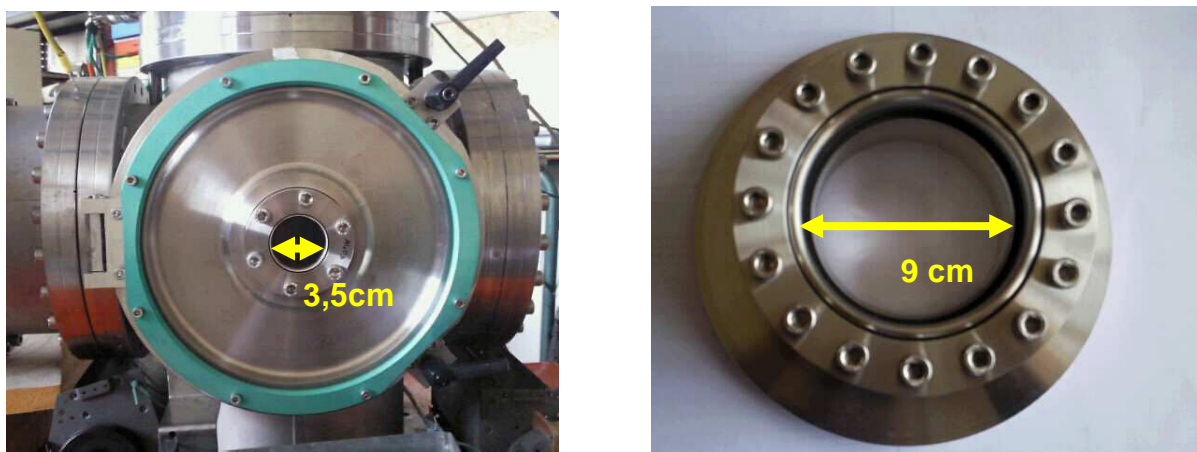


Figure 2.26 : Fenêtre avec différentes taille de hublots

A l'extérieur de la machine des ventilateurs ont été placés pour protéger les fenêtres de destruction par flambage. Pour faciliter l'accès du rayon lumineux à l'échantillon, le montage initial avait été modifié en pratiquant des ouvertures de fenêtres avec des hublots plus grands (Figure 2.26). Le but de cette conception était de gagner du temps au synchrotron, en augmentant l'angle du faisceau et en facilitant ainsi les observations de l'échantillon. Pour ne pas risquer d'endommager ces fenêtres, une pente de montée en température de l'ordre de  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  doit être respectée. Malgré ces précautions les plus grandes fenêtres se sont fissurées au cours de certains essais et les petits hublots ont du être remis.

### 1.2.3- Description des éprouvettes et des prédéformations

L'ensemble des mesures réalisées en diffraction de rayons X de haute énergie l'ont été sur des éprouvettes d'alliage AM1 après mise en radeaux de la microstructure (stade II du fluage).

#### 1.2.3.1- Description des éprouvettes

Les éprouvettes utilisées pour les essais de fluage ont une partie utile cylindrique (Figure 2.27), terminée par deux têtes filetées qui permettent l'assemblage avec le dispositif de traction. Elles sont usinées dans des barreaux monocristallins d'orientation [001] de l'axe de traction. L'orientation [001] est choisie car elle correspond à l'axe de sollicitation des aubes de turbines. Les éprouvettes subissent un traitement thermique standard comme expliqué au chapitre 1 §1.3, leur axe longitudinal est parallèle à l'axe cristallographique [001]. Elles ont une longueur utile  $L_0 = 27\text{mm}$  et de diamètre  $D_0 = 3,4\text{ mm}$ , qui répondent aux normes françaises.

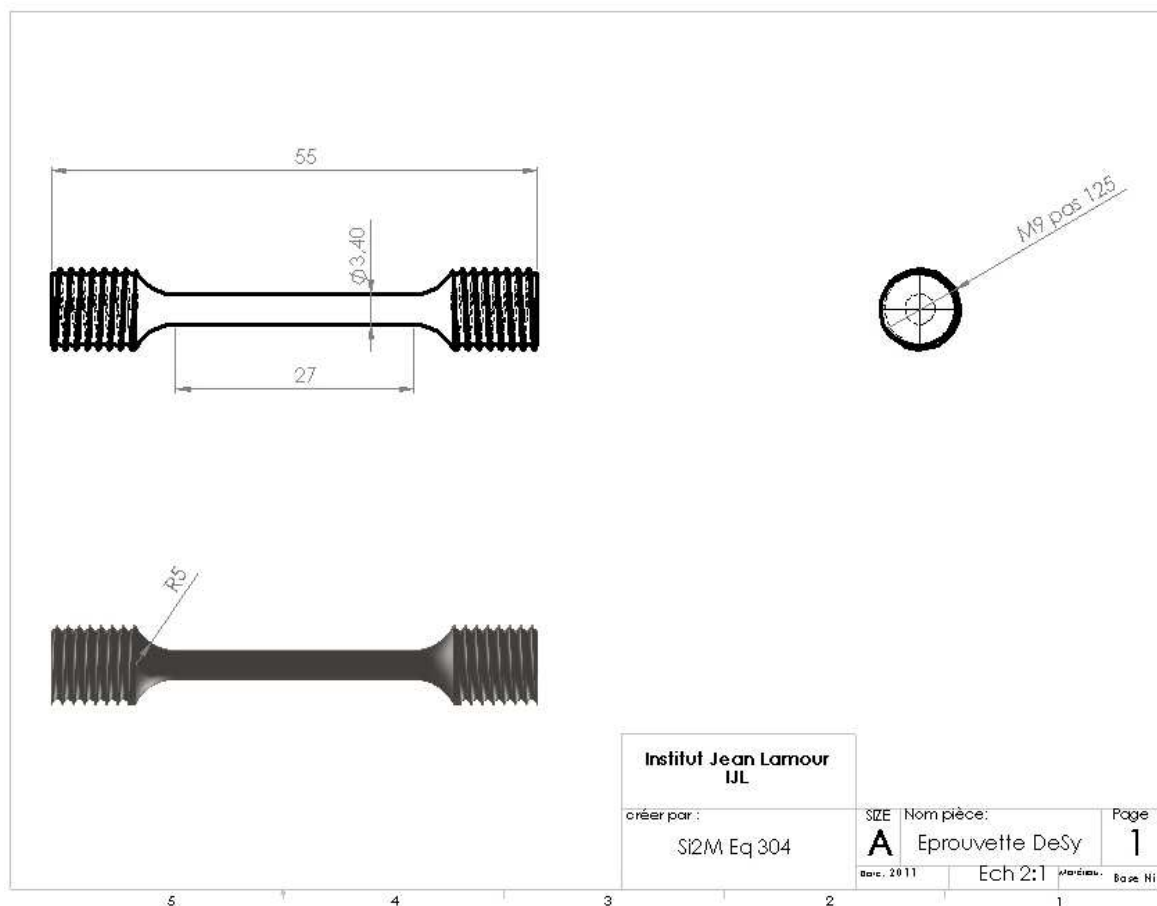


Figure 2.27 : Géométrie des éprouvettes utilisées

### 1.2.3.2- Procédure de préparation des essais

Afin de gagner du temps, et avant d'être testés en rayonnement synchrotron, les échantillons sont pré-déformés au laboratoire. Ceci permet d'atteindre le début du stade II de fluage et d'avoir une mise en radeaux du superalliage :

- pour la majorité des essais effectués à DESY, les échantillons ont été prédéformés en traction sous une contrainte de 100 à 150 MPa à 1080°C pendant de 24 h à 30 h.
- pour ceux réalisés à l'ESRF et certains réalisés à DESY à plus haute température, les éprouvettes ont subi une contrainte de 80 à 100 MPa à 1120°C pendant 5 à 6 h (chapitre 3 tableau 3.1).



## 2- Observations *post mortem* et caractérisations

L'étude des deux phases du superalliage AM1 est complexe ; une seule technique d'investigation n'est donc pas suffisante pour expliquer les évolutions de la microstructure et des caractéristiques mécaniques du matériau. Ainsi, pour approfondir les données obtenues aux rayons X, un suivi de l'échantillon a été effectué grâce aux observations *post mortem* au Microscope Electronique à Balayage (MEB) et au Microscope Electronique à Transmission (MET).

Pour pouvoir observer au MEB et au MET les échantillons, ils ont d'abord été coupés en deux (avec une scie de précision BUELHER) perpendiculairement à l'axe de traction.

### 2.1- Microscope électronique à Balayage (MEB)

Après essais, pour vérifier la température mesurée, connaître la morphologie des phases et connaître la distance entre les dislocations d'interface, des observations au MEB suivies d'analyse d'images avec le logiciel Visilog<sup>®</sup> ont été réalisées.

#### 2.1.1 Préparation des échantillons

Pour déduire la température via la fraction de phase  $\gamma'$  ou connaître la morphologie, une coupe longitudinale parallèlement à l'axe de traction a été réalisée sur l'ensemble des échantillons. Pour observer les dislocations d'interface une coupe transversale est plus adaptée.

Dans les deux cas, les échantillons ont été préalablement polis mécaniquement à l'aide de disques de carbure de silicium jusqu'à un grade 4000 puis avec un spray diamanté 3  $\mu\text{m}$  puis 1  $\mu\text{m}$  pour obtenir un poli miroir. Ensuite, ils ont subi une attaque chimique par un mélange 66% HCl et 33% HNO<sub>3</sub> dilué dans l'eau, pendant quelques secondes. L'attaque est dite négative quand la phase  $\gamma'$  est dissoute (positive si la phase  $\gamma$  est attaquée). L'attaque négative ne doit pas être trop longue pour obtenir des informations microstructurales provenant d'une même et unique surface, sans effets de topographie.

Pour observer les réseaux d'interfaces  $\gamma/\gamma'$  après découpe suivant des plans proches de (001), une attaque chimique prolongée a été pratiquée, afin de dissoudre la phase  $\gamma'$  et faire apparaître les interfaces. Pour les observations, un microscope équipé d'un canon à émission de champ (MEB-FEG) JEOL JSM 7000F, situé au Département de Physique et Mécanique des Matériaux de l'Institut P' (UPR CNRS 3346) à l'ENSMA (Poitiers), a été utilisé. Les observations ont toutes été réalisées en mode électrons secondaires avec une tension accélératrice de 25kV.

#### 2.1.2- Analyse d'image

Le but des images prises au MEB est de mesurer des distributions de paramètres morphologiques (longueur, largeur, périmètre, surface, orientation...) caractérisant les radeaux de la phase  $\gamma'$  et les couloirs de matrice, mais aussi la fraction volumique des précipités  $\gamma'$ , en assimilant, dans cette étude, les fractions surfaciques en  $\gamma'$  aux fractions volumiques. A l'aide du logiciel d'analyse d'image Visilog<sup>®</sup>, il est possible de déterminer l'ensemble de ces paramètres (hypothèse des radeaux de longueurs très grandes devant leurs épaisseurs [19]). La séquence d'opérations suivante a été menée sur chacune des images observées :

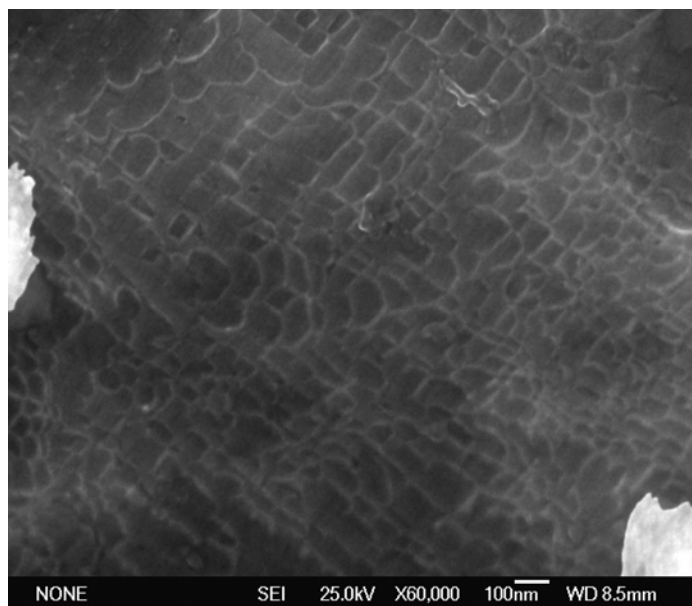
- lissage des contours ;
- accentuation des contrastes pour mieux distinguer les précipités de la matrice ;
- seuillage semi manuel d'intensité lumineuse et binarisation de l'image ;
- érosion et reconstruction de l'image afin d'éliminer les petits précipités des couloirs de matrice, précipités apparaissant dans les couloirs de la matrice sursaturée en éléments  $\gamma'$ -gènes [22–25] lors du refroidissement de l'échantillon. Ces précipités ultrafins ne sont pas

représentatifs de l'état microstructural lors de l'exposition à très haute température et doivent donc être éliminés des images.

- La fraction surfacique  $f_{s\gamma'}$  de la phase  $\gamma'$  est déterminée en calculant le nombre de pixels occupés par les précipités  $\gamma'$
- La morphologie des radeaux est déterminée par la stéréologie, donnant la surface de chacune des particules (radeaux), leurs longueurs et épaisseurs maximale, minimale, moyenne ainsi que leur périmètre.
- La morphologie des couloirs est déterminée après squelettisation et segmentation permettant d'obtenir leurs contours puis leur longueur et largeur

Dans le but d'obtenir une statistique, trois à quatre images ont été prises dans des zones interdendritiques et dendritiques. Les valeurs de fraction surfacique données sont donc une moyenne de ces observations, l'incertitude quant à elle représente l'écart entre cette moyenne et la valeur extrême mesurée.

L'analyse de la distribution de taille de cellules des réseaux de dislocation d'interface a été réalisée manuellement à partir d'images réalisées à très fort grandissement, supérieur ou égale à 50 000. Cette analyse, basée sur la topographie de surface des précipités résultant de l'interaction précipités – réseaux de dislocations, est très récente et n'a été rendue possible que par l'utilisation d'images MEB-FEG [26,27]. Une micrographie illustrant cette topographie de surface est présentée en Figure 2.28.



**Figure 2.28 : Exemple de topographie de surface d'un radeau de phase  $\gamma'$  d'une éprouvette ayant été attaquée chimiquement après essai de fluage *in situ* au synchrotron.**

Les réseaux ont été analysés aléatoirement dans les zones dendritiques ou interdendritiques et un minimum de 200 mesures de « mailles » des réseaux de dislocations d'interface a été effectué sur chaque échantillon analysé, en sélectionnant les surfaces les plus planes dans le plan d'observation. La morphologie des cellules n'étant pas forcément régulière sous forme de carré, pentagone ou d'hexagone telle qu'observée dans les articles [26,28,29], une moyenne de la plus petite dimension et de la plus grande dimension de chaque maille a été effectuée. Les distributions ainsi obtenues des tailles des cellules des réseaux de dislocations ont par la suite été modélisées par des lois log-normales.

## 2.2- Microscopie électronique en Transmission (MET)

Les systèmes de dislocations impliqués au cours du fluage sont étudiés par des observations en microscopie électronique en transmission (MET) *post mortem*, afin de caractériser les dislocations mises en jeu au cours des essais et leurs densités.

### 2.2.1- Préparation des lames minces

#### a- Orientation Laue

Comme il a été remarqué au § 1.2.2.2, le four ayant un gradient thermique (la température est plus élevée au centre), il en résulte que lors d'un essai de fluage sur notre moyen d'essai, la partie la plus sollicitée correspond au milieu de l'éprouvette. C'est cette partie qui est observée en rayonnement synchrotron. Cette zone a donc été découpée à la scie à fil pour pouvoir comparer et approfondir les données des expérimentations *in situ*.



Figure 2.29 : Préparation de la partie centrale avant orientation au Laue.

Après découpe, la partie centrale est ensuite collée sur une platine pour être polie (Figure 2.29). Le polissage s'effectue à l'aide de disques de carbure de silicium d'abord au grade 600, puis aux grades 800, 1000, 1200, 2400 et 4000. L'échantillon est ensuite placé sur un goniomètre afin d'obtenir l'orientation suivant la rangée [010] par la méthode de Von Laue, comme le montre les Figure 2.30 et Figure 2.31 :

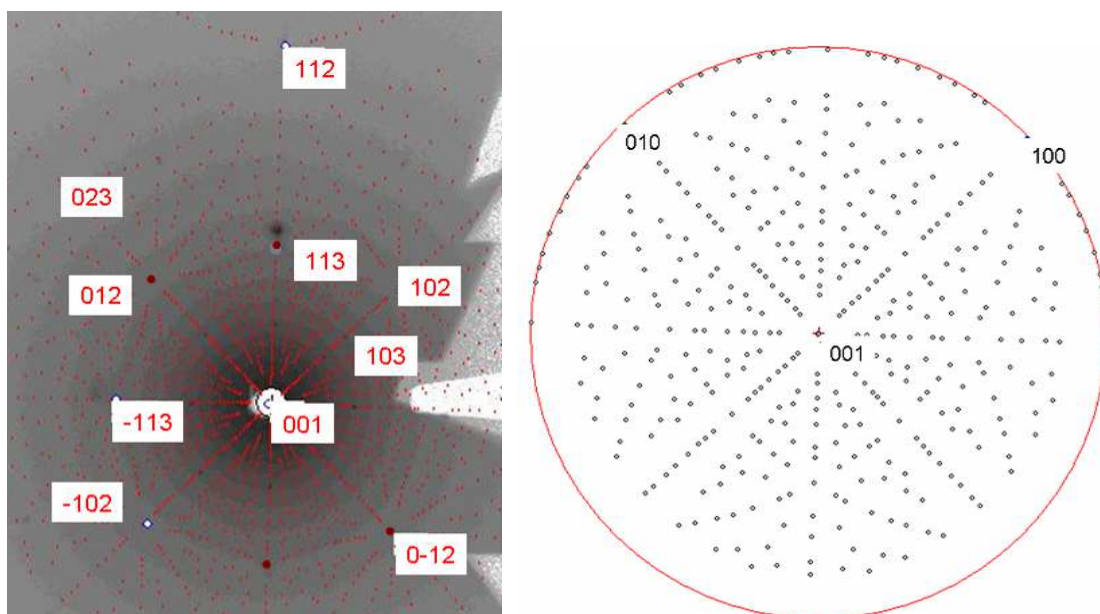


Figure 2.30 : Cliché Laue et sa projection stéréographique associée avant orientation de l'échantillon.

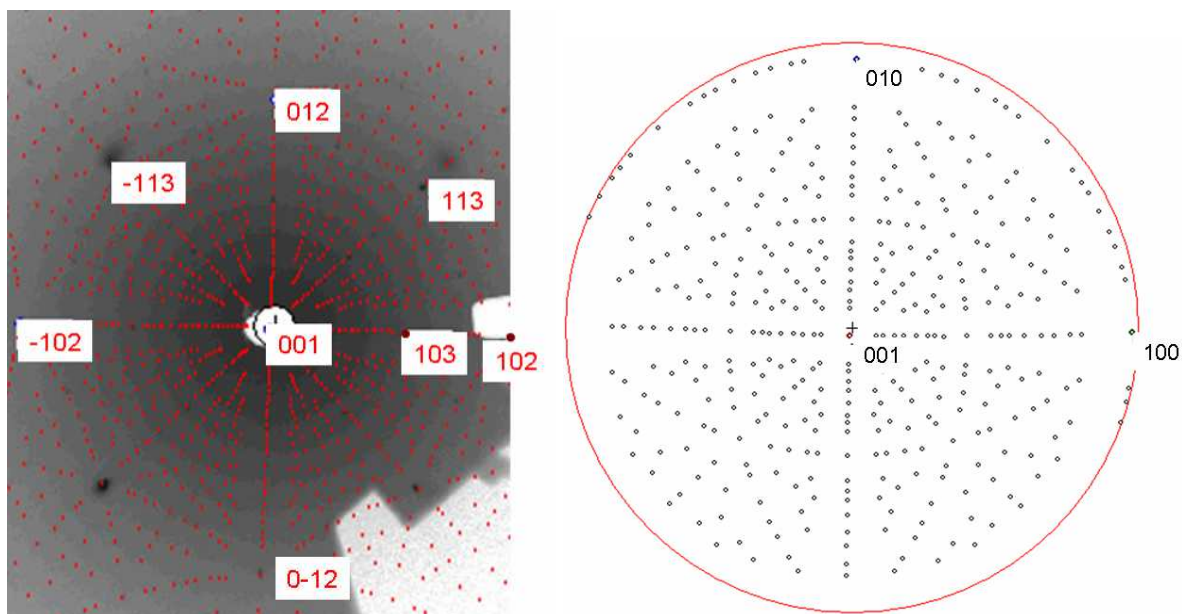


Figure 2.31 : Cliché Laue et sa projection stéréographique après orientation de l'échantillon.

Les clichés de Laue sont pris sur une tranche perpendiculaire à l'axe de traction  $[001]$ , celui-ci se retrouve donc face à nous. Dans le cas proposé Figure 2.30, pour orienter l'échantillon, il faut le tourner autour de l'axe  $[001]$  dans le sens anti-trigonométrique de  $42^\circ$ . Après rotation, on obtient l'orientation voulue sur la Figure 2.31.

Ensuite, l'échantillon est pivoté sur le goniomètre de  $22^\circ$  autour de  $[010]$  pour mettre la direction  $[\bar{1}02]$  verticale. L'éprouvette est découpée à la scie à fil suivant le plan  $(201)$  qui contient les directions  $[010]$  et  $[\bar{1}02]$  (Figure 2.32). Ce plan de coupe permet d'accéder au MET aux pôles  $[111]$ ,  $[1\bar{1}1]$ ,  $[110]$  et  $[1\bar{1}0]$  (Figure 2.33).



Figure 2.32 : Découpe à la scie à fil après orientation Laue.

### b- Préparation des lames minces

Après orientation par la méthode de Laue, les lames minces sont prélevées. Il faut en général les redimensionner pour qu'elles puissent entrer dans le porte échantillon du MET. La longueur maximale de la surface observée ne doit ni dépasser 3mm ni être inférieure à 2,5mm. Ensuite, les lames minces sont polies mécaniquement comme précédemment au papier de carbure de silicium SiC jusqu'à  $50\text{-}60\ \mu\text{m}$  d'épaisseur. Après différents tests, deux feutres tissés « VerduTex soie résistante », enduits de pâte à base d'alumine de granulométrie 3 et  $1\ \mu\text{m}$ , ont été choisis pour effectuer la fin du polissage et obtenir un poli miroir.

L'amincissement final a été réalisé par bombardement ionique d'argon à l'aide d'un PIPS Gatan (Precision Ion Polishing System). Les conditions opératoires sont effectuées sous une tension de 5 keV jusqu'à l'obtention d'un petit trou, les canons étant orientés à  $\pm 10^\circ$ , c'est-à-dire qu'un des faisceaux

d'ions frappe la lame mince dans sa partie supérieure tandis que le second agit sur la partie inférieure. Ensuite la tension est diminuée à 3 keV et toutes les demi-heures, l'angle des canons est diminué de  $1^\circ$  jusqu'à une incidence rasante de  $5^\circ$ .

### 2.2.2- Observations

L'appareil utilisé est un microscope Philips CM 200 sous une tension d'accélération de 200 kV. Le porte échantillon possède deux axes de rotation (tilts) perpendiculaires pouvant tourner de  $\pm 45^\circ$  en  $\alpha$  et de  $\pm 30^\circ$  en  $\beta$  (Figure 2.33). Les lames sont positionnées sur le porte objet pour que l'axe de rotation selon  $\alpha$  corresponde à l'axe contenu par les plans (100) et (101) et  $\beta$  tourne lui autour d'un axe perpendiculaire passant à proximité du plan (201). Ceci limite les observations à l'intérieur du rectangle en noir sur la projection stéréographique.

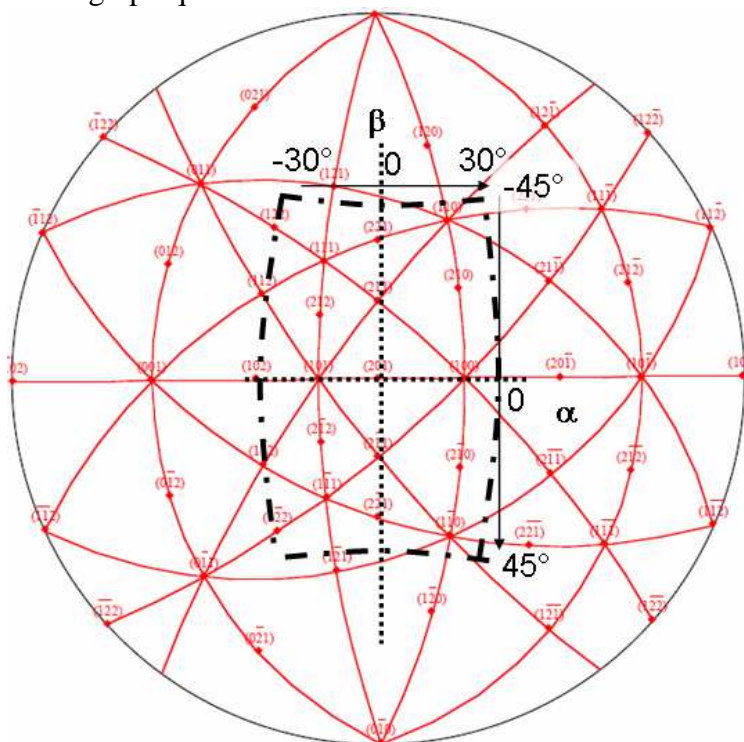


Figure 2.33 : Projection stéréographique de la zone accessible au microscope électronique à transmission

Les observations ont été effectuées en mode 2 ondes ; par cette méthode un seul vecteur de diffraction  $\vec{g}$  est sélectionné. Deux taches sont présentes sur le réseau réciproque, il s'agit du faisceau transmis et du faisceau diffracté  $\vec{g}$ . Les images ont été réalisées soit en champ clair c'est-à-dire que l'image est réalisée avec le faisceau incident direct, qui traverse la lame mince sans déviation, soit en champ sombre quand l'image est réalisée avec le faisceau diffracté.

### 2.2.3- Mesures des distances entre les dislocations aux interfaces

Les distances entre les dislocations aux interfaces peuvent être mesurées avec des clichés MET même si les lames n'ont pas été découpées suivant un plan parallèle aux dislocations contenues à l'interface. La Figure 2.34 A reproduit la projection stéréographique de la zone accessible au MET avec des lames coupées suivant le plan (201). Le plan (001) perpendiculaire à l'axe de traction contient les dislocations d'interface. Le plan le plus proche accessible au MET est le plan (101) (Figure 2.34 B). Pour passer du plan (001) perpendiculaire à l'axe de traction au plan (101), il faut effectuer une rotation de  $45^\circ$  autour de l'axe  $[010]$  : les distances suivant cette direction  $[010]$  ne varient pas au cours de la rotation (Figure 2.34 C). La longueur  $c$  des cellules d'un réseau de dislocations d'interface est relevée sur le cliché MET (Figure 2.34 C) suivant la direction  $[010]$  invariante. Les lignes de dislocations glissent suivant les



plans  $\{111\}$  et sont donc observables aux intersections des plans  $(001)$  et  $\{111\}$  suivant les rangées  $[110]$  ou  $[1\bar{1}0]$  : la valeur  $d_{réelle}$  est obtenue en multipliant la mesure  $c$  par  $\cos 45^\circ$  (Figure 2.34 C).

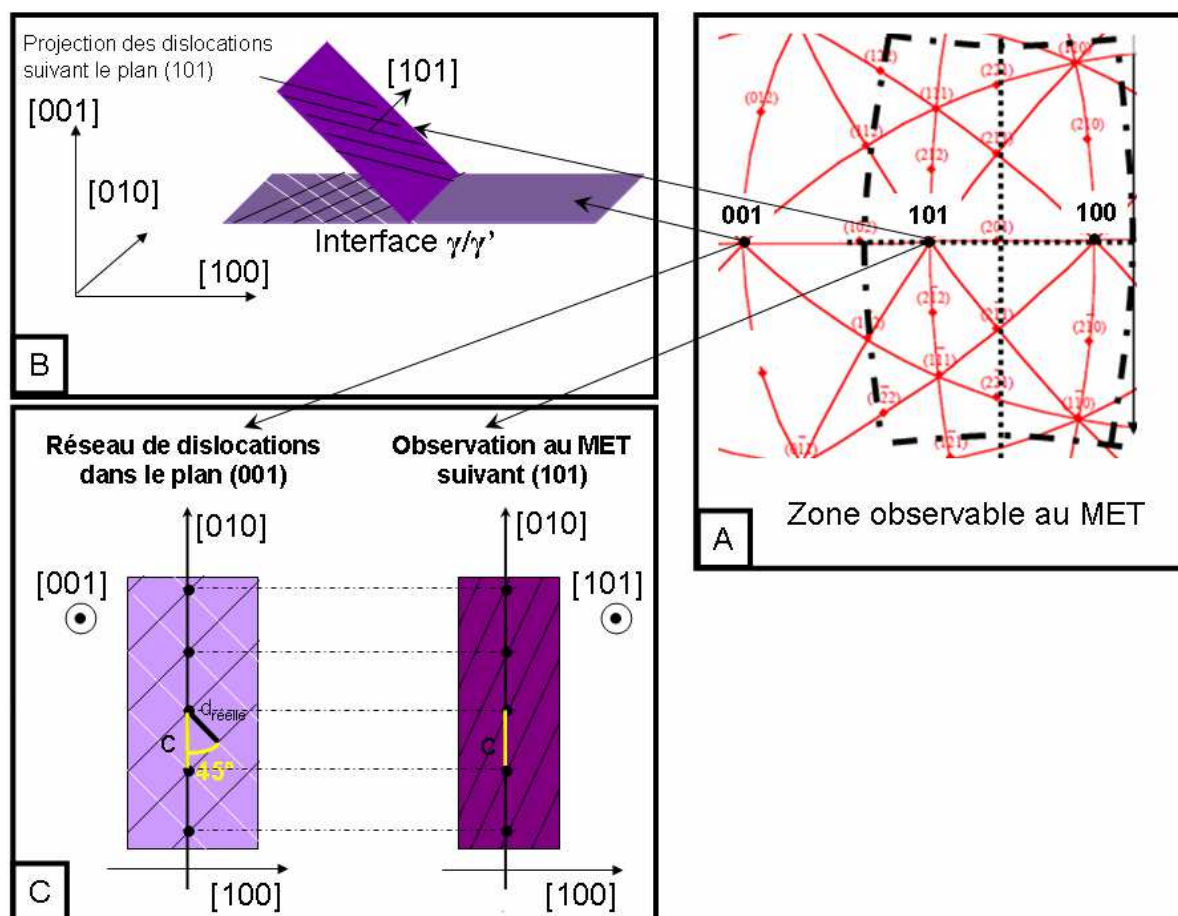


Figure 2.34 : Méthode d'évaluation des distances entre dislocations à l'interface  $\gamma/\gamma'$  :

A- Steréographie montrant la zone observable au MET avec un plan de coupe  $(201)$  et le plan d'interface  $\gamma/\gamma'$   $(001)$  dans lequel sont contenues les dislocations d'interface ;

B- Représentation de deux familles de dislocations aux interfaces  $\gamma/\gamma'$  de vecteur ligne de type  $[110]$  et  $[1\bar{1}0]$  sur l'interface  $(001)$  et projection de la famille de vecteur ligne  $[110]$  sur le plan  $(101)$ , le plus proche du plan  $(001)$  accessible au MET ;

C- Observation de deux familles suivant le plan d'interface  $(001)$  et suivant  $(101)$ , mise en valeur de la direction  $[010]$  suivant laquelle les distances sont invariantes.

## Conclusion

La diffraction de rayons X en rayonnement synchrotron permet de mesurer *in situ* l'évolution des paramètres de maille des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  d'un superalliage au cours d'un essai de fluage à haute température après traitement de mise en radeaux. Une machine transportable d'essai mécanique à haute température et munie d'une enceinte sous vide a été spécialement développée pour être installée sur les lignes de lumière de l'ESRF et de DESY. L'utilisation de la diffractométrie à trois cristaux permet une mesure des paramètres cristallins avec une précision de  $10^{-5}$ .

L'analyse des pics de diffraction  $(200)/(020)$  fournit, pour chaque phase, le paramètre de maille moyen dans la direction  $[100]$ , le désaccord paramétrique perpendiculaire, la fraction volumique (qui permet également d'estimer la température d'essai) et la largeur des pics liée aux densités de défauts.

Les mesures *in situ* sont complétées par des analyses *post mortem* au MEB et au MET, permettant de mesurer les fractions de chaque phase, la morphologie de la microstructure, de caractériser les dislocations et de mesurer leurs densités, notamment aux interfaces  $\gamma/\gamma'$ .

L'ensemble des résultats obtenus par ces techniques sont présentés dans le chapitre suivant.

## Bibliographie du chapitre 2

- [1] H.-A. KUHN, H. BIERMANN, T. UNGAR, et H. MUGHRABI, « An X-ray study of creep-deformation induced changes of the lattice mismatch in the  $\gamma'$ -hardened monocrystalline nickel-base superalloy SRR 99 », *Acta Metall. Mater.*, vol. 39, n<sup>o</sup>. 11, p. 2783-2794, 1991.
- [2] A. ROYER, P. BASTIE, D. BELLET, et J. L. STRUDEL, « Temperature dependance of the lattice mismatch of the AM1 superalloy, influence of the  $\gamma'$  precipitates morphology », *Phil. Mag. A*, vol. 72, n<sup>o</sup>. 3, p. 669-689, 1995.
- [3] H. BIERMANN, M. STREHLER, et H. MUGHRABI, « High-temperature measurements of lattice parameters and internal stresses of a creep-deformed monocrystalline nickel-base superalloy », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 27, n<sup>o</sup>. 4, p. 1003-1014, 1996.
- [4] L. LIU, N. S. HUSSEINI, C. J. TORBET, W.-K. LEE, R. CLARKE, J. W. JONES, et T. M. POLLOCK, « In situ synchrotron X-ray imaging of high-cycle fatigue crack propagation in single-crystal nickel-base alloys », *Acta Mater.*, vol. 59, p. 5103-5115, 2011.
- [5] D. BELLET et P. BASTIE, « Temperature dependence of the lattice parameter of the  $\gamma$  and  $\gamma'$  phases in the nickel-based superalloy CMSX-2. Part II. Neutron diffraction study of the lattice parameter mismatch », *Philosophical Magazine B : Physics of Condensed Matter; Electronic, Optical and Magnetic Properties*, vol. 64, n<sup>o</sup>. 2, p. 143-152, 1991.
- [6] J. R. SCHNEIDER, R. BOUCHARD, T. BRUECKEL, M. LIPPERT, H.-B. NEUMANN, H. F. POULSEN, U. RUETT, T. SCHMIDT, et M. Von ZIMMERMANN, « High energy synchrotron radiation. A new probe for condensed matter research », *Journal De Physique. IV : JP*, vol. 4, n<sup>o</sup>. 9, p. C9-415-421, 1994.
- [7] R. BOUCHARD, D. HUPFELD, T. LIPPMANN, J. NEUEFEIND, H.-B. NEUMANN, H. F. POULSEN, U. RUTT, T. SCHMIDT, J. R. SCHNEIDER, J. SUSSENBACH, et M. Von ZIMMERMANN, « A triple-crystal diffractometer for high-energy synchrotron radiation at the HASYLAB high-field wiggler beamline BW5 », *Journal of Synchrotron Radiation*, vol. 5, n<sup>o</sup>. 2, p. 90-101, 1998.
- [8] H.-B. NEUMANN, U. RUET, R. BOUCHARD, J. R. SCHNEIDER, et H. NAGASAWA, « Resolution function of a triple-crystal diffractometer for high-energy synchrotron radiation in nondispersive Laue geometry », *Journal of Applied Crystallography*, vol. 27, n<sup>o</sup>. 6, p. 1030-1038, 1994.
- [9] P. SUORTTI et T. TSCHENTSCHER, « High energy scattering beamlines at European Synchrotron Radiation Facility », *Review of Scientific Instruments*, vol. 66, n<sup>o</sup>. 2, p. 1798-1801, 1995.
- [10] K.-D. LISS, A. ROYER, T. TSCHENTSCHER, P. SUORTTI, et A. P. WILLIAMS, « On high-resolution reciprocal-space mapping with a triple-crystal diffractometer for high-energy X-rays », *Journal of Synchrotron Radiation*, vol. 5, n<sup>o</sup>. 2, p. 82-89, 1998.
- [11] A. IIDA et K. KOHRA, « Separate measurements of dynamical and kinematical X-Ray diffractions from silicon crystals with a triple crystals diffractometers », *Phys Status Solidi (A) Appl Res*, vol. 51, n<sup>o</sup>. 2, p. 533-542, 1979.
- [12] P. F. FEWSTER et C. J. CURLING, « Composition and lattice-mismatch measurement of thin semiconductor layers by X-ray diffraction », *Journal of Applied Physics*, vol. 62, n<sup>o</sup>. 10, p. 4154-4158, 1987.
- [13] P. F. FEWSTER, « Multicrystal X-ray diffraction of heteroepitaxial structures », *Applied Surface Science*, vol. 50, n<sup>o</sup>. 1-4, p. 9-18, 1991.
- [14] M. GAILHANOU, « Etude de la structure latérale de monocristaux semiconducteurs par diffraction de rayons X triple cristal », Thèse de doctorat, Ecole Nationale Fédérale de Lausanne, 1995.
- [15] D. K. BOWEN et B. K. TANNER, *High resolution X-Ray Diffractometry and topography*, vol. 7, p. 149-171. Taylor & Francis, 7, p. 149-171, 1998.



- [16] L. B. McCUSKER, R. B. Von DREELE, D. E. COX, D. LOUER, et P. SCARDI, « Rietveld refinement guidelines », *Journal of Applied Crystallography*, vol. 32, n<sup>o</sup>. 1, p. 36-50, 1999.
- [17] A. JACQUES et P. BASTIE, « The evolution of the lattice parameter mismatch of a nickel-based superalloy during a high-temperature creep test », *Phil. Mag.*, vol. 83, n<sup>o</sup>. 26, p. 3005-3027, 2003.
- [18] T. GNAUPEL-HEROLD et W. REIMERS, « Stress states in the creep deformed single crystal nickelbase superalloy SC 16 », *Scripta Metallurgica et Materiala*, vol. 33, n<sup>o</sup>. 4, p. 615-621, 1995.
- [19] F. DIOLOGENT, « Comportement en fluage et en traction de superalliages monocristallins à base de nickel », Thèse de doctorat, Université de Paris Sud, Centre d'Orsay, 2002.
- [20] F. VALLINO, « Observations in situ par topographie aux rayons X des premiers stades de la déformation plastique du silicium », Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine, 1999.
- [21] GAMAC, Groupement pour l'Avancement des Méthodes d'Analyse des Contraintes, M. R. MOREAU, et J. Le BECHEC, « Mesure de force et de couple », *Technique de l'ingénieur*, vol. R1820v2, 1992.
- [22] S. DUVAL, S. CHAMBERLAND, P. CARON, et D. BLAVETTE, « Phase composition and chemical order in the single crystal base superalloy MC2 », *Acta Metall. Mater*, vol. 42, n<sup>o</sup>. 1, p. 185-194, 1994.
- [23] K. KAKEHI, « Influence of secondary precipitates and crystallographic orientation on the strength of single crystals of a Ni-based superalloy », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 30, n<sup>o</sup>. May, p. 1249-1259, 1999.
- [24] G. L. ERICKSON, « The development and application of CMSX-10 », in *Superalloys 1996*, Warrendale, 1996, p. 35-44.
- [25] A. M. BRASS, D. ROUX, et J. CHENE, « Role of secondary  $\gamma'$  precipitation and of hydrogen in the first stage of the plastic deformation of the  $\gamma$  matrix of a Ni base superalloy single crystal », *Material Science and Engineering*, vol. 323, p. 97-102, 2002.
- [26] T. LINK, A. EPISHIN, M. PAULISCH, et T. MAY, « Topography of semicoherent  $\gamma/\gamma'$ -interfaces in superalloys : Investigation of the formation mechanism », *Materials Science and Engineering*, vol. 528, n<sup>o</sup>. 19-20, p. 6225-6234, 2011.
- [27] A. EPISHIN, T. LINK, et G. NOLZE, « SEM investigation of interfacial dislocations in nickel-base superalloys », *Journal of Microscopy*, vol. 228, n<sup>o</sup>. 2, p. 110-117, 2007.
- [28] R. C. REED, N. MATAN, D. C. COX, M. A. RIST, et C. M. F. RAE, « Creep of CMSX-4 superalloy single crystals : effects of rafting at high temperature », *Acta Mater*, vol. 47, n<sup>o</sup>. 12, p. 3367-3381, 1999.
- [29] L. J. CARROLL, Q. FENG, et T. M. POLLOCK, « Interfacial Dislocation Networks and creep in directional coarsened Ru-containing nickel-base single-crystal superalloys », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 39, p. 1290-1307, 2008.



## CHAPITRE 3 : Observations expérimentales du comportement du superalliage AM1

<i>Table des symboles</i> _____	80
<i>Introduction</i> _____	81
<b>1- Comportement de l'AM1 à haute température sous contrainte variable : expérimentation <i>in situ</i> en rayonnement synchrotron</b> _____	<b>81</b>
<b>1.1- Introduction</b> _____	<b>81</b>
<b>1.2- Présentation du modèle en série</b> _____	<b>83</b>
1.2.1- Description du modèle _____	83
1.2.2- Détermination des contraintes de Von Mises _____	83
1.2.3- Déformations et vitesses de déformation plastiques _____	87
<b>1.3- Présentation des essais</b> _____	<b>90</b>
<b>1.4- Exemple de dépouillement pour l'échantillon 5A1</b> _____	<b>92</b>
1.4.1- Description de l'essai _____	92
1.4.2- Détermination de la fraction volumique _____	93
1.4.3- Détermination du désaccord paramétrique _____	93
1.4.4- Détermination des contraintes caractéristiques au cours de l'essai _____	95
1.4.5- Déformation plastique de chacune des deux phases _____	97
1.4.6- Evolution des largeurs de pics au cours de l'essai _____	99
<b>2- Caractérisation de la microstructure par microscopie électronique</b> _____	<b>101</b>
<b>2.1- Description générale de la morphologie</b> _____	<b>101</b>
2.1.1- Description qualitative de la morphologie _____	101
2.1.2- Microstructure de déformation : localisation des dislocations _____	104
2.1.3- Des réseaux de dislocations aux interfaces $\gamma/\gamma'$ au désaccord paramétrique _____	104
<b>2.2- Caractérisation par microscopie électronique d'une éprouvette : 4N2</b> _____	<b>108</b>
2.2.1- Mesures caractéristiques de la morphologie générale _____	108
2.2.2- Microstructure de déformation _____	113
<b>3- Synthèse des résultats expérimentaux</b> _____	<b>118</b>
<b>3.1- Fiabilisation des mesures de températures via les fractions volumiques déduites <i>in situ</i> et <i>post mortem</i></b> _____	<b>118</b>
<b>3.2- Evolution des tailles de radeaux et couloirs</b> _____	<b>120</b>
<b>3.3- Connexité</b> _____	<b>122</b>
<b>3.4- Modules d'Young</b> _____	<b>122</b>
<b>3.5- Comparaison des valeurs du désaccord paramétrique <i>in situ</i> et <i>post mortem</i></b> _____	<b>124</b>
<b>3.6- Evolution des densités de dislocations en fonction des essais</b> _____	<b>126</b>
<b>3.7- Evolution des largeurs de pics de <math>\gamma'</math> en fonction de celle de <math>\gamma</math></b> _____	<b>127</b>
<b>3.8- Récapitulatif des données <i>in situ</i> et <i>post mortem</i></b> _____	<b>129</b>
<i>Conclusion</i> _____	130
<i>Bibliographie Chapitre 3</i> _____	131

### Table des symboles

Les mêmes variables utilisées pour les deux phases sont distinguées par un prime pour la phase  $\gamma'$ .

$a_0$	: paramètre de maille de la phase $\gamma$ libre
$a'_0$	: paramètre de maille de la phase $\gamma'$ libre
$a$	: paramètre de maille de la phase $\gamma$
$a'$	: paramètre de maille de la phase $\gamma'$
$a_{\perp}$	: paramètre de maille de $\gamma$ suivant les rangées [100] ou [010] perpendiculaires à l'axe de [001]
$a'_{\perp}$	: paramètre de maille de $\gamma'$ suivant les rangées [100] ou [010] perpendiculaires à l'axe de [001]
$\delta$	: Désaccord paramétrique libre entre les phases $\gamma$ et $\gamma'$
$\delta_{\perp}$	: Désaccord paramétrique perpendiculaire en cours d'essai entre les phases $\gamma$ et $\gamma'$
$f$	: fraction volumique de la phase $\gamma'$
$\eta$	: période moyenne de la structure en radeaux
$l$	: largeur des couloirs $\gamma$
$l'$	: largeur des radeaux $\gamma'$
$L'$	: longueur des radeaux $\gamma'$
$E$	: module d'Young de la phase $\gamma$
$E'$	: module d'Young de la phase $\gamma'$
$E_{moy}$	: module d'Young moyen prenant en compte les phases $\gamma$ et $\gamma'$
$\varepsilon^{el}$	: déformation élastique dans la phase $\gamma$
$\varepsilon'^{el}$	: déformation élastique dans la phase $\gamma'$
$\varepsilon_{moy}^{el}$	: déformation élastique moyenne
$\varepsilon^p$	: déformation plastique dans la phase $\gamma$
$\varepsilon'^p$	: déformation plastique dans la phase $\gamma'$
$\varepsilon_{moy}^p$	: déformation plastique moyenne des phases $\gamma$ et $\gamma'$
$\dot{\varepsilon}^p$	: vitesse de déformation plastique dans la phase $\gamma$
$\dot{\varepsilon}'^p$	: vitesse de déformation plastique dans la phase $\gamma'$
$\dot{\varepsilon}_{moy}^p$	: vitesse de déformation plastique moyenne des phases $\gamma$ et $\gamma'$
$\sigma_a$	: contrainte appliquée
$\sigma$	: contrainte de Von Mises dans la phase $\gamma$
$\sigma'$	: contrainte de Von Mises dans la phase $\gamma'$

## Introduction

L'intérêt de cette étude réalisée en grande partie en rayonnement synchrotron *in situ* est de pouvoir connaître les caractéristiques du matériau dans sa globalité mais aussi dans chacune des phases séparément. L'objectif final est de pouvoir construire une loi de comportement plastique pour chaque phase  $\gamma$  et  $\gamma'$ , prenant en compte la microstructure. Afin de modéliser le comportement du superalliage AM1 au cours du stade II du fluage après mise en radeaux, il est nécessaire de pouvoir mesurer ou estimer les contraintes, les vitesses de déformation, ainsi que les densités de dislocations dans chaque phase. Ces mesures peuvent être réalisées par diffraction X *in situ* combinées à des observations au MET et au MEB *post mortem*.

L'ensemble des mesures obtenues avec l'expérimentation *in situ* est d'abord présenté dans ce chapitre, à partir desquelles il est possible de déterminer : la fraction volumique, le désaccord paramétrique, les modules d'Young, les contraintes de Von Mises et les déformations plastiques au cours de l'essai de fluage. Un exemple de dépouillement des données brutes est détaillé pour un essai en particulier. Ensuite, la caractérisation *post mortem* par microscopie électronique complète les premiers résultats avec la description générale de la morphologie. La microstructure de déformation peut être déterminée par les densités de dislocations aux interfaces et dans la phase  $\gamma'$ . Enfin, une synthèse est proposée combinant les résultats *in situ* et *post mortem* sur l'ensemble des essais.

## 1- Comportement de l'AM1 à haute température sous contrainte variable : expérimentation *in situ* en rayonnement synchrotron

### 1.1- Introduction

Ce travail est centré sur le stade II, après mise en radeaux du superalliage AM1. Il constitue la majeure partie de la durée de vie en fluage (chapitre 1). L'observation de l'AM1 après coalescence orientée permet aussi de simplifier l'analyse des données obtenues aux rayons X puisque les spectres ont deux pics distincts pour chaque phase et il devient inutile de faire une déconvolution [1,2]. De plus, cette configuration peut être approchée par un modèle en série où les radeaux  $\gamma'$  et couloirs  $\gamma$  sont superposés couche par couche. Le modèle met en valeur les grandeurs qui doivent être évaluées pour accéder aux contraintes principales et celles de Von Mises, liées aux déformations et vitesses de déformations plastiques.

Les essais de fluage ont pour objectif de déterminer de façon globale la variation de l'allongement relatif ( $\epsilon(\%)$ ) d'un échantillon soumis à une contrainte de traction à différentes températures et en fonction du temps. Le rayonnement synchrotron permet d'accéder à d'autres valeurs, notamment le paramètre de maille moyen pour chacune des phases et d'autres caractéristiques spécifiques pour chaque phase liée à la forme du spectre de diffraction.

Les échantillons, qui ont subi préalablement une pré-déformation (chapitre 2) pour la mise en radeaux, sont soumis à une succession de sollicitations (Figure 3.1) *in situ* sous rayonnement synchrotron. La Figure 3.1 donne une vision globale d'un essai type.

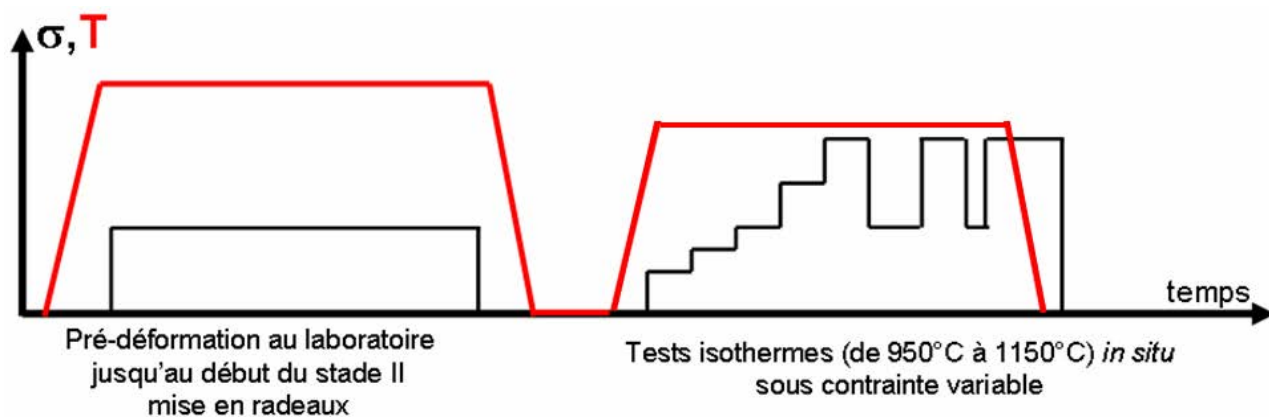


Figure 3.1: Présentation générale des essais

Les mesures des paramètres de maille, selon les rangées [100] ou [010] sont effectuées dans le plan de base Oxy, soit le plan (001) perpendiculaire à l'axe de traction [001] (Figure 3.2). Il est alors possible d'en déduire le désaccord paramétrique perpendiculaire  $\delta_{\perp}$  entre les deux phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  cubiques :

$$\delta_{\perp} = 2 \frac{(a'_{\perp} - a_{\perp})}{a'_{\perp} + a_{\perp}} \quad (3.1)$$

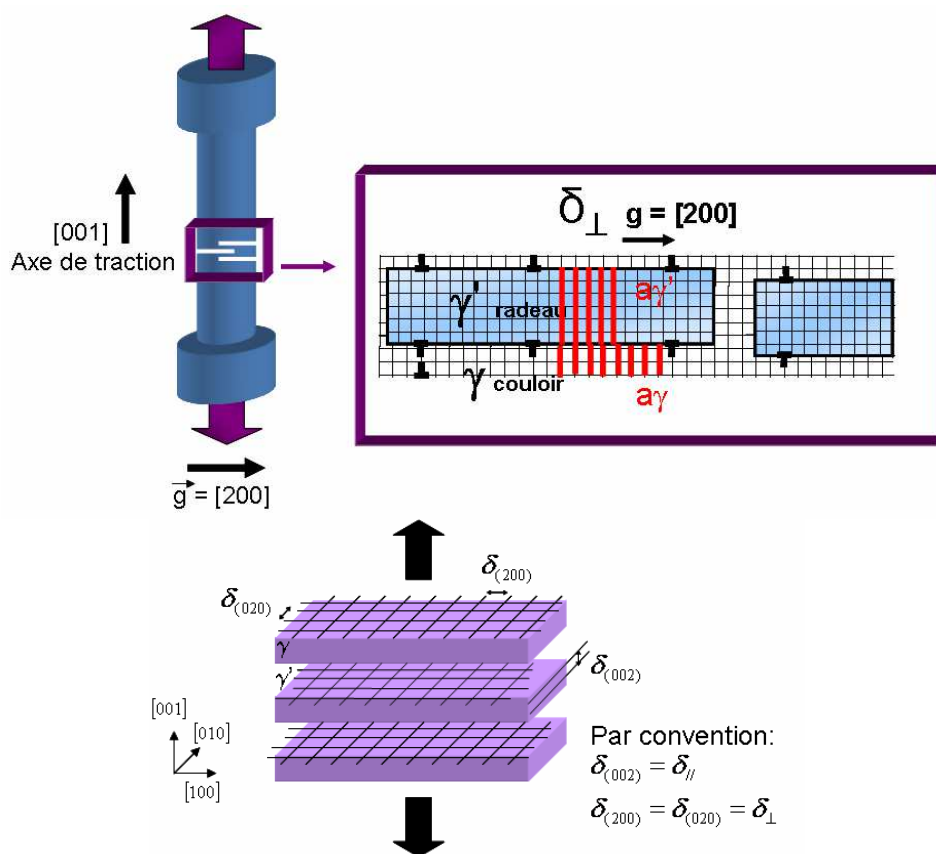


Figure 3.2 : Orientations des éprouvettes d'essais de fluage. Notations des désaccords paramétriques parallèle et perpendiculaire.

A partir de ces valeurs, il est possible de déterminer :

- les relations contraintes – déformations élastiques et les expressions des déformations en fonction du désaccord paramétrique ;
- leurs modules d'Young, connaissant leur fraction volumique, déterminée à partir des aires sous les pics de diffraction ;

- les contraintes de Von Mises ;
- la déformation plastique et la vitesse de déformation plastique en fonction de la variation du désaccord paramétrique.

Ces grandeurs sont estimées en approchant la microstructure par un modèle en série.

## 1.2- Présentation du modèle en série

### 1.2.1- Description du modèle

Durant l'essai, l'éprouvette d'AM1 est soumise à un chargement suivant l'axe Oz = [001]. Après mise en radeaux, le superalliage peut être assimilé à un composite en couches superposées de phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  [3] (Figure 3.3), respectivement d'épaisseurs constantes  $\eta(1-f)$  et  $\eta f$ , où  $\eta$  est la longueur d'onde de la structure en radeaux et  $f$  la fraction volumique de  $\gamma'$ .

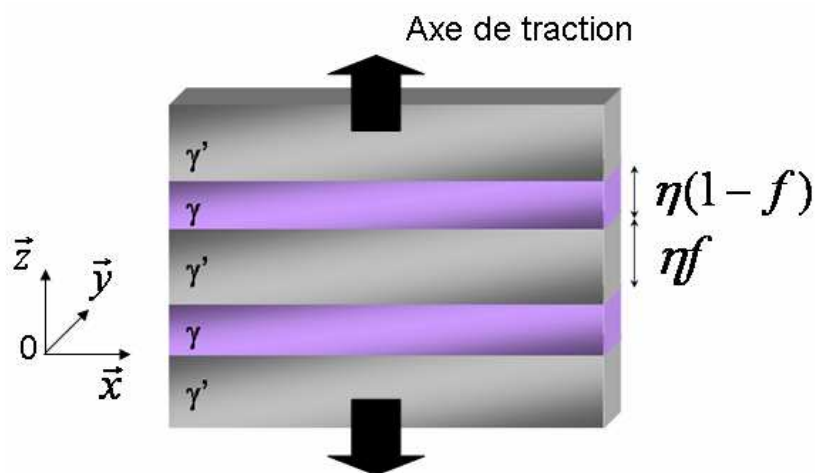


Figure 3.3 : Configuration des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  mises en radeaux équivalente à un matériau composite en couches superposées.

Par hypothèse, le coefficient de Poisson est pris identique pour les deux phases, leurs compositions chimiques étant proches. Sa valeur est estimée à 0,42 [4] (valeur utilisée quelle que soit la température dans cette étude).

Les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  ont des structures cubiques ; l'axe Oz, sur lequel est appliquée la contrainte de traction  $\sigma_{zz}$ , possède une symétrie d'ordre 4 qui est conservée au cours de l'essai de fluage : toutes les grandeurs dans les directions transversales Ox=[100] et Oy=[010] du plan (001) perpendiculaire à Oz restent les mêmes, par exemple :

$$a_{Ox} = a_{Oy} = a_{\perp} \quad \text{et} \quad a_{Oz} = a_{\parallel}$$

### 1.2.2- Détermination des contraintes de Von Mises

- **Contraintes et déformations**

➤ Dans l'hypothèse du modèle composite en série, la contrainte de traction appliquée  $\sigma_a$  est constante en tout point du matériau et dans chacune des deux phases :

$$\sigma_{zz} = \sigma'_{zz} = \sigma_a \quad (3.2)$$

➤ Compte tenu des symétries, les contraintes sont isotropes dans Oxy, le plan (001) :

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} \quad \text{et} \quad \sigma'_{xx} = \sigma'_{yy} \quad (3.3)$$

$$\sigma_{xy} = \sigma'_{xy} = 0 \quad (3.4)$$

ainsi que les déformations élastiques

$$\varepsilon_{xx}^{él} = \varepsilon_{yy}^{él} \quad \text{et} \quad \varepsilon'_{xx} = \varepsilon'_{yy} \quad (3.5)$$

$$\varepsilon_{xy}^{él} = \varepsilon'_{xy} = 0 \quad (3.6)$$

➤ Le bord de l'échantillon est une surface libre donc la somme des forces qui s'applique sur la surface est nulle. En écrivant, l'équilibre global d'une moitié d'éprouvette (Figure 3.4), il vient :

$$F = \int \sigma dS = \sigma_{xx} \cdot S + \sigma'_{xx} \cdot S' = 0 \quad (3.7)$$

$$\text{avec } S : \text{ la surface libre de la phase } \gamma, \quad S = l_{éch} \eta (1 - f) \quad (3.8)$$

$$S' : \text{ la surface de la phase } \gamma', \quad S' = l_{éch} \eta f \quad (3.9)$$

$l_{éch}$  : largeur de l'échantillon.

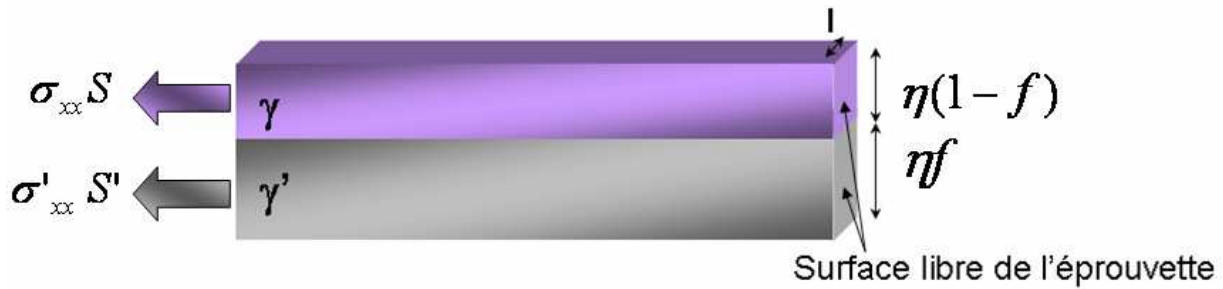


Figure 3.4 : Condition d'équilibre global à la surface de l'éprouvette.

A partir des équations (3.7), (3.8) et (3.9), il vient :

$$(1 - f)\sigma_{xx} + f\sigma'_{xx} = 0 \Leftrightarrow \sigma'_{xx} = \frac{(f - 1)}{f} \sigma_{xx} \quad (3.10)$$

- **Relation entre le désaccord paramétrique et les déformations perpendiculaires à l'axe traction :**

Le désaccord paramétrique naturel s'écrit :

$$\delta = 2 \frac{(a'_0 - a_0)}{a'_0 + a_0} \quad (3.11)$$

Selon les équations (3.1) et (3.11) :

$$\delta_{\perp} - \delta = 2 \left[ \frac{(a'_{\perp} - a_{\perp})}{a'_{\perp} + a_{\perp}} - \frac{(a'_0 - a_0)}{a'_0 + a_0} \right] \quad (3.12)$$

D'autre part :

$$\varepsilon'_{xx} - \varepsilon_{xx} = \left( \frac{a'_{\perp} - a'_0}{a'_0} \right) - \left( \frac{a_{\perp} - a_0}{a_0} \right) \quad (3.13)$$

Les différences et variations relatives des paramètres de maille étant négligeables devant leurs valeurs absolues les relations (3.12) et (3.13) conduisent au premier ordre à :

$$\varepsilon'_{xx} - \varepsilon_{xx} = \delta_{\perp} - \delta \quad (3.14)$$

- **Relations liant les déformations et les contraintes**

➤ La loi de Hooke donne pour les allongements transverses :

$$\varepsilon_{xx}^{él} = \frac{1}{E} [\sigma_{xx} - \nu(\sigma_{yy} + \sigma_{zz})] \quad (3.15)$$



et avec les relations (2) et (3) :

$$\varepsilon_{xx}^{el} = \frac{1}{E} [(1-\nu)\sigma_{xx} - \nu\sigma_a] \quad (3.16)$$

De même pour la phase  $\gamma'$  :

$$\varepsilon_{xx}^{\prime el} = \frac{1}{E'} [(1-\nu)\sigma'_{xx} - \nu\sigma_a] \quad (3.17)$$

Et en introduisant la relation (10) :

$$\varepsilon_{xx}^{el} = \frac{1}{E'} \left[ (1-\nu) \frac{(f-1)}{f} \sigma_{xx} - \nu\sigma_a \right] \quad (3.18)$$

➤ Les allongements suivant Oz s'écrivent :

$$\varepsilon_{zz}^{el} = \frac{1}{E} [\sigma_a - 2\nu\sigma_{xx}] \quad (3.19)$$

$$\varepsilon_{zz}^{\prime el} = \frac{1}{E'} [\sigma_a - 2\nu\sigma'_{xx}] \quad (3.20)$$

Et avec la relation (10) :

$$\varepsilon_{zz}^{el} = \frac{1}{E'} \left[ \sigma_a - 2\nu \frac{(f-1)}{f} \sigma_{xx} \right] \quad (3.21)$$

• **Contraintes perpendiculaires à l'axe de traction dans chaque phase**

➤ **Contrainte suivant Ox ou Oy dans la phase  $\gamma$**

En introduisant les expressions (3.16) et (3.18) dans la relation (3.14), la relation entre la différence de désaccords paramétriques et les contraintes devient :

$$\delta_{\perp} - \delta = \frac{1}{E'} \left[ (1-\nu) \frac{(f-1)}{f} \sigma_{xx} - \nu\sigma_a \right] - \frac{1}{E} [(1-\nu)\sigma_{xx} - \nu\sigma_a] \quad (3.22)$$

Alors la contrainte  $\sigma_{xx}$  s'écrit :

$$\sigma_{xx} = \frac{1}{(1-\nu)} \left[ \frac{-fEE'}{(1-f)E + fE'} \right] \left[ (\delta_{\perp} - \delta) + \left( \frac{1}{E'} - \frac{1}{E} \right) \nu\sigma_a \right] \quad (3.23)$$

En notant :

$$\chi = \frac{E'f}{E(1-f) + E'f}, \quad (3.24)$$

l'expression de  $\sigma_{xx}$  devient :

$$\sigma_{xx} = - \left( \frac{\chi E}{(1-\nu)} \right) \left[ (\delta_{\perp} - \delta) + \left( \frac{1}{E'} - \frac{1}{E} \right) \nu\sigma_a \right] \quad (3.25)$$

➤ **Contrainte suivant Ox ou Oy dans la phase  $\gamma'$**

En injectant la relation (3.10) dans (3.25),  $\sigma'_{xx}$  s'écrit :

$$\sigma'_{xx} = \frac{(f-1)}{f} \left[ \frac{1}{(1-\nu)} \left[ \frac{-fEE'}{(1-f)E + fE'} \right] \left[ (\delta_{\perp} - \delta) + \left( \frac{1}{E'} - \frac{1}{E} \right) \nu\sigma_a \right] \right] \quad (3.26)$$

Or :

$$1 - \chi = 1 - \frac{E'f}{E(1-f) + E'f} = \frac{E(1-f)}{E(1-f) + E'f} \quad (3.27)$$

Donc :

$$\sigma'_{xx} = \frac{(1-\chi)E'}{(1-\nu)} \left[ (\delta_{\perp} - \delta) + \left( \frac{1}{E'} - \frac{1}{E} \right) \nu \sigma_a \right] \quad (3.28)$$

- **Tenseur des contraintes**

Le tenseur des contraintes s'écrit finalement pour les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  respectivement :

$$\bar{\bar{\sigma}} = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{xx} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_a \end{bmatrix} \quad \text{et} \quad \bar{\bar{\sigma}}' = \begin{bmatrix} \sigma'_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma'_{xx} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_a \end{bmatrix} \quad (3.29) \quad (3.30)$$

où  $\sigma_{xx}$  et  $\sigma'_{xx}$  sont donnée par les relations (3.25) et (3.28) respectivement.

- **Contraintes de Von Mises pour chacune des deux phases**

Dans le repère principal, la contrainte de Von Mises s'exprime par :

$$\sigma_{VM} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\sigma_{zz} - \sigma_{xx})^2 + (\sigma_{yy} - \sigma_{zz})^2 + (\sigma_{xx} - \sigma_{yy})^2} \quad (3.31)$$

Compte-tenu de l'isotropie dans le plan Oxy, elle se réduit dans ce cas à :

$$\sigma = \sigma_{zz} - \sigma_{xx} \quad (3.32)$$

D'où en introduisant les relations (3.25) et (3.28),

- pour  $\gamma$  :

$$\sigma = \left( \frac{\chi E}{1-\nu} \right) (\delta_{\perp} - \delta) + \left( 1 + \left( \frac{\chi \nu E}{1-\nu} \right) \left( \frac{1}{E'} - \frac{1}{E} \right) \right) \sigma_a \quad (3.33)$$

- pour  $\gamma'$  :

$$\sigma' = - \left( \frac{(1-\chi)E'}{1-\nu} \right) (\delta_{\perp} - \delta) + \left( 1 - \left( \frac{(1-\chi)\nu E'}{1-\nu} \right) \left( \frac{1}{E'} - \frac{1}{E} \right) \right) \sigma_a \quad (3.34)$$

- **Déformations élastiques des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  en fonction du désaccord paramétrique**

A l'aide de l'expression de  $\sigma_{xx}$  (3.25), la déformation dans chacune des phases peut être déduite à partir de la relation (3.16) pour  $\gamma$  :

$$\varepsilon_{xx}^{el} = -\chi(\delta_{\perp} - \delta) - \nu \left( \frac{\chi}{E'} + \frac{1-\chi}{E} \right) \sigma_a \quad (3.35)$$

et de la relation (3.18) pour  $\gamma'$  :

$$\varepsilon_{xx}^{el} = (1-\chi)(\delta_{\perp} - \delta) - \nu \left( \frac{\chi}{E'} + \frac{1-\chi}{E} \right) \sigma_a \quad (3.36)$$

- **Modules d'Young de chacune des deux phases**

Le calcul de la déformation moyenne pondérée par  $\chi$  donne :

$$\varepsilon_{moy}^{el} = \chi \varepsilon_{xx}^{el} + (1-\chi) \varepsilon_{xx}^{el} = \chi \frac{a'_{\perp} - a'_0}{a'_0} + (1-\chi) \frac{a_{\perp} - a_0}{a_0} \quad (3.37)$$

En remplaçant les déformations par leurs expressions (3.35) et (3.36), il vient :

$$\varepsilon_{moy}^{el} = -\nu \left( \frac{\chi}{E'} + \frac{1-\chi}{E} \right) \sigma_a = -\frac{\nu}{E_{moy}} \sigma_a \quad (3.38)$$

En notant :

$$\frac{1}{E_{moy}} = \frac{\chi}{E'} + \frac{1-\chi}{E} \quad (3.39)$$

A partir des mesures de  $a'_\perp$  et  $a_\perp$ , il est alors possible de déterminer numériquement la valeur de  $\chi$  permettant d'obtenir une relation linéaire entre la déformation élastique moyenne  $\varepsilon_{moy}^{el}$  calculée grâce à la relation (3.37) et la contrainte de traction. La pente de cette droite donne le module d'Young moyen  $E_{moy}$  via la relation (3.38), puis le module d'Young de chaque phase en combinant les relations (3.24) et (3.39) :

$$E = \frac{E_{moy}(1-\chi)}{(1-f)} \quad (3.40)$$

$$E' = \frac{E_{moy}\chi}{f} \quad (3.41)$$

Les valeurs obtenues permettent de remonter à l'ensemble des paramètres, notamment aux contraintes de Von Mises dans chacune des deux phases, au cours de l'essai.

### 1.2.3- Déformations et vitesses de déformation plastiques

Sur la base de ce modèle, il est également possible de déterminer la déformation et la vitesse de déformation plastique dans chacune des deux phases via la variation du désaccord paramétrique perpendiculaire  $\delta_\perp$ . Pour déterminer le désaccord paramétrique, la structure est divisée en deux cas limites :

- 1- la déformation plastique a lieu uniquement dans la phase  $\gamma$  ;
- 2- la déformation plastique a lieu uniquement dans la phase  $\gamma'$  ;

La réalité peut-être assimilée à une superposition de ces deux cas. Le schéma (Figure 3.5) montre la déformation plastique au niveau de l'interface  $\gamma/\gamma'$  et en dessous sur plusieurs périodes.

- Le cas 0 est d'abord présenté pour donner un état de référence : les deux phases n'ont aucune déformation plastique. Elles sont parfaitement cohérentes, c'est-à-dire qu'elles possèdent autant de plans atomiques  $n = n'$  sur une distance donnée et, à l'interface la valeur de leur paramètre de maille est égale.
- Dans le cas 1, seule la phase  $\gamma$  se déforme plastiquement. Ceci peut être représenté par des dislocations coin dont le demi plan supplémentaire est dans la phase  $\gamma'$ . La phase  $\gamma$  ne possède plus que  $n - \Delta n$  inter-plans et la phase  $\gamma'$  conserve  $n$  inter-plans.

$$na'_\perp = (n - \Delta n)a_\perp \quad (3.42)$$

$$a'_\perp = a_\perp - \frac{\Delta n}{n}a_\perp \quad (3.43)$$

$$-\frac{\Delta n}{n} = \frac{a'_\perp - a_\perp}{a_\perp} \approx \delta_\perp^{(1)} \quad (3.44)$$

- Dans le cas 2, seule la phase  $\gamma'$  se déforme plastiquement, représenté par des dislocations coin dont le demi plan supplémentaire est dans la phase  $\gamma$ . La phase  $\gamma'$  ne possède plus que  $n' - \Delta n'$  inter-plans et la phase  $\gamma$  conserve  $n'$  inter-plans.

$$n'a_\perp = (n' - \Delta n')a'_\perp \quad (3.45)$$

$$a_\perp = a'_\perp - \frac{\Delta n'}{n'}a'_\perp \quad (3.46)$$

$$-\frac{\Delta n'}{n'} = \frac{a_{\perp} - a'_{\perp}}{a'_{\perp}} \approx -\delta_{\perp}^{(2)} \quad (3.47)$$

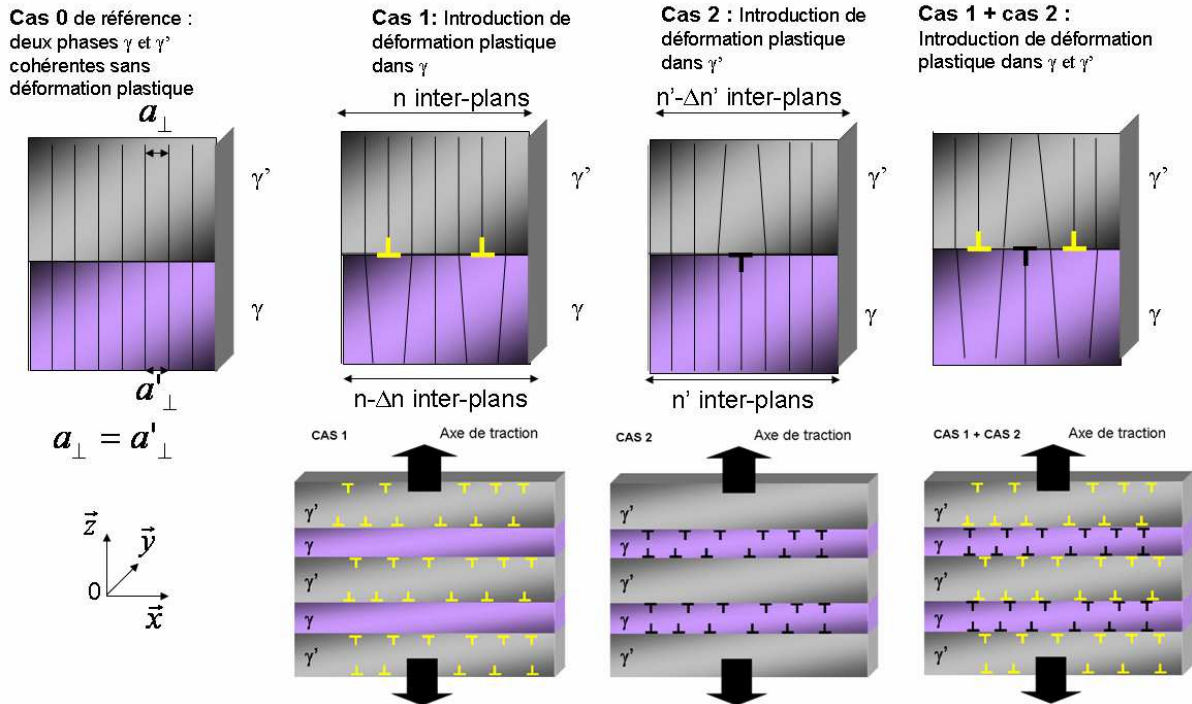


Figure 3.5 : Schéma de la déformation plastique dans le superalliage mis en radeaux au niveau de l'interface  $\gamma/\gamma'$  (les lignes noires représentent les plans atomiques) puis sur plusieurs radeaux et couloirs :

- cas 0 : état idéal où il n'y pas de déformation plastique, les deux phases sont parfaitement cohérentes ;
- cas 1 : état où la déformation plastique a lieu uniquement dans la phase  $\gamma$  ;
- cas 2 : état où la déformation plastique a lieu uniquement dans la phase  $\gamma'$  ;
- cas 1 + cas 2 : superposition du cas 1 et 2 qui représente la déformation plastique réelle dans le matériau.

- En considérant la déformation purement plastique pour la phase  $\gamma$  (Figure 3.6). Un volume de référence  $(n \times n \times m)$  avant déformation devient  $((n - \Delta n) \times (n - \Delta n) \times (m + \Delta m))$ . Le volume reste constant au cours de la déformation, et au premier ordre la relation peut s'écrire :

$$mn^2 = (m + \Delta m)(n - \Delta n)^2 = mn^2 + n^2\Delta m - 2n\Delta nm \quad (3.48)$$

La déformation plastique de  $\gamma$  dans l'axe de traction peut alors s'écrire :

$$\frac{\Delta m}{m} = 2 \frac{\Delta n}{n} = \epsilon_{zz}^p = -2\delta_{\perp}^{(1)} \quad (3.49)$$

en utilisant la relation (44). Il vient :

$$\delta_{\perp}^{(1)} = -\frac{\epsilon_{zz}^p}{2} \quad (3.50)$$

- En raisonnant de même avec la phase  $\gamma'$  et en utilisant la relation (3.47), dans le cas d'une déformation de  $\gamma'$  seule, il vient :

$$\delta_{\perp}^{(2)} = \frac{\epsilon_{zz}'^p}{2} \quad (3.51)$$

- Le cas général correspond à une combinaison des cas 1 et 2 et le désaccord paramétrique peut alors s'écrire sous la forme :

$$\delta_{\perp} = \delta_{\perp}^{(1)} + \delta_{\perp}^{(2)} = \frac{1}{2}(\epsilon_{zz}'^p - \epsilon_{zz}^p) \quad (3.52)$$

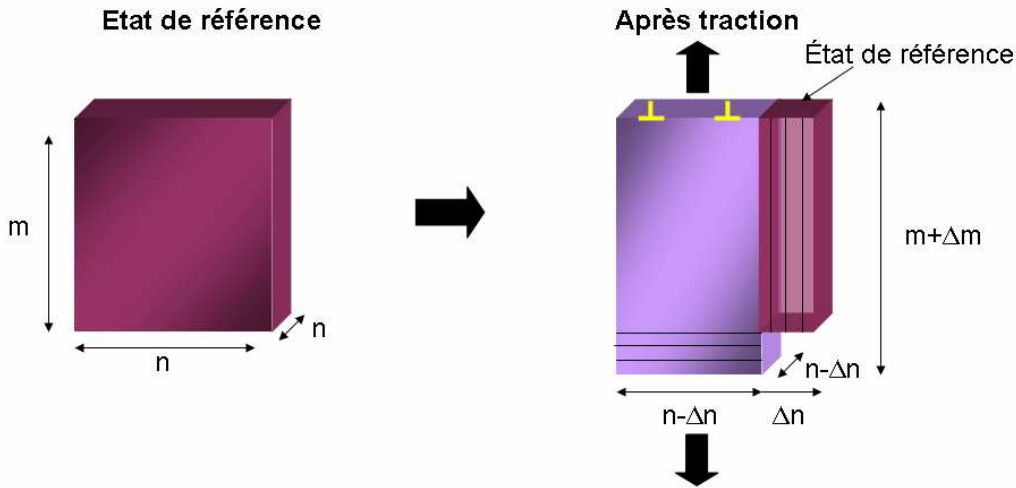


Figure 3.6 : Schéma représentant la déformation purement plastique dans la phase  $\gamma$  à volume constant.

Les déformations peuvent aussi s'écrire, en prenant  $l$  et  $l'$ , la taille des couloirs et radeaux respectivement dans le sens longitudinal de l'éprouvette :

$$\varepsilon_{zz}^p = \frac{\Delta l}{l} \quad \text{et} \quad \varepsilon'_{zz}{}^p = \frac{\Delta l'}{l'} \quad (3.53) \quad (3.54)$$

Et  $l_{tot}$  la longueur totale de l'éprouvette telle que

$$l_{tot} = l + l' \quad (3.55)$$

Alors la déformation totale mesurée expérimentalement,  $\varepsilon_{moy}^p$  :

$$\varepsilon_{moy}^p = \frac{\Delta l_{tot}}{l_{tot}} = \frac{\Delta l + \Delta l'}{l_{tot}} = \varepsilon_{zz}^p \frac{l}{l_{tot}} + \varepsilon'_{zz}{}^p \frac{l'}{l_{tot}} = \varepsilon_{zz}^p \frac{V}{V_{tot}} + \varepsilon'_{zz}{}^p \frac{V'}{V_{tot}} \quad (3.56)$$

$$\varepsilon_{moy}^p = (1-f)\varepsilon_{zz}^p + f\varepsilon'_{zz}{}^p \quad (3.57)$$

En remplaçant  $\varepsilon'_{zz}{}^p$  par l'expression donnée par (3.52) dans (3.57), la relation obtenue est :

$$\varepsilon_{moy}^p = (1-f)\varepsilon_{zz}^p + f(2\delta_{\perp} + \varepsilon_{zz}^p) \quad (3.58)$$

Soit :

$$\varepsilon_{zz}^p = \varepsilon_{moy}^p - 2f\delta_{\perp} \quad (3.59)$$

Et de la même manière :

$$\varepsilon'_{zz}{}^p = \varepsilon_{moy}^p + 2(1-f)\delta_{\perp} \quad (3.60)$$

Les vitesses de déformation dans chaque phase s'obtiennent en dérivant numériquement par rapport au temps :

$$\dot{\varepsilon}_{zz}^p = \dot{\varepsilon}_{moy}^p - 2f \frac{\Delta\delta_{\perp}}{\Delta t} \quad (3.61)$$

et

$$\dot{\varepsilon}'_{zz}{}^p = \dot{\varepsilon}_{moy}^p + 2(1-f) \frac{\Delta\delta_{\perp}}{\Delta t} \quad (3.62)$$

Pour obtenir séparément les caractéristiques mécaniques de chacune des phases, il faut déterminer expérimentalement le désaccord paramétrique au cours des essais de fluage obtenu à partir des paramètres de mailles mesurés par diffraction du rayonnement synchrotron. Les aires sous les pics de diffraction, proportionnelles aux quantités de phases, permettent également d'estimer les fractions volumiques des deux phases.

### 1.3- Présentation des essais

Au cours du stade II, les essais sont réalisés *in situ* en rayonnement synchrotron aux températures visées indiquées dans le Tableau 3.1 : chaque éprouvette subit des paliers successifs de contraintes entre une charge minimale et la charge maximale (Tableau 3.1 et Figure 3.7). Dans tous les cas l'expérience dure moins de 24 heures, pour limiter les variations des largeurs de couloirs et radeaux dues à des processus diffusifs activés thermiquement.

**Tableau 3.1 : Sollicitations appliquées aux dix échantillons, tous les essais ont été refroidis en maintenant la contrainte finale appliquée, sauf 4N2, OP1 et 5A2 (déchargement : D)**

Code éprouvette	Conditions de prédéformation			Conditions d'essais <i>in situ</i>					Fin d'essai
	Charge (MPa)	T (°C)	Durée (h)	T (°C)	Charge min. (MPa)	Charge max. (MPa)	$\varepsilon^p$ après prédef. (%)	$\varepsilon^p$ fin d'essai (%)	
4N2	150	1080	27	930	120	250	0,5	0,7	D
4R1	100	1080	30	955	120	300	0,7	1,7	-
3F1	120	1080	24,5	972	120	275	0,6	1,2	-
OP1	120	1080	30	996	120	250	0,6	1,8	D
5A1	120	1080	24	1000	120	250	×	2,5	striction
5A2	120	1080	20	1011	120	250	×	2,6	D
4L2	120	1120	5	1049	60	170	0,4	1	-
5C1	120	1120	4,5	1066	0	150	0,6	2,0	striction (légère)
1C2	120	1120	5	1120	20	120	0,6	1,2	-
4R2	100	1080	26,5	1125	20	100	0,8	2,5	striction

Les données caractéristiques des essais de fluage (température visée, contrainte, déformation plastique) sont synthétisées dans la Figure 3.7. L'origine des temps est prise au moment où les mesures de spectres de diffraction des plans (200) par rayonnement synchrotron ont débuté. Pour la majorité des essais, l'échantillon reste sous contrainte lors du refroidissement, afin de figer la microstructure pour des observations ultérieures aux microscopes électroniques. Seuls trois échantillons 4N2, OP1 et 5A2 ont été déchargés avant refroidissement après un maintien à 120 MPa d'une heure, trois heures et six heures respectivement pour observer si des différences apparaissent dans les microstructures.

Bien que les essais aient été réalisés dans le stade II du fluage, un début de striction correspondant au stade III a été observé sur les échantillons 5A1, 5C1 et 4R2 (Tableau 3.1). Il faudra tenir compte de cet effet lors de l'analyse des résultats car la section de l'éprouvette diminue au centre : la contrainte est localement plus élevée. Les essais menés sur l'échantillon OP1 ont été interrompus pendant huit heures, en raison de l'arrêt du faisceau haute énergie nécessaire à la maintenance des installations, qui intervient une fois par semaine. Pour pouvoir représenter sur chaque graphique la déformation plastique, la température et la contrainte appliquée, une double échelle à droite (températures et contraintes) a été ajoutée.

Ces différents essais permettent d'étudier la réponse du matériau à des sauts de contrainte en déterminant la vitesse de déformation de chacune des phases.

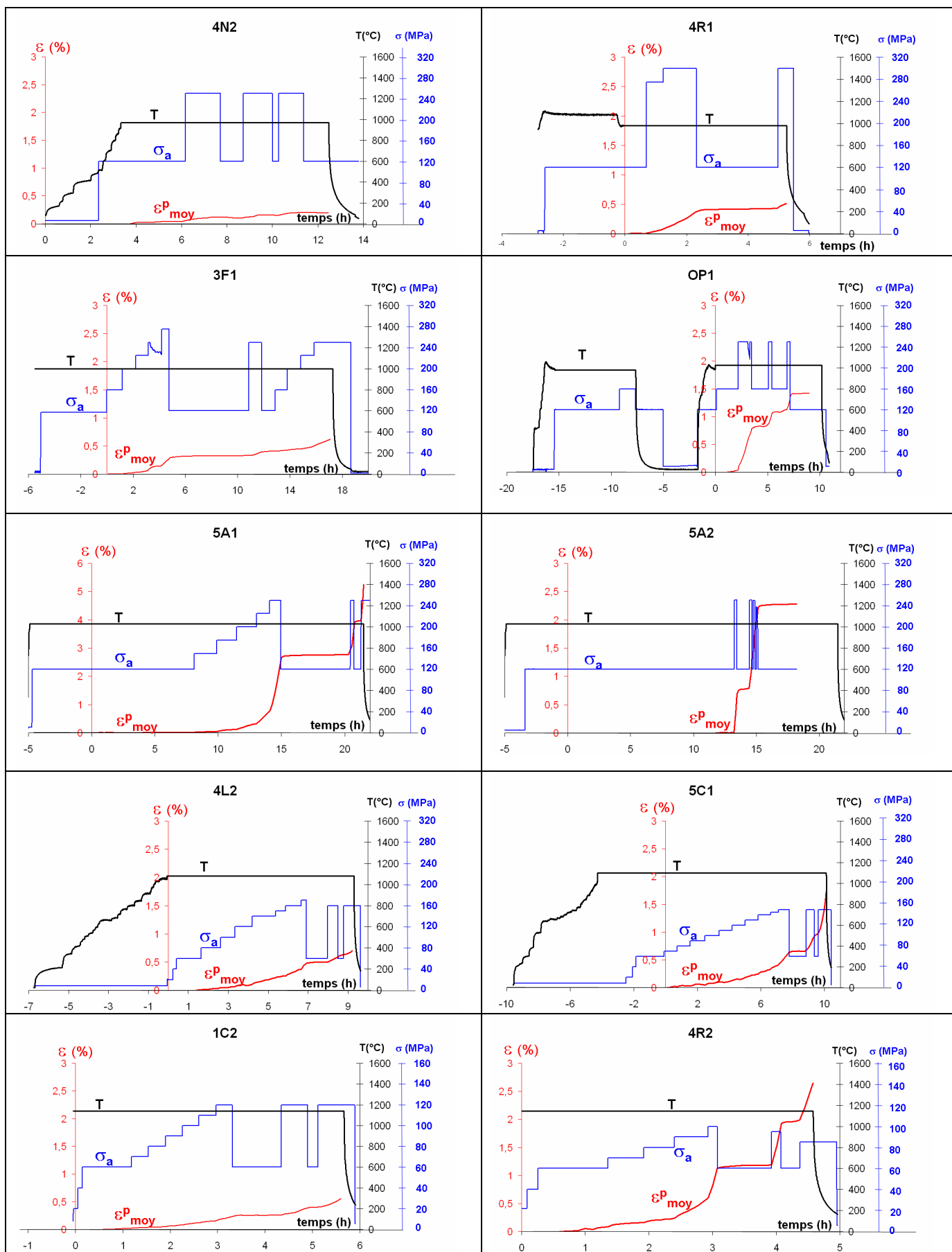


Figure 3.7 : Profils de la température  $T$  (en  $^{\circ}\text{C}$ ) en noir, de la contrainte  $\sigma$  (MPa) en bleu et de la déformation plastique  $\epsilon_p$ (%) en rouge en fonction du temps dans le stade II pour les dix échantillons. Les échelles de températures sont identiques ainsi que celle des déformations sauf pour l'éprouvette 5A1 (plus forte déformation) et celles des contraintes exceptées pour 1C2 et 4R2 où l'échelle est deux fois plus grande. Les échelles de temps sont différentes.

### 1.4- Exemple de dépouillement pour l'échantillon 5A1

L'analyse de l'échantillon 5A1, présentée dans cet alinéa, est donnée à titre d'exemple : le dépouillement de tous les autres essais est effectué en suivant cette même méthode.

#### 1.4.1- Description de l'essai

L'échantillon a tout d'abord été soumis à des paliers successifs de contrainte, par sauts de 30 MPa puis de 25 MPa, d'un palier initial de 120 MPa jusqu'au palier maximal de 250 MPa (Figure 3.8). Il a ensuite subi une décharge et a été maintenu à 120 MPa pendant 5 heures, puis à 250 MPa pendant 18 minutes, 120 MPa pendant 33 minutes et enfin à 250 MPa pendant 12 minutes (Tableau 3.2). Il a enfin été refroidi pendant 1 h jusqu'à la température ambiante (200°C est atteint au bout de 20 mn) sous contrainte constante pour figer la microstructure obtenue en fin de l'essai de fluage, en vue des études ultérieures au Microscope Electronique à Balayage (MEB) et à Transmission (MET).

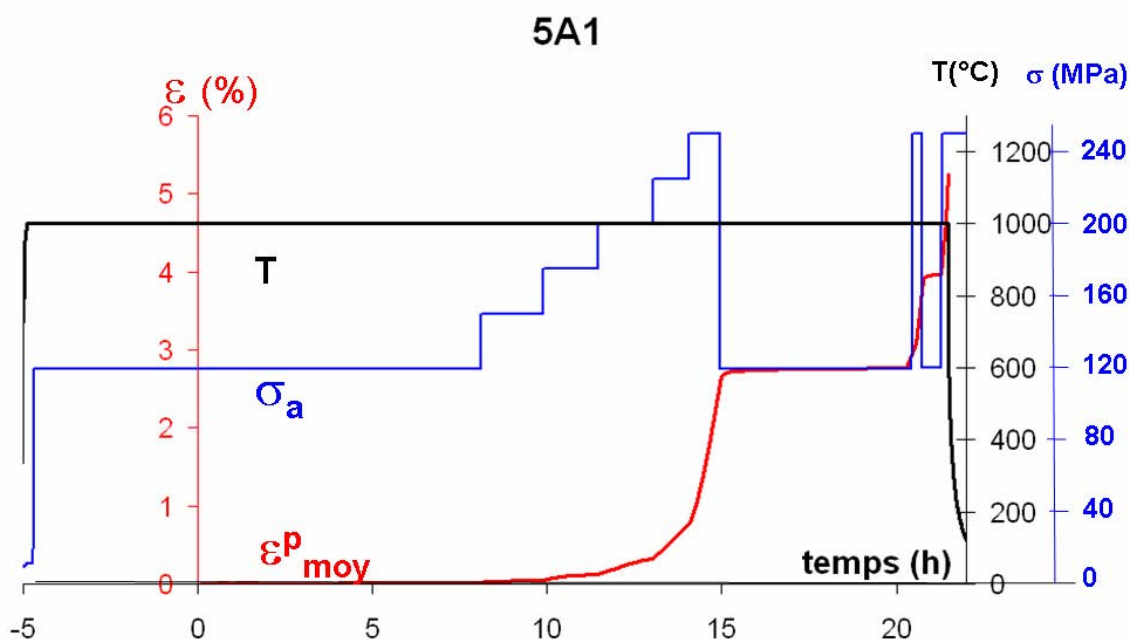


Figure 3.8 : Profils de température, contrainte et déformation en fonction du temps pour l'échantillon 5A1 avec A,B,C différents points de mesures de la fraction volumique.

Tableau 3.2 : paliers de contrainte pour 5A1

Palier de contrainte (MPa)	Durée du palier (min)
120	720
150	100
175	100
200	90
225	60
250	45
120	328
250	18
120	33
250	12



### 1.4.2- Détermination de la fraction volumique

L'utilisation du TCD (chapitre 2) permet de séparer les spectres de diffraction des pics  $\gamma$  et  $\gamma'$ . La fraction volumique  $f$  de la phase  $\gamma'$  peut être déterminée directement à partir des aires sous les pics.

Cette méthode peut être utilisée suivant deux hypothèses :

- la théorie cinématique est vérifiée : à haute énergie la longueur d'extinction est grande, supérieure à la taille des précipités. Le cristal n'est pas parfait avec des zones dendritiques et interdendritiques. La probabilité de retrouver des plans ayant exactement la même direction sur une distance supérieure à la longueur d'extinction est très faible. Il est alors possible de considérer que l'intensité intégrée d'une réflexion est directement proportionnelle au volume diffractant du matériau [5].
- Théoriquement, le facteur de structure des réflexions (200) vaut :
  - pour la phase  $\gamma$  désordonnée supposée composée uniquement de Ni et Al :
 
$$F_{hkl} = f (1 + \cos\pi(h+k) + \cos\pi(h+l) + \cos\pi(k+l))$$

$$f = (3f_{Ni} + f_{Al})/4$$
 est le facteur de diffusion moyen de la phase désordonnée
 

où  $f_{Ni}$  est le facteur de diffusion du nickel  
 $f_{Al}$  est le facteur de diffusion de l'aluminium
  - pour la phase  $\gamma'$  ordonnée avec  $(Ni_3Al)$  :
 
$$F_{hkl} = f_{Al} + f_{Ni} (\cos\pi(h+k) + \cos\pi(h+l) \cos\pi(k+l))$$

Pour  $h k l = 2 0 0$ , il vient pour  $\gamma$   $F_{200} = 4f = 3f_{Ni} + f_{Al}$  et pour  $\gamma'$   $F_{200} = f_{Al} + 3f_{Ni}$ . Le facteur de structure est donc égal dans les deux phases en première approximation.

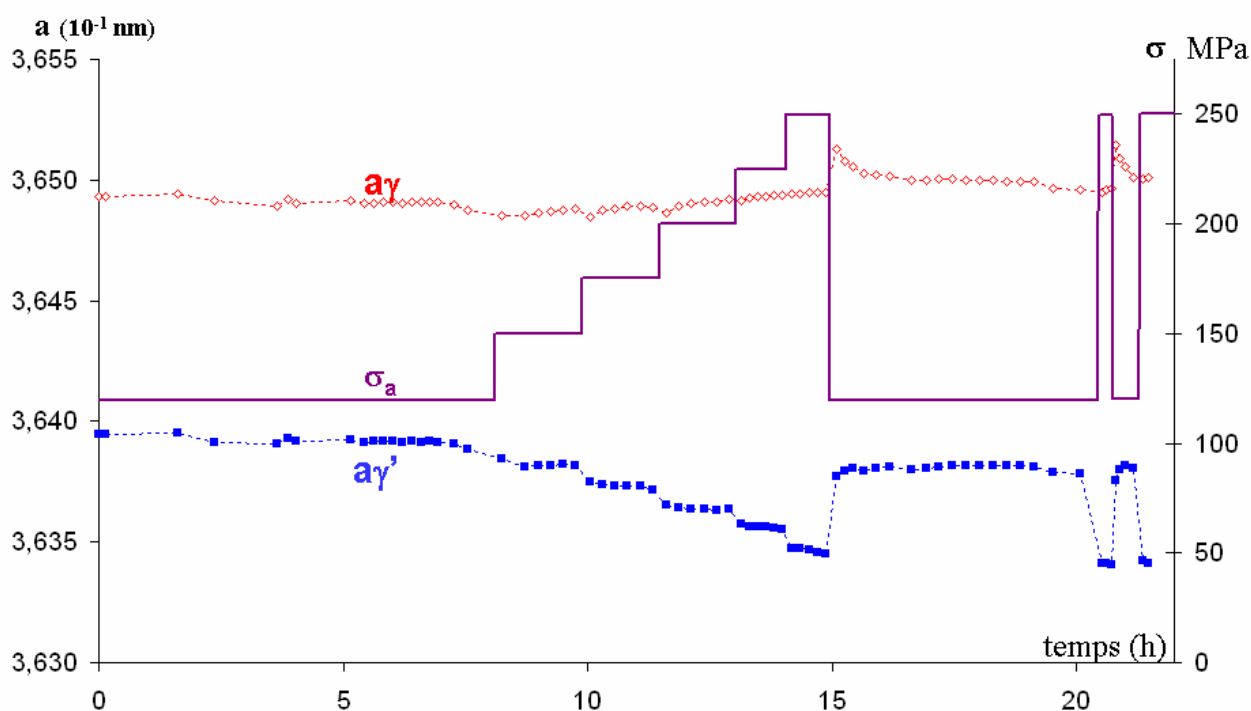
Expérimentalement, les facteurs de structure des deux phases sont calculés à partir de la composition de chaque phase déterminée par sonde atomique [6] donnent des valeurs suivant les réflexions (200) très proches pour les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ . En considérant l'incertitude pour les mesurer et même si les phases ne sont pas uniquement composée de Ni et Al, les facteurs de structure des deux phases seront supposés égaux.

Si ces hypothèses et l'incertitude sur les mesures d'intensité diffractée sont prises en compte, la fraction volumique de  $\gamma'$  peut être déduite par comparaison entre l'intensité des deux pics avec une erreur estimée inférieure à 4% [7].

En observant, l'essai 5A1 aux instants A, B et C (Figure 3.8), les fractions obtenues à partir des aires sous les pics sont 60,5%, 59,7% et 59,8 % respectivement. L'écart entre les différentes mesures est inférieur à 1% au cours de l'essai isotherme, écart certainement dû aux légères fluctuations thermiques au sein du four et/ou aux imprécisions de mesures. La fraction volumique  $f$  de  $\gamma'$  est calculée en faisant la moyenne de ces 3 mesures, soit 60 % pour 5A1.

### 1.4.3- Détermination du désaccord paramétrique

A partir des spectres de diffraction enregistrés environ toutes les cinq minutes, il est possible de déterminer l'évolution du paramètre de maille de chacune des deux phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  à partir de la valeur de l'angle  $\alpha_0$  au sommet de chaque pic (Figure 3.9).



**Figure 3.9 :** Suivi des paramètres de mailles  $a_{\perp}$ ,  $a'_{\perp}$  et de la contrainte au cours de l'essai 5A1 *in situ*

A chaque saut de contrainte, les paramètres de maille transverses des deux phases diminuent instantanément conformément à la relation de Poisson : il s'agit de la réponse élastique. Ensuite, durant le palier de contrainte, les contraintes internes évoluent de façon différente dans chaque phase en raison d'une déformation plastique différente. Si la plasticité n'intervenait pas, les pics de diffraction subiraient une simple translation et les courbes  $a_{\perp}$  et  $a'_{\perp}$  en fonction du temps seraient les mêmes avec un décalage constant au cours du temps.

Sur la Figure 3.10, l'évolution du désaccord paramétrique  $\delta_{\perp}$  traduit ce décalage : à chaque augmentation de contrainte le désaccord paramétrique diminue en valeur algébrique et inversement lorsque la contrainte chute, le désaccord augmente. Son évolution est liée à la contrainte, et sera discutée au chapitre suivant.

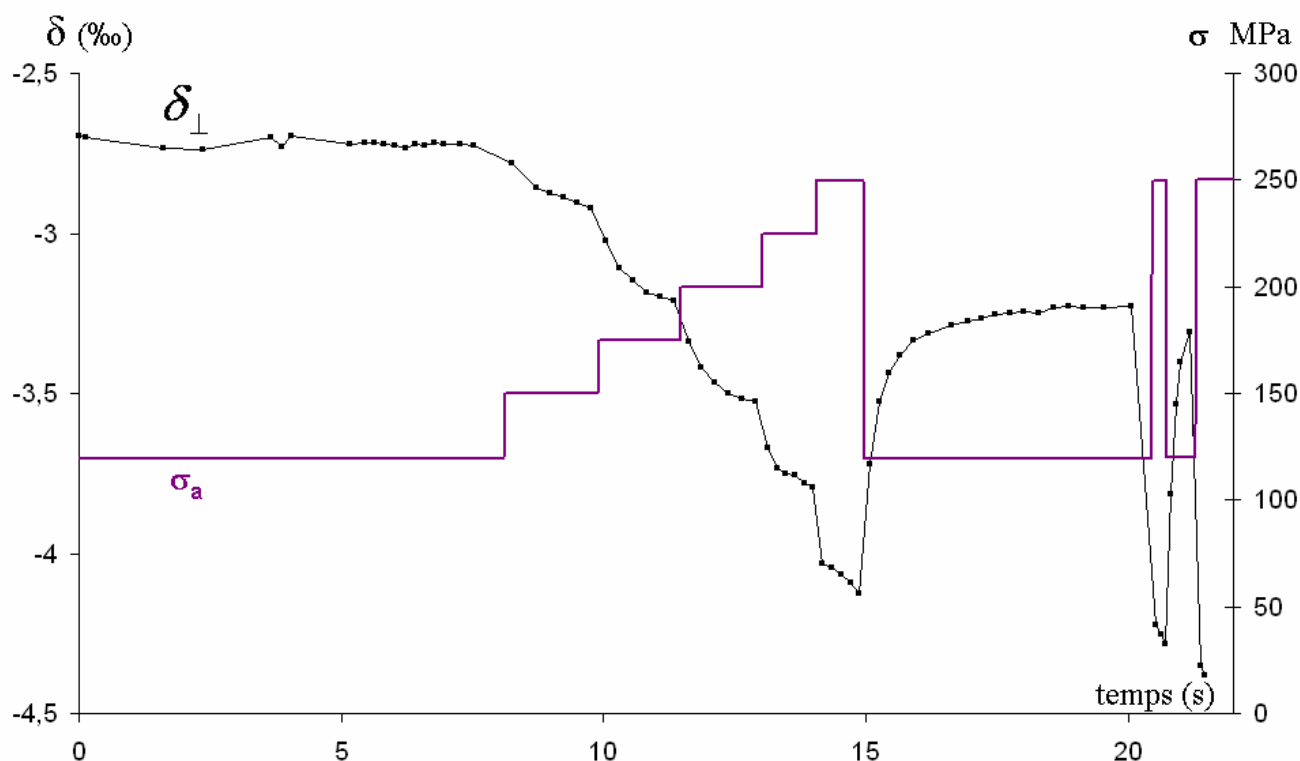


Figure 3.10 : Désaccord paramétrique  $\delta_{\perp}$  perpendiculaire à l'axe de traction en fonction du temps (seconde) au cours de l'essai sur l'échantillon 5A1.

#### 1.4.4- Détermination des contraintes caractéristiques au cours de l'essai

Pour connaître localement les contraintes dans le matériau et comprendre le comportement de chaque phase, il est nécessaire de déterminer les contraintes de Von Mises. Dans le chapitre 1, il a été vu que des dislocations de vecteur de Burgers de type  $a'[100]$  ou  $a'[010]$  sont observées dans la phase  $\gamma'$ . Or elles ne subissent aucune force de montée due à la contrainte appliquée. La seule contrainte qui peut agir sur leur déplacement est la contrainte perpendiculaire à l'axe de traction,  $\sigma'_{xx}$  (relation (3.28)), due à l'effet Poisson. D'après les formules (3.33) et (3.34), les contraintes de Von Mises peuvent être déduites du désaccord paramétrique donné dans le paragraphe précédent ; pour cela, il faut déterminer les modules d'Young des deux phases et le module d'Young moyen.

Pour obtenir le facteur de pondération  $\chi$ , il faut appliquer la relation (3.37) pour déduire la déformation élastique moyenne  $\varepsilon_{moy}^{el}$  et tracer celle-ci en fonction de la contrainte appliquée (3.38) [8]. La Figure 3.11 souligne le comportement non linéaire des déformations élastiques dans chaque phase  $\varepsilon_{xx}^{el}$  et  $\varepsilon'_{xx}^{el}$  en fonction de la contrainte appliquée. En ajustant  $\chi$  par la méthode des moindres carrés sur l'ensemble des essais, la combinaison des deux déformations  $\varepsilon_{moy}^{el}$  devient linéaire. La valeur de  $\chi$  obtenue (0,66) permet de déduire suivant [001] le module d'Young moyen (75 GPa), celui de la phase  $\gamma$  (62 GPa) et celui de la phase  $\gamma'$  (84 GPa) du graphique (Figure 3.11).

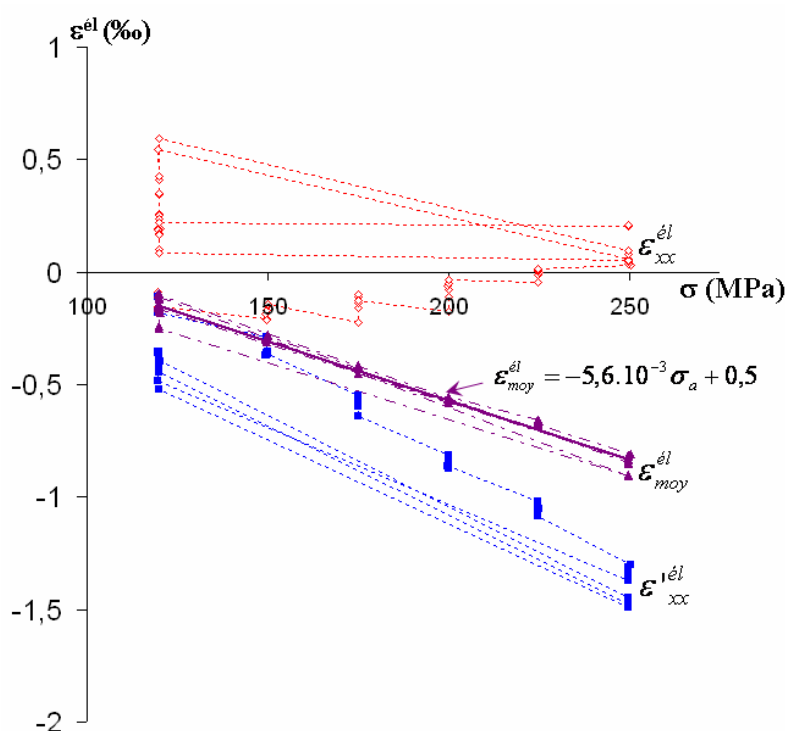


Figure 3.11 : Déformations élastiques moyenne et dans chaque phase en fonction de la contrainte

A partir de ces résultats et en utilisant les relations (3.28), (3.33) et (3.34), les courbes des contraintes transversales dans  $\gamma'$  et de Von Mises en fonction du temps sont tracées Figure 3.12. La contrainte de Von Mises  $\sigma'$  de la phase  $\gamma'$  est plus élevée que la contrainte appliquée  $\sigma_a$ , elle-même supérieure à celle  $\sigma$  de la phase  $\gamma$ . Lorsqu'un saut de contrainte est appliqué, les contraintes dans  $\gamma$  et  $\gamma'$  augmentent puis, au cours du maintien à contrainte appliquée constante, la contrainte de Von Mises dans  $\gamma'$ , continue à augmenter tandis que celle dans la phase  $\gamma$  diminue. Il se produit un transfert de charge de la phase  $\gamma$  vers la phase  $\gamma'$ . Au cours de la première montée en charge par paliers, la contrainte de Von Mises dans la phase  $\gamma$  diminue systématiquement jusqu'à une valeur seuil notée  $\sigma_s$ .

La contrainte transverse  $\sigma'_{xx}$  est négative, caractéristique de l'effet Poisson. Le désaccord paramétrique étant négatif, le contrainte transverse engendrée par la semi-cohérence aux interfaces dans  $\gamma'$  est positive et est donc compensée par l'effet Poisson. La valeur absolue de  $\sigma'_{xx}$  reste toujours plus faible que les contraintes de Von Mises.

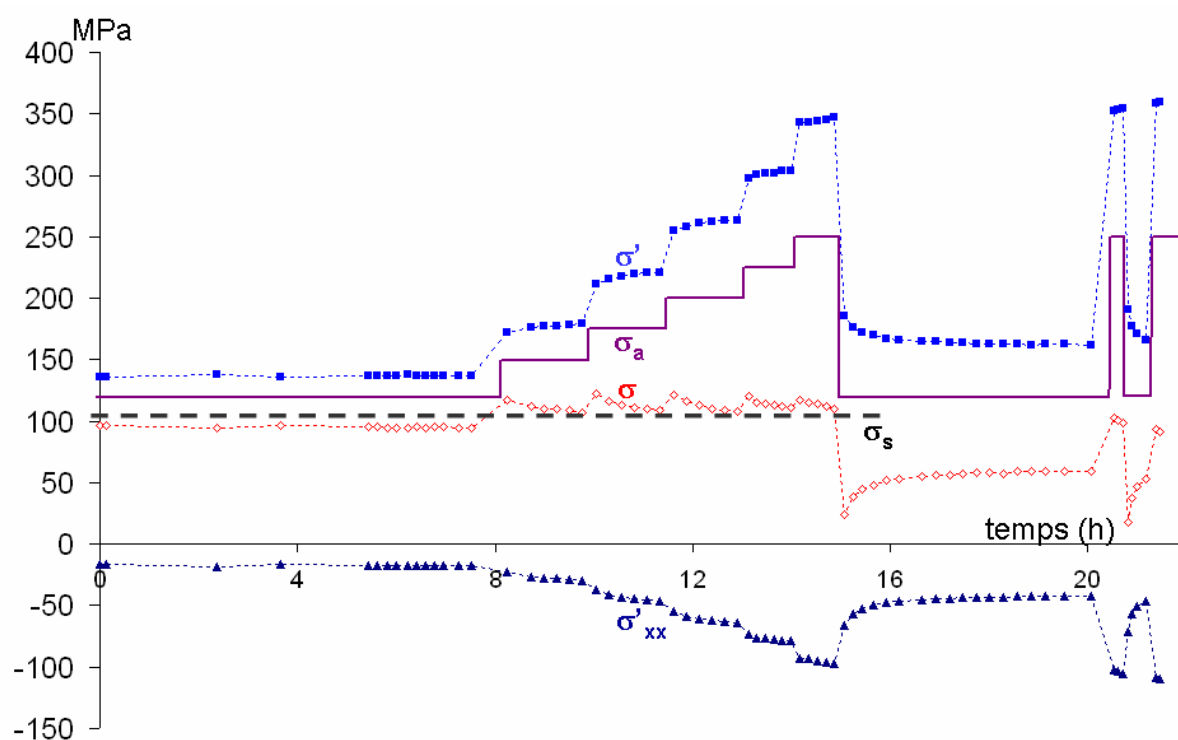


Figure 3.12 : Contrainte appliquée  $\sigma_a$  (trait plein violet), contrainte de Von Mises  $\sigma$  dans  $\gamma$  (losanges rouges) et  $\sigma'$  dans  $\gamma'$  (carrés bleus), contrainte seuil  $\sigma_s$  dans la phase  $\gamma$  (pointillés noirs) et contrainte transversale  $\sigma'_{xx}$  dans la phase  $\gamma'$  (triangles bleus).

#### 1.4.5- Déformation plastique de chacune des deux phases

A partir de ces résultats et en utilisant les relations (3.59) et (3.60), les courbes des déformations plastiques en fonction du temps sont tracées Figure 3.13. Les déformations plastiques dans les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  varient en fonction du temps, comme la déformation moyenne, avec des valeurs dans  $\gamma$  supérieures à  $\varepsilon_{moy}^p$  et inférieures dans  $\gamma'$ . La précision sur les paramètres de mailles se répercute sur la précision de la différence entre les déformations de  $\gamma$  et de  $\gamma'$ , meilleure que celle de la mesure de la déformation plastique moyenne donnée par le LVDT.

La déformation plastique moyenne augmente avec la contrainte appliquée et tend à se stabiliser au cours des deux paliers de cinq heures et d'une demi-heure qui suivent les décharges à 120 MPa (Figure 3.13).

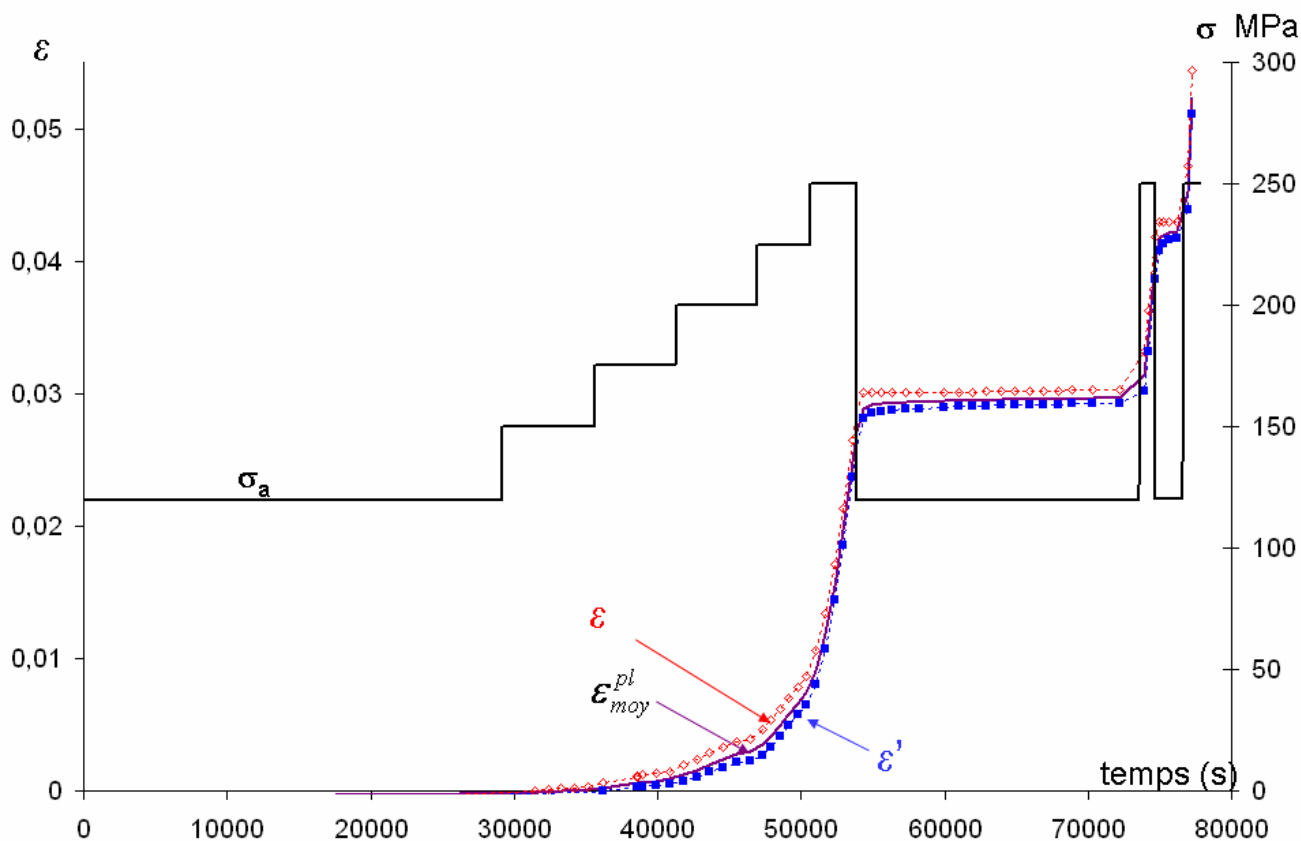


Figure 3.13 : Evolution des déformations plastiques dans chacune des phases au cours de l'essai 5A1.

Les zones de décharges sont détaillées Figure 3.14. La déformation moyenne continue à augmenter et la courbe s'infléchit progressivement durant le palier. La plasticité dans le matériau se poursuit malgré la diminution de la contrainte. Le tracé de la déformation dans chaque phase permet d'observer de façon locale où se produit la plasticité (Figure 3.14). La pente des droites en pointillés tangentes aux courbes de déformations de chaque phase, correspond à la vitesse de déformation. Lors des deux décharges, le même phénomène est observé : une annulation rapide de la vitesse de déformation dans la matrice  $\gamma$  alors qu'elle reste positive pour les radeaux  $\gamma'$ . Après décharge, on observe une déformation limitée des radeaux tout en gardant une déformation de  $\gamma$  supérieure à celle de la phase  $\gamma'$ .

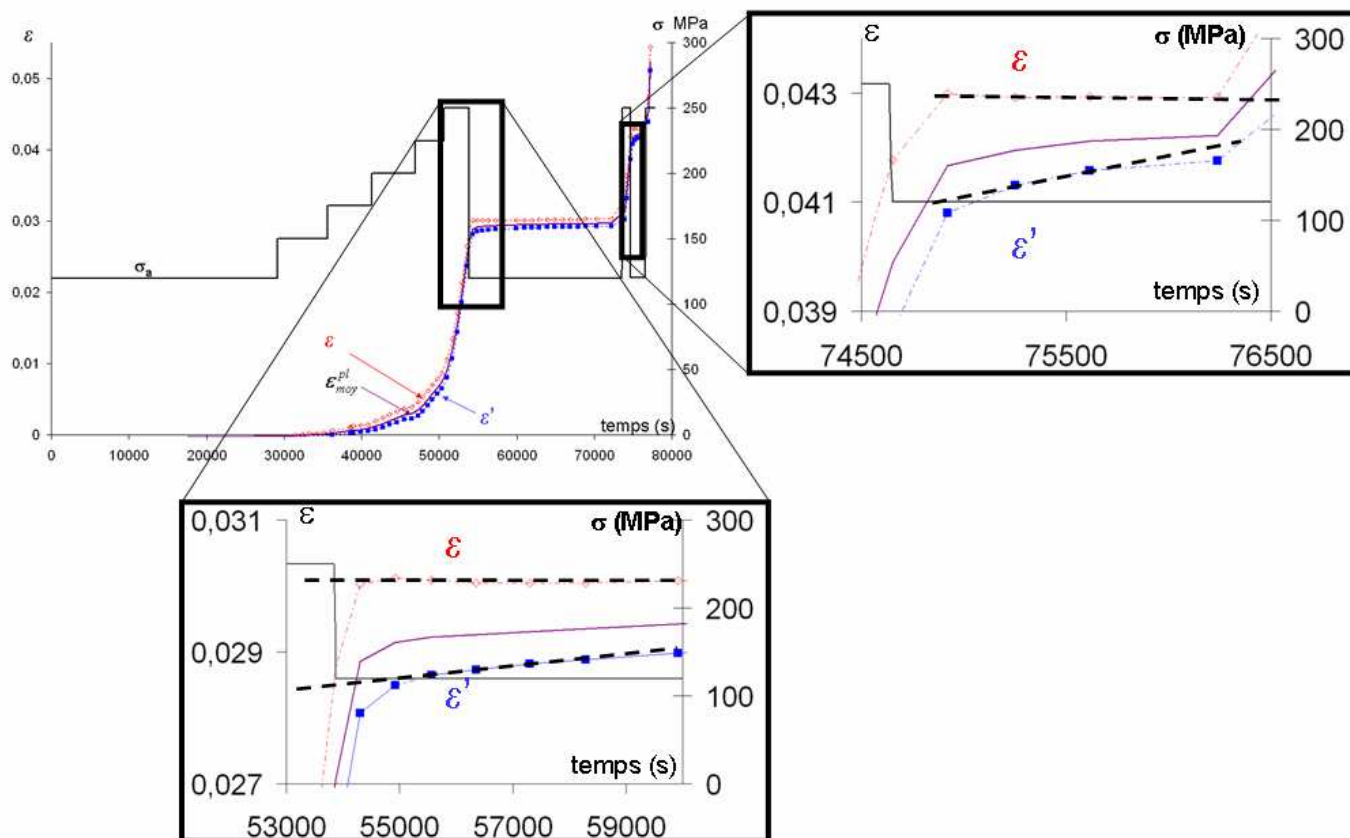


Figure 3.14 : Evolution des déformations plastiques lors des décharges pour l'essai 5A1

### 1.4.6- Evolution des largeurs de pics au cours de l'essai

L'observation des spectres de diffraction (Figure 3.15) montre que les pics enregistrés aux instants A, B et C (Figure 3.16) s'élargissent avec l'augmentation de la contrainte. Comme l'erreur sur la mesure de l'angle diffracté (inférieur à  $10^{-4}$  °) est beaucoup plus faible que sa dispersion expérimentale (de l'ordre de  $10^{-2}$  °) et n'est pas supposée changer au cours de l'essai, le profil des pics décrit directement la distribution des paramètres de maille dans l'éprouvette. Cette distribution de paramètres de maille change au cours de l'essai. Elle peut être suivie à l'aide du paramètre  $w$  qui correspond à l'inverse de la pente de la partie linéaire en échelle logarithmique (Figure 3.15). Le paramètre  $w$ , exprimé en angle, est normalisé par l'angle de Bragg moyen instantané pour obtenir un nombre adimensionnel noté  $W$ . Avant une analyse plus poussée au chapitre 4, les paramètres  $W$  sont considérés comme une mesure du « désordre » dans la microstructure.

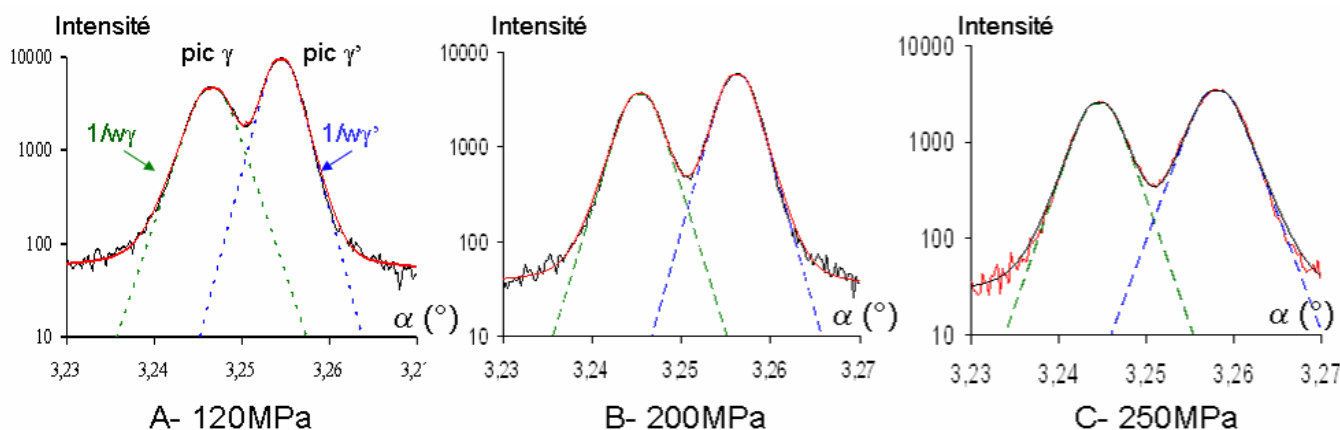


Figure 3.15 : Evolution de la largeur des pics au cours de l'essai 5A1 enregistrés aux points A,B,C de la Figure 3.16.

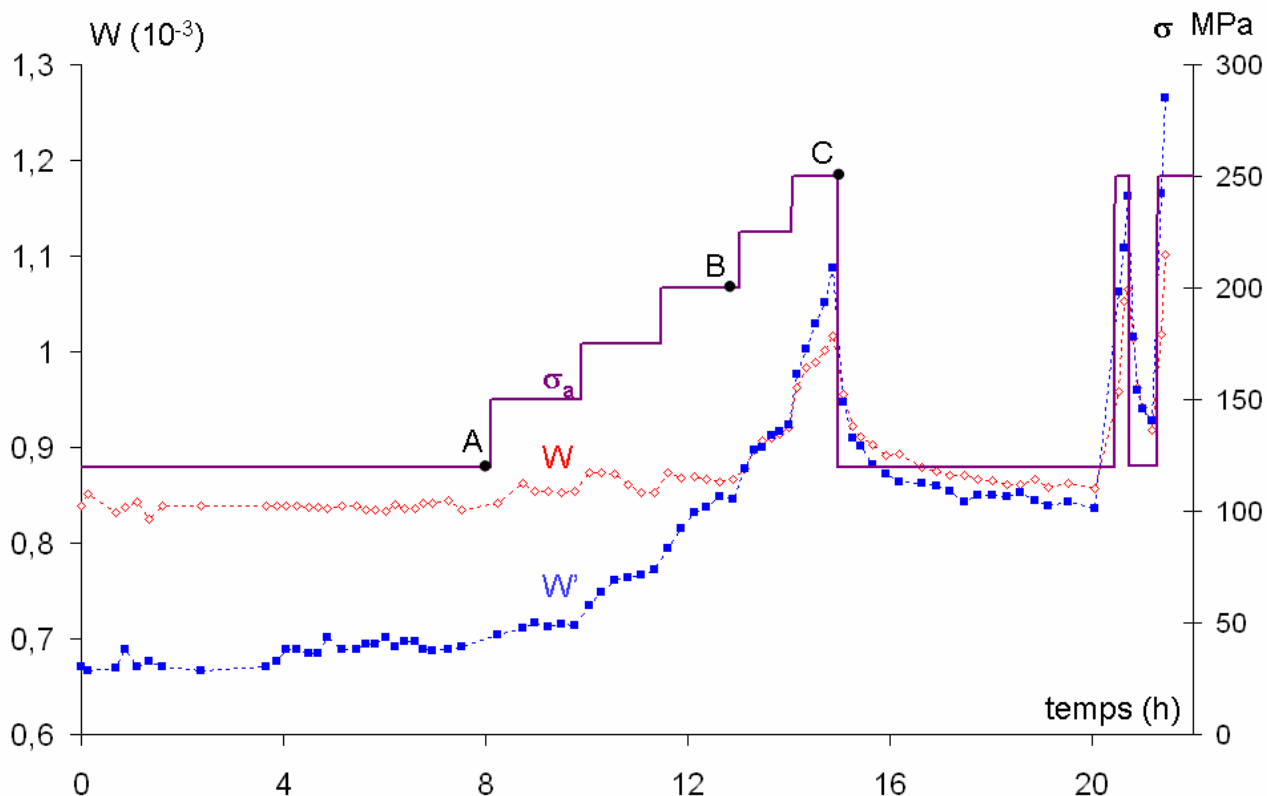


Figure 3.16 : Variation des paramètres  $W$  pour chacune des phases en fonction du temps et du niveau de contrainte appliquée  $\sigma$ .

La Figure 3.16 montre l'évolution de  $W$  (phase  $\gamma$ ) et  $W'$  (phase  $\gamma'$ ) au long de l'essai. Les paramètres sont stables en début d'essai. Ils augmentent lors de la mise en charge (les pics s'élargissent) et diminuent après une chute de contrainte. Si  $W$  retrouve sensiblement en fin de décharge sa valeur initiale de  $0,83 \cdot 10^{-3}$ , ce n'est pas le cas pour  $W'$ , qui, passé de  $0,68 \cdot 10^{-3}$  environ à  $1,1 \cdot 10^{-3}$ , ne redescend que vers  $0,8 \cdot 10^{-3}$  après une décharge de 5 heures à 120 MPa après le pic de contrainte à 250 MPa.

La Figure 3.17 montre l'évolution de  $W'$  en fonction de  $W$  au cours de l'essai. Les deux évoluent peu en fin de pré-déformation. En début de mise en charge,  $W'$  augmente tandis que  $W$  est sensiblement constant jusqu'au point B ( $0,86 \cdot 10^{-3}$ ;  $0,86 \cdot 10^{-3}$ ). Au cours de la suite de la mise en charge,  $W$  et  $W'$  augmentent linéairement jusqu'au point C ( $1,05 \cdot 10^{-3}$ ;  $1,1 \cdot 10^{-3}$ ). Lors de la décharge, ils décroissent en suivant la même droite, jusqu'à revenir au point B après 5 heures à 120 MPa. Au cours des mises en charge et décharges ultérieures, ils évoluent le long de la même droite.



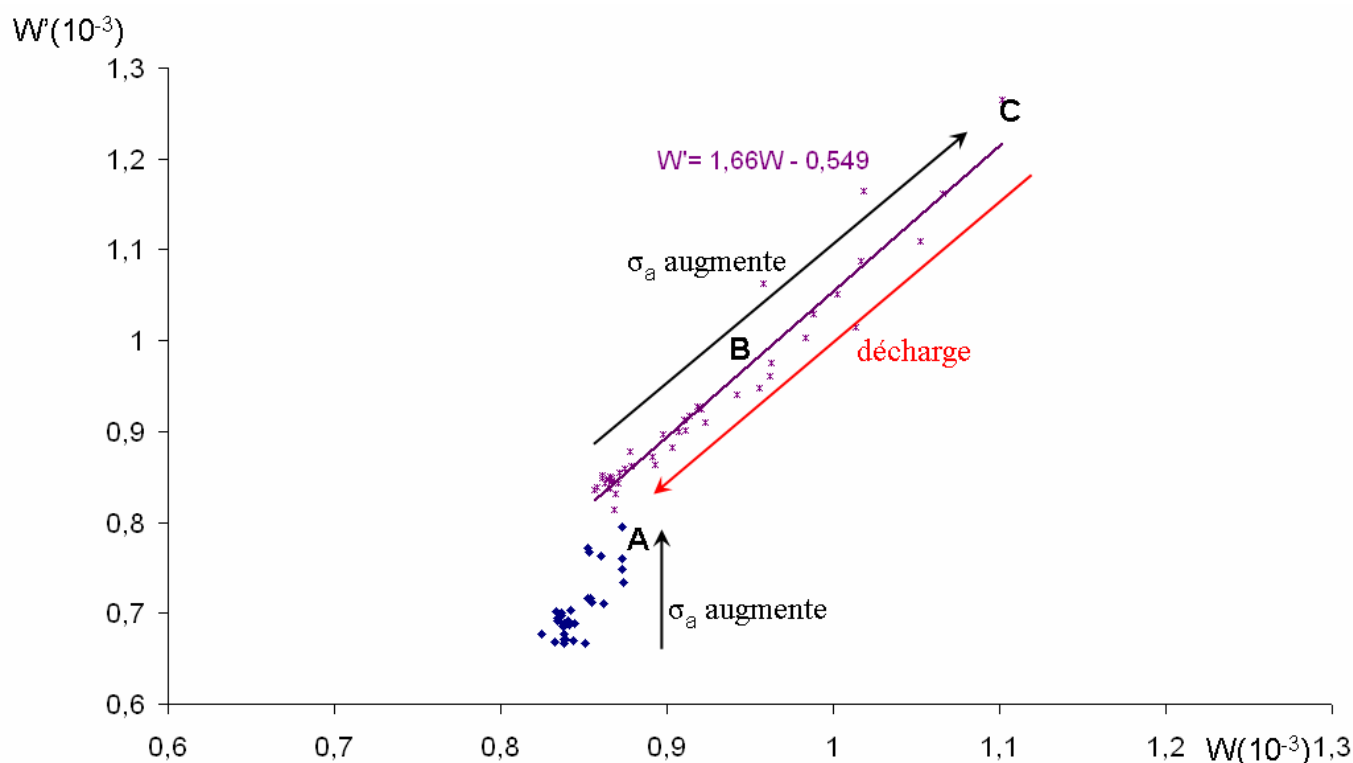


Figure 3.17 : Evolution des largeurs des pics de la phase  $\gamma'$  en fonction de celles de  $\gamma$  de l'éprouvette 5A1.

## 2- Caractérisation de la microstructure par microscopie électronique

### 2.1- Description générale de la morphologie

#### 2.1.1- Description qualitative de la morphologie

##### ➤ Dendrites et espaces interdendritiques

L'attaque chimique utilisée pour faire les observations au MEB dissout préférentiellement la phase  $\gamma'$  : celle-ci apparaît en sombre (chapitre 2) et la phase  $\gamma$  en clair. Les eutectiques, qui ont une composition chimique proche de la phase  $\gamma'$ , sont ici également révélés en foncé par cette attaque. De manière globale, une image MEB à faible grandissement (Figure 3.18), permet d'observer des lignes verticales d'eutectiques qui correspondent aux zones interdendritiques et entre ces parties, les zones dendritiques. Pour obtenir une statistique sur les différentes mesures, les images ont été prises dans les deux zones (Chapitre 2).

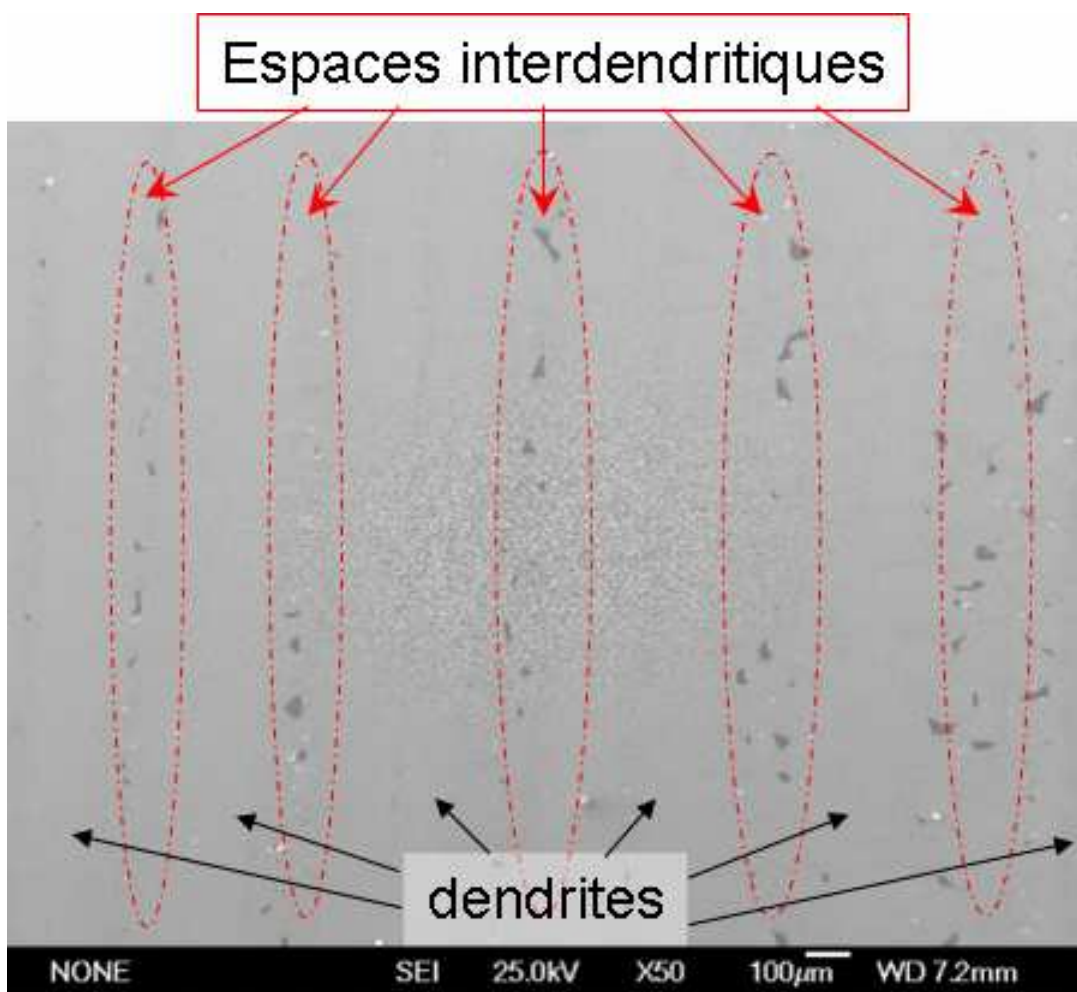


Figure 3.18 : Image MEB d'une coupe longitudinale de l'éprouvette OP1. Dendrites et mise en évidence des espaces interdendritiques dans lesquels se solidifient en dernier les eutectiques (tâches sombres) .

### ➤ Phases $\gamma$ et $\gamma'$

La figure 3.19 montre une image MEB d'une coupe longitudinale de la microstructure sur deux éprouvettes testées à différentes températures. Quelle que soit la température des essais, la microstructure en radeaux est bien établie.

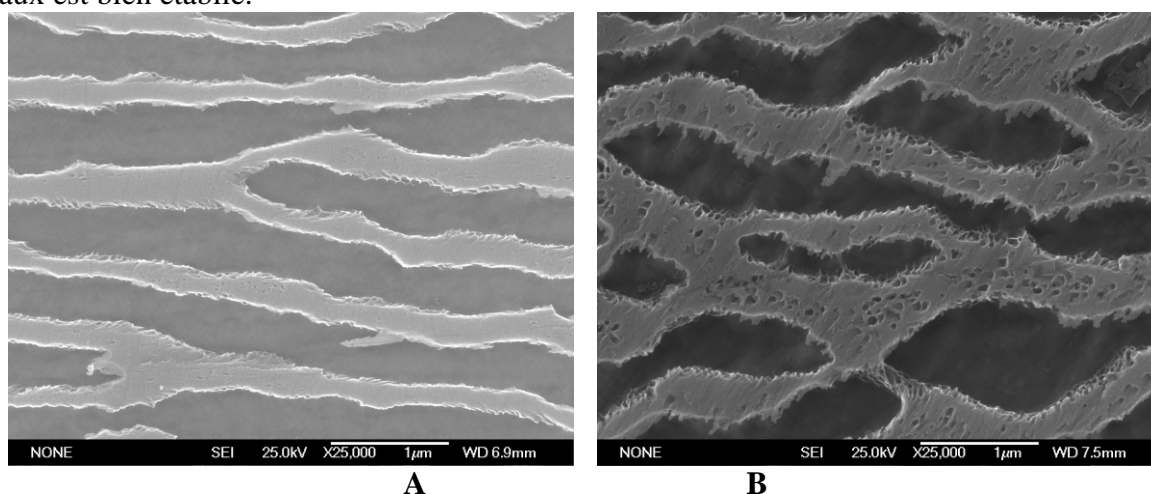


Figure 3.19 : Comparaison de deux microstructures obtenues après des essais isothermes à différentes températures  
 A- Eprouvette OP1 ~990°C, peu de précipitation de  $\gamma'$  dans  $\gamma$   
 B- Eprouvette 5C1 ~1060°C, fine précipitation de  $\gamma'$  dans  $\gamma$

A la température des essais, la fraction de phase  $\gamma'$  est inférieure à la fraction d'équilibre à température ambiante. Un refroidissement rapide est réalisé en fin d'essai pour figer la microstructure. Mais ce refroidissement n'étant pas instantané, une partie de la phase  $\gamma'$  a le temps de précipiter : de fins précipités sombres apparaissent dans la matrice  $\gamma$  (Figure 3.19 B). Cette précipitation est d'autant plus visible que la température d'essai de l'éprouvette est élevée, d'une part en raison d'une plus faible fraction de  $\gamma'$  et d'autre part à cause d'un maintien plus long à haute température avant d'atteindre la température ambiante. Cormier et Touratier ont fait des observations similaires sur des essais anisothermes [9–11].

### ➤ Recristallisation

En bas à droite de l'image Figure 3.20 B apparaît aussi une partie proche de la surface de l'éprouvette différente du centre. Un agrandissement de cette zone montre qu'une recristallisation a eu lieu lors de la prédéformation à chaud (Figure 3.20 A). Cette recristallisation est due au recuit de cette zone écrouie en surface pendant l'usinage de l'éprouvette. La Figure 3.21 montre le même phénomène suivant une coupe longitudinale de l'éprouvette 5C1. Quel que soit l'échantillon, que la coupe soit longitudinale ou transversale, cette couche est inférieure à 40  $\mu\text{m}$ . C'est à dire 80  $\mu\text{m}$  pour l'ensemble de l'échantillon traversé par le faisceau synchrotron ce qui est négligeable par rapport au diamètre des éprouvettes qui est de 3,4 mm (5% d'erreur sur la section).

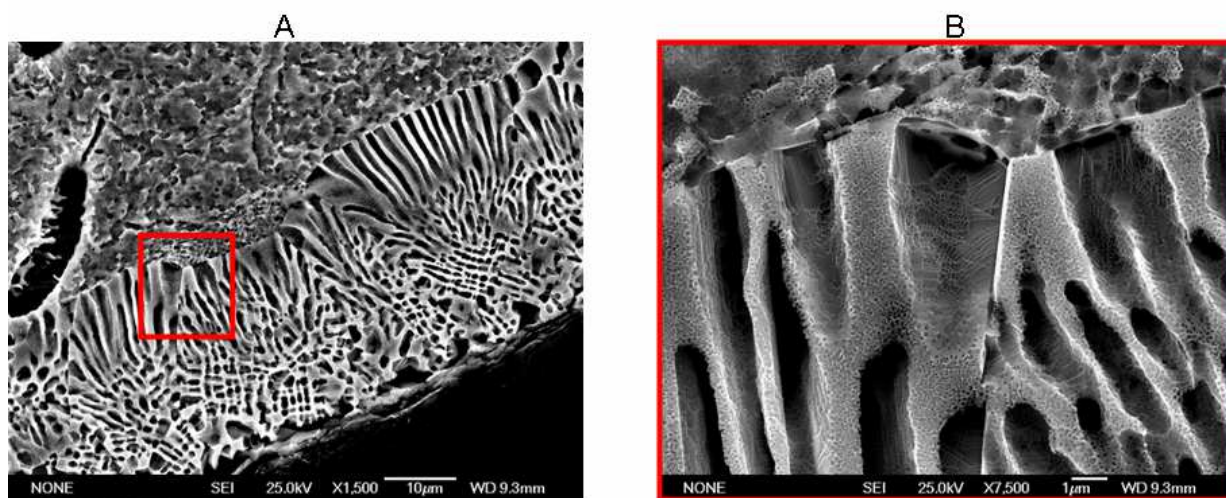


Figure 3.20 : Image MEB, 1C2 A- proche de la surface  
B- formation de grains dans la zone agrandie du rectangle rouge de l'image A

Sur la Figure 3.20 B, qui est un agrandissement d'une partie de la zone recristallisée sur la Figure 3.20 A, trois joints de grains apparaissent distinctement. La forme de la phase  $\gamma'$  est allongée dans les deux grains du bas. Le déplacement de la frontière entre la partie recristallisée et le cœur de l'échantillon vers l'intérieur donne un aspect allongé à la phase  $\gamma'$  appelé « fan » [12]. Dans un même grain, les précipités ont tous la même orientation, mais les deux grains étant désorientés l'un par rapport à l'autre, cette désorientation se répercute sur les précipités.

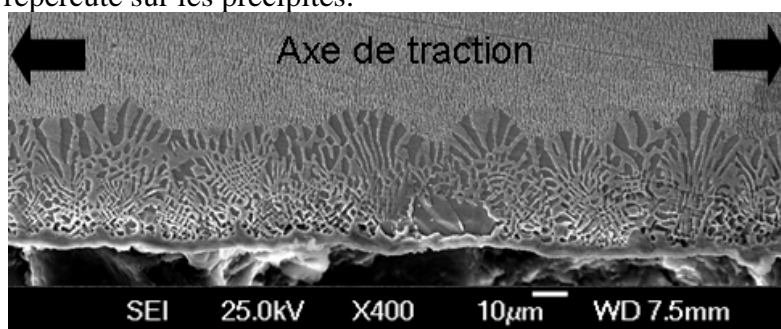


Figure 3.21 : Image MEB de l'éprouvette 5C1 en coupe longitudinale. Observation de la microstructure proche de la surface

### 2.1.2- Microstructure de déformation : localisation des dislocations

La lame mince observée au MET Figure 3.22 a été prélevée dans la zone de striction en fin d'essai sur l'éprouvette 5A1. La fraction volumique de phase  $\gamma'$  dans cet échantillon, obtenue par méthode des interceptes, est d'environ 59%. La phase  $\gamma$  correspond aux couloirs plus étroits et plus foncés alors que la phase  $\gamma'$  aux radeaux plus larges et plus clairs.

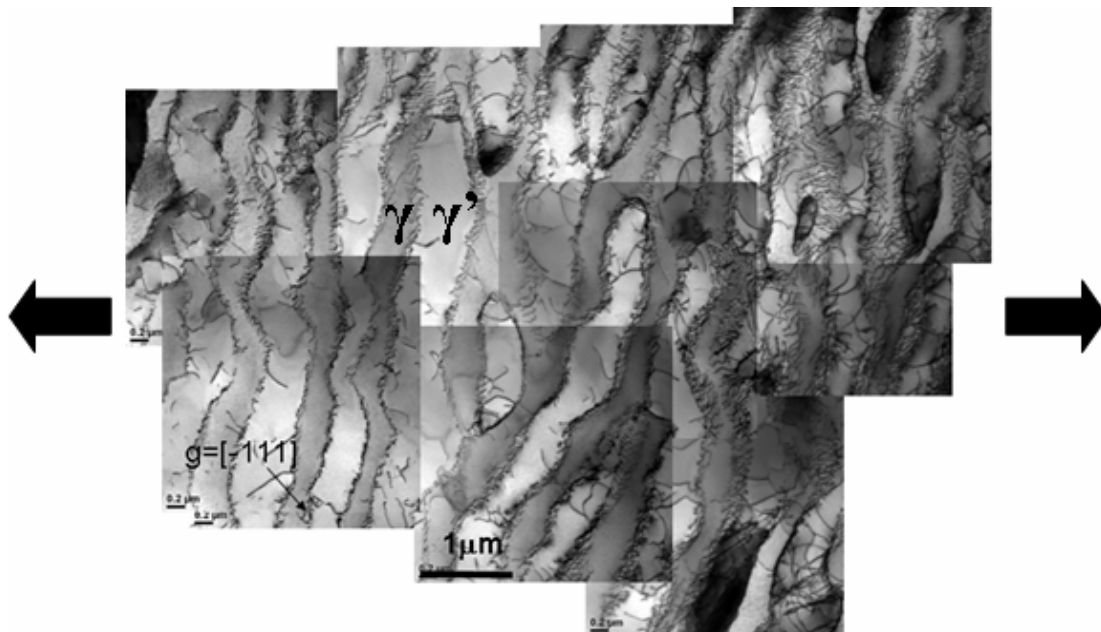


Figure 3.22 : Observation générale au MET dans la zone en striction de l'éprouvette 5A1.

La microstructure de dislocations présentées Figure 3.22 est caractéristique de l'ensemble des essais. Le cliché MET montre une densité très faible de dislocations résiduelles dans les couloirs de matrice en comparaison avec la phase  $\gamma'$ , dans laquelle une densité de dislocation peut être estimée. La plus forte densité de dislocations se trouve au niveau des interfaces  $\gamma/\gamma'$ . Elle est évaluée à l'aide de cliché MEB et/ou MET.

### 2.1.3- Des réseaux de dislocations aux interfaces $\gamma/\gamma'$ au désaccord paramétrique

#### ➤ Description des réseaux d'interface

Sur des coupes longitudinales, observées au Microscope Electronique à Balayage après attaque chimique les réseaux de dislocations aux interfaces apparaissent très distinctement surtout pour les essais réalisés aux températures les plus élevées (Figure 3.23). Lors du refroidissement en fin d'essai, une partie de la phase  $\gamma'$  a le temps de précipiter. Cette précipitation s'effectue entre les mailles des réseaux de dislocations, créant ainsi une marche entre la position des dislocations d'interface et la surface des radeaux [13]. Comme pour la fine re-précipitation, les dislocations sont d'autant plus visibles que la température d'essai de l'éprouvette est élevée. Ce phénomène donne un relief et permet d'observer les traces de réseaux au MEB-FEG.

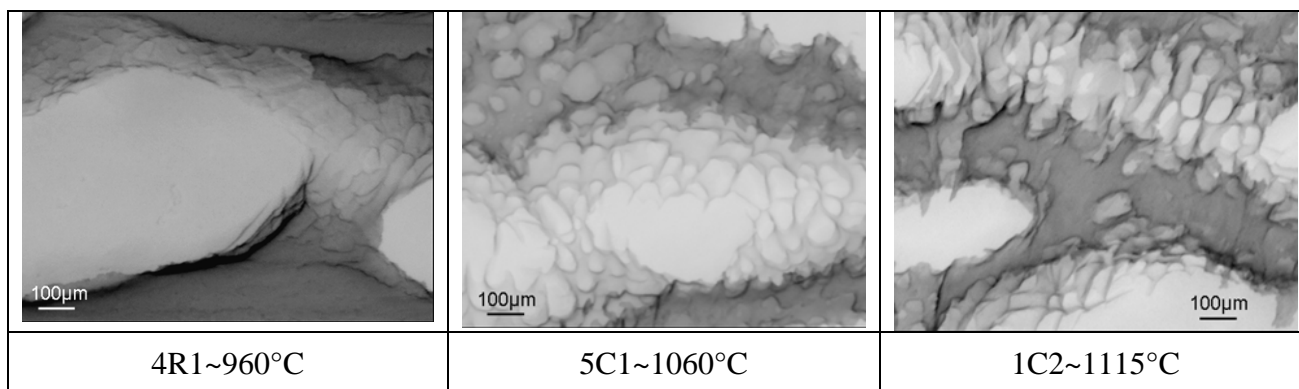


Figure 3.23 : Observation des réseaux de dislocations d'interface  $\gamma/\gamma'$  sur des images MEB avec un contraste inversé de 4R1, 5C1 et 1C2.

### ➤ Déduction du désaccord paramétrique

Les mesures de tailles de réseaux sont déduites à partir de clichés au MEB ou au MET (chapitre 2). Il est possible de relier les mesures de distance moyenne entre dislocations avec le désaccord paramétrique. Il faut pour cela déterminer les vecteurs de Burgers des différents types de dislocations provenant de la phase  $\gamma$ .

Les interfaces  $\gamma/\gamma'$  sont normales à l'axe de traction, les dislocations d'interface sont donc contenus dans le plan (001) et glissent dans la phase  $\gamma$  cubique à faces centrées suivant un plan de type  $\{111\}$ . Les lignes de dislocations se trouvant à l'intersection de ces plans avec l'interface  $\gamma/\gamma'$  sont donc de type :

- $[110]$  pour les plans  $(1\bar{1}1)$  et  $(\bar{1}11)$  ;
- $[1\bar{1}0]$  pour les plans  $(111)$  et  $(\bar{1}\bar{1}1)$ .

### ➤ Etude des dislocations venant de $\gamma$ pouvant interagir à l'interface

L'étude est développée dans le cas des dislocations laissant un segment à l'interface parallèle à la direction  $[110]$ .

#### 1- Plan $(1\bar{1}1)$

Dans le plan  $(1\bar{1}1)$ , les vecteurs de Burgers possibles sont  $\pm a/2[10\bar{1}]$ ,  $\pm a/2[011]$ ,  $\pm a/2[110]$ . Le dernier a un facteur de Schmid nul, le vecteur de Burgers étant perpendiculaire à l'axe  $[001]$  de traction. Pour les autres, il faut déterminer sur quelle interface (face inférieure ou supérieure du couloir), elles vont se placer pour savoir lesquelles peuvent interagir. En utilisant la relation de Peach et Koehler, il est possible de déduire la force sur chaque dislocation

$$\vec{F} = (\vec{\sigma} \cdot \vec{b}) \wedge \vec{\xi}$$

où  $\vec{b}$  est le vecteur de Burgers de la dislocation

$\vec{\xi}$  est le vecteur ligne

pour obtenir la force de glissement définie par :

$$\vec{F}_g = \vec{F} - (\vec{F} \cdot \vec{n})\vec{n}$$

avec  $\vec{n} = \frac{1}{\sqrt{3}}[1\bar{1}1]$  la normale du plan de glissement.



En conséquence :

- si  $\vec{F}_g \cdot [001] > 0$  les dislocations avec le vecteur de burgers associé se déplacent vers la face supérieure,
- si  $\vec{F}_g \cdot [001] < 0$  les dislocations avec le vecteur de burgers associé se déplacent vers la face inférieure.

Dans le cas étudié, le tenseur de la contrainte appliquée vaut  $\vec{\sigma}_a \propto \vec{z} \otimes \vec{z}$ , le vecteur ligne  $\vec{\xi} \propto \vec{x} + \vec{y}$  et  $\vec{n} = \frac{1}{\sqrt{3}}(\vec{x} - \vec{y} + \vec{z})$ . Dans le du vecteur de Burgers  $\vec{b} = a/2[10\bar{1}] \propto (\vec{x} - \vec{z})$ , par exemple, les forces valent :

$$\vec{F} \propto [(\vec{z} \otimes \vec{z})(\vec{x} - \vec{z})] \wedge (\vec{x} + \vec{y}) \quad (3.63)$$

$$\vec{F} \propto (-\vec{z}) \wedge (\vec{x} + \vec{y}) \quad (3.64)$$

$$\vec{F} \propto \vec{x} - \vec{y} \quad (3.65)$$

D'où 
$$\vec{F}_g \propto \frac{1}{3}(\vec{x} - \vec{y} - 2\vec{z}) \quad (3.66)$$

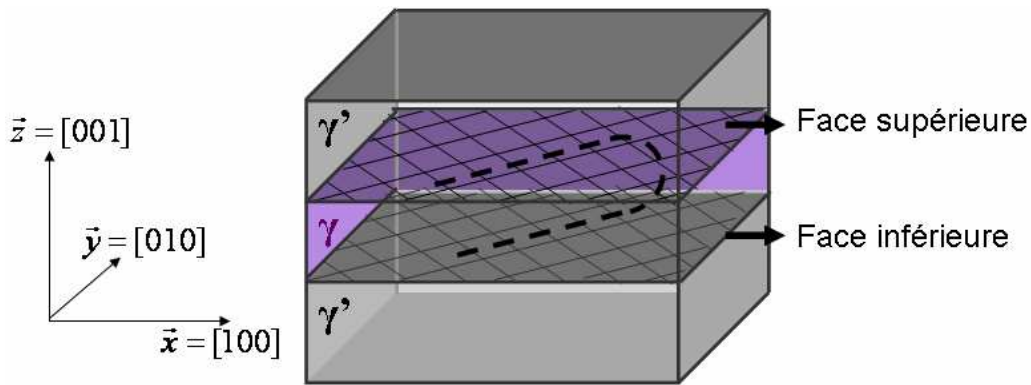


Figure 3.24 : Schéma des réseaux de dislocations d'interface avec en pointillée un exemple d'une dislocation glissant dans un plan {111} et qui tapisse les faces supérieure et inférieure d'un couloir  $\gamma$  par deux segments de signes opposés

Après calcul, la composante de  $\vec{F}_g$  suivant  $\vec{z}$  est négative (3.66) et la dislocation est donc sur la face inférieure et le segment de vecteur de Burgers opposé  $\vec{b} = a/2[\bar{1}01]$ , issu de la même dislocation est sur la face supérieure (Figure 3.24). De même, il est possible de déduire que le segment de dislocation ayant un vecteur  $\vec{b} = a/2[011]$  est sur la face supérieure et son opposé  $\vec{b} = a/2[0\bar{1}\bar{1}]$  sur la face inférieure.

### 2- Plan $(\bar{1}11)$

De même, dans le plan  $(\bar{1}11)$  les segments de dislocations ont comme vecteurs de Burgers sur la face supérieure  $a/2[01\bar{1}]$  et  $a/2[\bar{1}0\bar{1}]$  et sur la face inférieure leurs opposés  $a/2[0\bar{1}1]$  et  $a/2[101]$ .

#### ➤ Combinaison de dislocations énergétiquement favorable

Les dislocations issues des plans  $(\bar{1}11)$  et  $(1\bar{1}1)$  sont discutées, sachant que par symétrie les mêmes résultats sont obtenus pour la face inférieure et pour celles issues des deux autres plans. Les vecteurs de Burgers des dislocations ainsi choisies, pouvant s'associer aux interfaces supérieures, sont les suivants :

- dans le plan  $(\bar{1}11)$ ,  $\vec{b} = a/2[01\bar{1}]$  et  $\vec{b} = a/2[\bar{1}0\bar{1}]$  ;
- dans le plan  $(1\bar{1}1)$ ,  $\vec{b} = a/2[011]$  et  $\vec{b} = a/2[\bar{1}01]$ .

Deux dislocations s'attirent pour se combiner en une seule si l'énergie de ligne de la dislocation finale est inférieure à la somme de celles des dislocations initiales. L'énergie de ligne d'une dislocation étant proportionnelle à  $|b|^{-2}$ , l'énergie totale de deux dislocations ayant un vecteur de Burgers de type  $a/2 < 011 >$  est donc proportionnel à  $a^2$ .

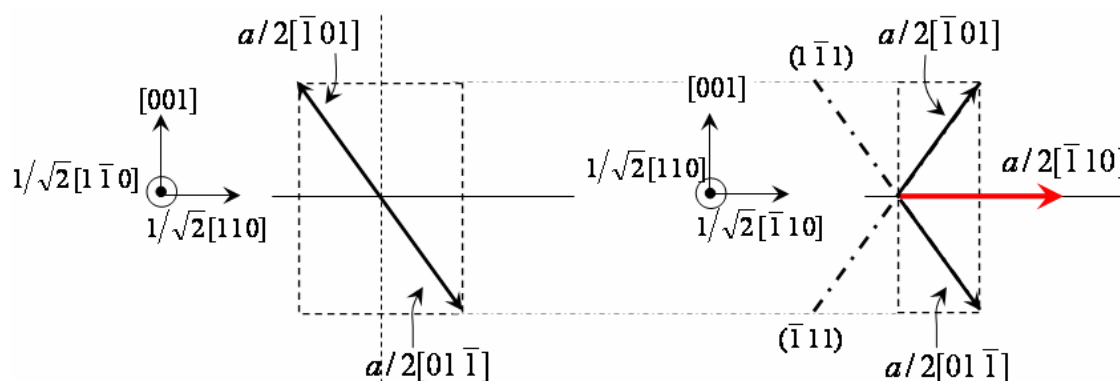
Réaction entre les vecteurs de Burgers des dislocations	Energie finale proportionnelle à	Comportement final des dislocations
<b>Dans le même plan</b>		
$a/2[01\bar{1}] + a/2[\bar{1}0\bar{1}] \rightarrow a/2[\bar{1}1\bar{2}]$	$\frac{6a^2}{4} > a^2$	<b>Répulsion</b>
$a/2[011] + a/2[\bar{1}01] \rightarrow a/2[\bar{1}12]$		
<b>Dans des plans différents</b>		
$a/2[01\bar{1}] + a/2[01\bar{1}] \rightarrow a[010]$	$a^2$	<b>Neutre</b>
$a/2[\bar{1}0\bar{1}] + a/2[\bar{1}01] \rightarrow a[\bar{1}00]$		
$a/2[01\bar{1}] + a/2[\bar{1}01] \rightarrow a/2[\bar{1}10]$	$\frac{a^2}{2} < a^2$	<b>Attraction</b>
$a/2[\bar{1}0\bar{1}] + a/2[011] \rightarrow a/2[\bar{1}10]$		

**Tableau 3.3 : Réactions entre les vecteurs de Burgers des dislocations de vecteur ligne  $[110]$  se trouvant sur l'interface supérieure pour savoir si elles sont énergétiquement favorables**

D'après la loi de Franck et le Tableau 3.3 les réactions les plus favorables énergétiquement correspondent à l'association de dislocations venant de plans différents avec un vecteur de Burgers final égal à  $a/2[\bar{1}10]$ . Ces dislocations ont donc un vecteur de Burgers perpendiculaire (Figure 3.25) :

- au vecteur ligne :  $a/2[\bar{1}10] \cdot [110] = 0$  qui caractérise des dislocations de type coin ;
- à l'axe de traction :  $a/2[\bar{1}10] \cdot [001] = 0$  (le vecteur de Burgers est dans le plan de l'interface).

L'interface est donc relaxée pour des dislocations coin de type  $a/2 < 110 >$ . Le même raisonnement donne le même résultat pour les lignes  $[1\bar{1}0]$ . Ces jonctions sont également favorables car seules les composantes coin efficaces pour relaxer les contraintes dues à la cohérence entre les deux phases s'additionnent, tandis que les composantes inutiles (coin hors interface et vis) s'annulent (Figure 3.25).



**Figure 3.25 : Projection des vecteurs de Burgers pour les dislocations dont la combinaison est énergétiquement favorable**

➤ **Lien avec le désaccord paramétrique perpendiculaire,  $\delta_{\perp}$**

Comme précédemment, une dislocation avec le vecteur ligne  $[110]$  est choisie avec un vecteur de Burgers  $a/2[\bar{1}10]$ . La Figure 3.26 donne la relation entre la distance moyenne  $d$  entre deux dislocations à l'interface et les paramètres de maille de chaque phase, il vient :

$$(n+1)\frac{a'}{\sqrt{2}} = n\frac{a}{\sqrt{2}} = d \quad (3.67)$$

La relation (3.68) associée à la définition du désaccord paramétrique (3.3) donne :

$$\delta_{\perp} = \frac{a'-a}{\bar{a}} = \frac{n\frac{a'}{\sqrt{2}} - n\frac{a}{\sqrt{2}}}{n\frac{\bar{a}}{\sqrt{2}}} = \frac{n\frac{a'}{\sqrt{2}} - (n-1)\frac{a}{\sqrt{2}} - \frac{a}{\sqrt{2}}}{d} = -\frac{a}{d\sqrt{2}} \quad (3.69)$$

D'où la formule de Brooks [14] :

$$|\delta_{\perp}| = \frac{a}{d\sqrt{2}} = \frac{|\bar{b}|}{d} \quad (3.70)$$

$\bar{b}$  : vecteur de Burgers des dislocations d'interface ( $\sim 0,254\text{nm}$ )

$d$  : espacement moyen entre deux dislocations du réseau d'interface.

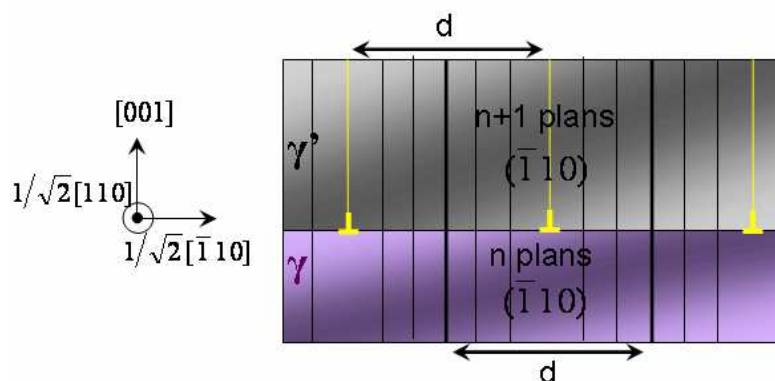


Figure 3.26 : Relation liant la distance moyenne entre des dislocations à l'interface et les paramètres de mailles de chaque phase

## 2.2- Caractérisation par microscopie électronique d'une éprouvette : 4N2

La procédure d'analyse des éprouvettes par microscopie électronique est identique pour tous les échantillons : une description détaillée est donnée à titre d'exemple dans le cadre de l'essai 4N2. Les analyses pour l'ensemble des échantillons sont répertoriées dans les annexes (A2, A3 et A4). Les échelles en abscisse choisies pour les histogrammes de tailles mesurées présentées dans la suite sont adaptées pour permettre une comparaison plus aisée de l'ensemble des essais.

### 2.2.1- Mesures caractéristiques de la morphologie générale

A partir de cliché MEB similaire à la Figure 3.27, par analyse d'image, il est possible de mesurer un certain nombre de paramètres caractéristiques de la microstructure : fraction volumique, longueurs et largeurs des radeaux, largeurs des couloirs. Pour l'échantillon 4N2, la fraction volumique déduite est de 64,6% en moyenne avec 64,5% dans les dendrites et 64,7% dans les espaces interdendritiques. Les différences de fraction volumique dues aux fluctuations de compositions chimiques entre zones dendritiques et interdendritiques ont des répercussions sur la taille des radeaux et des couloirs. La distribution des fréquences d'occurrence des mesures de taille est représentée sous forme d'histogramme



(Figure 3.28 à Figure 3.30). L'effectif de chaque classe est divisé par le nombre total d'observations effectuées, la fréquence d'occurrence est alors exprimée en %.

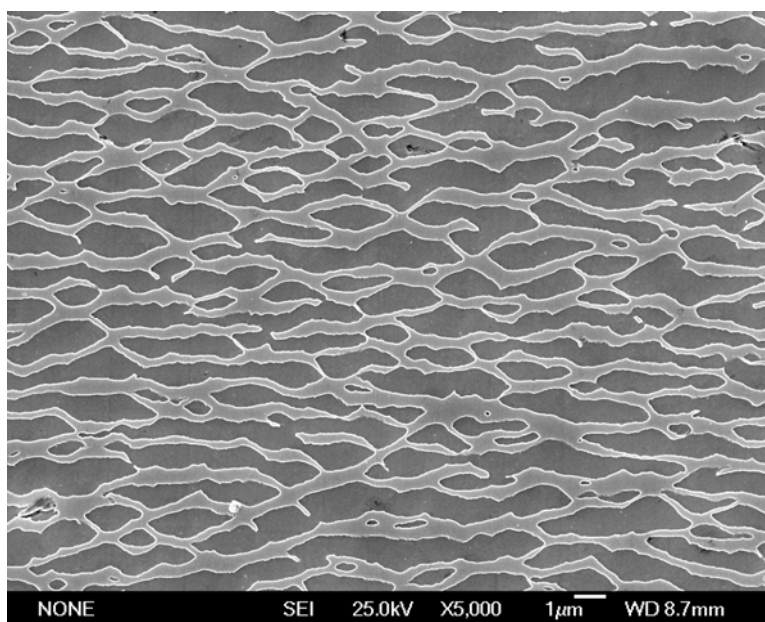


Figure 3.27 : Exemple de microstructure sur laquelle a été réalisée l'analyse d'image.

#### ➤ Longueur des radeaux

La distribution des longueurs des radeaux est similaire entre les dendrites et les espaces interdendritiques. Elle est très dispersée et dissymétrique avec un pic de fréquence autour de  $1,2 \mu\text{m}$  (Figure 3.28 A, B, C).

Une comparaison entre les valeurs moyennes des clichés permet d'avoir une vision globale. Les différences entre les zones restent faibles : les radeaux dans les zones dendritiques sont plus longs avec une valeur moyenne de  $5 \mu\text{m}$  que ceux des zones interdendritiques,  $4,6 \mu\text{m}$  soit une valeur moyenne sur l'ensemble des zones de  $4,8 \mu\text{m}$ .

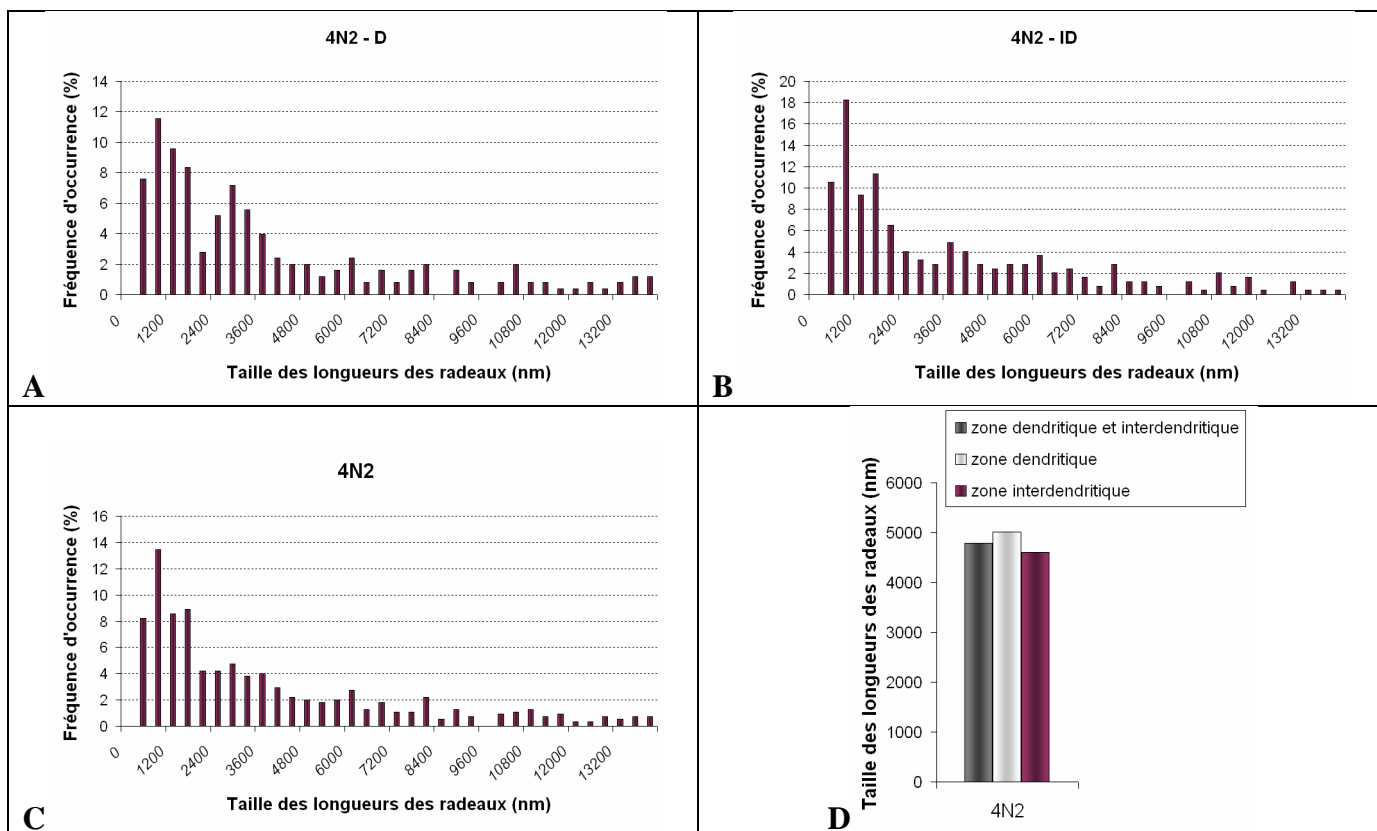


Figure 3.28 : Histogramme des longueurs des radeaux :

- A- Distribution des tailles des longueurs de radeaux dans les dendrites (D) ;
- B- Distribution des tailles des longueurs de radeaux dans la zone interdendritique (ID) ;
- C- Distribution des tailles des longueurs de radeaux sur l'ensemble ;
- D- Taille moyenne des longueurs de radeaux dans les différentes zones.

### ➤ Largeurs des radeaux

La distribution des largeurs des radeaux est similaire entre les dendrites et les espaces interdendritiques. Elle est moins dispersée que la distribution des longueurs de radeaux mais reste encore dissymétrique avec une allure de fonction log-normale et un pic de fréquence autour de 600 nm (Figure 3.29 A, B, C).

La moyenne donne une meilleure idée des différences, qui restent faibles, entre les zones : les radeaux dans les zones dendritiques sont plus larges avec une valeur moyenne de 811 nm que ceux des zones interdendritiques, 772 nm soit une valeur moyenne sur l'ensemble des zones de 790 nm.

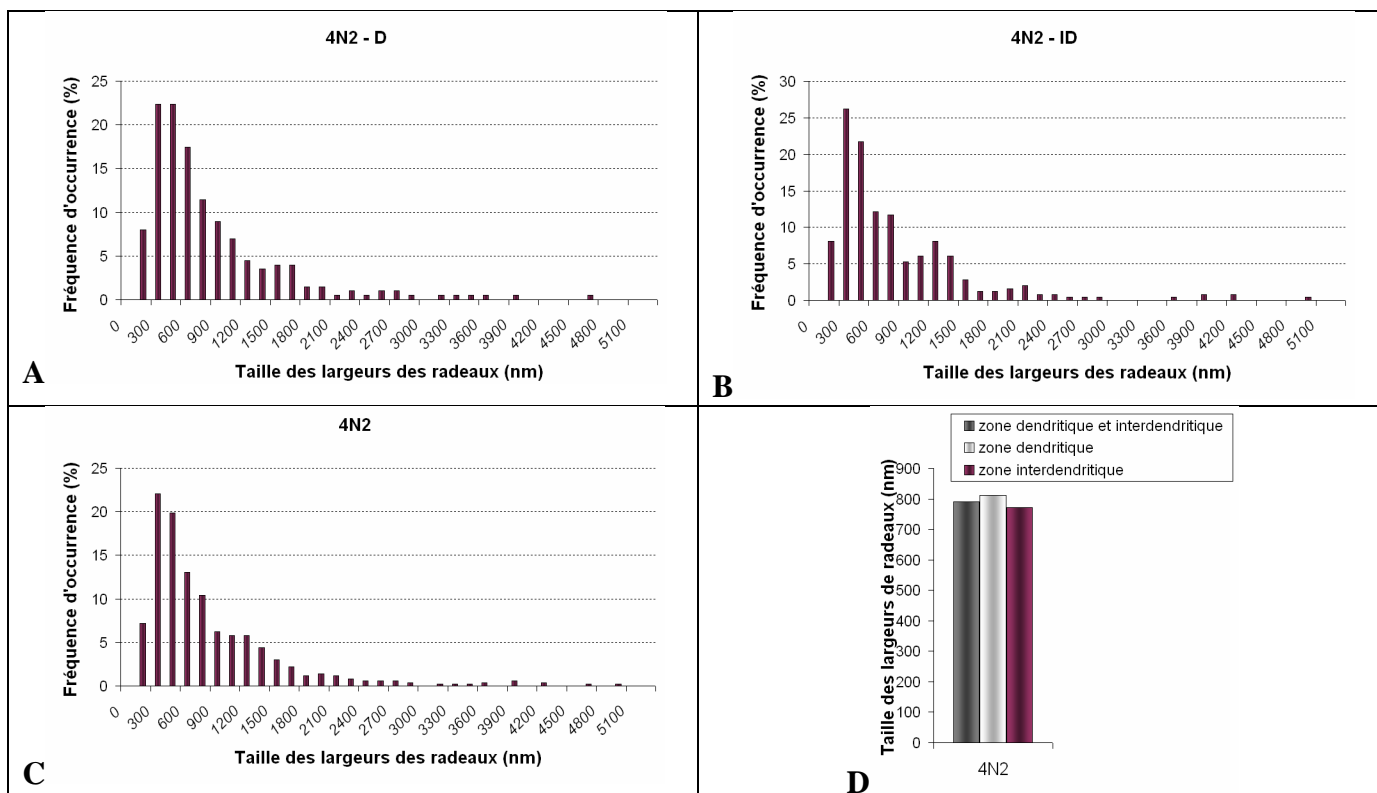


Figure 3.29 : Histogramme des largeurs des radeaux :

- A- Distribution des tailles des largeurs de radeaux dans les dendrites (D) ;
- B- Distribution des tailles des largeurs de radeaux dans la zone interdendritique (ID) ;
- C- Distribution des tailles des largeurs de radeaux sur l'ensemble ;
- D- Taille moyenne des largeurs de radeaux dans les différentes zones.

➤ **Largeur des couloirs**

La distribution des largeurs de couloirs a une allure plus proche d'une fonction gaussienne tant pour l'ensemble des mesures que dans les zones dendritiques ou interdendritiques (Figure 3.30 A, B, C). La valeur moyenne dans les dendrites, 196 nm est légèrement plus faible que celle dans les interdendrites, 206 nm.

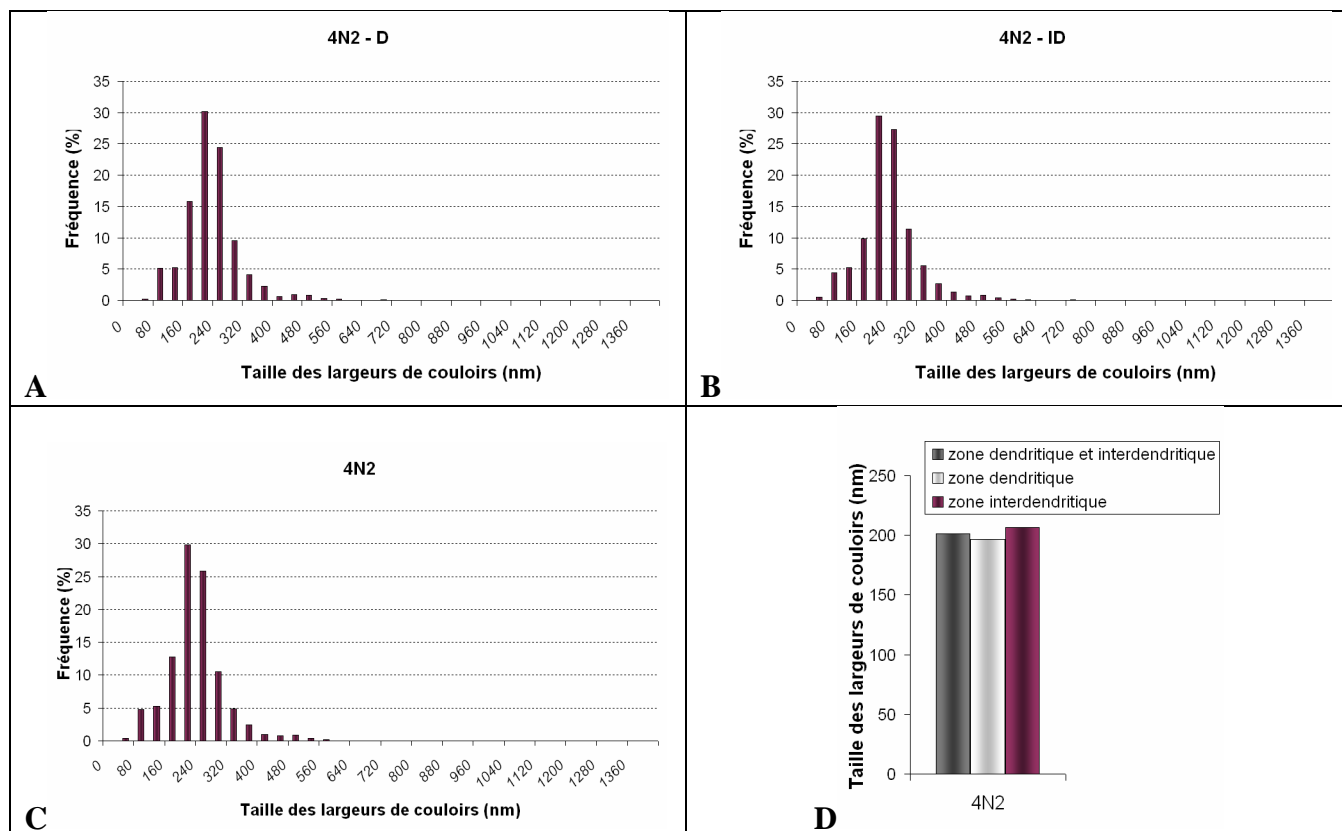


Figure 3.30 : Histogramme des largeurs des couloirs :

- A- Distribution des tailles des largeurs de radeaux dans les dendrites (D) ;
- B- Distribution des tailles des largeurs de radeaux dans la zone interdendritique (ID) ;
- C- Distribution des tailles des largeurs de radeaux sur l'ensemble ;
- D- Taille moyenne des largeurs de radeaux dans les différentes zones.

### ➤ Remarques

Les mesures montrent que les radeaux sont plus épais et les couloirs de matrice moins larges pour cet essai, cette observation est cohérente avec la valeur de fraction volumique supérieure à 50% obtenue pour cet échantillon.

Pour l'ensemble des mesures sur cet échantillon, les différences entre les zones dendritiques et interdendritiques ne sont pas très significatives. L'écart entre les mesures des fractions volumiques dans les différentes zones n'est que de 0,2%, ce qui est inférieur à l'erreur relative due à l'incertitude de mesure. Cette distinction entre dendrites et espaces interdendritiques reste intéressante à plus haute température, où l'écart entre les fractions volumiques entre les deux zones est plus important et la conséquence sur les tailles des radeaux et couloirs est quantifiable au-delà des incertitudes dues à l'analyse.

La connexité est aussi mesurée dans les zones dendritiques et interdendritiques par la méthode énoncée dans le chapitre I. Il est à noter pour cet échantillon à forte fraction volumique de  $\gamma'$  est élevée, le nombre de connexité,  $N_a(\gamma') = 0,056$  est faible : un début d'inversion de topologie a certainement eu lieu. Ce phénomène peut également expliquer les disparités pour les mesures de tailles de longueur de radeaux.

## 2.2.2- Microstructure de déformation

### 2.2.2.1- Réseaux de dislocations aux interfaces $\gamma/\gamma'$

#### ➤ Caractérisation des vecteurs de Burgers

Les images MET Figure 3.31A montrent les réseaux de dislocation aux interfaces  $\gamma/\gamma'$ , avec deux familles de dislocations perpendiculaires. Comme discuté précédemment, les dislocations des deux familles sont alignées dans les directions  $[1\bar{1}0]$  et  $[110]$ . Sur la Figure 3.31 B la famille identifiée 1 est perpendiculaire à  $\vec{g} = [\bar{1}\bar{1}1]$  et est donc celle qui est parallèle à  $[1\bar{1}0]$ . De même sur la Figure 3.31 C, la famille 2 est parallèle à  $[110]$ .

Les dislocations aux interfaces, issues du glissement dans  $\gamma$ , se combinent pour former des dislocations coin dirigées selon  $[1\bar{1}0]$  et de vecteur de Burgers  $a/2[110]$ , par exemple. Les conditions d'extinction sur la Figure 3.31 confirment ce résultat :

- la famille 1 s'éteint pour  $\vec{g} = [\bar{1}\bar{1}1]$  Figure 3.31 C, son vecteur de Burgers est donc  $a/2[110]$  ;
- la famille 2 s'éteint pour  $\vec{g} = [\bar{1}\bar{1}1]$  Figure 3.31 B, son vecteur de Burgers est donc  $a/2[1\bar{1}0]$ .

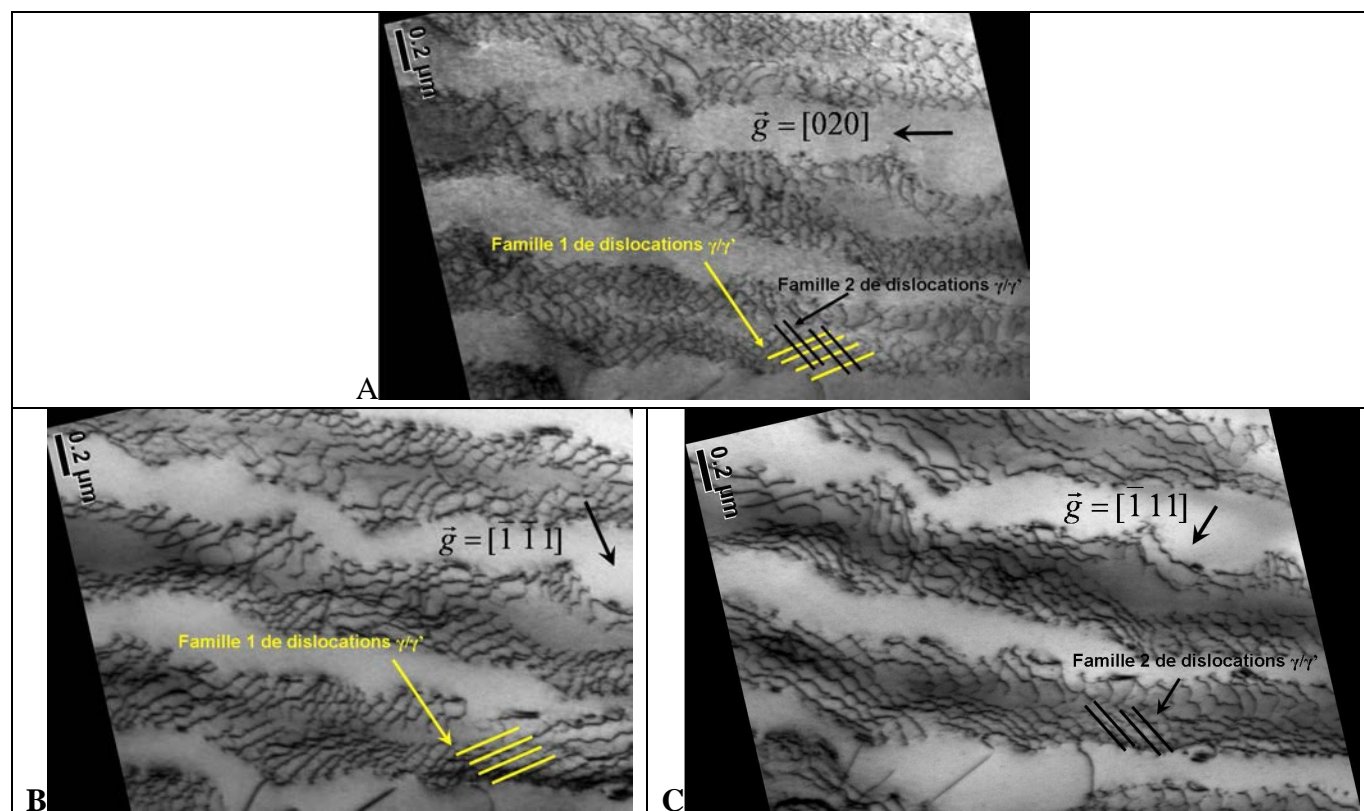


Figure 3.31 : Observation au MET en champ clair des dislocations aux interfaces  $\gamma/\gamma'$  pour différents  $\vec{g}$  :

A :  $\vec{g} = [020]$  ; B :  $\vec{g} = [\bar{1}\bar{1}1]$  ; C :  $\vec{g} = [\bar{1}11]$ .

#### ➤ Mesures de tailles de réseaux et détermination du désaccord paramétrique en fin d'essai

La technique pour mesurer les tailles de réseaux a été donnée au chapitre 2 à partir d'images similaires à la figure 3.32. Elle a été effectuée dans différents espaces dendritiques et interdendritiques pour avoir l'allure des distributions sur chaque zone et sur l'ensemble (Figure 3.33).

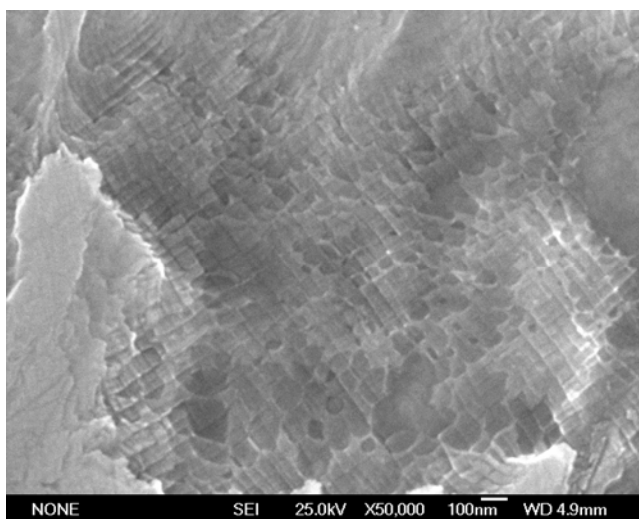


figure 3.32 : Topographie d'interface  $\gamma/\gamma'$  observée au MEB après dissolution de la phase  $\gamma$  dans l'éprouvette 4N2 révélant le réseau de dislocations.

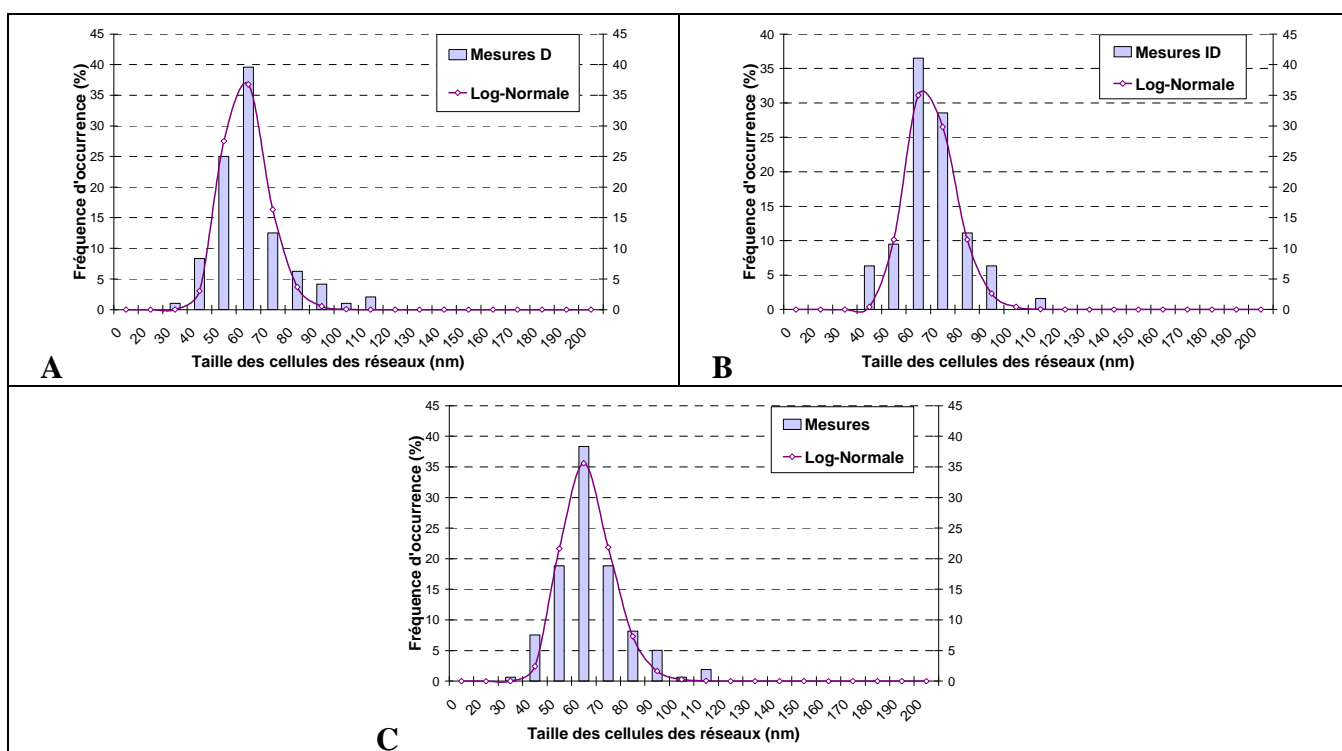


Figure 3.33 : Histogramme des tailles de cellules de réseaux d'interface :  
**A-** Distribution des tailles de cellules dans les dendrites (D) ;  
**B-** Distribution des tailles de cellules dans la zone interdendritique (ID) ;  
**C-** Distribution des tailles de cellules sur l'ensemble.

Quelle que soit la zone étudiée, les courbes ont toutes la même allure dissymétrique et sont ajustées par des fonctions log-normales avec le logiciel Origin :

$$h(d) = B \exp \left( - \frac{\left( \ln \left( \frac{d}{d_m} \right) \right)^2}{2 \cdot \omega^2} \right) \quad 71$$

$B$  : amplitude maximale de fréquences d'occurrence  
 $d_m$  : valeur moyenne log-normale de taille de réseaux  
 $\omega$  : écart-type log normale lié à la distribution

La valeur moyenne de taille de réseaux  $d_m$  est répertoriée dans le Tableau 3.4 en fonction de la zone observée. A partir de ces valeurs et avec la formule de Brooks, il est possible de déduire le désaccord paramétrique perpendiculaire.

**Tableau 3.4 : Taille moyenne de cellules des réseaux de dislocations d'interface, mesurées à partir de clichés MEB et désaccord paramétrique perpendiculaire déduit  $\delta_{\perp}$**

zone	$d_m$ (nm)	$\delta_{\perp}$ MEB (%)
Dendrite	57	-0,45
Interdendrite	63,2	-0,40
Dendrite + Interdendrite	59,2	-0,43

Lors de la solidification, les éléments  $\gamma$ -gènes les plus lourds, tels que le tungstène ou le molybdène migrent dans les dendrites, les espaces interdendritiques ont alors une concentration en éléments  $\gamma'$ -gène plus élevée. Ces différences de compositions chimiques, avec une phase  $\gamma$  contenant plus d'élément volumineux dans les dendrites, expliquent la valeur absolue plus importante du désaccord paramétrique dans les zones dendritiques.

### 2.2.2.2- Dislocations dans la phase $\gamma'$

#### ➤ Caractérisation des vecteurs de Burgers

Une proportion non négligeable de dislocations sensiblement rectilignes est observée dans les radeaux  $\gamma'$  (Figure 3.34). Les micrographies obtenues pour différents vecteurs de diffraction permettent d'identifier leurs vecteurs de Burgers.

**Tableau 3.5 : Tableau de visibilité des dislocations identifiées Figure 3.34 et vecteurs de Burgers correspondant. V : Visible, I : Invisible et CR : Contraste Résiduel, ? : indéterminé.**

N° dislocation ↓	$\vec{g} \rightarrow$	$[\bar{1}11]$	$[\bar{1}\bar{1}1]$	$[020]$	$[0\bar{2}2]$	$[002]$	$[0\bar{2}\bar{2}]$	$[\bar{2}\bar{2}0]$	$[20\bar{2}]$	$\vec{b}$ déduit
1		V	V	V	?	CR	V	V	I	[010]
2		V	V	CR	CR	CR	I	V	V	[100]
3		V	V	V	V	CR	V	V	CR	[010]

Les dislocations numérotées de 1 à 3, Figure 3.34, contenues à l'intérieur des radeaux, ont des vecteurs de Burgers  $\vec{b} = a'[010]$  ou  $\vec{b} = a'[100]$ . Elles présentent trois types de contrastes en fonction du vecteur diffraction utilisé pour obtenir l'image :

- V : visible si  $\vec{g}\vec{b} \neq 0$  ;
- I : invisible si  $\vec{g}\vec{b} = 0$  et  $\vec{g}(\vec{b} \wedge \vec{\xi}) = 0$ , où  $\vec{\xi}$  est le vecteur ligne ;
- CR : contraste résiduel  $\vec{g}\vec{b} = 0$  mais  $\vec{g}(\vec{b} \wedge \vec{\xi}) \neq 0$ .

Dlouhy a comparé expérience et simulation pour donner l'aspect que peut avoir le contraste résiduel d'une dislocation  $\pm a[001]$  [15]. Pour trois vecteurs diffractions  $[020]$ ,  $[0\bar{2}2]$  et  $[002]$ , la dislocation 2 reste visible mais avec un contraste non uniforme, un peu tacheté, et s'éteint totalement en  $[0\bar{2}\bar{2}]$ . Son vecteur ligne est colinéaire à cette dernière direction,  $\vec{\xi} = [0\bar{1}1]$  et comme son vecteur de Burgers vaut  $\pm a[100]$ , il s'agit d'une dislocation coin. Il est alors possible de vérifier pour les trois vecteurs de diffractions  $[020]$ ,  $[0\bar{2}2]$  et  $[002]$  que  $\vec{g}\vec{b} = 0$  et  $\vec{g}(\vec{b} \wedge \vec{\xi}) \neq 0$ , d'où le contraste résiduel.



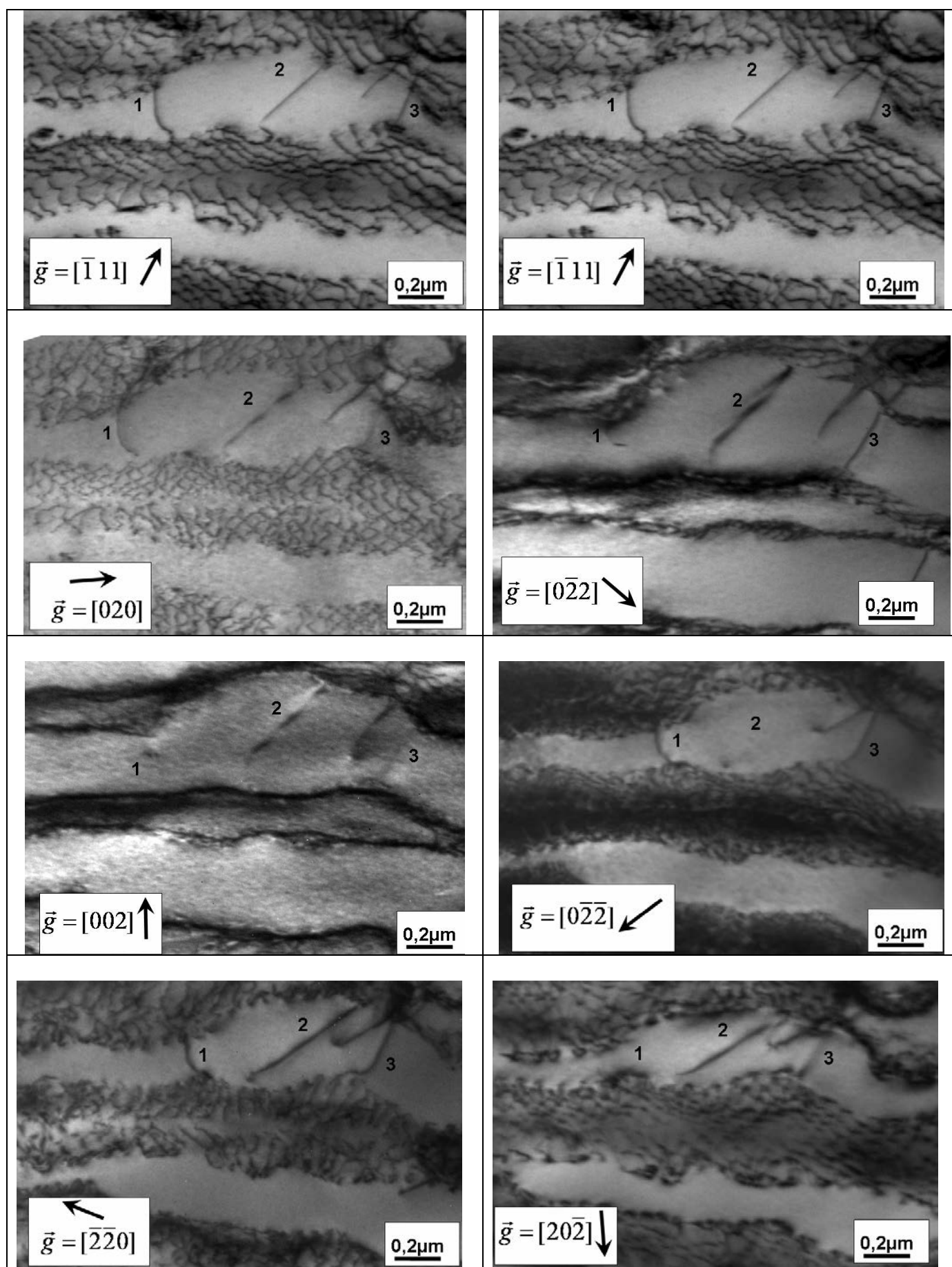


Figure 3.34 : Caractérisation de dislocations localisées dans les radeaux après l'essai 4N2 au MET pour différents  $\vec{g}$



Toutes les dislocations indexées ont un facteur de Schmid nul selon la contrainte appliquée et se déplacent par montée. Mais la force de montée due à la contrainte appliquée selon  $[001]$  est nulle également. Leur présence pour permettre aux dislocations de vecteur de Burgers  $a'[001]$  de monter par échange de lacunes, tel que décrit au chapitre 1, impliquerait également la présence de ces dislocations en même densité. Dans la totalité des essais, les dislocations ayant un vecteur de Burgers horizontal sont majoritaires. Leur déplacement semble donc s'effectuer par montée sous l'effet des contraintes de traction transverses dues à l'effet de Poisson.

### ➤ Mesure de densité de dislocations

Des mesures des densités de dislocations sont effectuées pour obtenir des informations quantitatives sur les dislocations dans les radeaux.

Des ensembles d'images à faible grandissement sont prises sur des zones de plusieurs centaines de  $\mu\text{m}^2$  pour avoir une surface représentative (Figure 3.35). Au vu de la caractérisation des vecteurs de Burgers précédente et d'après [16–18], la majorité des dislocations sont de type  $\langle 100 \rangle$ . Pour avoir le moins d'extinction possible, le vecteur de diffraction choisi est de type  $\langle 111 \rangle$  et pour ne pas être gêné par les dislocations d'interface la lame est orientée perpendiculairement à l'axe de traction. L'épaisseur de la lame est d'environ 100 nm inférieure à la taille des radeaux, la densité de dislocations peut être assimilée au nombre de dislocations comptées dans la phase  $\gamma'$  sur l'aire de la surface observée. Les valeurs données ne correspondent donc pas à de vraies densités volumiques de dislocations réelles mais à une estimation.

Pour cet essai la valeur de densité de dislocation est estimée à 0,65 dislocations /  $\mu\text{m}^2$ .

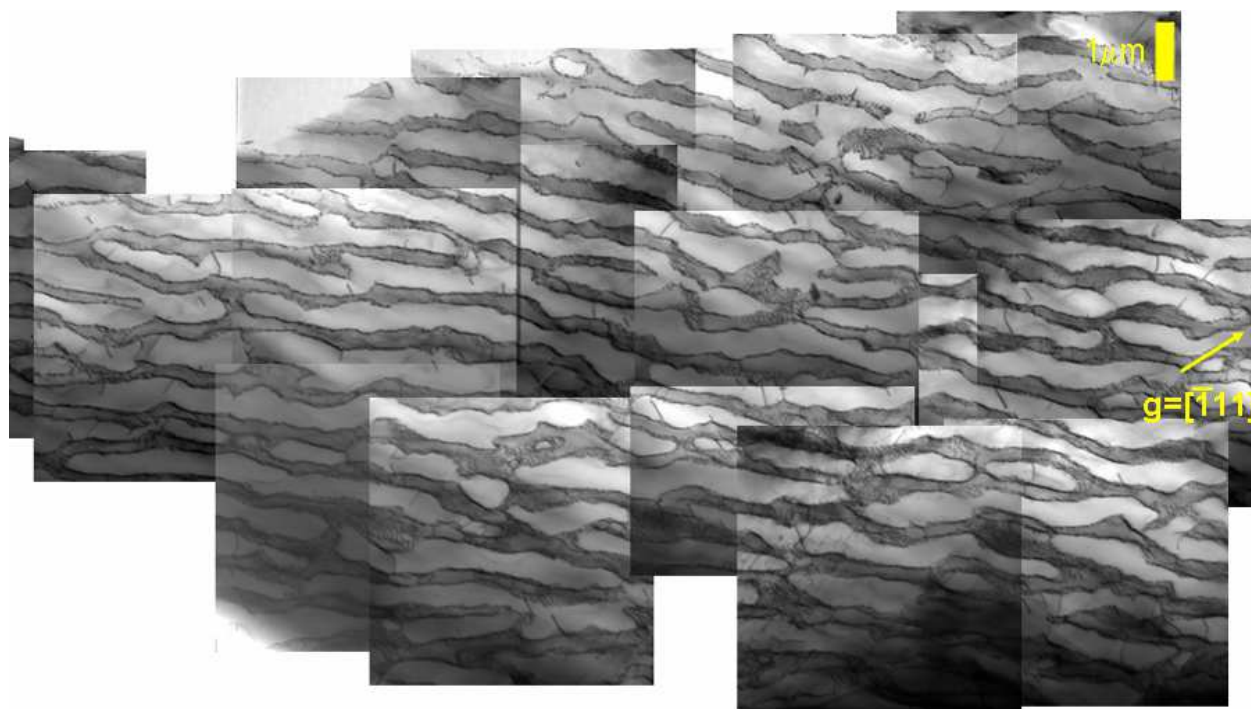


Figure 3.35 : Exemple de vue d'ensemble utilisé pour mesurer les densités de dislocations pour l'essai de fluage 4N2.

### 3- Synthèse des résultats expérimentaux

#### 3.1- Fiabilisation des mesures de températures via les fractions volumiques déduites *in situ* et *post mortem*

Les thermocouples utilisés ne donnent qu'une indication de la température : ils ne sont pas soudés à l'échantillon pour ne pas perturber les mesures synchrotron. Les deux thermocouples placés sur les mors sont simplement ligaturés et le dernier thermocouple est positionné le plus proche possible du centre de l'éprouvette, sans toutefois y être en contact (chapitre 2). C'est pourquoi il est nécessaire de fiabiliser les mesures de température à partir des fractions volumiques déduites *in situ* et *post mortem*.

Comme pour l'éprouvette 5A1, trois mesures ont été effectuées pour obtenir la fraction volumique par diffraction de rayons X,  $f_{DRX}$ . L'écart entre chaque mesure ne dépasse pas 1% quel que soit l'échantillon. L'analyse d'image à partir des clichés MEB, présentée au chapitre 2, permet d'obtenir une mesure des fractions volumiques dans chaque échantillon,  $f_{MEB}$  (Tableau 3.6).

**Tableau 3.6 : Comparaison des fractions volumiques obtenues par diffraction en rayonnement haute énergie et au MEB dans les zones dendritiques et interdendritiques et l'ensemble des éprouvettes.**

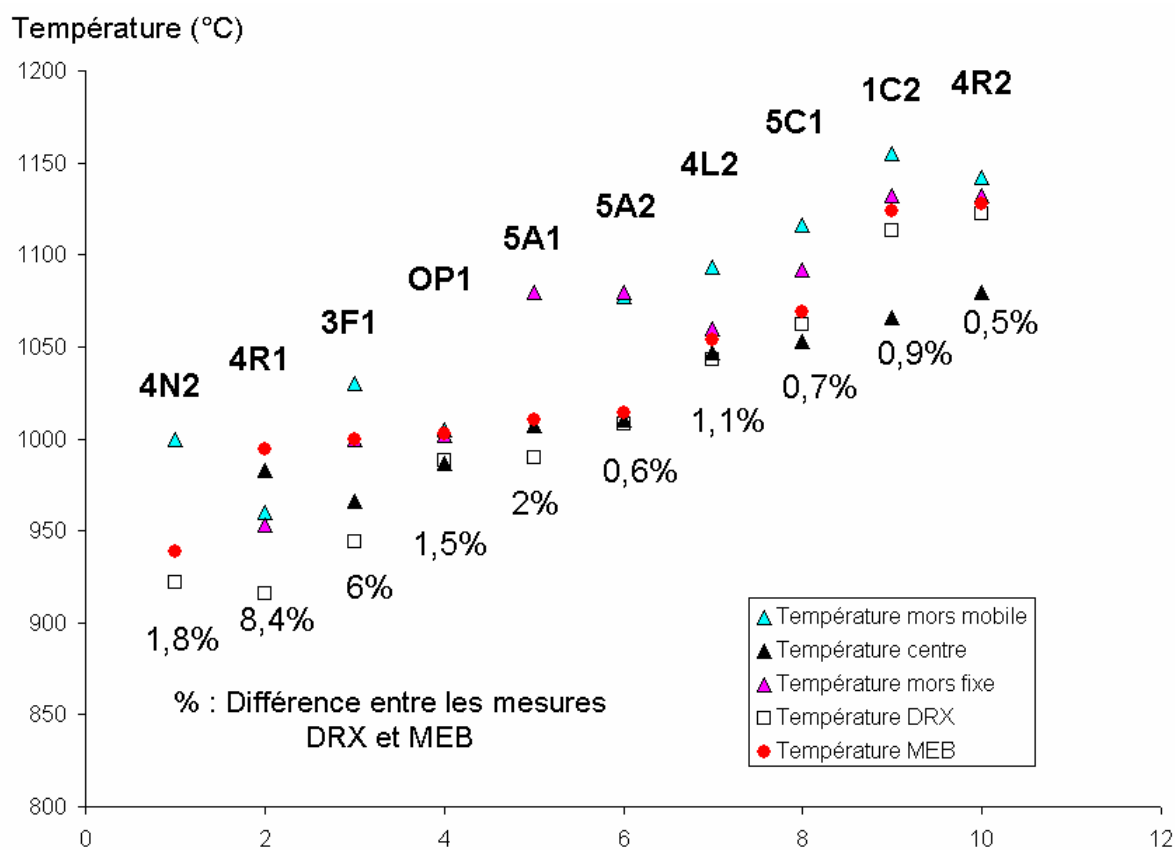
Code éprouvette	4N2	4R1	3F1	OP1	5A1	5A2	4L2	5C1	1C2	4R2
$f_{DRX}$ (%)	66	66,5	64	60,5	60	58	54	52	45,5	44
$f_D$ MEB: zone dendritique (%)	64,5	58,7	59,2	58,3	57,3	57,4	50,8	49,4	41,6	40,9
$f_{ID}$ MEB : zone interdendritique (%)	64,7	60,2	58,6	58,6	58	57,2	55,5	53,2	46,0	45
$f_{MEB}$ : moyenne de $f_D$ et $f_{ID}$ (%)	64,6	59,5	58,9	58,5	57,7	57,3	53,1	51,3	43,8	43

La détermination de la fraction volumique de la phase  $\gamma'$  par diffraction de rayons X haute énergie donne des valeurs plus élevées que celle obtenues par analyse d'image. Cette constatation avait également été effectuée par Diologent [1].

Il est possible de déduire la température réelle des essais, en fonction de la fraction volumique de la phase  $\gamma'$ , en se rapportant aux résultats obtenus sur le même alliage donnés par Diologent [1]. Les mesures de taux de phase  $\gamma'$  de Diologent ont par ailleurs été confirmées dans le cadre de la thèse de Riallant [19]. La précision d'une telle mesure repose essentiellement sur l'incertitude de mesure liée à l'analyse d'image, incertitude de  $\pm 1$  point sur les structures coalescées, soit environ  $\pm 5^\circ\text{C}$ . Les températures estimées et mesurées sont présentées au tableau 3.7 et synthétisées Figure 3.36.

**Tableau 3.7 : Tableau récapitulatif des températures déduites à partir des fractions volumiques obtenues par DRX et au MEB et des températures mesurées par les thermocouples**

Code éprouvette	4N2	4R1	3F1	OP1	5A1	5A2	4L2	5C1	1C2	4R2
Température déduite de la f DRX (°C)	922	916	944	988	990	1008	1043	1062	1113	1122
Température déduite de f MEB (°C)	939	1000	994	1003	1010	1014	1054	1069	1124	1128
Température mors mobile (°C)	1000	960	1030	1005	1080	1077	1093	1116	1155	1142
Température centre (°C)	X	983	966	987	1007	1010	1047	1053	1066	1080
Température fixe (°C)	X	953	1000	1002	1080	1080	1060	1092	1132	1132
Température visée (°C)	1000	980	990	1000	1080	1080	1080	1100	1140	1140

**Figure 3.36 : Températures obtenues par différentes méthodes au cours des essais isothermes : thermocouples, par mesure des fractions de phases en diffraction de rayons-X *in situ*, et l'analyse d'image MEB ; la différence relative entre les valeurs obtenues par DRX et au MEB est reportée (%).**

L'écart de température entre les deux méthodes peut être dû à l'imprécision des ajustements des spectres de diffraction et/ou de la méthode d'analyse d'image au MEB. Mise à part les éprouvettes 4R1 et 3F1 où cet écart de température entre la diffraction X et l'analyse d'image est compris entre 5 et 10 %, il reste inférieur à 2% pour les autres essais, permettant ainsi de fiabiliser les mesures de température. Dans la suite, la valeur moyenne des températures obtenues par les deux méthodes est utilisée pour classer les essais par ordre croissant de température.

### 3.2- Evolution des tailles de radeaux et couloirs

La morphologie de la microstructure évolue avec la température et dépend de leur localisation (zones dendritiques ou interdendritiques). Les distributions des tailles de radeaux et couloirs ainsi que le tableau récapitulatif des valeurs caractéristiques à celles-ci sont données en annexes A2.

#### ➤ Evolution globale de la morphologie des radeaux en fonction des températures de chaque essai

Une légère évolution est visible Figure 3.37 : les longueurs mesurées des radeaux sont plus élevées aux plus basses températures dans les éprouvettes allant de 4N2 à 5A2 pour des températures d'essais comprises entre environ 930°C et 1010°C respectivement. La longueur moyenne de radeaux diminue avec la température d'essai à partir de l'éprouvette 4L2 traitée à 1060°C.

La largeur moyenne de radeaux (Figure 3.38) évolue peu avec la température.

En revanche, l'évolution de la largeur moyenne de couloirs (Figure 3.39) est plus nette. Les couloirs de matrice s'élargissent avec la température, particulièrement pour l'éprouvette 4R2, avec l'augmentation de la fraction volumique de matrice.

#### ➤ Dendrites et espaces interdendritiques

De manière générale, les espaces interdendritiques ont des radeaux plus longs (Figure 3.37) et plus larges (Figure 3.38) que les bras primaires de dendrites, sauf pour deux éprouvettes 4N2 et OP1 où la différence est faible. L'observation est cohérente avec le fait que ces zones interdendritiques se solidifient après les dendrites et que la fraction volumique de  $\gamma'$  y est donc plus élevée (Tableau 3.6).

Pour la largeur moyenne de couloirs (Figure 3.39), la différence entre dendrites et interdendrites n'est pas très marquée sauf à très haute température pour 1C2 (~1120°C) et 4R2 (~1125°C), échantillons pour lesquels les couloirs sont plus minces dans les espaces interdendritiques. Cette observation va dans le même sens que la remarque faite pour les tailles de radeaux.

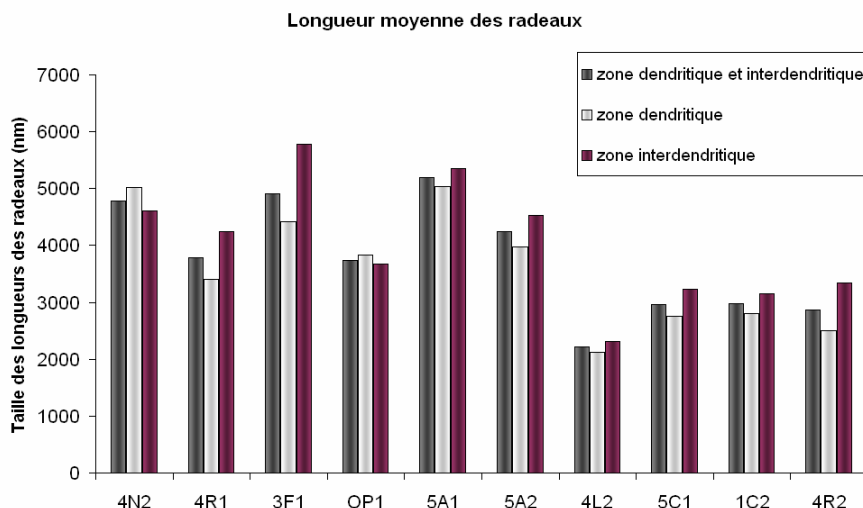
#### ➤ Bilan

Une élévation de la température d'essai influe majoritairement sur la morphologie en diminuant la longueur moyenne des radeaux et en augmentant la largeur de couloirs. La largeur moyenne de radeaux quant à elle reste quasiment constante avec la température.

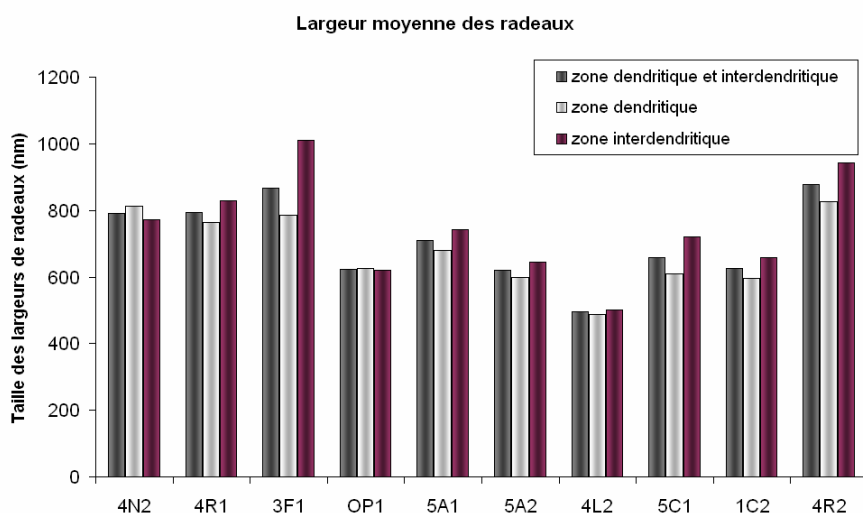
Lorsque les radeaux  $\gamma'$  se dissolvent dans la phase  $\gamma$ , l'épaisseur des radeaux semble peu affectée et ce sont les extrémités qui doivent essentiellement se dissoudre et faire augmenter la fraction de la phase  $\gamma$  (Figure 3.40). La densité de dislocation aux interfaces étant plus élevée aux extrémités des radeaux [20], la dissolution de la phase  $\gamma'$  peut s'effectuer préférentiellement aux extrémités lors d'une augmentation de la température, phénomène dont la cinétique est plus rapide que celle d'élongation des particules sur des durées d'essais comme ceux présentés dans cette étude (typiquement, une vingtaine d'heures au maximum) [21].

Avec la température, la largeur des couloirs augmente et le libre parcours moyen de diffusion devient plus grand et ralentit la mise en radeaux (de manière apparente et en raison de la dissolution) [20].

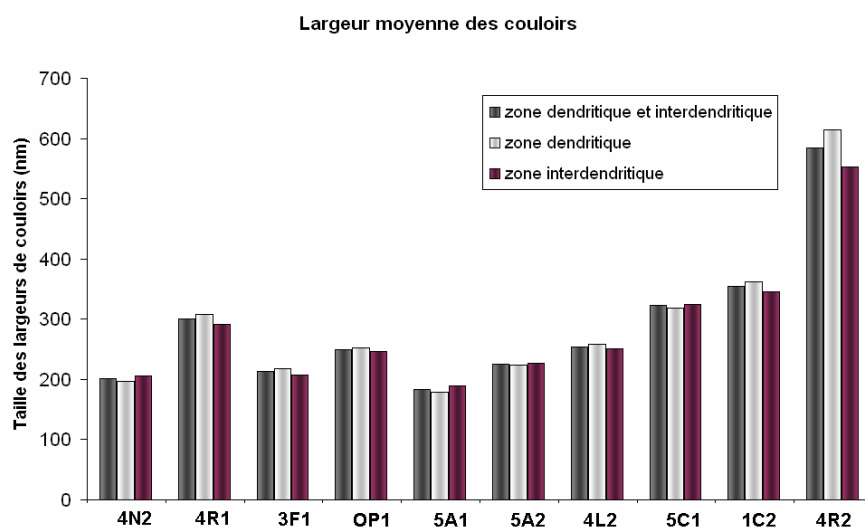
Les dendrites et interdendrites ont un impact secondaire sur la forme des radeaux. Les valeurs de longueur et largeur moyennes de radeaux sont généralement plus élevées et inversement les couloirs sont légèrement plus étroits dans les espaces interdendritiques. Cette différence qui met en évidence une fraction plus élevée de phase  $\gamma'$  dans les zones interdendritiques est plus visible à haute température (>1060°C). Ces observations coïncident avec celles faites sur les fractions volumiques (Tableau 3.6) qui sont plus élevées dans les zones interdendritiques plus particulièrement à haute température (>1060°C).



**Figure 3.37 : Histogramme des longueurs moyennes de radeaux dans les zones dendritiques et interdendritiques et dans chacune de ces zones pour l'ensemble des essais classés par température d'essai croissante.**



**Figure 3.38 : Histogramme des largeurs moyennes de radeaux dans les zones dendritiques et interdendritiques et dans chacune de ces zones pour l'ensemble des essais des essais classés par température d'essai croissante.**



**Figure 3.39 : Histogramme des largeurs moyennes de couloirs dans les zones dendritiques et interdendritiques et dans chacune de ces zones pour l'ensemble des essais classés par température d'essai croissante.**

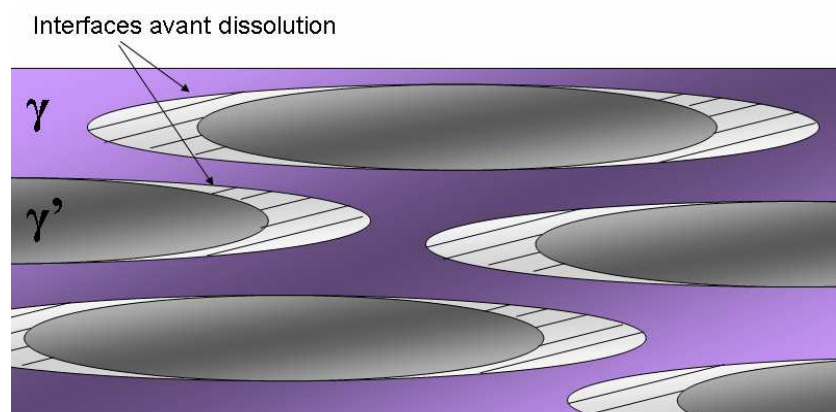


Figure 3.40 : Schéma de la dissolution des radeaux  $\gamma'$  à haute température engendrant une diminution de la longueur des radeaux et un élargissement des couloirs sans influence sur largeur des radeaux.

### 3.3- Connexité

Tableau 3.8 : Connexité comparée aux valeurs de fraction volumique pour chaque essai

Code éprouvette	4N2	4R1	3F1	OP1	5A1	5A2	4L2	5C1	1C2	4R2
f MEB(%)	64,6	59,5	58,9	58,5	57,7	57,3	53,1	51,3	43,8	43
Na ( $\gamma'$ ) ( $\mu\text{m}^{-2}$ )	0,056	0,073	0,037	0,037	-0,094	-0,062	0,292	X	0,257	0,144

Une inversion de connexité (Na négatif en fin d'essai) est observée pour les échantillons 5A1 et 5A2, échantillons sollicités à des températures voisines de 1000°C. La connexité est très proche de 0 pour les échantillons 4N2, 4R1, 3F1 et OP1, eux aussi sollicités dans le domaine de basses températures. Il est probable que, pour ces quatre derniers échantillons, le trajet de chargement n'ait pas été assez long aux températures les plus basses pour conduire à une inversion topologique marquée de phase. Cette inversion n'intervient pas à haute température (4L2, 1C2, 4R2), où la fraction de phase  $\gamma'$  n'est plus assez élevée car proche ou inférieure à 50%, conformément aux observations de Caron [22]. L'inversion topologique nécessite une fraction de phase et une cinétique d'évolution de la microstructure suffisamment élevées, ce qui peut expliquer qu'elle se produise aux températures intermédiaires.

### 3.4- Modules d'Young

Pour déterminer les modules d'Young de l'ensemble du matériau, de la phase  $\gamma$  et de la phase  $\gamma'$  à partir des formules (39) et (40), il faut au préalable déterminer le facteur de pondération  $\chi$ . Une première série de valeur appelée «  $\chi$  brut » est ainsi obtenue (Tableau 3.9) en appliquant la formule (38) sur les mesures expérimentales et en ajustant les courbes par la méthode des moindres carrés, comme pour l'éprouvette 4N2 précédemment. Le paramètre  $\chi$  varie avec la température et est approché par une décroissance linéaire. La valeur approchée est notée «  $\chi$  linéaire » dans le Tableau 3.9 et est celle utilisée pour le calcul des modules. La détermination de  $\chi$  introduit une erreur sur les valeurs des modules d'Young, E et E', de  $\pm 15\%$ , reportée par des barres d'erreur sur la Figure 3.41.

Tableau 3.9 : Récapitulatif des valeurs de  $\chi$ , des modules d'Young moyens, dans les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  en fonction de la température et la fraction volumique.

Code éprouvette	4N2	4R1	3F1	OP1	5A1	5A2	4L2	5C1	1C2	4R2
T (°C)	931	955	972	996	1000	1011	1049	1066	1119	1125
f moyen (in situ/MEB)	0,65	0,63	0,62	0,59	0,59	0,58	0,54	0,52	0,45	0,44
$\chi$ brut	0,75	0,65	0,6	0,7	0,7	0,68	0,6	0,66	0,6	0,5
$\chi$ linéaire	0,71	0,70	0,68	0,66	0,66	0,65	0,62	0,61	0,57	0,56
Pente $-v/E_{moy}$ ( $10^{-3} \text{ GPa}^{-1}$ )	-4,87	-5,26	-5,65	-5,73	-5,60	-5,75	-6,44	-6,66	-7,13	-6,87
$E_{moy}$ (GPa)	86	80	74	73	75	73	65	63	59	61
E (GPa)	70	66	62	60	62	61	54	51	46	48
E' (GPa)	95	88	82	82	84	82	75	74	74	78

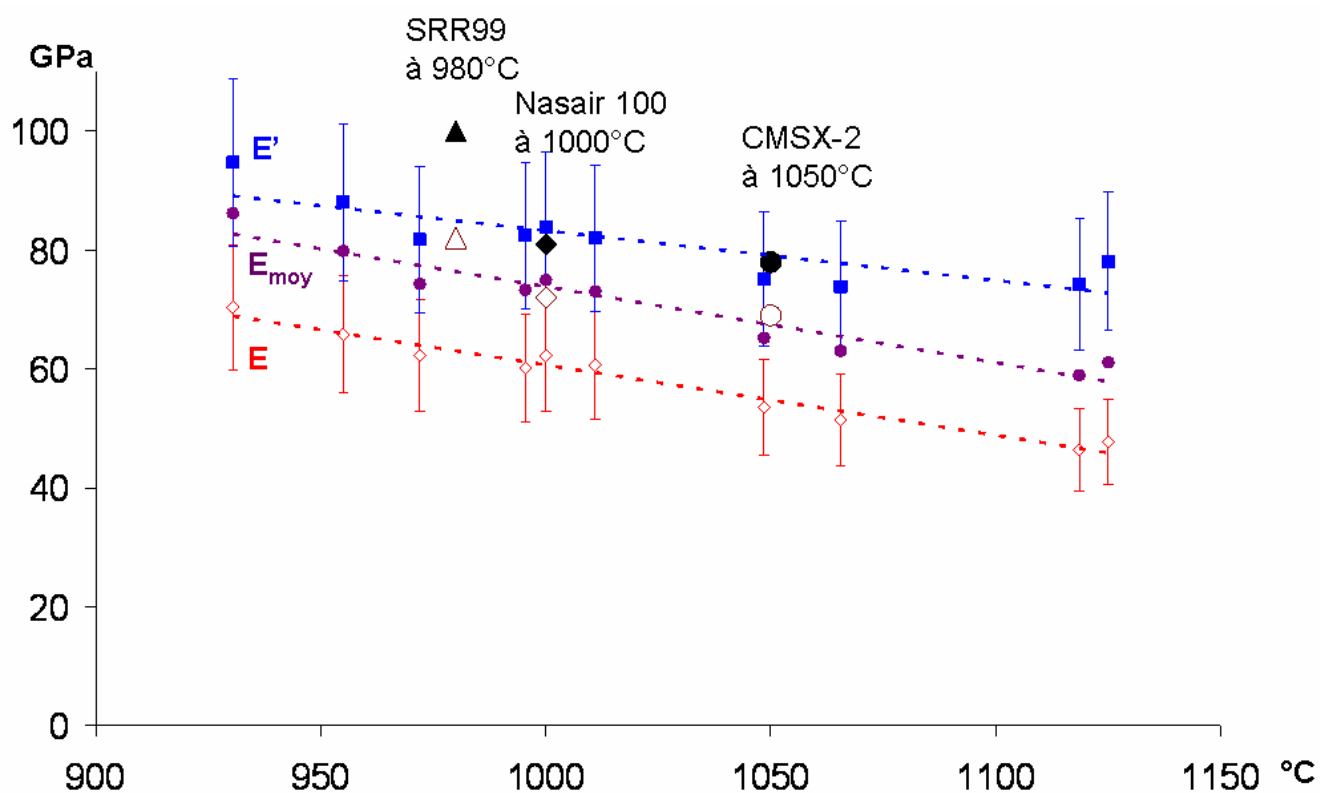


Figure 3.41 : Evolution des modules d'Young moyens,  $E_{moy}$  (disques violets), de la phase  $\gamma$ ,  $E$  (losanges rouges creux), et de la phase  $\gamma'$ ,  $E'$  (carrés bleus), en fonction de la température de l'essai. Les modules d'Young obtenus pour SRR99 à 980°C [23] (triangles), Nasair 100 à 1000°C [24] (losanges) et CMSX-2 [25] (cercles) ont été ajoutés pour comparaison. Les valeurs de ce dernier sont des valeurs extrapolées à partir de mesures réalisées entre 20°C et 800°C ; les symboles pleins correspondent à la phase  $\gamma'$  et les creux à la phase  $\gamma$ .

Entre 920°C et 1130°C, le module d'Young moyen de l'AM1 décroît de 86 GPa à 60 GPa, phénomène également observé dans SRR99 par Mughrabi *et al.*[26]. La Figure 3.41 montre que les valeurs du module d'Young de la phase  $\gamma'$  sont supérieures à celles du module d'Young moyen, elles-mêmes supérieures à celles de la phase  $\gamma$ , quelle que soit la température. Cette tendance se retrouve pour les alliages SRR99 à 980°C [23], Nasair 100 à 1000°C [24] et CMSX-2 à 1050°C [25], dont les valeurs sont reportées Figure 3.41. Le module d'Young de la phase  $\gamma'$  obtenue pour l'AM1 est assez proche de

celui des alliages Nasair 100 à 1000°C et CMSX-2 à 1050°C et l'écart entre le module d'Young de la phase  $\gamma$  et la phase  $\gamma'$  correspondrait plus à l'écart observé pour l'alliage SRR99.

### 3.5- Comparaison des valeurs du désaccord paramétrique *in situ* et *post mortem*

Des clichés au MEB ont été réalisés sur des coupes transversales proches de la zone observée au rayonnement synchrotron. L'analyse a été réalisée sur quatre échantillons (Figure 3.42).

Les distributions de tailles de réseaux de dislocations (tracée à partir d'au moins 200 cellules dans chaque éprouvette) n'étant pas symétriques autour de la valeur moyenne, il a été choisi de la modéliser par une loi log-Normale (69) qui est plus appropriée qu'une gaussienne pour décrire les populations mesurées. L'ajustement est réalisé Figure 3.43 et l'ensemble des résultats (zones dendritique et interdendritique) est détaillé en annexes A3.2.

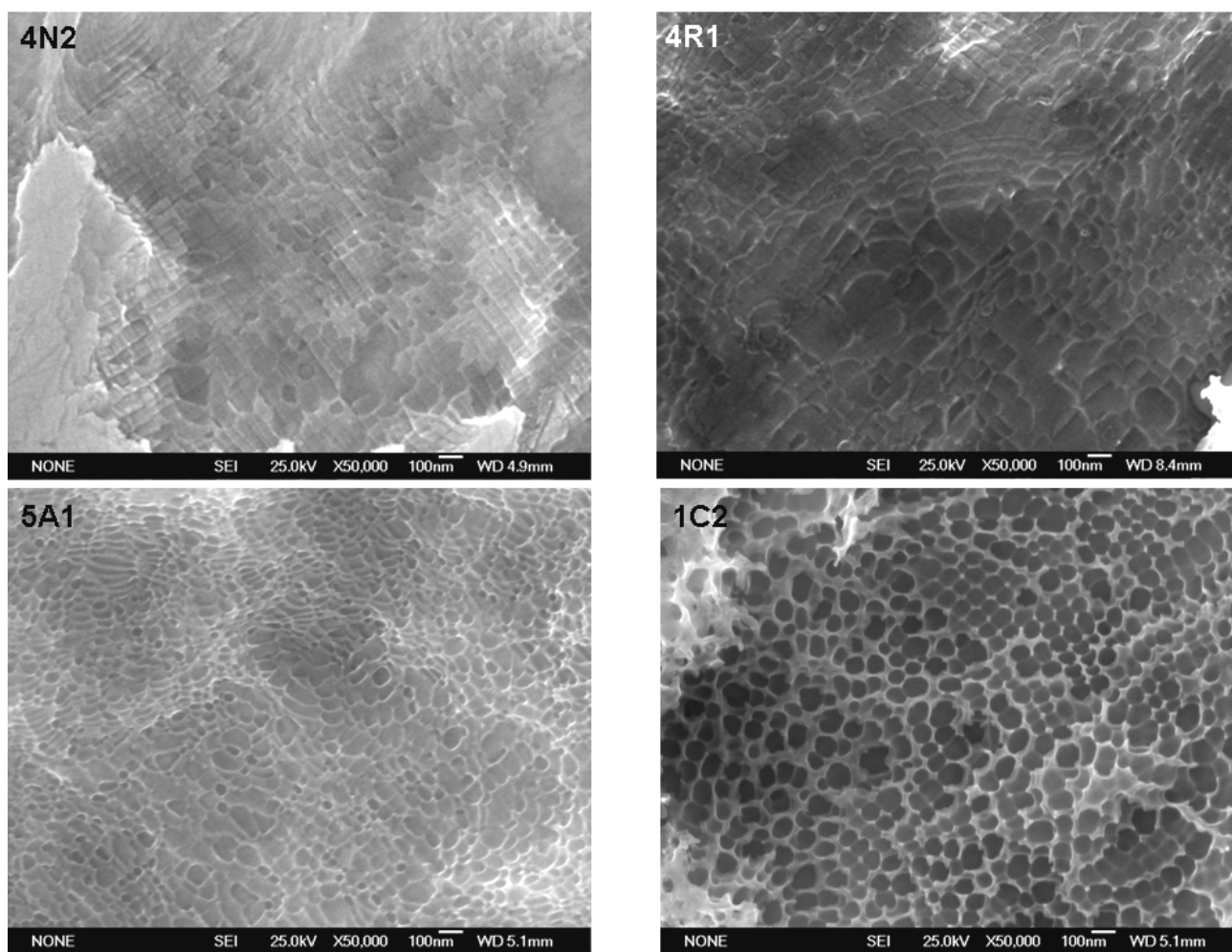


Figure 3.42 : Exemples de coupes transversales observées au MEB montrant les réseaux d'interface  $\gamma/\gamma'$  pour quatre éprouvettes 4N2, 4R1, 5A1 et 1C2.



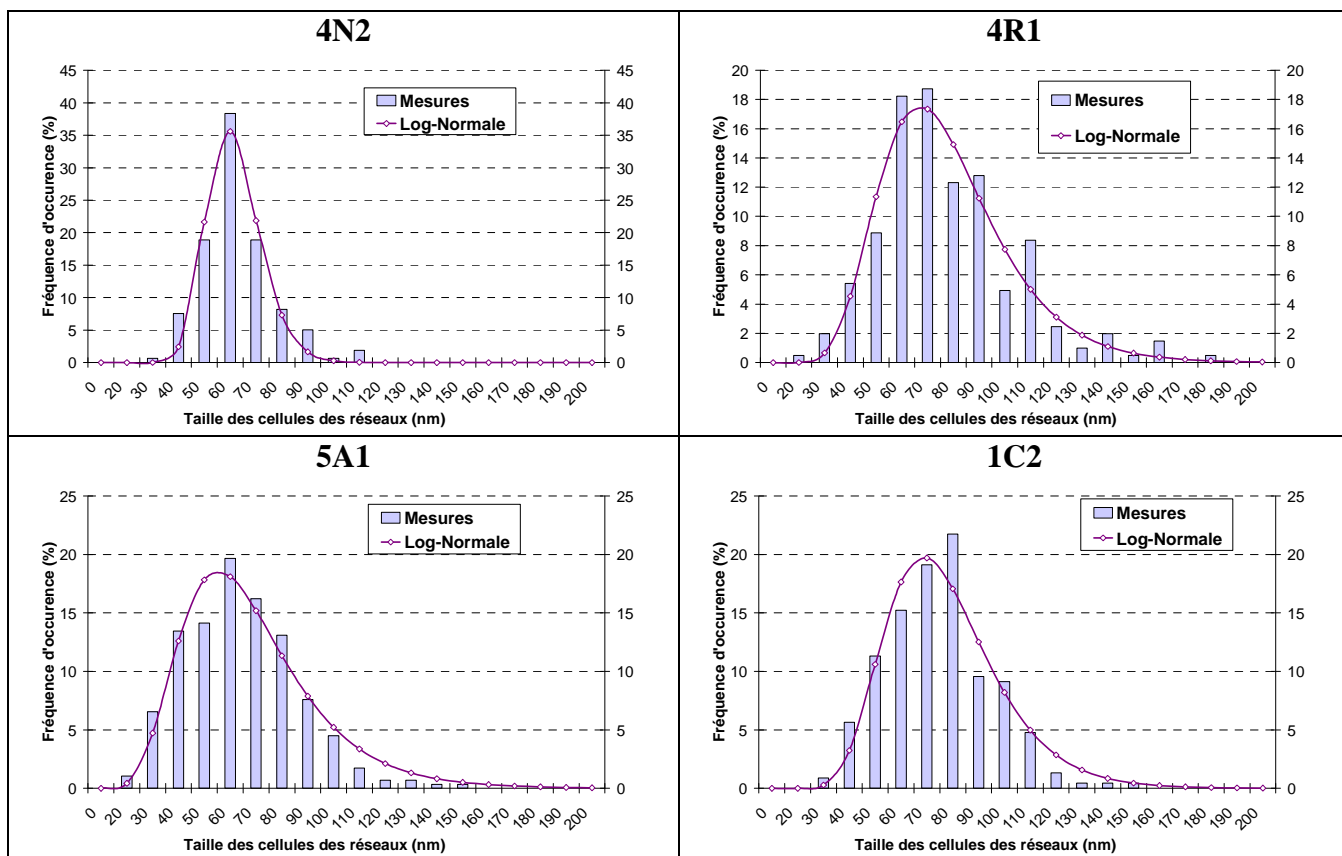


Figure 3.43 : Distribution des tailles de réseaux pour les éprouvettes 4N2, 4R1, 5A1 et 1C2 avec la courbe identifiée avec Origin par une fonction en log—normale

Tableau 3.10 : Valeurs caractéristiques des distributions de tailles de réseaux ajustées par la fonction log-normale (69)

Code éprouvette + zone	4N2			4R1			5A1			1C2		
	D	ID	D+ID	D	ID	D+ID	D	ID	D+ID	D	ID	D+ID
$B$	38,8	37,1	35,7	X	X	17,5	19,7	18,4	18,5	20,8	18,8	19,8
$d_m$ (nm)	56,95	63,25	59,21	X	X	67,0	60,4	50,61	55,4	69,28	67,5	68,6
$\omega$	0,15	0,15	0,17	X	X	0,31	0,32	0,41	0,37	0,27	0,30	0,28

La distribution des distances entre les dislocations d’interface est moins étalée pour l’éprouvette 4N2 (Figure 3.33), effet qui se traduit quantitativement par une valeur du paramètre  $\omega$  environ deux fois plus faible pour 4N2 que pour les autres éprouvettes (Tableau 3.10). L’échantillon 4N2 a été peu sollicité mécaniquement : il n’a subi qu’une déformation plastique globale de 0,5% lors de l’essai *in situ* et il a été déchargé avant refroidissement, ce qui a permis de relaxer les réseaux d’interface. Ces raisons peuvent expliquer une certaine homogénéité des réseaux d’interface de l’échantillon 4N2 par rapport aux réseaux des éprouvettes 4R1, 5A1 et 1C2 plus hétérogènes.

Les dislocations aux interfaces, issues du glissement dans  $\gamma$ , se combinent pour former des dislocations coin dirigées selon  $[1\bar{1}0]$  et de vecteur de Burgers  $a/2[110]$ , par exemple. Les mêmes conditions d’extinction que pour 4N2 (Figure 3.31) ont été obtenues sur 5A2 et 1C2 (Annexes A3.1) ce qui est cohérent avec ce résultat. Les valeurs de désaccord paramétrique obtenues *post mortem* donc avec la loi de Brooks peuvent être confrontées avec celles déterminées *in situ*. En effet, le refroidissement à la fin de l’essai est suffisamment rapide pour figer la microstructure. La dernière valeur du désaccord paramétrique obtenue peut alors être mise en parallèle avec celle mesurée par microscopie électronique.

Pour les valeurs du désaccord paramétrique déduites pour les éprouvettes 4R1, 5A1, 1C2 les résultats obtenus entre DRX *in situ* et à partir des tailles de cellules de réseaux de dislocations d’interfaces au MEB et au MET sont cohérentes, avec une différence de quelques pourcents (Tableau 3.11).

Pour 4N2, la plus grande différence observée entre la valeur au MEB et DRX peut être due au fait que la zone étudiée au MEB était plus éloignée du centre de l'éprouvette, située dans une zone plus froide. D'après l'analyse d'image, l'inversion topologique  $\gamma$  est plus prononcée qu'au centre, phénomène qui pourrait expliquer une valeur algébrique du désaccord paramétrique plus faible (-0,43) et plus éloignée au MEB, qu'en observation *in situ* en DRX. (-0,32). La valeur (-0,35 tableau 3.11), obtenue au MET sur une lame extraite de la partie centrale, est voisine de celle déterminée par DRX.

**Tableau 3.11 : Comparaison des valeurs de désaccord paramétrique obtenue en diffraction rayon-X haute énergie, DRX, au MEB et au MET**

Code éprouvette	4N2	4R1	5A1	1C2
$\delta_{\perp}$ (%) DRX	-0,32	-0,39	-0,44	-0,40
$\delta_{\perp}$ (%) MEB	-0,43	-0,38	-0,46	-0,37
$\delta_{\perp}$ (%) MET	-0,35	X	X	-0,37

### 3.6- Evolution des densités de dislocations en fonction des essais

Les caractérisations de vecteurs de Burgers dans la phase  $\gamma'$  ont été réalisées dans les éprouvettes 4N2, 5A1, 5A2, 5C1 et 1C2 (Annexes A4.1) et montrent que les dislocations sont majoritairement de type  $a' < 100 \rangle$ . Les mesures de densité de dislocations réalisées avec la méthode présentée précédemment (Annexes A4.2) sont consignées dans le Tableau 3.12. Les résultats mettent en évidence une nette différence selon que le refroidissement a été effectué en maintenant la contrainte appliquée finale ou non.

**Tableau 3.12 : Estimation des densités de dislocations à partir des images MET**

Code éprouvette	4N2	4R1	3F1	OP1	5A1	5A2	4L2	5C1	1C2	4R2
Température moyenne (°C)	930,5	955	972	996	1000	1011	1049	1066	1119	1125
$\rho$ sans striction ( $10^{12}$ dislo/m <sup>2</sup> )	0,65	1,63	2,3	1,2	2,5	1,2	2,4	X	4	X
$\rho$ striction ( $10^{12}$ dislo/m <sup>2</sup> )	Pas de Striction	PS	PS	PS	10,1	PS	PS	6,5	PS	7
Déchargement avant refroidissement	oui	non	non	oui	non	oui	non	non	non	non

En comparant à températures proches l'éprouvette 4R1 avec 4N2 ou l'éprouvette 3F1 avec OP1 et 5A2, les résultats montrent que la densité de dislocations est divisée par deux. Cette différence pourrait s'expliquer dans 4R1 et 4N2 par la différence de déformation plastique moyenne finale qui est de 0,2% dans 4N2 contre 0,55% dans 4R1.

Cependant, à la fin des essais *in situ*, l'éprouvette 3F1, qui a subi une déformation plastique de 0,6%, présente une densité de dislocations dans la phase  $\gamma'$  deux fois plus importante que les échantillons OP1 et 5A2, alors que ces deux derniers ont été soumis à des déformations plastiques plus élevées, de 1,4% et 2,5% respectivement.

Il semble donc qu'une décharge mécanique à haute température soit à l'origine de la diminution de densité de dislocations dans la phase  $\gamma'$ , par des mécanismes de restaurations par montée, comme souligné par Sarosi *et al.* [16] et Touratier *et al.* [17], pendant que l'augmentation due à la sollicitation est stoppée.

### 3.7- Evolution des largeurs de pics de $\gamma'$ en fonction de celle de $\gamma$

Au paragraphe 1.4.6, lors de mises en charge à des contraintes élevées et de décharges ultérieures, les points ( $W$ ,  $W'$ ) se déplacent sensiblement le long d'une droite. Une synthèse de l'évolution de la largeur via le paramètre  $W'$  des pics de diffraction obtenus *in situ* dans  $\gamma'$  en fonction de celui de  $W$  de  $\gamma$  au cours du stade II de fluage et pour tous les échantillons est présentée. Pour l'ensemble des essais, les paramètres  $W'$  et  $W$  peuvent être liés par une fonction affine Figure 3.44. Les résultats mettent en évidence une augmentation de la pente des courbes avec la température d'essai : sa valeur passe de 1,13 pour 4N2 (essai à 930°C) jusqu'à 2,71 pour 4R2 (essai à 1125°C). La température d'essai n'ayant pas d'effet direct sur la forme des pics, il est possible de trouver un paramètre microstructural qui varie dans le même sens que la pente.

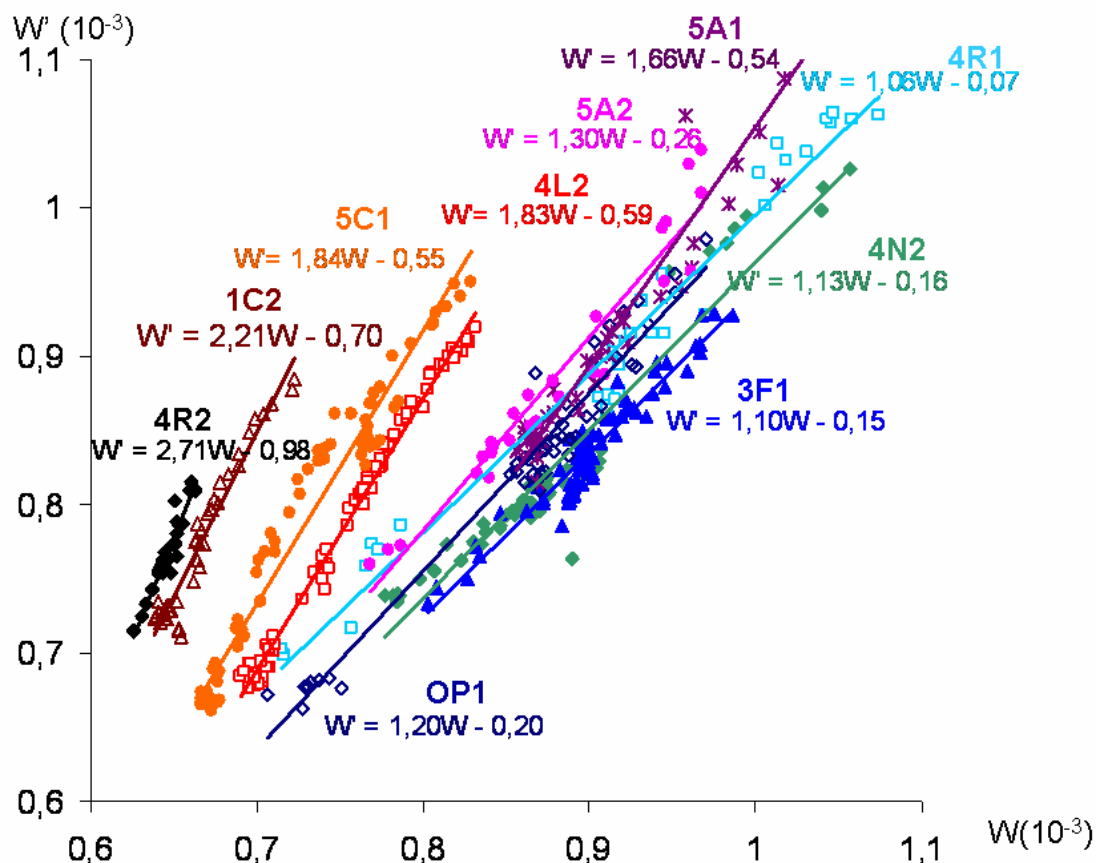


Figure 3.44 : Evolution des largeurs des pics de la phase  $\gamma'$  en fonction de celles de  $\gamma$

Comme le montre la Figure 3.45, le meilleur paramètre microstructural qui ait été trouvé est le rapport  $\frac{(1-f)}{f}$  : plus la température augmente, et plus la fraction volumique de phase  $\gamma'$  diminue, et ce rapport augmente. Toutes les pentes s'alignent le long d'une droite de pente 2,13 qui passe très près de l'origine (0 ; 0). Cette question sera abordée au chapitre 4.

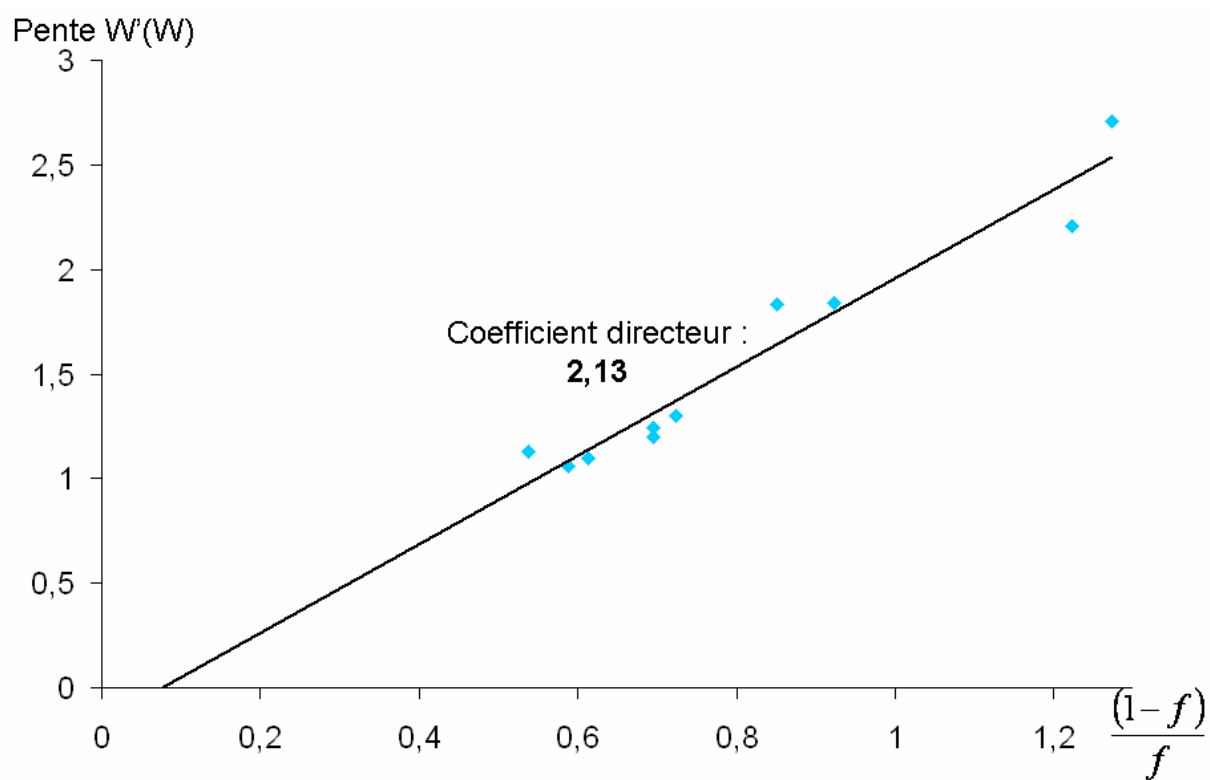


Figure 3.45 : Evolution de la pente des droites  $W'(W)$  en fonction de  $\frac{1-f}{f}$

### 3.8- Récapitulatif des données *in situ* et *post mortem*

Le Tableau 3.13 récapitule l'ensemble des résultats obtenus au cours de cette étude.

**Tableau 3.13 : Ensemble des paramètres caractéristiques obtenus pour chaque essai.**

Code éprouvette	4N2	4R1	3F1	OP1	5A1	5A2	4L2	5C1	1C2	4R2
f moyen (%)	65	63	62	59	59	58	54	52	45	44
Température moyenne déduite (°C)	931	955	972	996	1000	1011	1049	1066	1119	1125
Longueur moyenne des radeaux (nm)	4791	3781	4911	3743	5192	4242	2214	2963	2971	2868
Largeur moyenne des radeaux (nm)	790	793	866	623	710	621	495	658	625	877
Largeur moyenne des couloirs (nm)	201	300	213	250	183	225	254	323	355	585
Pseudo-période (nm)	992	1093	1079	872	893	846	749	981	979	1462
E moy (GPa)	86	80	74	73	75	73	65	63	59	61
E (GPa)	70	66	62	60	62	61	54	51	46	48
E' (GPa)	95	88	82	82	84	82	75	74	74	78
- $\delta$ (%)	0,215	0,232	0,241	0,256	0,258	0,262	0,278	0,283	0,295	0,296
- $\delta_{\perp final}$ (%)	0,32	0,39	0,36	0,345	0,44	0,34	0,39	0,41	0,40	0,38
$\rho$ interface finale déduite de $\delta_{\perp final}$ ( $10^7$ dislo/m)	1,26	1,54	1,42	1,36	1,73	1,34	1,54	1,61	1,57	1,50
$\rho \gamma'$ hors striction ( $10^{12}$ dislo/m <sup>2</sup> )	0,65	1,63	2,3	1,2	2,5	1,2	2,4	X	4	X
$\rho \gamma'$ avec striction ( $10^{12}$ dislo/m <sup>2</sup> )	Pas de Striction	PdS	PdS	PdS	10,1	PdS	PdS	6,5	PdS	7
Pentes de W'en fonction de W	1,13	1,06	1,10	1,20	1,66	1,30	1,83	1,84	2,21	2,71

## Conclusion

Dix essais isothermes à haute température et contrainte variable ont été réalisés aux synchrotrons sur des échantillons ayant subi un pré-traitement de mise en radeaux, durant lesquels les paramètres de maille des deux phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  ont été mesurés *in situ* perpendiculairement à l'axe de traction [001]. Les données brutes ont été analysées en modélisant la structure en radeaux par un composite constitué de couches successives des deux phases afin d'estimer notamment le désaccord paramétrique perpendiculaire et, dans chaque phase, les déformations élastiques et plastiques, les contraintes, les modules d'Young et les vitesses de déformation plastique. La même procédure d'analyse *post mortem* de la microstructure au MEB et au MET a été appliquée à tous les échantillons, afin de caractériser les dislocations, de mesurer leurs densités et de confronter certaines observations aux essais *in situ*.

Les fractions de phase  $\gamma'$  ont été déduites des aires des pics de diffraction enregistrés *in situ* et mesurées par analyse d'images au MEB. Les écarts entre les deux méthodes sont inférieurs à 2%, excepté pour les échantillons 3F1 et 4R1, qui présentent des écarts de 5 et 10 % respectivement. Ces mesures permettent de fiabiliser la température pour l'ensemble des essais, en utilisant les données de Diologent [27] et ainsi de palier l'imprécision des mesures des thermocouples. La fraction volumique de  $\gamma'$  diminue lorsque la température d'essai augmente, mais l'épaisseur des radeaux varie peu à cause d'une dissolution préférentielle de  $\gamma'$  à leurs extrémités.

La connexité de  $\gamma'$  a été mesurée par analyse d'images au MEB. Une inversion topologique a lieu dans deux échantillons à forte fraction volumique de  $\gamma'$  (>50%) ayant subi des déformations plastiques importantes (2,5% et 5%). Elle se produit aux températures intermédiaires offrant le meilleur compromis entre fraction volumique de  $\gamma'$  et cinétique d'évolution de la microstructure élevée.

Les modules d'Young ont été estimés à différentes températures à partir de l'évolution du désaccord paramétrique perpendiculaire et des déformations élastiques de chaque phase au cours d'un essai. Le module d'Young moyen diminue quand la température augmente, passant de 86 GPa à 920°C à 60 GPa à 1130°C. Les modules d'Young des deux phases varient de manière similaire avec des valeurs respectivement supérieures et inférieures au module d'Young moyen pour  $\gamma'$  et pour  $\gamma$ .

Les densités de dislocations aux interfaces  $\gamma/\gamma'$  ont été mesurées dans 4 échantillons (4N2, 4R1, 5A1 et 1C2) au MEB-FEG à partir des tailles de cellules observées à la surface des radeaux et au MET. Ces mesures, complétées par la caractérisation des dislocations d'interfaces au MET, ont permis d'estimer le désaccord paramétrique perpendiculaire qui a pu être confronté à la mesure *in situ* en fin d'essai. Les résultats sont cohérents pour les quatre échantillons, exceptés pour la valeur obtenue à partir du MEB pour 4N2 qui a subi une inversion topologique. Il est donc possible de généraliser ce résultat et d'estimer les densités de dislocations à partir de la mesure du désaccord paramétrique perpendiculaire par DRX *in situ*.

Les densités finales de dislocations dans la phase  $\gamma'$  ont été mesurées au MET dans les dix échantillons. Elles sont de l'ordre de  $10^{12} \text{ m}^{-2}$  et sont divisées par 2 à températures comparables lorsque l'échantillon a subi une décharge mécanique à haute température en fin d'essai, par des mécanismes de restauration.

Les vecteurs de Burgers des dislocations dans gamma prime ont été identifiés : ils sont majoritairement  $a'[100]$  et  $a'[010]$ , c'est à dire perpendiculaire à l'axe de sollicitation, bien que ces dislocations ne subissent donc aucune force de montée due à la contrainte de traction. Elles ont donc un rôle indirect sur les déformations dans la direction de traction, ou bien elles sont activées par les contraintes transverses de cohérence dues aux désaccords paramétriques.

A partir des spectres de diffraction, différents paramètres sont utilisables, bien que seule la position moyenne des pics ait été principalement exploitée jusqu'à présent. La largeur des pics est reliée aux densités de dislocations. L'étude de leur évolution pour chaque phase montre que les paramètres  $W$  et  $W'$  évoluent dans le même sens selon une relation affine pour chaque essai. La pente des droites  $W'(W)$  augmente avec la température d'essai et est sensiblement égale au double de  $(1-f)/f$ .

## Bibliographie Chapitre 3

- [1] F. DIOLOGENT, P. CARON, T. d' ALMEIDA, A. JACQUES, et P. BASTIE, « The  $\gamma/\gamma'$  mismatch in Ni based superalloys : in situ measurements during a creep test », *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, vol. 200, p. 346-351, 2003.
- [2] S. NEUMEIER, J. ANG, R. A. HOBBS, C. M. F. RAE, et H. J. STONE, « Lattice misfit of high refractory ruthenium containing nickel-base superalloys », *Advanced Materials Research*, vol. 278, 2011.
- [3] A. JACQUES et P. BASTIE, « The evolution of the lattice parameter mismatch of a nickel-based superalloy during a high-temperature creep test », *Phil. Mag.*, vol. 83, n° 26, p. 3005-3027, 2003.
- [4] T. M. POLLOCK et A. S. ARGON, « Directional coarsening in nickel-base single crystals with high volume fractions of coherent precipitates », *Acta Metall. Mater*, vol. 42, n° 6, p. 1859-1874, 1994.
- [5] D. BELLET, Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier, Grenoble I, 1990.
- [6] A. BUCHON, S. CHAMBRELAND, et D. BLAVETTE, *Proceedings of Colloque National Superalliage Monocristallin*, Nancy, p. 129-140, 1990.
- [7] A. ROYER, P. BASTIE, et M. VERON, « In situ determination of  $\gamma'$  phase volume fraction and of relations between lattice parameters and precipitate morphology in ni-based single crystal superalloy », *Acta Mater*, vol. 46, n° 15, p. 5357-5368, 1998.
- [8] A. JACQUES, F. DIOLOGENT, et P. BASTIE, « In situ measurement of the lattice parameter mismatch of a nickel-base single-crystalline superalloy under variable stress », *Materials Science and Engineering*, vol. A 387-389, p. 944-949, 2004.
- [9] J. CORMIER, « Comportement en fluage anisotherme à haute et très haute température du superalliage monocristallin MC2 », University of Poitiers, Poitiers, 2006.
- [10] J. CORMIER et G. CAILLETAUD, « Constitutive modeling of the creep behavior of single crystal superalloys under non-isothermal conditions inducing phase transformations », *Materials Science and Engineering*, vol. 527, n° 23, p. 6300-6312, 2010.
- [11] F. TOURATIER, « Etude des mécanismes de déformation et d'endommagement du superalliage à base de nickel MC2 en fluage aux très hautes températures », Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2008.
- [12] D. U. FURRER et H.-J. FECHT, «  $\gamma'$  formation in superalloy U720Li », *Scripta Materialia*, vol. 40, n° 11, p. 1215-1220, 1999.
- [13] T. LINK, A. EPISHIN, M. PAULISCH, et T. MAY, « Topography of semicoherent  $\gamma/\gamma'$ -interfaces in superalloys : Investigation of the formation mechanism », *Materials Science and Engineering*, vol. 528, n° 19-20, p. 6225-6234, 2011.
- [14] A. LASALMONIE et J. L. STRUDEL, « Interfacial dislocation networks around  $\gamma'$  precipitates in nickel-base alloys. », *Philos Mag*, vol. 32, n° 5, p. 937-949, 1975.
- [15] A. DLOUHY, R. SCHAUBLIN, et G. EGGELER, « Transmission electron microscopy contrast simulations of  $\langle 100 \rangle$  superdislocations in the L12 ordered structure », *Scripta Materialia*, vol. 39, n° 9, p. 1325-1332, 1998.
- [16] P. M. SAROSI, R. SRINIVASAN, G. F. EGGELER, M. V. NATHAL, et M. J. MILLS, « Observations of  $a\langle 001 \rangle$  dislocations during the high-temperature creep of Ni-based superalloy single crystals deformed along the [001] orientation », *Acta Mater*, vol. 55, p. 2509-2518, 2007.
- [17] F. TOURATIER, B. VIGUIER, C. SIRET, S. LESTERLIN, et E. ANDRIEU, « Dislocation mechanisms during high temperature creep experiments on MC2 alloy », *Advanced Materials Research*, vol. 278, p. 7-12, 2011.
- [18] B. VIGUIER, F. TOURATIER, et E. ANDRIEU, « High temperature creep of single-crystal nickel-based superalloy, microstructural changes and effects of thermal cycling », *Philosophical Magazine*, 2011.
- [19] F. RIALANT, « Mécanismes d'endommagement des barrières thermiques en conditions représentatives », ENSMA, Futuroscope - Chasseneuil, France, 2013.

- [20] A. EPISHIN, T. LINK, U. BRUCKNER, et P. D. PORTELLA, « Kinetics of the topological inversion of the  $\gamma/\gamma'$  microstructure during creep of a nickel-based superalloy », *Acta Mater*, vol. 49, p. 4017-4023, 2001.
- [21] J. CORMIER, X. MILHET, J.-L. CHAMPION, et J. MENDEZ, « Simulation of very high temperature overheating during isothermal creep of single crystal Ni-base superalloy », *Advanced Engineering Materials*, vol. 10, n<sup>o</sup>. 1-2, p. 56-61, 2008.
- [22] P. CARON, C. RAMUSAT, et F. DIOLOGENT, « Influence of the  $\gamma'$  fraction on the topological inversion during high temperature creep of single crystal superalloys », in *Superalloys 2008*, Seven Springs, Champion, PA, USA, 2008, p. 159-167.
- [23] L. MULLER, U. GLATZEL, et M. FELLER-KNIEPMEIER, « Modelling thermal misfit stresses in Nickel-base superalloys containing high volume fraction of  $\gamma'$  phase », *Acta Metall.*, vol. 40, p. 1321-1327, 1992.
- [24] J. GAYDA et R. A. MACKAY, « Analysis of  $\gamma$  shape changes in a single crystal Ni-Base superalloy », *Scripta Metallurgica*, vol. 23, n<sup>o</sup>. 11, p. 1835-1838, 1989.
- [25] J. F. GANGHOFFER, A. HAZOTTE, S. DENIS, et A. SIMON, « Finite element calculation of internal mismatch stresses in a single crystal nickel base superalloy », *Scripta Metall. Mater.*, vol. 25, n<sup>o</sup>. 11, p. 2491-2496, 1991.
- [26] H. MUGHRABI, H. BIERMANN, et T. UNGAR, « Creep-induced local lattice parameter changes in a monocrystalline nickel-base superalloy », *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 2, n<sup>o</sup>. 4, p. 557-564, 1993.
- [27] F. DIOLOGENT, « Comportement en fluage et en traction de superalliages monocristallins à base de nickel », Thèse de doctorat, Université de Paris Sud, Centre d'Orsay, 2002.



## CHAPITRE 4 : Exploitations des données/ modélisations

<i>Introduction</i>	134
<b>1- Evaluation des incertitudes de mesure</b>	<b>134</b>
1.1 Incertitude sur la température	134
1.2 Incertitude sur la déformation	134
1.3- Incertitude sur la contrainte	136
1.4- Effets de moyenne	136
<b>2- Comportement mécanique des couloirs <math>\gamma</math></b>	<b>136</b>
2.1- Contrainte seuil de déformation	137
2.2- Vitesse de déformation des couloirs lors de sauts de contrainte positifs	140
2.3- Exploitation des sauts de contrainte	142
2.4- Evolution de la densité de dislocations mobiles	143
2.5- Comportement des couloirs à la décharge	146
2.6- Conclusion sur la plasticité des couloirs $\gamma$	147
<b>3- Comportement mécanique des radeaux <math>\gamma'</math></b>	<b>147</b>
3.1- Mécanismes de déformation attendus et contrainte pertinente	147
3.2- Effet de $-\sigma'_{xx}$ sur la vitesse de déformation des radeaux	150
3.3- Effet de la température et de $-\sigma'_{xx}$ sur la vitesse de déformation des radeaux	153
3.4- Effet de la microstructure	154
3.5- Effet d'une décharge sur la vitesse de déformation	156
3.6- Conclusions sur la vitesse de déformation des radeaux	159
<b>4- Densité de dislocations et paramètre <math>W</math></b>	<b>159</b>
4.1- Microstructure, défauts, et forme des pics de diffraction	159
4.2- Simulation de la forme des pics	161
4.3- Variation de $W$ et $W'$ en cours d'essai : corrélation avec la déformation plastique	164
4.4- Conclusion sur la forme des pics	165
<b>5- Remarques sur la déformation plastique des radeaux</b>	<b>166</b>
5.1- Principaux résultats de l'analyse des données expérimentales	166
5.2- Essai d'interprétation des paramètres d'activation	166
5.3- Plasticité limitée par une réaction à l'interface et densité de dislocations	167
<b>Bibliographie du chapitre 4</b>	<b>168</b>

## Introduction

Dans ce chapitre, le « modèle composite » est utilisé pour décrire le comportement mécanique des deux phases, couloirs  $\gamma$  et radeaux  $\gamma'$ , à partir des résultats expérimentaux obtenus précédemment.

On abordera d'abord le comportement des couloirs, puis celui des radeaux. Par la suite, on s'intéressera à la forme des pics, en particulier aux paramètres  $W$  et  $W'$ , qui seront reliés à la microstructure (densités de dislocations) puis au comportement mécanique, avant une courte discussion.

### 1- Evaluation des incertitudes de mesure

A partir des mesures précédentes, nous cherchons à évaluer la vitesse de déformation de chaque phase en fonction des paramètres d'essai, en particulier la contrainte et la température. Ceci implique bien sûr une évaluation des marges d'erreur sur ces données.

Plusieurs sources d'erreur sont à distinguer : les erreurs de mesure classiques (précision d'un capteur de force, d'un thermocouple), les erreurs dans l'évaluation de paramètres d'ajustement tels que  $\chi$  ou  $E_{\text{moy}}$ , et surtout les erreurs systématiques dues à l'écart entre la géométrie théorique de notre système de mesure et la réalité. Parmi ces dernières, on peut citer la position des thermocouples de mesure de température, le gradient de température sur l'échantillon et la position exacte du point de mesure sur la partie utile de celui-ci, et la géométrie de l'échantillon. En effet, sur un échantillon initialement cylindrique, une variation de température et/ou un défaut d'alignement va se traduire par une variation locale de la vitesse de déformation, et une réduction de section qui peut conduire à la striction. Ces dernières erreurs sont potentiellement les plus graves.

#### 1.1 Incertitude sur la température

Comme on l'a vu au III.3.1, la température d'un échantillon est évaluée à partir de la fraction volumique  $f$  de phase  $\gamma'$ . En pratique, on a pris la moyenne des températures évaluées à partir des mesures par DRX et par MEB. Cette technique est relativement précise (de l'ordre de  $5^\circ\text{C}$ ) dans le domaine très haute température ( $1000^\circ\text{C}$  et plus) où  $f$  varie rapidement avec la température, mais moins en dessous de  $1000^\circ\text{C}$ .

#### 1.2 Incertitude sur la déformation

La déformation de l'échantillon est mesurée à partir des indications d'un capteur de déformation situé entre la traverse fixe et la traverse mobile, à l'extérieur du dispositif d'essais mécaniques. Si les indications du capteur sont précises à mieux qu'un micromètre, les variations de longueur de l'ensemble de la chaîne de mesure ne sont pas maîtrisées. Une cause d'erreur difficile à évaluer a priori est la variation de longueur des mors soit à la suite d'une variation de la régulation de température, soit du régime thermique: une augmentation de la force sur l'éprouvette diminue la résistance de contact entre celle-ci et les mors, qui vont se dilater ou se contracter. L'examen des courbes allongement – temps lors d'un essai mettent en évidence dans certains cas des oscillations d'amplitude 5 micromètres crête à crête, sur quelques minutes. L'erreur relative sur la déformation est alors, au pire, de  $2 \cdot 10^{-4}$ , et sur une durée de 1000 s, l'erreur sur la vitesse de déformation est de  $2 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ . En pratique, ces oscillations diminuent d'amplitude pendant l'essai, et il est possible d'en tenir compte pendant l'ajustement des courbes expérimentales: l'incertitude sur les vitesses de déformation est de l'ordre de  $4 \cdot 10^{-8}$  sur une durée de 300 s environ (l'écart entre deux acquisitions de spectres de diffraction). Cette incertitude peut être diminuée si l'on prend en compte des intervalles de temps plus longs, ce qui est le cas aux basses contraintes.

Deux causes d'erreur systématique peuvent être envisagées : une dérive de la longueur de l'échantillon en début d'essai due à la fin de la mise en radeaux ou à une température mal stabilisée, et surtout une inhomogénéité de température ou de contrainte (striction). On peut éviter ces erreurs en

attendant la stabilisation de l'échantillon en début d'essai, et en vérifiant que le diamètre de l'éprouvette reste constant en fin d'essai.

Le profil de température sur une éprouvette peut être déterminé à partir du décalage de l'angle des pics le long de la partie utile et du coefficient de dilatation moyen. Il est parabolique, avec un écart de l'ordre de 40°C entre le centre et les extrémités de la partie utile (Figure 4.1).

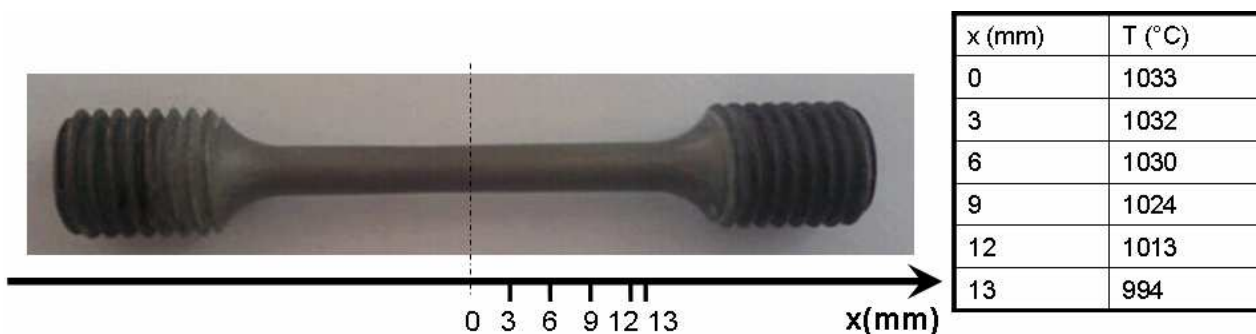


Figure 4.1 : Températures mesurées le long de l'éprouvette

La vitesse de déformation de l'éprouvette varie avec la température. Le profil de vitesse de peut être estimé en supposant que la déformation est thermiquement activée :

$$\dot{\epsilon}_{moy}^p = \alpha \exp\left[\frac{-Q}{RT(x)}\right]$$

R : la constante des gaz parfaits

T(x) : température à l'abscisse x

Q : énergie d'activation (valeur utilisée celle du MC2, 266 kJ/mol [1])

On observe Figure 4.2 que l'écart de vitesse correspondant est du simple au double : la vitesse de déformation au centre calculée à partir de l'allongement de l'éprouvette entière est donc sous estimée de 25 % à 30 % environ. A l'inverse, en cas de striction en dehors de la zone de mesure, la vitesse de déformation sera surestimée.

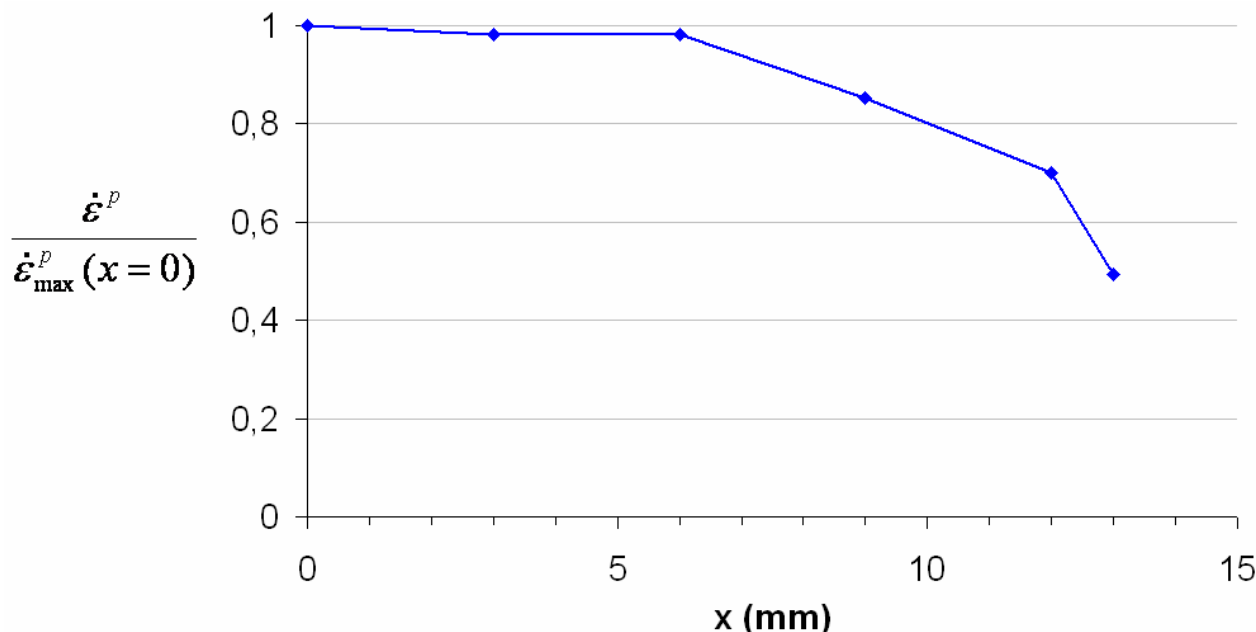


Figure 4.2 : Répartition de la déformation plastique le long de l'éprouvette (suivant la Figure 4.1) calculée à partir d'une loi thermiquement activée

La vitesse de déformation de chaque phase est calculée en tenant compte des variations de  $\delta_{\perp}$ , suivant les expressions 3.61 et 3.62. La précision des mesures de  $\delta_{\perp}$  étant de l'ordre de quelques  $10^{-5}$ , elle

est meilleure que celle sur la longueur totale de l'éprouvette: l'erreur est négligeable vis à vis de la précédente.

En résumé, aux basses vitesses de déformation, l'incertitude absolue sur la vitesse de déformation, mesurée sur une durée de 300s, est de l'ordre de  $2 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ . Quand la vitesse de déformation est très supérieure à cette valeur, l'erreur relative est vraisemblablement de 10 à 20%.

### 1.3- Incertitude sur la contrainte

Le calcul de la contrainte a été décrit au chapitre 3 §1.2.2. Deux termes sont à prendre en compte: la contrainte appliquée  $\sigma_a = \sigma_{zz}$ , et la contrainte  $\sigma_{xx}$  dans le plan des radeaux.

L'incertitude sur la contrainte appliquée résulte de l'incertitude de mesure de la force appliquée – une fraction de Newton- et de l'incertitude sur la section de l'éprouvette. Elle est donc très faible (de l'ordre d'1%), sauf en cas de striction de l'éprouvette.

L'incertitude sur  $\sigma_{xx}$  est plus délicate à évaluer.  $\sigma_{xx}$ , définie en (3.28) et (3.33) est le produit d'un module équivalent par l'écart entre le désaccord paramétrique naturel  $\delta$  et sa valeur dans le plan des radeaux  $\delta_{\perp}$ . (Le terme en  $1/E'-1/E$  peut être négligé.) Une évaluation raisonnable de l'erreur paraît être:

$$\Delta\sigma'_{xx} = \Delta\left(\frac{(1-\nu)E'}{(1-\nu)}\left[(\delta_{\perp} - \delta) + \left(\frac{1}{E'} - \frac{1}{E}\right)\nu\sigma_a\right]\right) \approx E_{moy} \cdot \Delta(\delta) + (\delta_{\perp} - \delta) \cdot \Delta E'$$

L'erreur sur  $\delta$  est essentiellement due à l'erreur sur la température. Celle ci est liée, on l'a vu au 1.1, à l'erreur de mesure de  $f$ . En admettant une erreur de  $10^{\circ}\text{C}$  et une variation de  $\delta$  de  $5 \cdot 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ , et un module moyen de 70 GPa, le premier terme est de l'ordre de 4 MPa. Ce décalage sera systématique pour tout l'essai. L'écart entre les valeurs calculées de  $E$  et  $E'$  (table 1.13) et les valeurs calculées par une approximation linéaire en fonction de la température ( $^{\circ}\text{C}$ ) est au maximum de 2 ou 3 GPa, soit de 2 à 3% de  $E$  ou  $E'$ . Le second terme de l'expression, proportionnel à  $(\delta_{\perp} - \delta)$ , donc égal sera égal à 2 ou 3% de  $\sigma_{xx}$ .

Au total, l'erreur sur la contrainte  $\sigma_{xx}$  sera de  $\pm 4$  MPa pour  $\sigma_{xx} = 0$  MPa, et de 6 MPa pour  $\sigma_{xx} = 50$  MPa.

### 1.4- Effets de moyenne

Dans le présent chapitre, la contrainte est calculée à l'instant d'une mesure, et la déformation entre deux mesures successives. Ceci ne perturbe pas les résultats tant que la contrainte et la vitesse de déformation ne varient pas trop vite avec le temps, mais peut être dangereux à la suite d'un saut de contrainte : on verra par exemple apparaître un point où la vitesse est très élevée pour la contrainte calculée.

Dans de tels cas, on peut donner la vitesse de déformation d'une phase en fonction de la contrainte prise comme moyenne arithmétique entre les contraintes de début et de fin. Dans le cas d'une dépendance exponentielle, et d'une variation de la contrainte de plusieurs dizaines de MPa (quatre ou cinq points dans nos mesures), la contrainte pourra être prise comme une moyenne pondérée de ces deux contraintes, avec des coefficients 1/3, 2/3, voire 1/4 et 3/4.

## 2- Comportement mécanique des couloirs $\gamma$

La phase  $\gamma$  est une solution solide désordonnée de structure cubique à faces centrées, dans laquelle se déplacent des dislocations de vecteur de Burgers  $a/2\langle 110 \rangle$ . En raison de la symétrie cubique du système, huit systèmes de glissement devraient être activés de manière équivalente en cas d'orientation

[001] parfaite. Les dislocations de ces différents systèmes, qui pénètrent dans les couloirs, glissent dans les plans {111} et laissent des segments de dislocations bloquées le long de l'intersection de leur plan de glissement et de l'interface  $\gamma/\gamma'$ , c'est à dire sensiblement le long des directions [110] ou  $[1\bar{1}0]$ .

Le champ de contrainte (déformation) de ces segments de dislocations est équivalent à celui d'un mur infini de dislocations : il est constant à grande distance de l'interface (de l'ordre de la distance entre dislocations d'interface), et fluctue au voisinage de celle-ci. Un réarrangement des dislocations d'interface, par exemple une réaction entre deux dislocations pour donner une dislocation  $a/2[110]$  de direction de ligne  $[1\bar{1}0]$ , ne changera pas les contraintes à longue distance, mais les fluctuations de celle-ci au voisinage de l'interface  $\gamma/\gamma'$ . Le tableau 3.11 permet de vérifier que ce mur infini génère un désaccord paramétrique (3.70) :

$$|\delta_{\perp}| = \frac{b}{d} \quad (3.70)$$

où  $b$  est le module du vecteur de Burgers et  
 $d$  la distance moyenne entre dislocations d'interface.

Ce champ vient se superposer (en valeur algébrique) à celui généré par le désaccord paramétrique naturel  $\delta$ . La somme de ces champs de contrainte (déformation) est équivalente à un champ de contrainte (déformation) généré par un mur de dislocations de désaccord paramétrique  $\delta_{\perp} - \delta$ , ou un désaccord paramétrique (fictif)  $-\delta_{\perp} + \delta$ . Ce champ tend à s'opposer à l'entrée de nouvelles dislocations sous l'action de la contrainte appliquée. La contrainte pertinente est donc la contrainte de Von Mises  $\sigma_a - \sigma_{xx}$ .

## 2.1- Contrainte seuil de déformation

Lors de la mise en charge par paliers d'une éprouvette, la vitesse de déformation des couloirs reste négligeable tant que la contrainte n'a pas dépassé un seuil  $\sigma_s$  et ensuite elle est toujours positive. Ce seuil a été évalué pour les différents essais à partir des figures de l'annexe A1. Il est donné sur le Tableau 4.1 et représenté sur la Figure 4.4 en fonction de la température d'essai :

**Tableau 4.1 : Contrainte seuil dans les couloirs  $\gamma$  calculée à partir des valeurs brutes ( $\chi$  brute : *nc*) et après correction ( $\chi$  linéaire : *corr*) des modules d'élasticité (chapitre 3 ; §3.4).**

Code éprouvette	4N2	4R1	3F1	OP1	5A1	5A2	4L2	5C1	1C2	4R2
Contrainte seuil <i>nc</i> (MPa)	148	152	132	125	113	99	86	61	61	49
Contrainte seuil <i>corr</i> (MPa)	128	133	155	113	108	110	80	68	60	42

Cette contrainte décroît de 135 MPa à 42 MPa quand la température d'essai augmente de 930°C (4N2) à 1125°C (4R2). Elle présente cependant une certaine dispersion, supérieure dans certains cas (par exemple 4R2 et 1C2) aux barres d'erreur déterminées.

Parmi les raisons (effets chimiques, contrainte d'Orowan...) qui peuvent expliquer l'existence de cette contrainte seuil, la contrainte d'Orowan est nécessairement présente : comme le montre la Figure 4.3 le travail de la force appliquée à un segment de dislocation de longueur  $l_s$  qui se propage d'une distance  $dx$  dans un couloir  $\gamma$  doit être au moins égal à l'énergie nécessaire pour allonger de cette même longueur les deux segments laissés à l'interface  $\gamma/\gamma'$ .

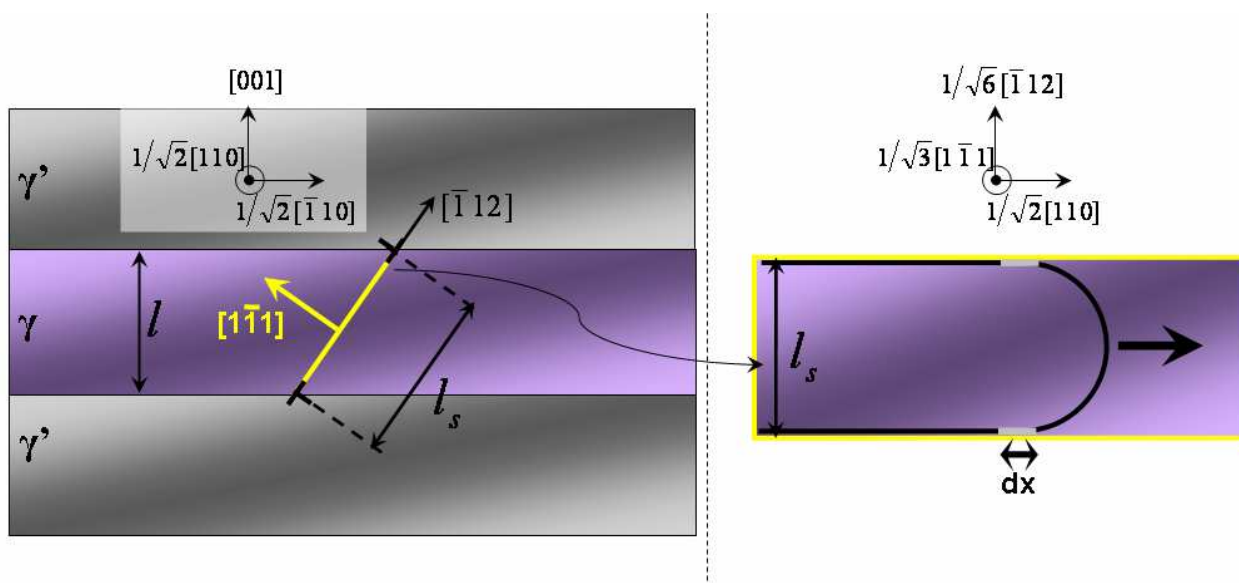


Figure 4.3 : Contrainte d'Orowan : géométrie des canaux

En élasticité isotrope, l'énergie par unité de longueur L d'un dipôle de dislocations de vecteur de Burgers  $b$  et de distance  $l_s$  s'écrit [2] :

$$W/L = \frac{\mu}{2\pi} \left( b_v^2 + \frac{b_c^2}{1-\nu} \right) \ln \frac{l_s}{r_c}$$

où :

- $\mu = \frac{E}{2(1+\nu)}$  est le module de cisaillement,
- $b_v$  et  $b_c$  les parties vis et coin du vecteur de Burgers,
- $r_c$  un rayon de coupure de l'ordre de grandeur du vecteur de Burgers.

A l'interface  $\gamma/\gamma'$ , l'orientation moyenne des segments de dislocation et leurs vecteurs de Burgers font un angle de  $60^\circ$  (directions  $\langle 110 \rangle$  d'un même plan de glissement  $\{111\}$ ) et  $b_v$  et  $b_c$  valent respectivement  $b \cdot \cos(60^\circ)$  et  $b \cdot \sin(60^\circ)$ . La longueur  $l_s$  vaut  $l\sqrt{3}/2$ , où  $l$  est tiré des mesures figure 3.39 et annexes A2.3 tableau A2.3.

Le travail de la force pendant un déplacement  $dx$  est :

$$F \cdot dx = \frac{1}{\sqrt{6}} b l_s (\sigma_{zz} - \sigma_{xx}) dx = W/L dx$$

Il vient donc :

$$\sigma_s = \sigma_{zz} - \sigma_{xx} = \frac{\mu b \sqrt{6}}{2\pi l_s} \left( 1/4 + \frac{3/4}{1-\nu} \right) \ln \frac{l_s}{r_c}$$

Si  $\mu$  est défini à partir de  $E_{moy}$  (le champ de déformation d'une dislocation se partage entre les deux phases), en prenant  $\nu = 0,42$  et un paramètre réticulaire haute température  $a = 0,365$  nm, le seul paramètre d'ajustement est le rayon de coupure  $r_c$ .

La Figure 4.4 compare les données expérimentales et les valeurs calculées pour un rayon de coupure  $r_c = b$  (trait continu) : la correspondance est bonne dans la région des hautes températures ( $1000^\circ\text{C} - 1125^\circ\text{C}$ ). En particulier, les différences entre contraintes seuils mesurées à des températures voisines (1C2 et 4R2) s'expliquent bien par la différence entre les largeurs des couloirs.

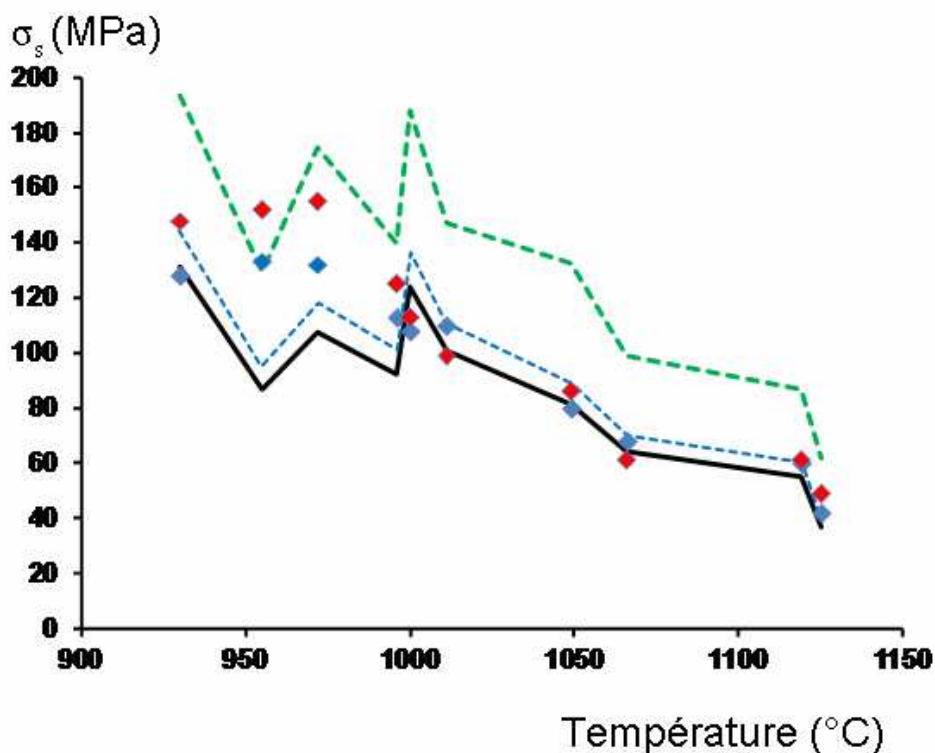


Figure 4.4 Contrainte seuil de propagation des dislocations dans les couloirs  $\gamma$ . Points rouges (bleus) valeurs non corrigées (corrigées). Trait continu : largeur moyenne des canaux,  $r_c = b$  ; trait discontinu bleu : largeur moyenne des canaux,  $r_c = 0,5b$  ; trait discontinu vert : largeur moyenne des canaux moins un écart type,  $r_c = b$  ;

L'ajustement est moins bon entre 959°C et 980°C, même en prenant une valeur plus faible pour le rayon de coupure (par exemple pour  $r_c = 0,5b$  ; courbe pointillée bleue. Plusieurs explications sont envisageables :

- Les constantes élastiques peuvent avoir été sous estimées (et la variation des paramètres réticulaires lors d'une charge/décharge surestimée). La précision des mesures de paramètre après ajustement des courbes est de l'ordre de la fraction de seconde d'arc ( $10^{-4}^\circ$ ), alors que les variations d'angle  $2\theta$  lors d'une charge sont de l'ordre de  $10^{-2}^\circ$ . Une erreur systématique pourrait être due à un changement de température (si on augmente la force sur l'échantillon, le contact thermique entre les mors et l'échantillon s'améliore, ce qui peut conduire à un refroidissement de ce dernier). Elle a été évitée en prenant en compte les variations de paramètre entre le dernier spectre de diffraction avant charge et le premier après charge, c'est-à-dire sur un temps court. Cet effet devrait donc être limité.

- La prise en compte de l'anisotropie élastique peut modifier l'expression de l'énergie d'une paire de dislocations. Ceci reste à faire.

- Une dernière cause d'erreur systématique peut également être évoquée : la largeur "utile" des couloirs est vraisemblablement plus faible que leur largeur moyenne. En effet, une dislocation qui avance dans un couloir rencontre des zones plus ou moins larges et ce sont ces dernières qui doivent être prises en compte dans le calcul de la longueur  $l_s$  du segment mobile. Le calcul a donc été répété pour un rayon de coupure de  $b$  et une largeur de couloir égale à la largeur moyenne moins un écart type (courbe pointillée verte). On constate immédiatement que cette correction sur la largeur de couloir suffit à décaler les valeurs calculées au-dessus des valeurs expérimentales les plus élevées.

La valeur du seuil de propagation des dislocations a été calculée à partir de la valeur moyenne de la largeur des couloirs. Elle est supposée implicitement égale à la moyenne des valeurs, qui auraient été calculées sur une distribution de largeurs de couloirs. Il faut remarquer que tous les couloirs ont été déformés plastiquement. Cette déformation s'est ralentie, voire arrêtée, quand la contrainte  $\sigma_{xx}$  locale a été assez grande pour que la contrainte de Von Mises  $\sigma_a - \sigma_{xx}$  soit redescendue au niveau de la contrainte seuil locale. Pour chaque couloir, il doit donc être trouvé une densité de dislocations d'interface différente, qui augmente avec la largeur du couloir. En revanche, tous les couloirs se trouvaient à leur contrainte seuil de déformation en fin de pré-déformation. Lors d'une mise en charge ultérieure, ils

devraient donc franchir leur contrainte seuil en même temps, c'est-à-dire pour une contrainte appliquée égale à la contrainte appliquée lors de la pré-déformation.

## 2.2- Vitesse de déformation des couloirs lors de sauts de contrainte positifs

Lors de la mise en charge par paliers d'une éprouvette (Figure 4.5) la vitesse de déformation de la phase  $\gamma$  est maximale juste après un saut de contrainte, puis elle diminue et descend vers zéro ou vers la valeur de la vitesse de déformation des radeaux  $\gamma'$ . Lors du saut de contrainte, la contrainte de Von Mises  $\sigma$  fait un saut de même amplitude, puis elle redescend vers la contrainte seuil avec une vitesse décroissante.

Le saut de la contrainte de Von Mises permet l'entrée de nouvelles dislocations dans les couloirs. En se déplaçant, celles-ci laissent aux interfaces  $\gamma/\gamma'$  de nouveaux segments de dislocations qui vont diminuer (en valeur algébrique) le désaccord paramétrique  $\delta_{\perp}$ . Cette diminution du désaccord paramétrique (c'est-à-dire cette augmentation de la contrainte en retour des dislocations d'interface) ramène la contrainte  $\sigma$  à sa valeur seuil initiale, et bloque le glissement de nouvelles dislocations. Le saut de contrainte est suivi d'une relaxation de la phase  $\gamma$ . C'est cette relaxation qui est responsable de l'augmentation transitoire de la vitesse de déformation totale de l'éprouvette après un saut de contrainte.

Il est possible de mettre ce comportement en équations en supposant une densité  $\rho_m$  de dislocations mobiles dans les couloirs, et en supposant que la vitesse de glissement des dislocations est proportionnelle à la contrainte résolue effective  $\tau^*$  qu'elles subissent :

$$v = M\tau^* = M \frac{1}{\sqrt{6}} (\sigma_a - \sigma_{xx} - \sigma_s) \quad (4.1)$$

où  $M$  est la mobilité des dislocations.

La vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}^p$  des couloirs devient alors :

$$\dot{\epsilon}^p = s\rho_m b v = M\rho_m \frac{1}{6} (\sigma_a - \sigma_{xx} - \sigma_s) \quad (4.2)$$

où  $s = 1/\sqrt{6}$  est le facteur de Schmid pour les différents systèmes de glissement activés.

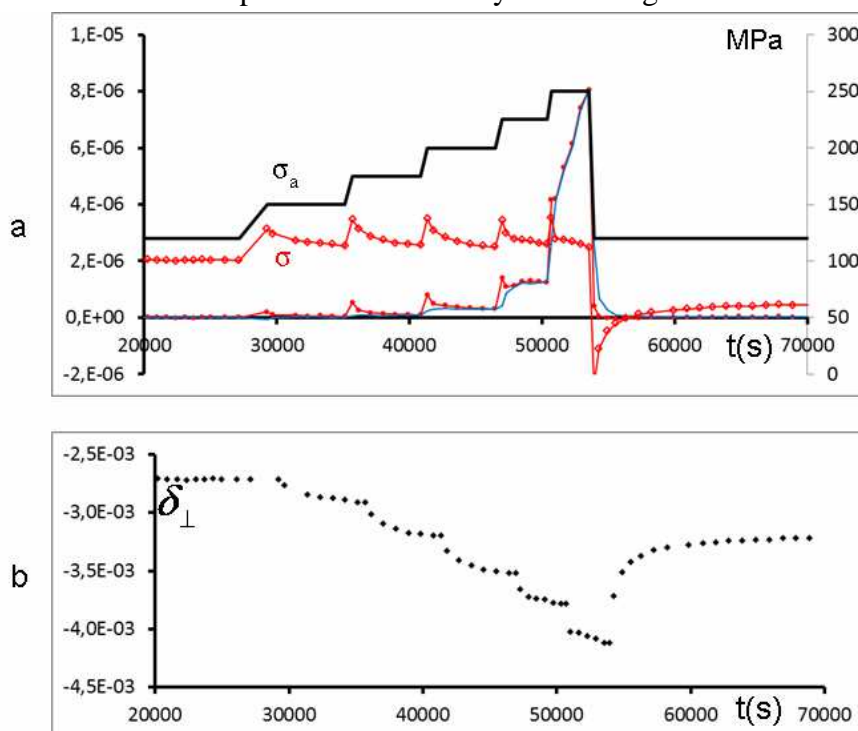


Figure 4.5 : a : Contrainte appliquée, dans les couloirs (carreaux creux, trait rouge), vitesses de déformation (couloirs : points rouges et radeaux : trait bleu), et b : désaccord paramétrique lors d'une mise en charge par paliers. (5A1)



En reprenant l'équation 3.25 :

$$\sigma_{xx} = -\left(\frac{\chi E}{(1-\nu)}\right) \left[ (\delta_{\perp} - \delta) + \left(\frac{1}{E'} - \frac{1}{E}\right) \nu \sigma_a \right] = -A(\delta_{\perp} - \delta) - B\sigma_a \quad (4.3)$$

et en écrivant ces équations en fonction de  $\delta_{\perp}$ , il vient :

$$\dot{\epsilon} = M\rho_m \frac{1}{6} (\sigma_a (1+B) - A(\delta - \delta_{\perp}) - \sigma_s) = M\rho_m \frac{1}{6} A(\delta_{\perp} - \delta_f) \quad (4.4)$$

avec :

$$\delta_f = \delta - \sigma_a \frac{(1+B)}{A} + \frac{\sigma_s}{A} \quad (4.5)$$

$\delta_f$  est la valeur du désaccord paramétrique perpendiculaire pour laquelle la déformation plastique des couloirs s'arrêterait, toutes choses égales par ailleurs. Elle décroît pour une contrainte appliquée croissante, comme on l'a vu sur la Figure 4.5. Elle dépend de la contrainte seuil  $\sigma_s$  et donc de la largeur du couloir.

En dérivant la relation 3.52 :  $\delta_{\perp} = \frac{1}{2} (\epsilon'_{zz} - \epsilon''_{zz})$

$$\dot{\delta}_{\perp} = \frac{1}{2} (\dot{\epsilon}'_{zz} - \dot{\epsilon}''_{zz}) = \frac{1}{2} \dot{\epsilon}'_{zz} - M\rho_m \frac{1}{12} A(\delta_{\perp} - \delta_f) \quad (4.6)$$

Cette équation différentielle détermine l'évolution du désaccord paramétrique. En supposant  $\delta_f$  (et donc la contrainte appliquée) et  $\dot{\epsilon}'_{zz}$  constantes et en intégrant, on obtient une expression de la forme :

$$\delta_{\perp} = \delta_f + \frac{1}{2} \dot{\epsilon}'_{zz} \tau + \left( \delta_{\perp i} - \delta_f - \frac{1}{2} \dot{\epsilon}'_{zz} \tau \right) e^{-t/\tau} \quad (4.7)$$

avec  $\delta_{\perp i}$  la valeur initiale au début du palier de contrainte.

La constante de temps  $\tau$  s'écrit :

$$\tau = \left[ M\rho_m \frac{1}{12} A \right]^{-1} \quad (4.8)$$

Elle ne dépend que des constantes élastiques (A) et du produit  $M\rho_m$ .

Si la vitesse de déformation de la phase  $\gamma'$  est nulle, une décroissance exponentielle vers  $\delta_f$  est obtenue. Si cette vitesse de déformation est non nulle (mais constante) la décroissance reste exponentielle, mais  $\delta_f$  se stabilise à une valeur plus élevée. Dans ce cas, la contrainte dans les couloirs reste supérieure à la contrainte seuil, et les couloirs continuent à se déformer à une vitesse légèrement supérieure ou égale à celle des radeaux. L'écart à la contrainte seuil est alors proportionnel à la vitesse de déformation de la phase  $\gamma'$  :

$$\sigma - \sigma_s = \frac{6\dot{\epsilon}'_{zz}}{M\rho_m} = \left( \frac{\chi E}{1-\nu} \right) \frac{\tau \dot{\epsilon}'_{zz}}{2} \quad (4.9)$$

En résumé dans le cadre des hypothèses énoncées précédemment (en particulier la relation linéaire entre vitesse des dislocations et écart à la contrainte seuil), le désaccord paramétrique à la suite d'un saut de contrainte doit suivre une décroissance exponentielle vers une nouvelle valeur finale. Le temps de relaxation correspondant est inversement proportionnel à la mobilité des dislocations et à la densité des dislocations mobiles. La contrainte de Von Mises finale sera supérieure ou égale à la contrainte seuil, selon que les radeaux se déforment ou non.

### 2.3- Exploitation des sauts de contrainte

La variation du désaccord paramétrique  $\delta_{\perp}$ , lors des mises en charges successives de chaque éprouvette, a été ajustée par la méthode des moindres carrés à une suite d'exponentielles de temps de relaxation variables. La Figure 4.6 donne l'exemple de l'éprouvette 5A1 : l'ajustement pendant la mise en charge décrit bien les valeurs expérimentales, à l'exception de la partie sous forte contrainte (225 puis 250 MPa).

Le

Tableau 4.2 résume les paramètres d'ajustement : temps de relaxation  $\tau$  et valeur limite  $\delta_f$ , ainsi que la déformation moyenne cumulée des couloirs en milieu de cycle, la vitesse de déformation des radeaux et l'écart de contrainte calculé à partir de l'expression (4.9).

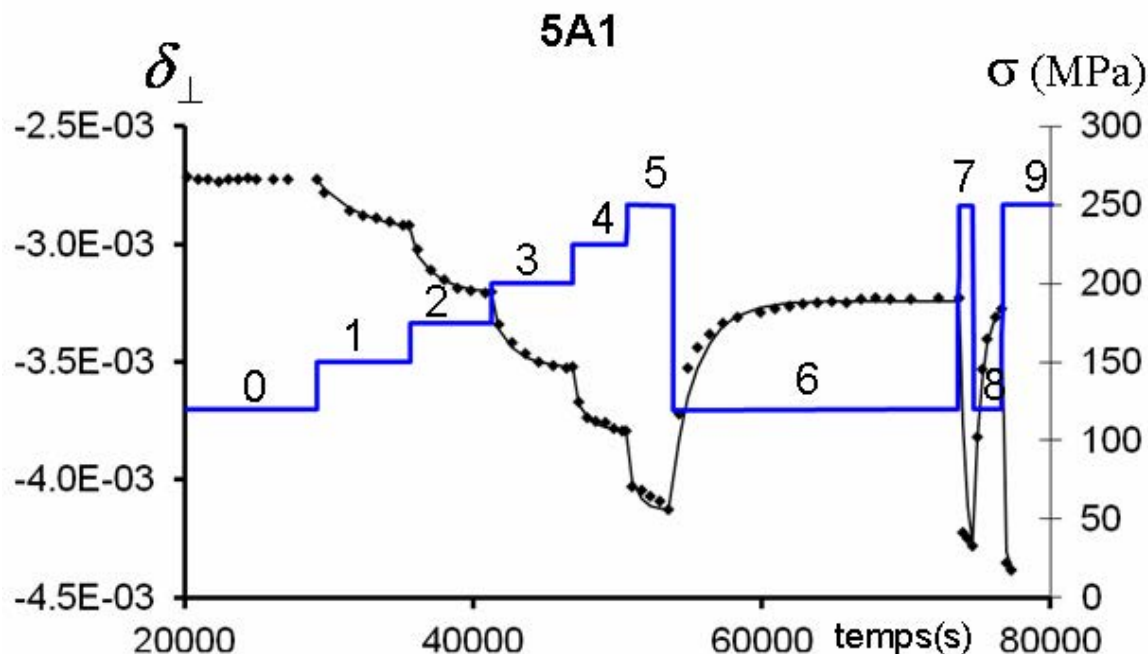


Figure 4.6 : Ajustement des mesures *in situ* (losanges noirs) par la méthode des moindres carrés (ligne continu noire) des variations de  $\delta_{\perp}$  lors d'un essai (5A1) avec les numéros pour chaque saut de contrainte.

Tableau 4.2 : paramètres ajustés sur la Figure 4.6 de l'éprouvette 5A1

Numéro de saut	$\sigma_a$	$\tau$ (s)	$-\delta_f$ ( $10^{-3}$ )	$\varepsilon^p$	$\dot{\varepsilon}^p$ ( $s^{-1}$ )	$\Delta\sigma$ est. (MPa)	$1/\tau$ ( $s^{-1}$ )
0	120						
1	150	2700	2,9406	0,0004	3,00E-08	3,17	0,00037
2	175	1700	3,2091	0,001	7,00E-08	4,65	0,00059
3	200	1500	3,52515	0,0022	3,00E-07	17,6	0,00067
4	225	1000	3,79425	0,005	1,24E-06	48,5	0,001
5	250	650	4,12654	0,014	5,00E-06	127	0,00154
6 décharge	120		3,24296				
7	250	420	4,40814	0,028	1,20E-05	197	0,00238
8 décharge	120		3,24017				
9	250	300	4,40813	0,044	1,50E-05	176	0,00333

Le premier point remarquable, nettement visible sur la Figure 4.6, est relatif au temps de relaxation  $\tau$ , qui varie de la manière suivante :  $\tau$  passe de 2700 s pour le palier n°1 (150 MPa) à 650 s pour le palier n°5 à 250 MPa, et 300 s en fin d'essai. Cette dernière valeur paraît d'ailleurs surestimée :

$\delta_{\perp}$  descend très rapidement de -0,00379 à -0,00403 pour évoluer ensuite lentement avec le temps. La décroissance exponentielle observée n'est pas un effet dû à la déformation simultanée des radeaux : celle-ci est très lente pour les premiers paliers (qq  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$ ) et l'écart estimé à la contrainte seuil est de quelques MPa seulement.

D'après le

Tableau 4.2, le temps de relaxation est fonction des constantes élastiques, de la mobilité des dislocations, et de la densité de dislocations mobiles. Au cours d'un essai, seule cette dernière peut varier. En effet, ce type d'essai de relaxations successives a été utilisé par Kubin [3] puis par Spätig et Bonneville [4] pour étudier les variations de densité de dislocations mobiles dans des monocristaux : une baisse du temps de relaxation ne peut être due qu'à une augmentation de  $\rho_m$ , c'est-à-dire au déblocage de dislocations initialement immobilisées ou à la multiplication des dislocations mobiles.

La Figure 4.5 montre que la contrainte dans les couloirs varie dans un domaine étroit, d'environ 25 MPa, une fois le seuil de propagation des dislocations franchi. Il n'y a donc pas d'élévation continue de la contrainte qui puisse successivement débloquent d'éventuelles dislocations immobilisées. D'autre part, une période longue passée à contrainte plus basse (120 MPa entre 55000 et 75000 s Figure 4.5) ne suffit pas à bloquer les dislocations déjà présentes dans les couloirs : le temps de relaxation baisse entre les deux premiers paliers à 250 MPa. Il reste donc à envisager un mécanisme de multiplication des dislocations.

#### 2.4- Evolution de la densité de dislocations mobiles

La Figure 4.7 présente l'évolution de l'inverse des temps de relaxation avec la déformation cumulée des couloirs  $\gamma$  (valeur moyenne entre deux sauts successifs). Les points sont alignés entre eux : un incrément de déformation plastique des couloirs se traduit par un incrément proportionnel de la densité de dislocations mobiles.

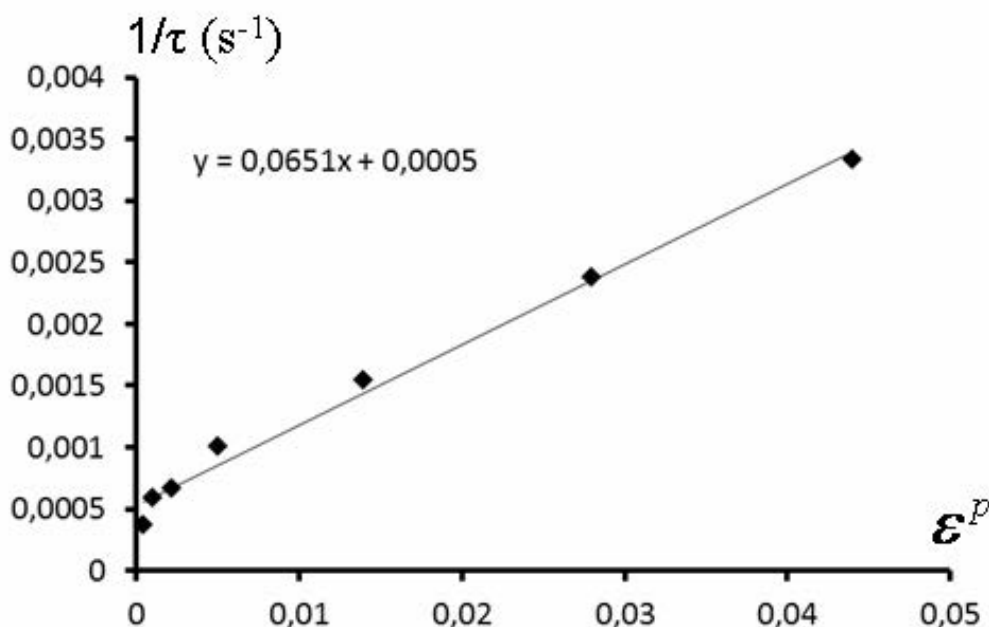


Figure 4.7 : Variation de l'inverse des temps de relaxation  $1/\tau$  en fonction de la déformation plastique  $\epsilon^p$  de la phase  $\gamma$  au cours de l'essai 5A1.

Cette relation entre incrément de déformation et incrément de  $1/\tau$  est observée pour des incréments de contrainte positifs d'amplitude limitée (25 MPa ou moins). En cas de variation de plus grande amplitude de la contrainte appliquée, la valeur de  $\tau$  est plus difficile à déterminer en raison de l'écart de

temps entre les mesures successives : l'incrément de déformation est trop grand pour qu'une valeur moyenne de la déformation ait un sens.

Par ailleurs, la relation linéaire supposée entre la vitesse de glissement des dislocations et l'écart  $\Delta\sigma$  entre la contrainte dans les couloirs  $\gamma$  et la contrainte seuil (

Tableau 4.2, avant dernière colonne), peut être mise en question : les écarts  $\Delta\sigma$ , calculés pour les premiers paliers à faible vitesse de déformation, semblent acceptables (quelques MPa), mais les valeurs obtenues pour des vitesses de déformation des radeaux supérieures à  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$  sont franchement déraisonnables. Comme la contrainte dans les couloirs ne prend pas des valeurs excessives, les couloirs doivent se déformer plus rapidement que la relation (4.1) ne le prévoit.

Il faut donc admettre :

- soit la mise en route d'un deuxième mécanisme de déformation, qui opère lorsque les radeaux se déforment,
- soit plus simplement une dépendance non linéaire de la vitesse de glissement des dislocations en fonction de l'écart  $\sigma - \sigma_s$  entre la contrainte dans les couloirs et la contrainte seuil. La relation (4.1) devrait cependant rester valable pour les petites vitesses de déformation.

Le Tableau 4.3 résume les données obtenues lors de sauts de contrainte positifs :

- Il y figure la contrainte appliquée  $\sigma_a$ .
- Une répétition de la contrainte et un saut manquant correspondent à une relaxation.
- Les données, qui sont relatives à une vitesse de déformation des radeaux inférieure à  $3.10^{-7} \text{ s}^{-1}$ , ont été mises en caractères gras : elles seules semblent exploitables au vu du critère (relation (4.1))

**Tableau 4.3 : Résultats de l'ajustement sur les sauts de contrainte croissants.**

4R1	Num saut	$\sigma_a$	$\tau$ (s)	$-\delta_f$ ( $10^{-3}$ )	$\dot{\epsilon}^{ip}$ ( $\text{s}^{-1}$ )	$\Delta\sigma$ est. (MPa)	$\epsilon^p$	$1/\tau$ (s-1)
	1	275	500	3,61	3,50E-07	7	0,0007	0,002
	2	300	400	3,92	8,00E-07	12	0,0029	0,0025
	4	300	100	3,93	3,00E-06	12	0,005	0,01
3F1	Num saut	$\sigma_a$	$\tau$ (s)	$-\delta_f$ ( $10^{-3}$ )	$\dot{\epsilon}^{ip}$ ( $\text{s}^{-1}$ )	$\Delta\sigma$ est. (MPa)	$\epsilon^p$	$1/\tau$ (s-1)
	1	225	1800	3,29	1,00E-07	7	0,00072	0,00055
	2	240	600	3,40		0	0,0014	0,00167
	3	275	800	3,78	6,00E-07	17	0,0023	0,00125
	5	250	800	3,58	2,50E-07	7	0,0038	0,00125
OP1	Num saut	$\sigma_a$	$\tau$ (s)	$-\delta_f$ ( $10^{-3}$ )	$\dot{\epsilon}^{ip}$ ( $\text{s}^{-1}$ )	$\Delta\sigma$ est. (MPa)	$\epsilon^p$	$1/\tau$ (s-1)
	1	250	1400	4,04	1,80E-06	87	0,0055	0,00071
	3	250	700	4,24	1,50E-06	36	0,0098	0,00143
	5	250	25	4,10	1,50E-06	1	0,012	0,04
5A1	Num saut	$\sigma_a$	$\tau$ (s)	$-\delta_f$ ( $10^{-3}$ )	$\dot{\epsilon}^{ip}$ ( $\text{s}^{-1}$ )	$\Delta\sigma$ est. (MPa)	$\epsilon^p$	$1/\tau$ (s-1)
	<b>1</b>	<b>150</b>	<b>2700</b>	<b>2,94</b>	<b>3,00E-08</b>	<b>3</b>	<b>0,0004</b>	<b>0,00037</b>
	<b>2</b>	<b>175</b>	<b>1700</b>	<b>3,21</b>	<b>7,00E-08</b>	<b>5</b>	<b>0,001</b>	<b>0,00059</b>
	<b>3</b>	<b>200</b>	<b>1500</b>	<b>3,52</b>	<b>3,00E-07</b>	<b>18</b>	<b>0,0022</b>	<b>0,00067</b>
	4	225	1000	3,79	1,24E-06	48	0,005	0,001
	5	250	650	4,13	5,00E-06	127	0,014	0,0015
	7	250	420	4,41	1,20E-05	197	0,028	0,0024
	9	250	300	4,41	1,50E-05	175	0,044	0,00333

5A2	Num saut	$\sigma_a$	$\tau$ (s)	$-\delta_f$ ( $10^{-3}$ )	$\dot{\varepsilon}^{ip}$ ( $s^{-1}$ )	$\Delta\sigma$ est. (MPa)	$\varepsilon^p$	$1/\tau$ (s-1)
	1	250	700	4,25	7,00E-06	165	0,0086	0,00143
	3	250	100	?	1,10E-05	37	0,0135	0,01
4L2	Num saut	$\sigma_a$	$\tau$ (s)	$-\delta_f$ ( $10^{-3}$ )	$\dot{\varepsilon}^{ip}$ ( $s^{-1}$ )	$\Delta\sigma$ est. (MPa)	$\varepsilon^p$	$1/\tau$ (s-1)
	<b>1</b>	<b>120</b>	<b>1000</b>	<b>3,31</b>	<b>1,80E-07</b>	<b>5</b>	<b>0,0006</b>	<b>0,001</b>
	<b>2</b>	<b>140</b>	<b>900</b>	<b>3,58</b>	<b>1,80E-07</b>	<b>5</b>	<b>0,0016</b>	<b>0,001111</b>
	<b>3</b>	<b>150</b>	<b>800</b>	<b>3,71</b>	<b>2,00E-07</b>	<b>5</b>	<b>0,0026</b>	<b>0,00125</b>
	4	160	750	3,85	4,00E-07	8	0,0034	0,00133
	5	170	400	3,96	1,30E-06	15	0,004	0,0025
5C1	Num saut	$\sigma_a$	$\tau$ (s)	$-\delta_f$ ( $10^{-3}$ )	$\dot{\varepsilon}^{ip}$ ( $s^{-1}$ )	$\Delta\sigma$ est. (MPa)	$\varepsilon^p$	$1/\tau$ (s-1)
	<b>1</b>	<b>100</b>	<b>1400</b>	<b>3,34</b>	<b>4,00E-08</b>	<b>.5</b>	<b>0,0011</b>	<b>0,00071</b>
	<b>2</b>	<b>110</b>	<b>1200</b>	<b>3,41</b>	<b>1,00E-07</b>	<b>3</b>	<b>0,00124</b>	<b>0,00083</b>
	<b>3</b>	<b>120</b>	<b>900</b>	<b>3,53</b>	<b>1,40E-07</b>	<b>3</b>	<b>0,0018</b>	<b>0,00113</b>
	<b>4</b>	<b>130</b>	<b>850</b>	<b>3,72</b>	<b>2,00E-07</b>	<b>5</b>	<b>0,0027</b>	<b>0,00118</b>
	<b>5</b>	<b>140</b>	<b>650</b>	<b>3,87</b>	<b>2,20E-07</b>	<b>4</b>	<b>0,0036</b>	<b>0,00154</b>
	6	145	420	3,94	3,60E-07	4	0,0044	0,00238
	7	150	340	4,00	1,00E-06	9	0,0063	0,00294
1C2	Num saut	$\sigma_a$	$\tau$ (s)	$-\delta_f$ ( $10^{-3}$ )	$\dot{\varepsilon}^{ip}$ ( $s^{-1}$ )	$\Delta\sigma$ est. (MPa)	$\varepsilon^p$	$1/\tau$ (s-1)
	<b>1</b>	<b>70</b>	<b>600</b>	<b>3,06</b>	<b>0,00E+00</b>	<b>0</b>	<b>0,00047</b>	<b>0,00167</b>
	<b>2</b>	<b>80</b>	<b>500</b>	<b>3,15</b>	<b>1,50E-07</b>	<b>1.7</b>	<b>0,0007</b>	<b>0,002</b>
	<b>3</b>	<b>90</b>	<b>450</b>	<b>3,28</b>	<b>1,80E-07</b>	<b>1.8</b>	<b>0,001</b>	<b>0,00222</b>
	<b>4</b>	<b>100</b>	<b>300</b>	<b>3,45</b>	<b>2,20E-07</b>	<b>1.5</b>	<b>0,0014</b>	<b>0,003333</b>
	<b>5</b>	<b>110</b>	<b>200</b>	<b>3,64</b>	<b>2,30E-07</b>	<b>1</b>	<b>0,0022</b>	<b>0,005</b>
	6	120	200	3,85	4,80E-07	2.	0,0029	0,005
4R2	Num saut	$\sigma_a$	$\tau$ (s)	$-\delta_f$ ( $10^{-3}$ )	$\dot{\varepsilon}^{ip}$ ( $s^{-1}$ )	$\Delta\sigma$ est. (MPa)	$\varepsilon^p$	$1/\tau$ (s-1)
	<b>1</b>	<b>70</b>	<b>600</b>	<b>3,46</b>	<b>0,00E+00</b>	<b>0</b>	<b>0,0016</b>	<b>0,00167</b>
	<b>2</b>	<b>80</b>	<b>450</b>	<b>3,58</b>	<b>3,00E-07</b>	<b>3.</b>	<b>0,0026</b>	<b>0,00222</b>
	3	90	400	3,74	1,60E-06	14.	0,0046	0,0025
	4	100	200	3,86	1,10E-05	50.	0,015	0,005

Les pentes calculées à partir de ces données sont présentées dans le Tableau 4.4. Une dispersion importante des résultats est observée (comparer 5C1 et 4L2), mais les pentes  $\Delta(1/\tau)/\Delta(\varepsilon^p)$  augmentent clairement avec la température d'essai.

Tableau 4.4 : Pente  $\Delta(1/\tau)/\Delta(\varepsilon^p)$  pour les valeurs supposées exploitables.

	5A1	4L2	5C1	1C2	4R2
T	1000	1049	1066	1119	1125
pente	0,0651	0,121	0,43	1	0,55

Les données du Tableau 4.4 sont présentées dans un diagramme d'Arrhénius (Figure 4.8) : elles semblent indiquer que le processus de multiplication est thermiquement activé, avec une énergie d'activation voisine de 3 eV, déterminée cependant avec une barre d'erreur importante.

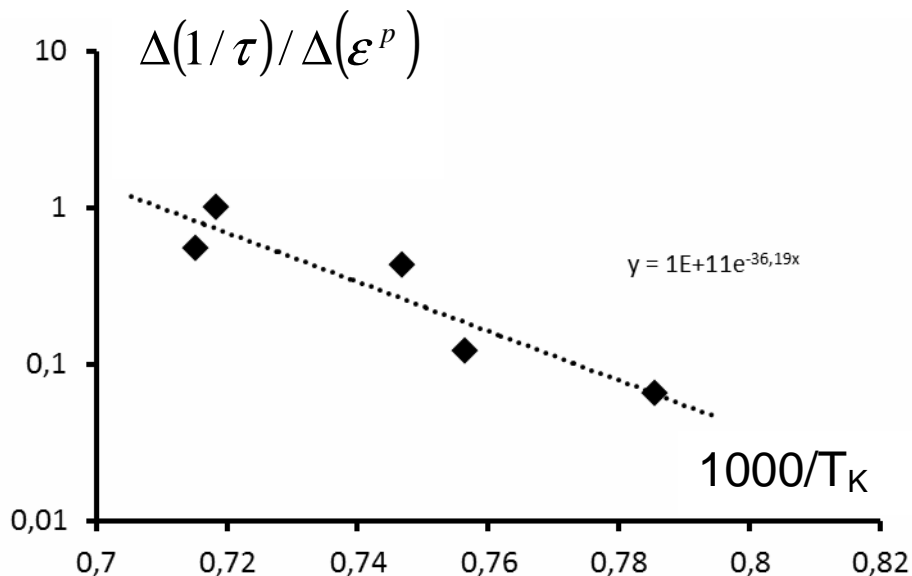


Figure 4.8 : Diagramme d'Arrhenius présentant la dépendance de  $\Delta(1/\tau)/\Delta(\epsilon^p)$  (échelle logarithmique) en fonction de l'inverse de la température absolue.

### 2.5- Comportement des couloirs à la décharge

La Figure 4.9 donne l'évolution de la vitesse de déformation des couloirs et des radeaux lors de plusieurs décharges des éprouvettes OP1 et 4R1. Elle est à comparer à la Figure 4.5. Lors d'une décharge, la contrainte  $\sigma$  passe brusquement en dessous de la contrainte seuil de plasticité (contrainte d'Orowan). Cependant, dans certains cas, l'éprouvette continue à se déformer et en particulier les couloirs peuvent également subir une déformation avec une vitesse légèrement positive ou négative (quel que soit le signe de la contrainte de Von Mises  $\sigma$ ).

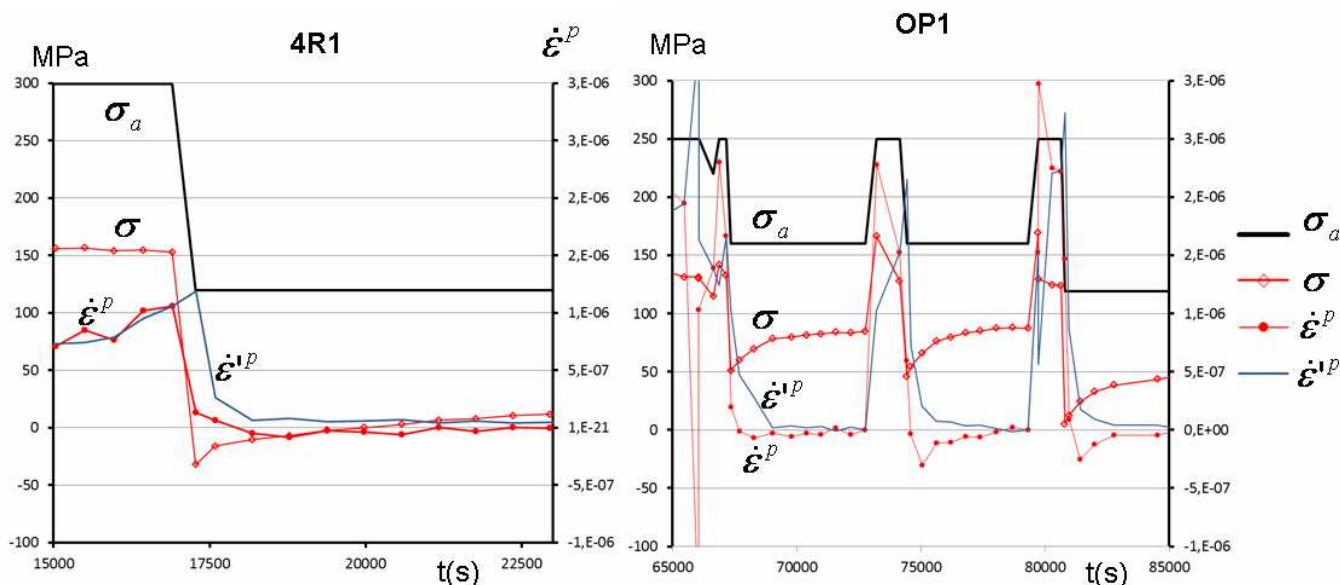


Figure 4.9 : Evolution de la contrainte appliquée  $\sigma_a$  (ligne noire épaisse), de la contrainte de Von Mises  $\sigma$  dans la phase  $\gamma$  (ligne rouge avec des carreaux rouges creux) de la vitesse de déformation des couloirs (ligne fine rouge avec des disques rouges) et des radeaux (ligne bleue fine) lors de plusieurs décharges des éprouvettes OP1 et 4R1

La limite de résolution de la technique est alors atteinte dans ce cas. Il est à noter cependant qu'aucune déformation négative importante n'est observée à la décharge : il y a apparemment peu de recul des dislocations dans les couloirs même lorsque la contrainte passe nettement en dessous de la contrainte d'Orowan. Un tel recul permettrait à un segment de dislocations mobiles d'absorber les deux segments qu'il a déposés aux interfaces et donc de diminuer son énergie de ligne. Il est possible d'en conclure que les réarrangements, qui interviennent entre les dislocations bloquées à l'interface à la suite de l'entrée de ces segments, sont suffisamment rapides pour bloquer ce recul des dislocations.

## 2.6- Conclusion sur la plasticité des couloirs $\gamma$

Les mesures réalisées sur les différentes éprouvettes ont permis de mettre en évidence un seuil de contrainte qui doit être dépassé pour permettre la déformation des couloirs  $\gamma$ . Ce seuil décroît pour des températures croissantes et surtout pour des largeurs de canaux croissantes. Cette variation correspond quantitativement à l'évolution attendue de la contrainte d'Orowan.

Des essais de relaxations successives ont été réalisés en mettant en charge des éprouvettes par paliers d'amplitude limitée. Si la vitesse de glissement des dislocations varie linéairement avec l'écart à la contrainte seuil, l'évolution du temps de relaxation apparent avec la déformation des couloirs met en évidence une augmentation de la densité de dislocations mobiles, sensiblement proportionnelle aux incréments de déformation des couloirs.

Enfin, pour les vitesses de déformation supérieures à quelques  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ , cette approximation linéaire ne suffit plus à expliquer le comportement des couloirs, il faut alors :

- soit supposer une dépendance non linéaire de la vitesse de glissement des dislocations en fonction de la contrainte
- et/ou une contribution d'un second mécanisme de déformation lié à la déformation des radeaux. Un tel mécanisme pourrait être mis en évidence par des décharges des éprouvettes lentes ou par paliers successifs.

## 3- Comportement mécanique des radeaux $\gamma'$

### 3.1- Mécanismes de déformation attendus et contrainte pertinente

Les observations par microscopie électronique en transmission ont montré la présence dans les radeaux déformés de dislocations ayant un vecteur de Burgers  $\pm a'[100]$ ,  $\pm a'[010]$ , avec une minorité de dislocations de vecteurs de Burgers de type  $a' \langle 101 \rangle$  qui ont une composante non nulle parallèle à l'axe de traction : ces résultats confirment les résultats d'autres auteurs [5–11]. De telles dislocations peuvent se déplacer dans la phase ordonnée  $\gamma'$  sans introduire de paroi d'antiphase. Leur structure de cœur est mal connue : il peut s'agir de paires de dislocations (éventuellement elles-mêmes dissociées), très rapprochées de la phase  $\gamma$  et reliées par une paroi d'antiphase, paires de dislocations qui se déplacent de manière couplée. Les conditions d'observation en MET ne permettent pas de séparer leurs composantes.

Dans nos conditions d'essais, le déplacement de ces dislocations implique un processus de montée et donc l'émission/absorption de défauts ponctuels : c'est un processus à haute température. Ce processus suppose l'existence de puits de défauts ponctuels qui sont vraisemblablement les dislocations piégées aux interfaces : il y a alors un déplacement couplé entre ces deux types de dislocations. Par ailleurs se pose la question de l'origine de ces dislocations. En l'absence de sources, celles-ci ne peuvent provenir que des interfaces  $\gamma/\gamma'$ . Des segments de vecteur de Burgers  $\pm a/2[110]$ ,  $\pm a/2[1\bar{1}0]$  ou des dislocations « fraîches », qui viennent d'arriver à l'interface sans avoir eu le temps de réagir avec leurs voisines, doivent se combiner pour former une dislocation susceptible de se déplacer dans les radeaux. Cette

combinaison peut elle aussi (avec la densité de défauts ponctuels) être un facteur limitant de la déformation des radeaux.

Si l'on souhaite relier la vitesse de déformation des radeaux à la contrainte subie par ceux-ci, encore faut-il définir la « contrainte pertinente ». Au premier abord, en raisonnant comme pour les couloirs  $\gamma$ , celle-ci peut être la contrainte de Von Mises, calculée cette fois pour les radeaux. Cependant, le tenseur des contraintes dans les radeaux est de la forme (équation (3.30)) :

$$\bar{\bar{\sigma}}' = \begin{bmatrix} \sigma'_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma'_{xx} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma'_a \end{bmatrix} \quad (3.30)$$

Et si une dislocation de vecteur de Burgers  $a' \langle 101 \rangle$  est bien sensible à la différence  $\sigma'_{zz} - \sigma'_{xx}$ , la montée d'une dislocation de vecteur de Burgers  $\pm a' [100]$  ou  $\pm a' [010]$  ne sera sensible qu'à la composante  $-\sigma'_{xx}$ . Si les deux types de dislocations sont observés et la mobilité de chacun est inconnue, aucun critère n'a été établi sur ce choix *a priori*.

La Figure 4.10 montre la dépendance de la vitesse de déformation de la phase  $\gamma'$ , mesurée dans l'éprouvette 5A1 en fonction (a) du temps de l'essai, (b) de la contrainte de Von Mises et (c) de la composante  $-\sigma'_{xx}$ .

La différence majeure entre les deux figures est la présence d'une hystérèse pour la contrainte de Von Mises : le comportement est différent pour une contrainte de Von Mises croissante et décroissante. Une décharge de l'échantillon ne se traduit pas par une baisse équivalente de la vitesse de déformation. Ce comportement a été discuté dans [12]. Il avait alors été présenté comme l'effet d'un deuxième paramètre pouvant jouer sur la vitesse de déformation : la densité de dislocations dans les radeaux. Un tel effet n'est bien sûr pas exclu, mais la dépendance de la vitesse de déformation en fonction de la composante  $-\sigma'_{xx}$  du tenseur des contraintes semble beaucoup plus naturelle. Les points présentent une certaine dispersion, mais la vitesse de déformation dépend apparemment de manière exponentielle de  $-\sigma'_{xx}$ .



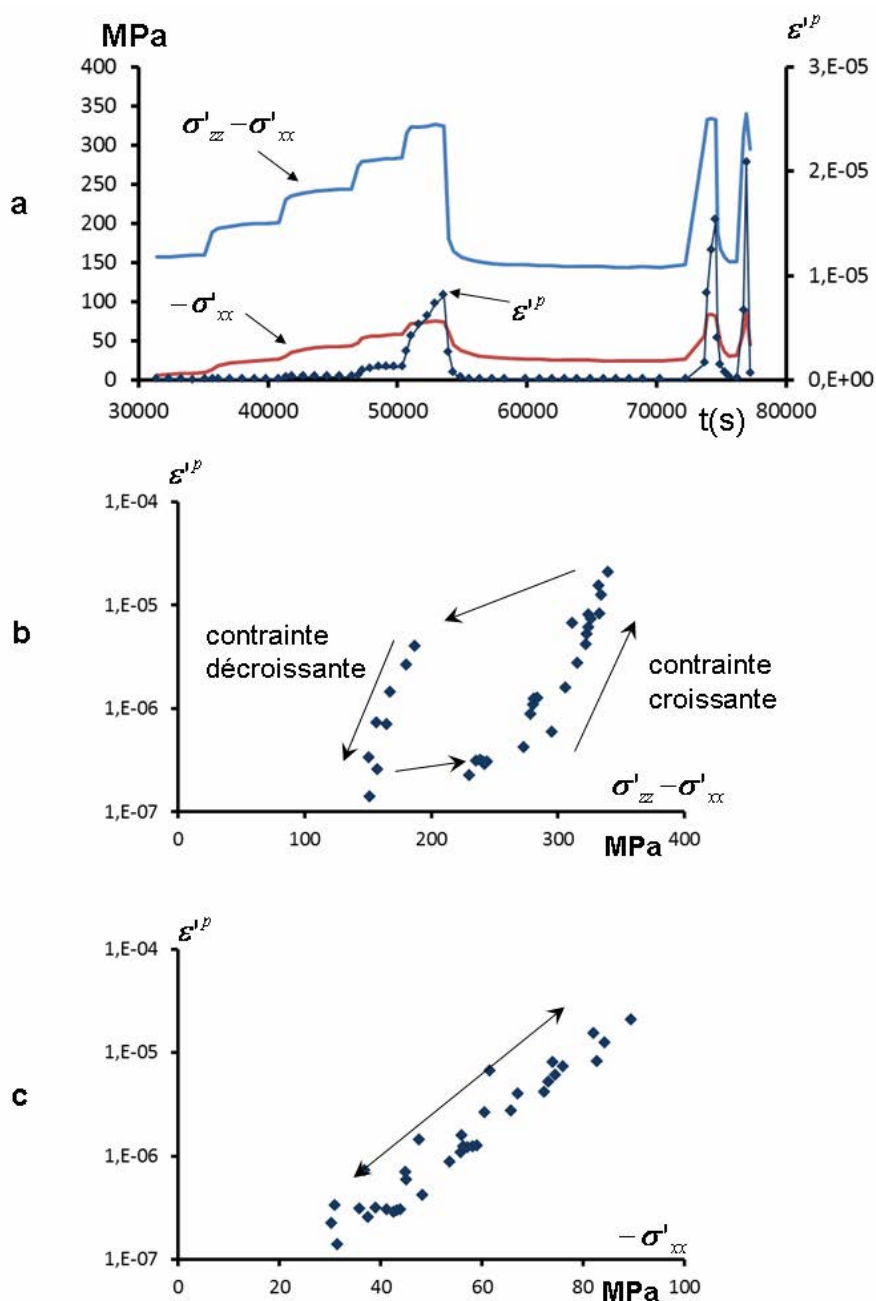


Figure 4.10 : Eprouvette 5A1. Dépendance de la vitesse de déformation des radeaux en fonction (a) du temps, (b) de la contrainte de Von Mises  $\sigma' = \sigma_a - \sigma'_{xx}$  et (c) de la composante  $-\sigma'_{xx}$  du tenseur des contraintes dans  $\gamma'$ .

A microstructure constante, une décharge de l'échantillon (à 55000 s, Figure 4.10.a) n'a pas d'effet immédiat sur la vitesse de déformation des radeaux et la vitesse totale de déformation de l'échantillon reste positive. En revanche, quand la différence entre les vitesses de déformation des radeaux et des couloirs a ramené la contrainte  $-\sigma'_{xx}$  à une valeur voisine de 30 MPa, la vitesse de déformation des radeaux devient trop faible pour être mesurable.

La composante pertinente de la contrainte est donc  $-\sigma'_{xx}$ , c'est-à-dire la composante dans le plan des radeaux, perpendiculaire à l'axe de traction. Les dislocations, qui contribuent le plus à la déformation plastique des radeaux, sont donc celles qui ont un vecteur de Burgers dans le plan (001), c'est-à-dire  $\pm a'[100]$  et  $\pm a'[010]$ .

### 3.2- Effet de $-\sigma'_{xx}$ sur la vitesse de déformation des radeaux

La Figure 4.11 montre, en échelle linéaire, la dépendance de la vitesse mesurée de déformation des radeaux en fonction de  $-\sigma'_{xx}$  (comme les vitesses maximales mesurées varient sur plus d'un ordre de grandeur, des échelles, adaptées à chaque courbe, ont été utilisées). Les vitesses mesurées vont de quelques  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$  (avec une erreur relative importante), à  $3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Pour certaines mesures à faible vitesse (fluage à basse contrainte et après décharge), il a été nécessaire de faire une moyenne de la vitesse et de la contrainte entre plusieurs points de mesure consécutifs, afin de compenser les erreurs de mesure de la déformation. Les résultats présentent une certaine dispersion, due pour l'essentiel à l'erreur sur la mesure de la vitesse de déformation : erreur due à l'inhomogénéité de température sur les éprouvettes.

En admettant une précision de l'ordre de  $10^\circ\text{C}$  sur les mesures de température et une variation du désaccord paramétrique naturel de  $-3 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  dans le domaine d'essai, l'erreur sur la contrainte  $-\sigma'_{xx}$  est de l'ordre de 3MPa.

A une exception près (éprouvette 1C2), les vitesses de déformation mesurées sous des contraintes inférieures à 50 MPa sont faibles, inférieures à  $2 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ . Elles augmentent lentement avec la contrainte. Pour des contraintes supérieures ou égales à 60 MPa et pour toutes les éprouvettes, la vitesse de déformation augmente de manière linéaire puis plus rapidement. Les différentes courbes montrent donc un seuil à 60 MPa environ, valeur qui semble peu dépendre de la température.

Les mêmes courbes, vues en échelle logarithmique (Figure 4.12), précisent ce comportement. Aux basses contraintes, la variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte est lente, avec des vitesses de déformation rarement supérieures à  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$  : l'échantillon 5A2 est à cet égard une exception. A des contraintes plus fortes, des vitesses plus élevées sont observées dans le prolongement et au-dessus de celles mesurées initialement.

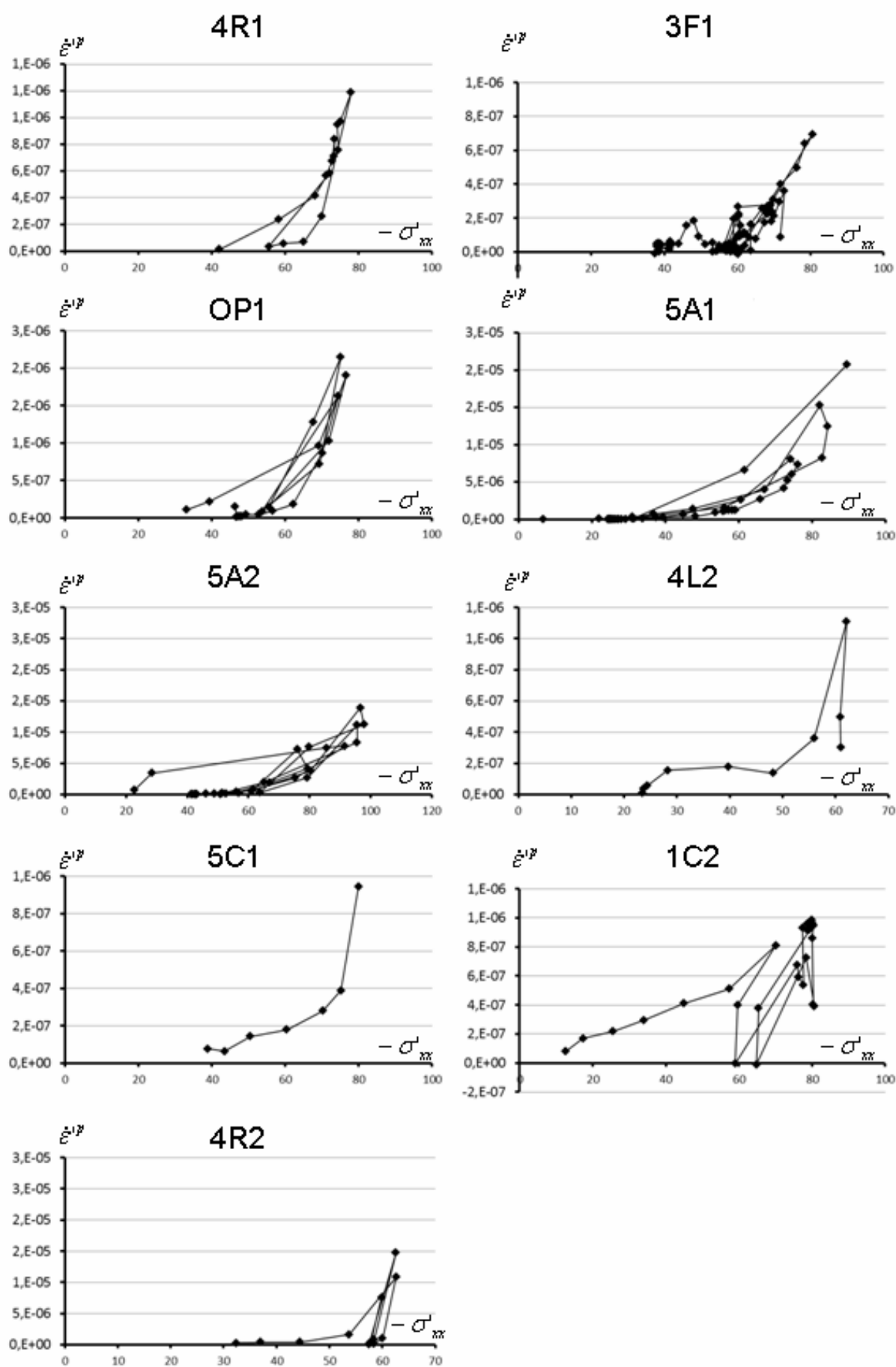


Figure 4.11 : Dépendance de la vitesse de déformation des radeaux en fonction de la composante  $-\sigma'_{xx}$  du tenseur des contraintes dans  $\gamma'$ . Echelle linéaire.

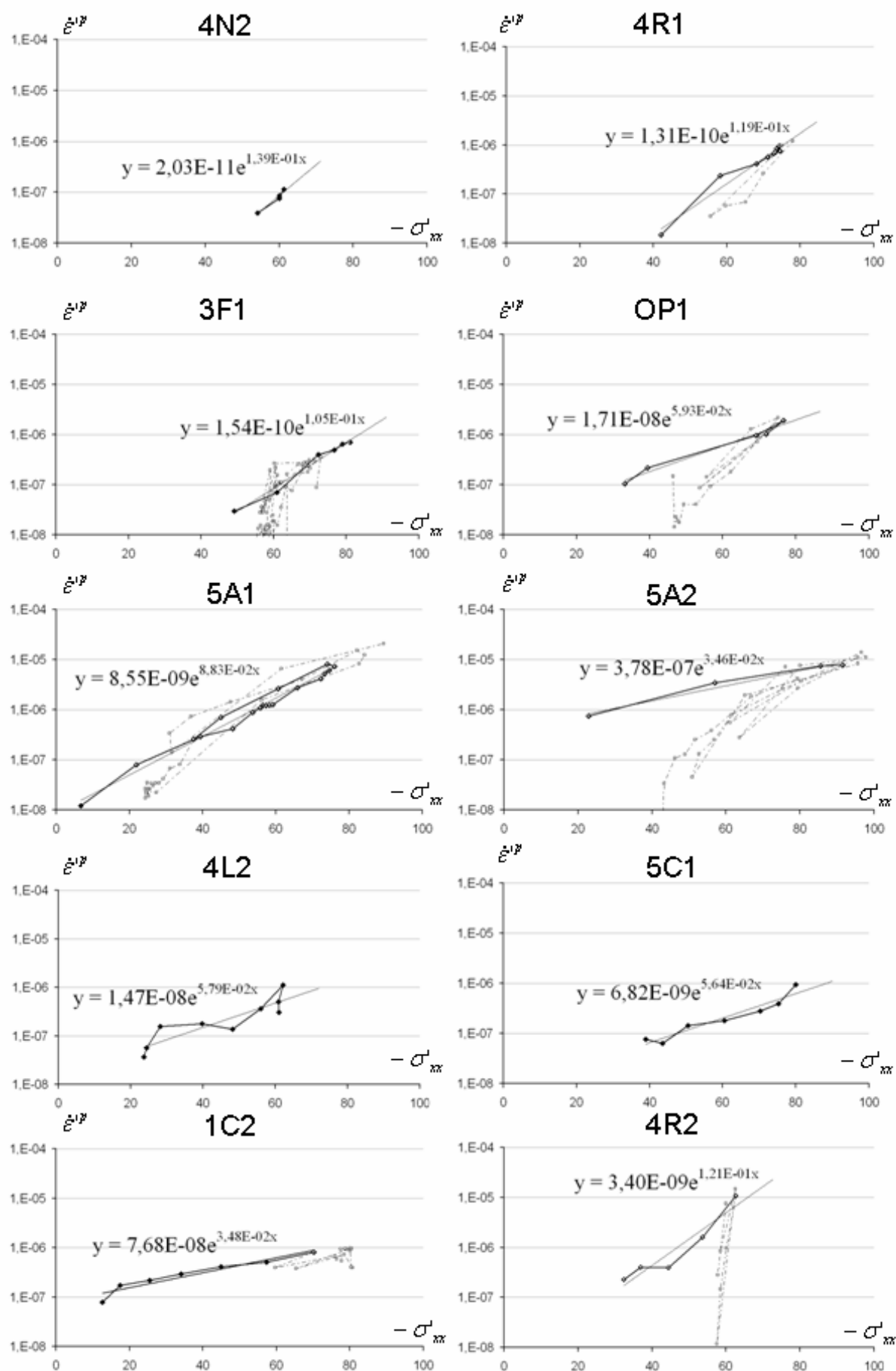


Figure 4.12 : Dépendance de la vitesse de déformation des radeaux en fonction de la composante  $-\sigma'_{xx}$  du tenseur des contraintes dans  $\gamma'$ . Echelle logarithmique.

En revanche, un groupe de points aux environs de 60 MPa (Eprouvettes 3F1, 4R2 en particulier) présente des vitesses de déformation très basses. Il s'agit de points de mesure obtenus après décharge d'un échantillon. Dans ce cas, la vitesse de déformation baisse très vite bien que la contrainte reste au voisinage de 60 MPa. Dans le cas de l'éprouvette 4R2 (à plus haute température), il semble même y avoir deux lois différentes de vitesse.

Dans certains cas (5A1, courbe linéaire), les vitesses calculées lors d'une seconde ou d'une troisième mise en charge sont supérieures à celles mesurées lors de la première. Dans le cas de l'éprouvette 5A1, ceci est vraisemblablement lié à la striction de l'échantillon.

Enfin, des éprouvettes déformées à des températures voisines peuvent se comporter mécaniquement de manière très différente : la courbe de première charge de l'échantillon 1C2 (1119°C) est régulière alors que l'éprouvette 4R2 (1125°C), qui se déforme à une vitesse voisine pour  $-\sigma'_{xx} = 40$  MPa, subit une déformation à une vitesse dix fois supérieure à  $-\sigma'_{xx} = 60$  MPa. (4R2 présentait une striction en fin d'essai).

### 3.3- Effet de la température et de $-\sigma'_{xx}$ sur la vitesse de déformation des radeaux

Afin de séparer l'effet d'une mise en charge régulière de celui d'une décharge, la dépendance en contrainte a d'abord été considérée lors de la première mise en charge des échantillons. Les différentes courbes ont été ajustées suivant une loi du type (Droites sur la Figure 4.12):

$$\dot{\epsilon}'^p = a \exp(p'(-\sigma'_{xx}))$$

**Tableau 4.5 : Paramètres d'ajustement à différentes températures : pente des courbes de la vitesse de déformation (échelle logarithmique) en fonction de la contrainte et facteur pré-exponentiel. La vitesse de déformation à 60 MPa ( $V'_{60 \text{ MPa}}$ ) est également reportée.**

	T	Pente : p' (ech Log) (MPa <sup>-1</sup> )	Facteur pré-exponentiel (s <sup>-1</sup> )	V' <sub>60 MPa</sub> (s <sup>-1</sup> )
4N2	930	0,14	2,03 10 <sup>-11</sup>	8,50.10 <sup>-8</sup>
4R1	955	0,119	1,31 10 <sup>-10</sup>	1,65.10 <sup>-7</sup>
3F1	972	0,105	1,54 10 <sup>-9</sup>	8,38.10 <sup>-8</sup>
OP1	996	0,0593	1,71 10 <sup>-8</sup>	6,00.10 <sup>-7</sup>
5A1	1000	0,088	8,55 10 <sup>-9</sup>	1,68.10 <sup>-6</sup>
5A2	1011	0,0346	3,80 10 <sup>-7</sup>	3,03.10 <sup>-6</sup>
4L2	1049	0,058	1,47 10 <sup>-8</sup>	4,77.10 <sup>-7</sup>
5C1	1066	0,056	6,82 10 <sup>-9</sup>	1,96.10 <sup>-7</sup>
1C2	1119	0,0276	7,91 10 <sup>-8</sup>	4,14.10 <sup>-7</sup>
4R2	1125	0,121	3,4 10 <sup>-9</sup>	4,84.10 <sup>-6</sup>

En dépit d'une forte dispersion, la pente p' tend à diminuer lorsque la température augmente et la vitesse de déformation à 60 MPa  $V'_{60 \text{ MPa}}$  augmente. Après élimination du point le plus surprenant (4R2), la pente varie en 1/T(K) suivant une droite :

$$p' = \frac{953}{T(K)} - 0,6675$$

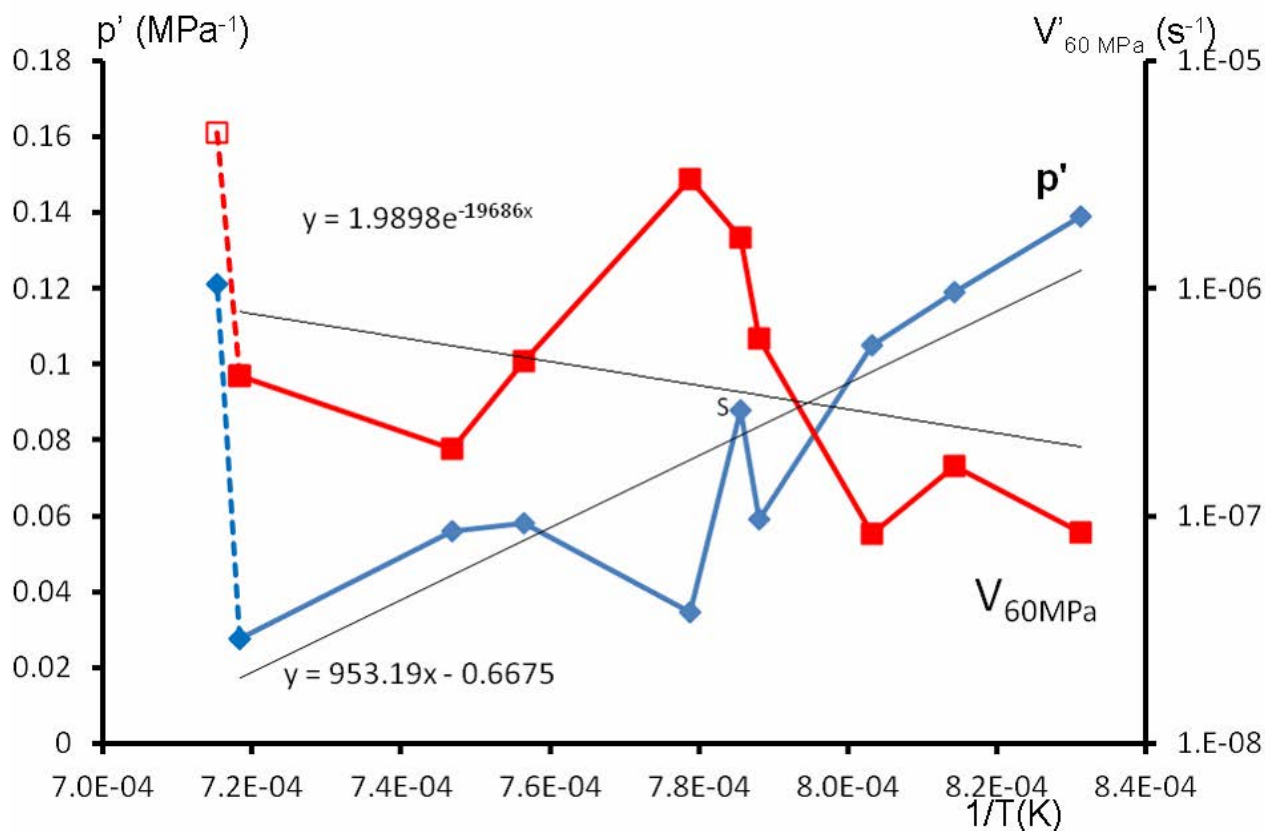


Figure 4.13 : Diagrammes d'Arrhenius des vitesses de déformation des radeaux à  $-\sigma'_{xx} = 60$  MPa (carrés rouges, échelle de droite), et variations de la pente  $p'$  (carreaux bleus, échelle de gauche). Le segment pointillé indique la non prise en compte de l'échantillon 4R2 pour l'ajustement linéaire.

Par extrapolation, cette droite passe par zéro (la sensibilité à la contrainte deviendrait nulle) vers  $T \approx 1160^\circ\text{C}$  et il est possible en principe d'écrire la vitesse de déformation sous la forme :

$$\dot{\epsilon}'^p(-\sigma'_{xx}) = b \exp(-V\sigma'_{xx}/k_B T)$$

où le volume d'activation ( $V$ ) vaut  $k_B T p' \cdot 10^{-6}$ .

Les volumes d'activation obtenus vont de l'ordre de  $2,3 \cdot 10^{-27} \text{ m}^3$  à  $5,3 \cdot 10^{-28} \text{ m}^3$ , soit de  $47 \text{ a}^3$  (4N2) à  $11 \text{ a}^3$  (1C2). (En prenant  $a' = 0,365 \text{ nm}$ )

Dans la mesure, où il est possible d'extraire du même ensemble de données une énergie d'activation des vitesses de déformation à 60 MPa, la valeur obtenue est de l'ordre de 1,66 eV.

### 3.4- Effet de la microstructure

Cependant les données obtenues sont très dispersées. Les inhomogénéités de température et de vitesse de déformation sur la partie utile de l'échantillon peuvent être mises en cause. D'autres paramètres de la microstructure peuvent également avoir un effet sur la vitesse de déformation : la taille des radeaux (longueur  $L'$  et largeur  $l'$ ), la largeur  $l$  des couloirs et le désaccord paramétrique. Ces variables sont en partie fonction de la température et il serait nécessaire de distinguer leur contribution propre.

En supposant que les effets des différentes variables sont linéaires et qu'une variable  $x$  (par exemple  $l'$ ) est corrélée avec  $1/T(K)$  comme :

$$x \approx \frac{\alpha}{T(K)} + \beta,$$

la variable réduite :

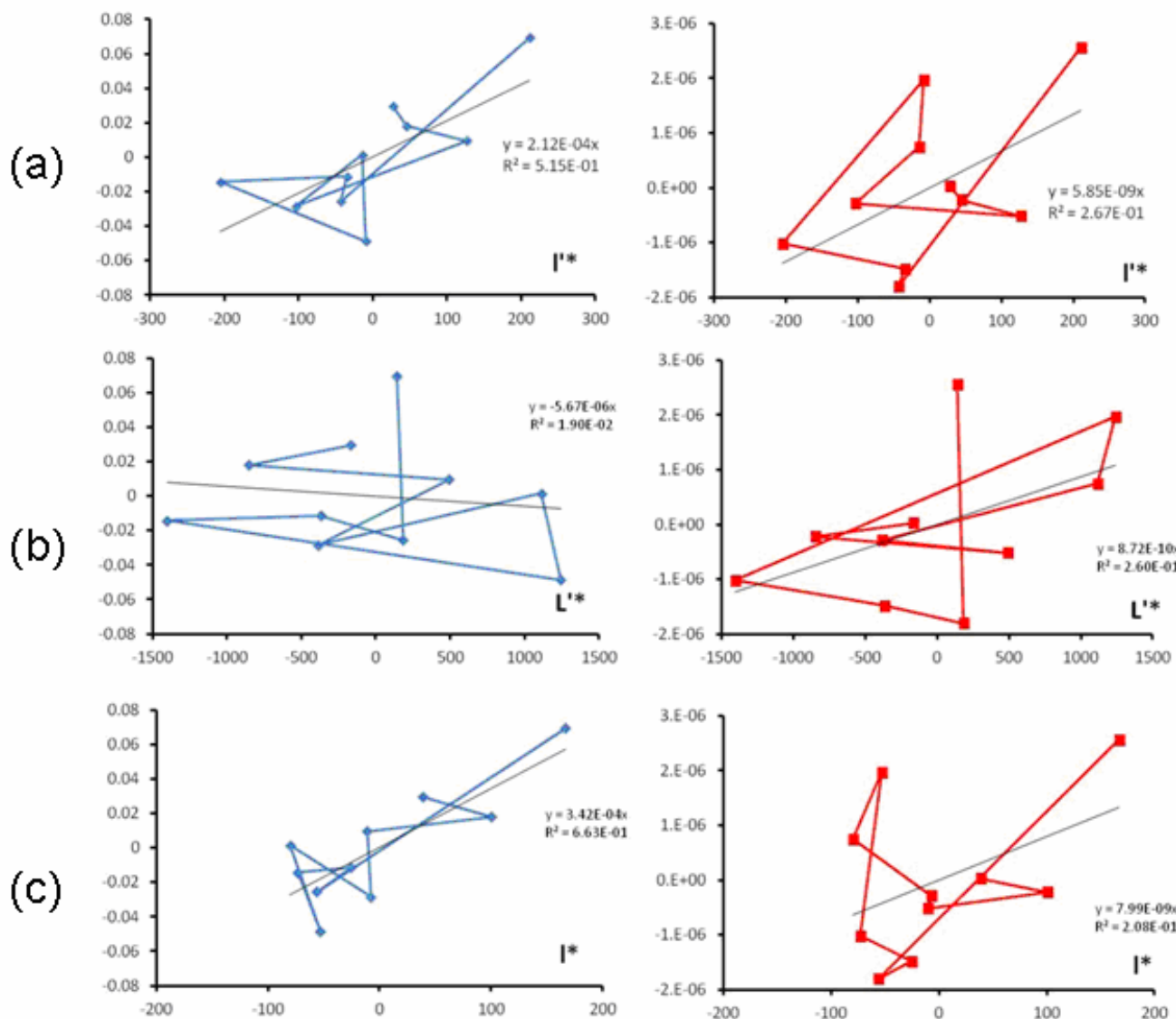
$$x^* \approx x - \frac{\alpha}{T(K)} - \beta$$

sera utilisée. Le Tableau 4.6 donne les coefficients utilisés.

**Tableau 4.6 : Corrélation entre paramètres de la microstructure et  $1/T_K$ .**

variable	$\alpha$	$\beta$	Coefficient de corrélation
$p'$	497	-0,304	0,5
$V'_{60}$	-0,019	$1,6 \cdot 10^{-5}$	-0,47
$L'$	$19,2 \cdot 10^6$	-11045	0,674
$l'$	$8,32 \cdot 10^5$	71,15	0,27
1	$-2,21 \cdot 10^6$	1998	-0,731

La Figure 4.14 montrent l'évolution des variables  $p'^*$  et  $V'_{60}*$  en fonction de  $l'^*$ ,  $L'^*$ , et  $l^*$ .



**Figure 4.14 : Corrélation entre paramètres réduits de la vitesse de déformation  $p'^*$  (bleu) et  $V'_{60}*$  et paramètres de la microstructure  $l'^*$  (a),  $L'^*$  (b) et  $l^*$ (c).**

Les courbes (Figure 4.14) montrent une corrélation nette entre  $p'^*$  d'une part, et  $l'^*$  et  $l^*$  d'autre part (qui sont elles-mêmes corrélées). Les points correspondant à l'éprouvette 4R2 (la plus haute température, mais aussi la plus éloignée de la droite d'ajustement sur la Figure 4.13) s'inscrivent dans la

tendance générale. Une augmentation de  $l$  et/ou de  $l'$ , indépendamment d'une variation de température, va augmenter la sensibilité de la vitesse de déformation des radeaux à la contrainte.

L'effet est moins net sur la vitesse de déformation à 60 MPa, pour laquelle le coefficient de corrélation  $r^2$  reste inférieur à 0,3 dans tous les cas. Ce même coefficient de corrélation passe de 0,27 à 0,19 et la pente de  $5,85 \cdot 10^{-9}$  à  $3,5 \cdot 10^{-9}$  /s.nm ( $l^*$ ) et de 0,2 à 0,06 pour une pente qui descend de  $8 \cdot 10^{-9}$  à  $1,2 \cdot 10^{-9}$  /s.nm ( $l^*$ ) si l'on supprime le point 4R2. Il reste qu'une augmentation de l'épaisseur des radeaux de 100 nm se traduit en moyenne par une augmentation de la vitesse de déformation à 60 MPa de  $\approx 5 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  et une augmentation de  $1 \mu\text{m}$  de la longueur des radeaux de 4 à  $5 \mu\text{m}$  augmente cette même vitesse de déformation de  $8 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  environ. Ceci est à comparer avec des vitesses de déformation de l'ordre de  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ . Une grande partie des irrégularités de la vitesse de déformation des radeaux à  $-\sigma'_{xx} = 60 \text{ MPa}$  en fonction de la température d'essai est donc due à des différences de microstructure.

### 3.5- Effet d'une décharge sur la vitesse de déformation

La Figure 4.15 montre l'évolution de la vitesse de déformation de l'éprouvette OP1 au cours de plusieurs cycles de charge et de décharge. Il est évident que si les points à contrainte élevée sont au même niveau que ceux calculés lors de la première mise en charge, les points à basse contrainte sont d'un ordre de grandeur plus bas, à la limite de la précision des mesures. La pente  $p'$  passe de 0,06 à 0,15 environ.

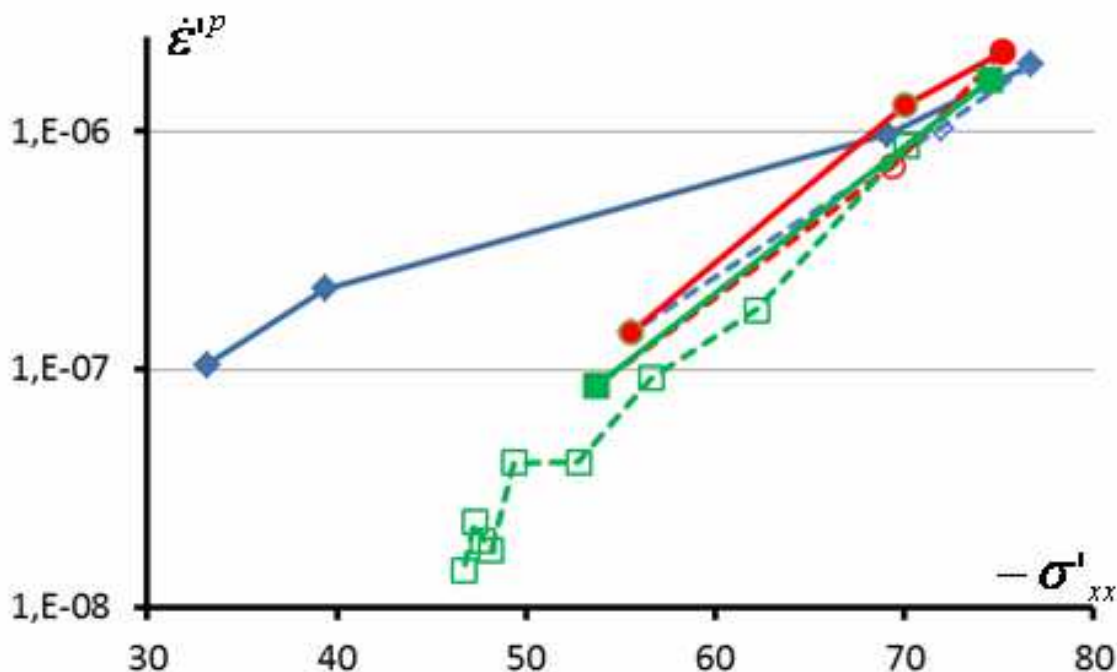


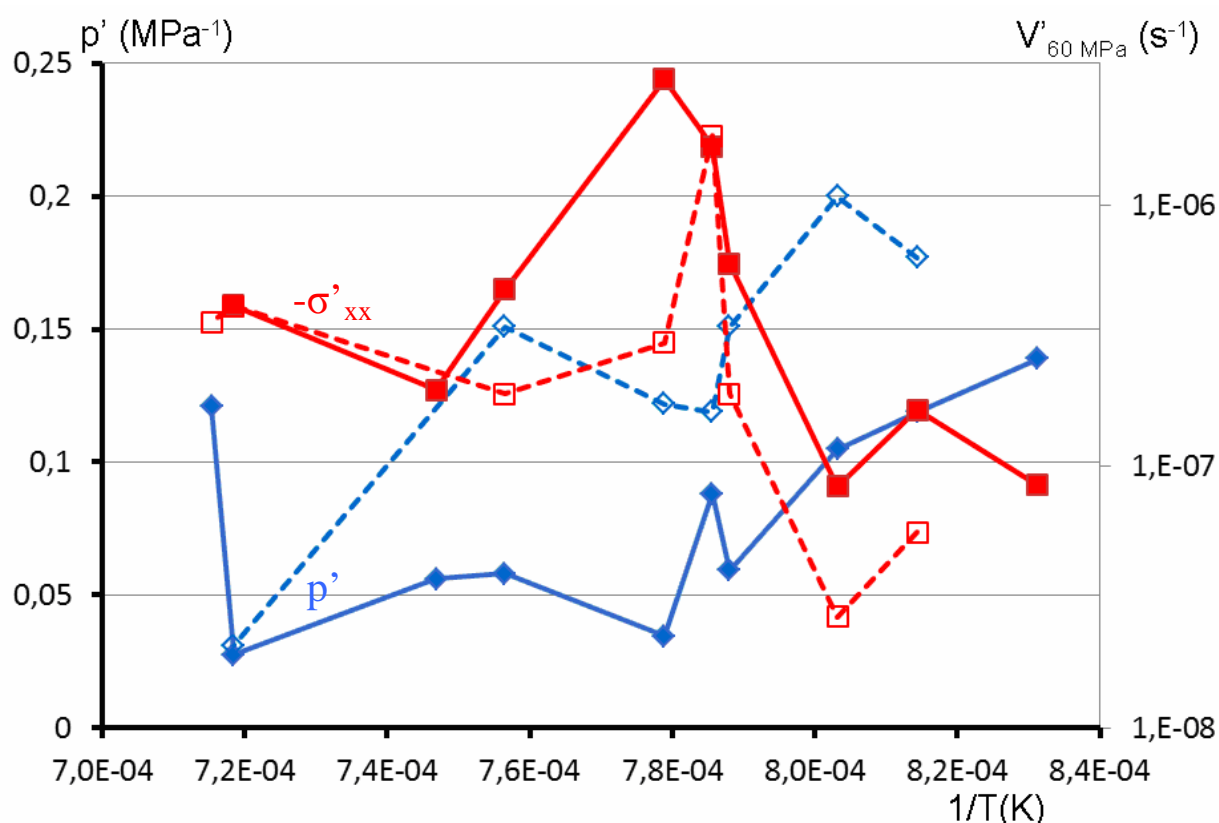
Figure 4.15 : Eprouvette OP1 : comparaison des cycles de charge et de décharge (carreaux bleus, puis points rouges, puis carrés verts). Les traits pleins correspondent à une augmentation de la charge  $-\sigma'_{xx}$ , les traits pointillés à une baisse de celle-ci.

La sensibilité de la vitesse de déformation des radeaux est donc nettement plus grande à la décharge d'un échantillon que lors de sa mise en charge, en particulier aux basses températures. Le Tableau 4.7 donne les valeurs de  $p'$ , du facteur pré-exponentiel, et de la vitesse à 60 MPa pendant la décharge des échantillons. Les courbes correspondantes sont présentées Figure 4.16. Le nombre d'éprouvettes est plus réduit : pour certaines nous ne disposons pas de mesures fiables durant une décharge. Par ailleurs, deux éprouvettes se distinguent : 5A1 et 4R2, probablement pour cause de striction.



**Tableau 4.7 : Paramètres d'ajustement à la décharge : pente des courbes de la vitesse de déformation (échelle logarithmique) en fonction de la contrainte, facteur pré-exponentiel et vitesse de déformation à 60 MPa.**

	T (°C)	Pente (ech Log) (MPa <sup>-1</sup> )	Facteur préexponentiel (s <sup>-1</sup> )	V' <sub>60 MPa</sub> (s <sup>-1</sup> )
4R1	955	0,177	1,37.10 <sup>-12</sup>	5,61.10 <sup>-8</sup>
3F1	972	0,2	1,64.10 <sup>-13</sup>	2,67.10 <sup>-8</sup>
OP1	996	0,151	2,21.10 <sup>-11</sup>	1,90.10 <sup>-7</sup>
5A1	1000	0,119	1,46.10 <sup>-9</sup>	1,84.10 <sup>-6</sup>
5A2	1011	0,122	1,97.10 <sup>-10</sup>	2,97.10 <sup>-7</sup>
1C2	1119	0,031	6,42.10 <sup>-8</sup>	4,12.10 <sup>-7</sup>
4R2	1125	1	3,1.10 <sup>-33</sup>	3,57.10 <sup>-7</sup>



**Figure 4.16 : Diagrammes d'Arrhenius des vitesses de déformation des radeaux à  $-\sigma'_{xx} = 60$  MPa (carrés rouges vides, échelle de droite), et variations de la pente  $p'$  (carreaux bleus vides, échelle de gauche) à la décharge, en pointillés. Les résultats de la figure 4.13 (charge) sont rappelés en traits continus.**

Globalement, la sensibilité à la décharge est plus élevée (et donc le volume d'activation : de  $60 \text{ a}^3$  à  $11 \text{ a}^3$  pour les éprouvettes 4R1 à 1C1), et la vitesse de déformation à 60 MPa plus basse, surtout aux plus basses températures d'essai, où la différence est d'un ordre de grandeur : l'énergie d'activation apparente passe de 1,66 eV (mise en charge) à 2,9 eV.

L'essai d'analyse statistique du 4.3 a été poursuivi, bien que le nombre d'éprouvettes considéré soit plus réduit : 4R1, 3F1, OP1, 5A2, et 1C2. Le tableau ci-dessous donne les coefficients de corrélation utilisés (on note que les coefficients de corrélations R sont plus grands en valeur absolue) :

Tableau 4.8 : Corrélation entre paramètres de la microstructure et 1/T(K).

variable	$\alpha$	$\beta$	Coefficient de corrélation R
$p'$	1703	-1,19	0,97
$V'_{60}$	-0,0034	$2,84 \cdot 10^{-6}$	-0,91
$L'$	$22,9 \cdot 10^6$	-13644	0,79
$l'$	$2,258 \cdot 10^6$	-1227	0,82
1	$-6,55 \cdot 10^5$	750	-0,49

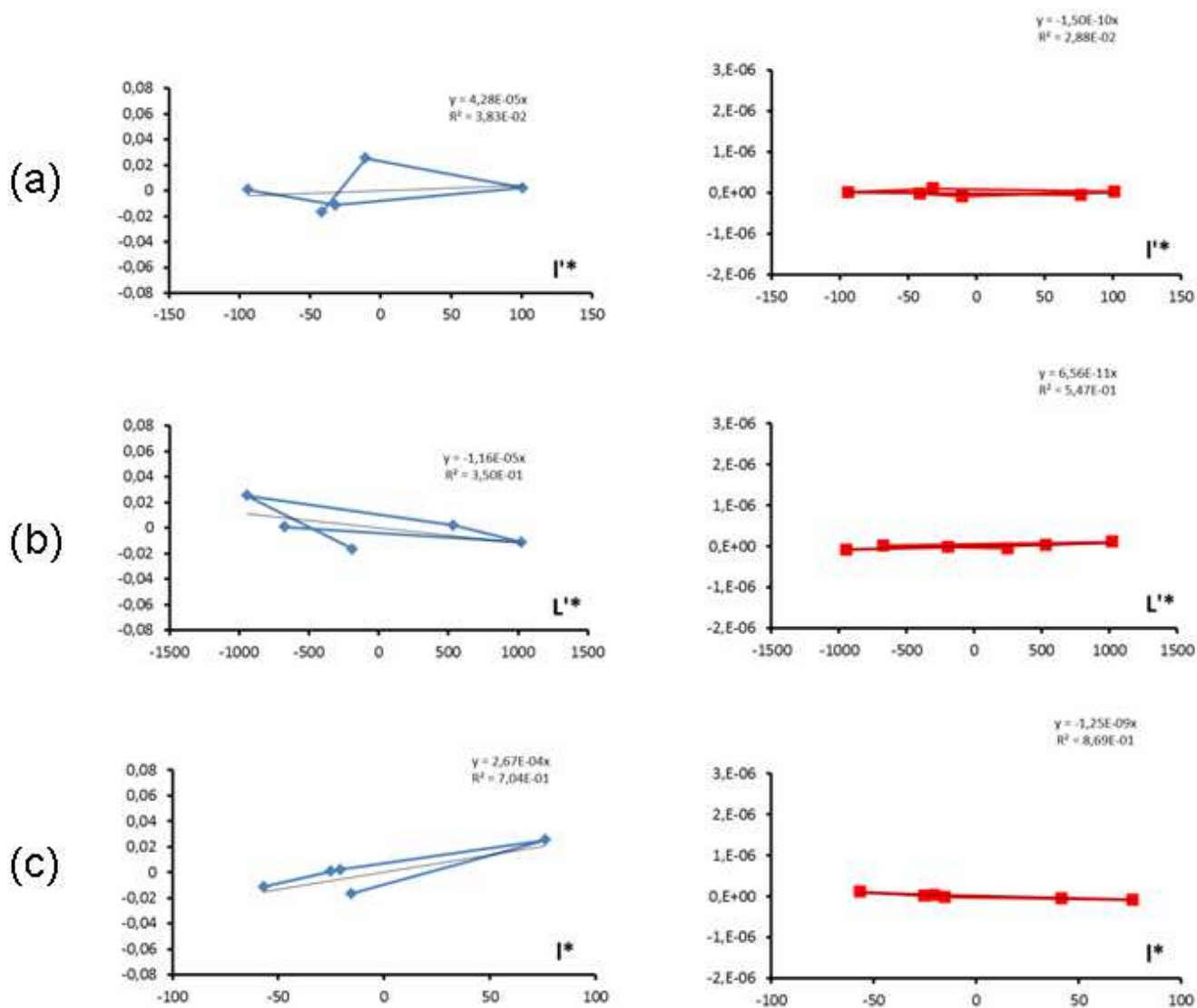


Figure 4.17 : Corrélation entre paramètres réduits de la vitesse de déformation au cours d'une décharge  $p'^*$  (bleu) et  $V'_{60}^*$  et paramètres de la microstructure  $l'^*$  (a),  $L'^*$  (b), et  $l'^*$ (c) au cours d'une décharge.

Les courbes de la Figure 4.17 indiquent que le comportement à la décharge est nettement moins sensible aux paramètres de la microstructure que le comportement lors de la mise en charge. Afin de vérifier que cette différence n'est pas due à un nombre réduit de points, les corrélations ont été répétées pour les mises en charge mais sur le nombre plus réduit des éprouvettes ayant également subi une décharge. Les résultats sont donnés dans le Tableau 4.9 :

**Tableau 4.9 : Coefficients de corrélation linéaire entre variables réduites  $l^*$ ,  $L^*$ ,  $l^*$  d'une part,  $p^*$  et  $V'_{60MPa}$  d'autre part. Effet de la taille d'échantillon à la charge, et comparaison avec la décharge.**

	$l^*$	R	$L^*$	R	$l^*$	R
$p^*$ charge : Toutes éprouvettes	$2,1 \cdot 10^{-4}$	0,51	$-5,7 \cdot 10^{-6}$	0,02	$3,4 \cdot 10^{-4}$	0,66
$p^*$ charge : Eprouvettes décharge	$1,8 \cdot 10^{-4}$	0,34	$-1,7 \cdot 10^{-5}$	0,32	$3,4 \cdot 10^{-4}$	0,44
$p^*$ décharge	$4,3 \cdot 10^{-5}$	0,38	$-1,2 \cdot 10^{-5}$	0,35	$2,7 \cdot 10^{-4}$	0,7
$V'_{60MPa}$ charge : Toutes éprouvettes ( $s^{-1}$ )	$5,8 \cdot 10^{-9}$	0,27	$8,7 \cdot 10^{-10}$	0,26	$8,0 \cdot 10^{-9}$	0,21
$V'_{60MPa}$ charge : Eprouvettes décharge ( $s^{-1}$ )	$-3,4 \cdot 10^{-9}$	0,46	$1,2 \cdot 10^{-9}$	0,55	$-1,6 \cdot 10^{-8}$	0,33
$V'_{60MPa}$ Décharge ( $s^{-1}$ )	$-1,5 \cdot 10^{-10}$	0,03	$6,6 \cdot 10^{-11}$	0,56	$-1,2 \cdot 10^{-9}$	0,87

On remarque que la taille de l'échantillon statistique ne change pas de manière sensible la dépendance de  $p^*$  en fonction de la largeur de couloir et de radeau, mais qu'elle augmente sa dépendance en fonction de la longueur des radeaux. La réduction de cette dépendance à la décharge (sauf pour la largeur de couloir réduite) est donc vraisemblablement significative. Par ailleurs,  $p^*$  et  $V'_{60MPa}$  sont bien mieux corrélées avec  $1/T(K)$  lors de la décharge (les coefficients sont respectivement 0,97 et -0,91 au lieu de 0,5 et -0,47). Les variations résiduelles sont donc plus faibles.

### 3.6- Conclusions sur la vitesse de déformation des radeaux

Les vitesses de déformation de la phase  $\gamma'$  sont entachées d'une forte erreur, vraisemblablement dues aux variations de la température le long de l'échantillon. Elles sont très faibles pour des contraintes  $-\sigma'_{xx}$  inférieures à 60 MPa, puis augmentent exponentiellement ensuite. Les volumes d'activation vont de  $10 \text{ a}^3$  environ vers  $1125^\circ\text{C}$  à plusieurs dizaines d' $\text{a}^3$  vers  $930^\circ\text{C}$ . On note une forte différence entre la première mise en charge d'une éprouvette et le comportement ultérieur, ainsi que la décharge. Le comportement à la première mise en charge semble très sensible aux paramètres de la microstructure : longueur et largeur de radeaux, et largeur de couloirs. En revanche, seule la largeur des couloirs semble avoir un effet sur la dépendance en contrainte de la vitesse de déformation. Alors que les vitesses de déformation à 60 MPa sont elles aussi sensibles à la microstructure, celle-ci n'a pas d'effet à la décharge.

## 4- Densité de dislocations et paramètre W

### 4.1- Microstructure, défauts, et forme des pics de diffraction

La distance d'extinction, de plusieurs dizaines de micromètres, est très supérieure à la taille des zones cohérentes, inférieure à l'échelle de la microstructure de l'ordre d'un micromètre. Cette configuration permet de supposer que les conditions cinématiques de diffraction sont réalisées. Les intensités diffractées par un domaine cohérent sont alors proportionnelles au volume de ce domaine et la distribution des intensités diffractées pour une distance de Bragg donnée est proportionnelle au volume du matériau concerné.

A l'intérieur d'un matériau, les variations des distances interatomiques autour de la distance moyenne peuvent être dues à plusieurs causes :

1 - Les variations de composition chimique : une variation locale de la concentration en éléments d'addition se traduit par une variation du paramètre réticulaire local. En effet dans le cas des superalliages et en particulier dans le cadre de nos observations (chapitre 3, §3.1, Tableau 3.6), une différence de distribution des éléments chimiques est observable entre zones dendritiques et zones interdendritiques (qui se traduit par des différences entre les deux zones §3.1, 3.2, 3.3 et 3.5). Selon l'homogénéité de l'alliage, cette différence de composition chimique se traduira par un dédoublement des pics de diffraction ou un élargissement de ceux-ci. La largeur plus grande des pics de diffraction en TCD du MCNG par rapport à l'AM1 en est un exemple [13]

2 - Les variations locales de l'état de contrainte : dans un alliage chimiquement homogène mais soumis à des contraintes internes, des différences locales de paramètre réticulaire sont détectées entre des zones déformées plastiquement de manière différente. C'est par exemple le cas entre couloirs et radeaux dans un superalliage au cours du stade II du fluage. La différence de déformation plastique entre couloirs et radeaux se traduit par un dédoublement du pic de diffraction en un pic «  $\gamma$  » et un pic «  $\gamma'$  » (chapitre 2 figures 2.19 et 2.20). Deux couloirs  $\gamma$  déformés différemment (si l'un est plus large que l'autre) auront un paramètre réticulaire différent.

3 - Des variations locales de paramètre dues à la présence de défauts cristallins, tels que des dislocations ou des défauts ponctuels : lacunes, interstitiels. Le champ local de déformation d'une dislocation (d'un défaut ponctuel) isolée varie en  $1/r$  (resp.  $1/r^2$ ), ce qui se traduit par des queues de distribution des distances inter-réticulaires en  $1/\varepsilon^3$  (resp.  $1/\varepsilon^5$ ). A plus longue distance des défauts pour des déformations plus faibles, la déformation locale est la somme des déformations induites par plusieurs défauts et elle dépend de la distribution spatiale de ces défauts.

Dans le cas des expériences présentes, les variations chimiques à longue distance des distances inter-réticulaires (type 1) sont des données du problème et ne changeront pas durant l'essai. Ils restent les variations de type 2 et 3 : l'ordre de grandeur des variations recherchées (celui de  $W$ ) est de l'ordre de  $10^{-3}$ .

Variations de type 2 : Dans un volume de dimension  $A$ , assez grand pour se déformer autant que le milieu environnant, il se forme des couloirs et des radeaux d'épaisseurs différentes. La contrainte seuil de déformation varie avec la largeur des couloirs (et la contrainte d'Orowan) et donc avec le désaccord paramétrique local. En supposant, qu'en début d'essai, les radeaux ne sont pas déformés, un état de contrainte s'établit comme celui de la Figure 4.18. La densité de dislocations est la même de chaque côté d'un couloir et introduit la même différence de paramètre  $\delta_{\perp}$ . Les couloirs auront un paramètre réticulaire différent les uns des autres, fonction de leur largeur. En revanche, dans les radeaux le paramètre réticulaire sera le même. En admettant, que le désaccord paramétrique  $\delta_{\perp}$  puisse varier de  $\pm 5\%$  autour d'une valeur moyenne de 0,003 (Cela correspond à une variation locale de la contrainte d'Orowan ( $\Delta\sigma = (\chi E_{\nu} / (1 - \nu)) \Delta\delta_{\perp} = \pm 12$  MPa.), la valeur de  $W$  sera alors de  $0,15 \cdot 10^{-3}$  supérieure à celle de  $W'$  : valeur qui a été mesuré en début d'essai dans le cas de l'éprouvette 5A1, pour laquelle  $W = 0,83 \cdot 10^{-3}$  pour le pic  $\gamma$  et  $W' = 0,68 \cdot 10^{-3}$  pour le pic  $\gamma'$ . La largeur des couloirs restant sensiblement constante en cours d'essai, cette contribution à la largeur des pics devrait rester inchangée.

De la même façon, une déformation différente des radeaux  $\gamma'$  (les uns vis-à-vis des autres) élargirait les pics  $\gamma'$  sans changer la distribution de déformation dans les couloirs  $\gamma$ .

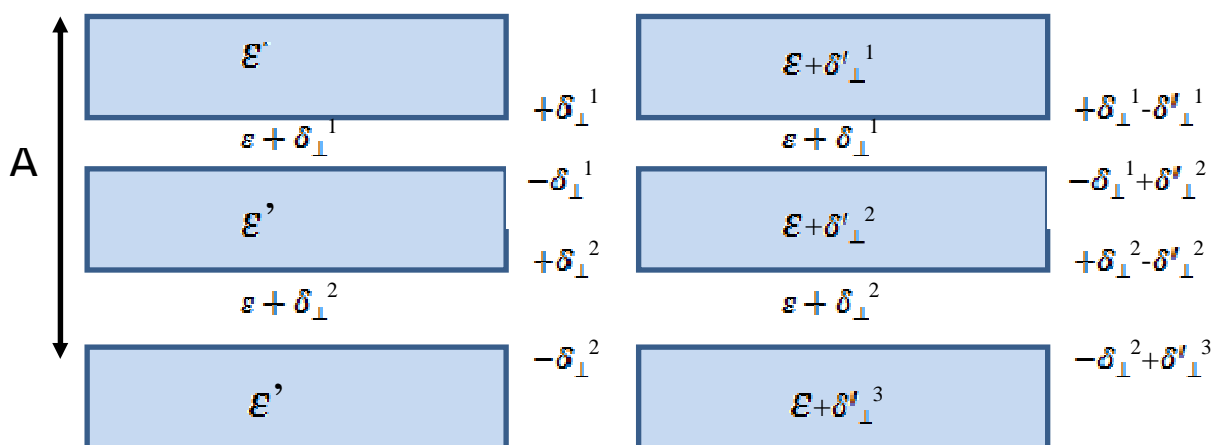


Figure 4.18 : A gauche : variation locale du paramètre dans les couloirs  $\gamma$  et homogénéité dans les radeaux  $\gamma'$  en début d'essai. A droite : variation des paramètres dans les radeaux se superposant à la variation précédente.

Variations de type 3 : Si la contribution des défauts ponctuels, dont la portée est faible, peut être considérée comme négligeable, les fluctuations de paramètre réticulaire dues aux dislocations peuvent élargir les pics de diffraction.

Deux populations de dislocations sont à considérer :

- les dislocations présentes dans les couloirs et les radeaux (surtout dans ces derniers d'après les observations par microscopie électronique en transmission) ;
- les dislocations bloquées aux interfaces  $\gamma/\gamma'$ .

Si ces dernières étaient arrangées de manière parfaitement régulière, les fluctuations auraient une portée très courte et n'auraient pas d'effet sur la largeur des pics. (Il s'agit du problème classique du mur infini de dislocations [2]). Il n'en est pas de même dans le cas d'une interface réelle, pour laquelle l'arrangement des dislocations est mal ordonné. Saada a démontré [14,15] que la variance de la distribution des fluctuations pouvait varier en  $1/d^3$  ou en  $1/d$ . ( $d$  : distance à l'interface.) selon le type de désordre considéré.

## 4.2- Simulation de la forme des pics

Une étude complète de l'effet des dislocations sur la forme des pics de diffraction dépasse largement le cadre du présent travail. Nous avons donc simplement essayé de simuler différentes distributions de dislocations, pour vérifier si elles pouvaient rendre compte de l'évolution des pics en cours d'essai.

### ➤ Microstructure de référence

Un empilement de trois bicouches  $\gamma/\gamma'$  d'épaisseurs respectives 200 nm et 300 nm. ( $f = 0,6$ ) et de largeur  $10\mu\text{m}$  (Figure 4.19) a été utilisé. La normale au plan de la figure est  $[110]$  et l'axe vertical  $[001]$ . Les dislocations des interfaces rouges et bleues sont alternativement polarisées (composante du vecteur de Burgers dans le plan de l'image) de façon à obtenir le désaccord paramétrique recherché. Les déformations suivant deux directions (horizontale et normale à la Figure 4.19) sont calculées sur une grille ( $200 \times 200$  points) de  $2\mu\text{m}$  (horizontale) par  $250\text{nm}$  (verticale) allant du milieu de la couche  $\gamma$  au milieu de la couche  $\gamma'$  : cette représentation permet de limiter les effets de bord. Deux distributions de dislocations sont générées :

- celle correspondant respectivement à la figure (ligne des dislocations pointant vers le lecteur) ;
- une distribution de lignes de dislocations dans le plan de la figure.

Après un calcul sur les grille (x,z) et (y,z), les contraintes sont déterminées en chaque point (x,y,z), transformées du repère de la figure vers un repère [100], [010] et classées en fonction de la déformation obtenue, de façon à générer un profil de la distribution de paramètres réticulaires. Ce profil peut être analysé suivant la même procédure que les pics réels, de façon à vérifier la valeur du désaccord paramétrique et calculer les paramètres W et W'.

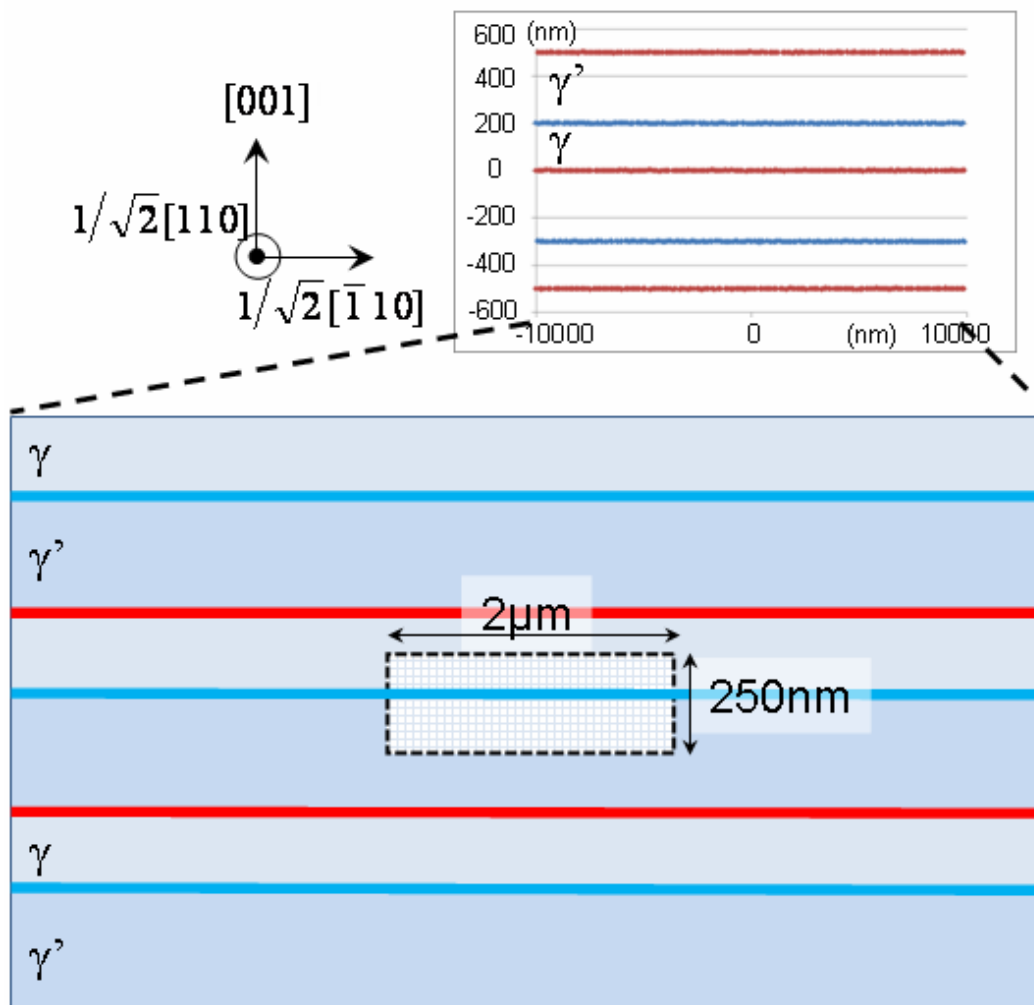
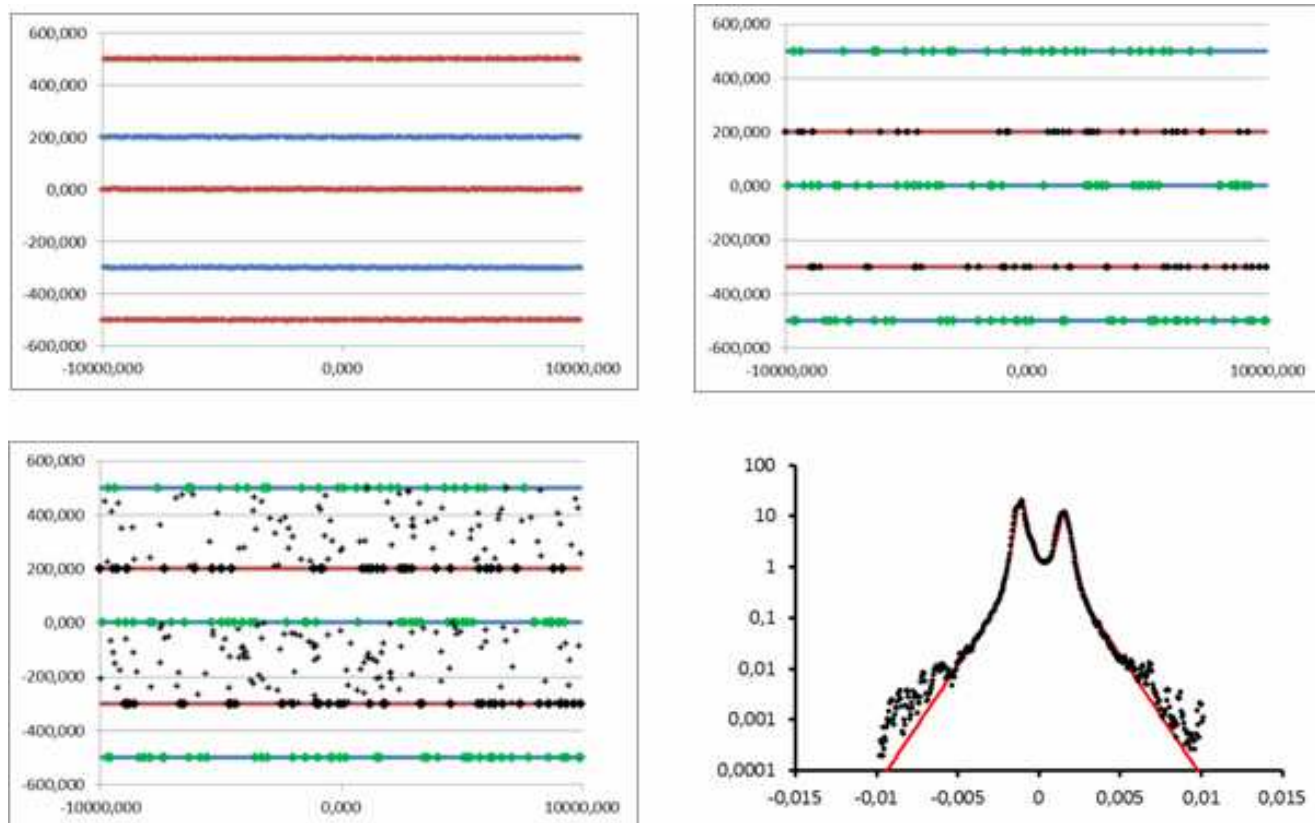


Figure 4.19 : Microstructure de référence et grille de calcul

➤ Populations de dislocations

Plusieurs types de population ont été générés (Figure 4.20) :

- une population de référence, formée de dislocations d'interface (rouges et bleues) de vecteur de Burgers  $\pm a/2[1\bar{1}0]$  (ligne [110]) réparties régulièrement (mur de dislocations)) avec des fluctuations gaussiennes sur leur position ;
- une série de populations, générée en retirant des dislocations au hasard dans la population précédente et en les remplaçant par des paires de dislocations (noires et vertes) des systèmes de glissement activés dans la phase  $\gamma$  (avec un demi plan supplémentaire du côté  $\gamma'$  de l'interface) placées de manière aléatoire dans la même interface. A l'interface, le remplacement de quelques-unes, d'une partie ou de toutes les dislocations de la population de référence fait passer d'un désordre presque nul à un désordre maximal.
- une série de populations basées sur les précédentes, auxquelles sont ajoutées des dislocations (croix) de vecteur de Burgers aléatoire  $\pm a/2 \langle 110 \rangle$  dans les radeaux  $\gamma'$  en densité variable.



**Figure 4.20 : Populations de dislocations de désordre croissant : population de référence, population désordonnée et population désordonnée avec dislocations dans les radeaux, et exemple d'ajustement des profils calculés.**

La Figure 4.21 résume les résultats de différentes simulations, faites à désaccord paramétrique  $\delta_{\perp}$  constant. D'une manière générale, les pics simulés sont plus étroits que les pics réels (une courbe expérimentale est donnée en exemple) : la simulation ne prend pas en compte le désordre chimique ni les différences entre couloirs.

- Les profils générés par une population de référence de dislocations se trouvent au voisinage du point A.
- Ajouter du désordre à l'interface déplace les points expérimentaux le long d'une droite de pente 0,67 ( $\approx (1-f)/f$ ) environ, passant par le point B et s'arrêtant en C pour un désordre maximal à l'interface.
- Ajouter des dislocations dans les radeaux déplace le profil de A vers D sur une droite de pente 1,66 ou de B vers E (pente 1,69). (avec une grande dispersion des points)

Le faible nombre de simulations réalisées ne permet pas d'être quantitatif sur le rapport entre densité de dislocations dans les radeaux et déplacement le long de la droite. Il est toutefois possible de remarquer que les pentes de 1,66 et 1,69 sont proches, mais supérieures à la valeur de 1,26 attendue à partir de l'ajustement de la figure 3.45.

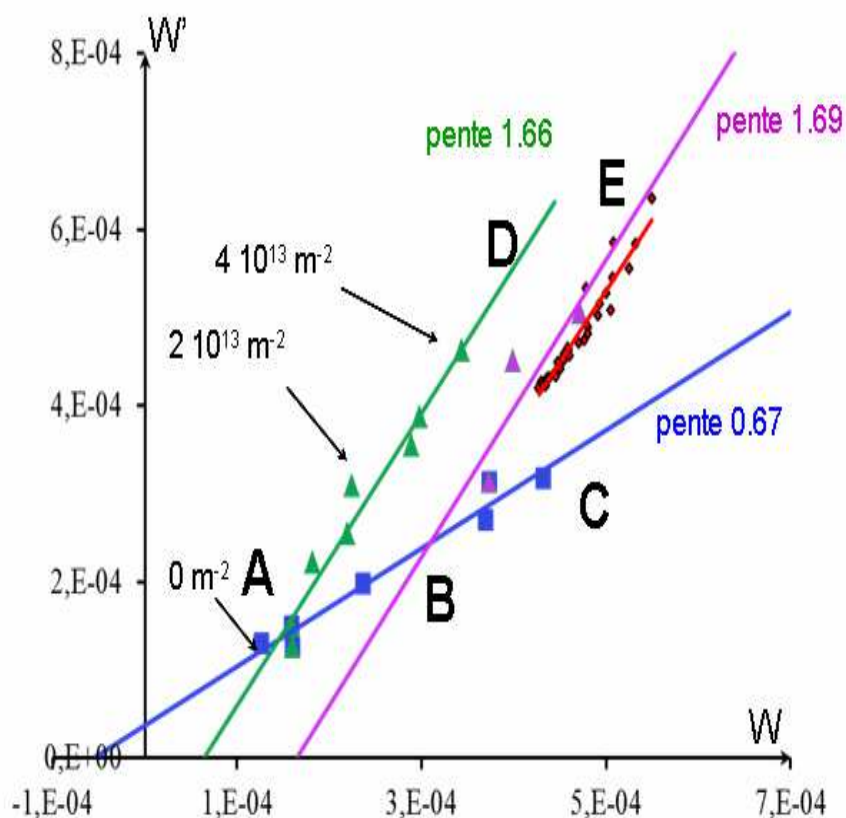


Figure 4.21 : Courbes  $W' = f(W)$  résultant des simulations de distributions de dislocations.

En conclusion, si le désordre à l'interface contribue bien à l'élargissement des pics, il ne peut pas expliquer l'évolution des paramètres  $W$  et  $W'$  lors de la mise en charge d'une éprouvette. L'ajout de dislocations dans les radeaux fait se déplacer les points dans la bonne direction, mais une meilleure statistique (et peut être une modification de la méthode de choix des vecteurs de Burgers des dislocations placées aléatoirement dans les radeaux) devrait permettre d'améliorer ces résultats.

#### 4.3- Variation de $W$ et $W'$ en cours d'essai : corrélation avec la déformation plastique

La Figure 4.22 montre l'évolution simultanée de la contrainte  $-\sigma'_{xx}$  dans les radeaux (trait noir), de la vitesse de déformation (carreaux bleus pleins, échelle de droite) et des paramètres  $W$  et  $W'$  (carreaux vides respectivement rouges et bleus, échelle arbitraire) pour l'éprouvette 5A1. L'évolution des largeurs de pics a déjà été décrite : à partir de valeurs initiales constantes, elles augmentent (d'abord  $W'$  puis  $W$ ) avec la mise en charge de l'éprouvette.

En traçant ces quatre courbes sur la même figure, il est possible de faire deux constatations :

- La courbe  $W'$  rejoint la courbe  $W$  à  $t = 47000$  s, à l'instant où la contrainte  $-\sigma'_{xx}$  dépasse le seuil de 60 MPa, à partir duquel la vitesse de déformation (en échelle linéaire) devient notable.  $W'$  passe en dessous de  $W$  à  $t = 54000$  s, quand  $-\sigma'_{xx}$  repasse en dessous du seuil.
- Au-dessus de ce seuil de 60 MPa, les évolutions respectives de la vitesse de déformation, de  $W$  et de  $W'$  sont parallèles.



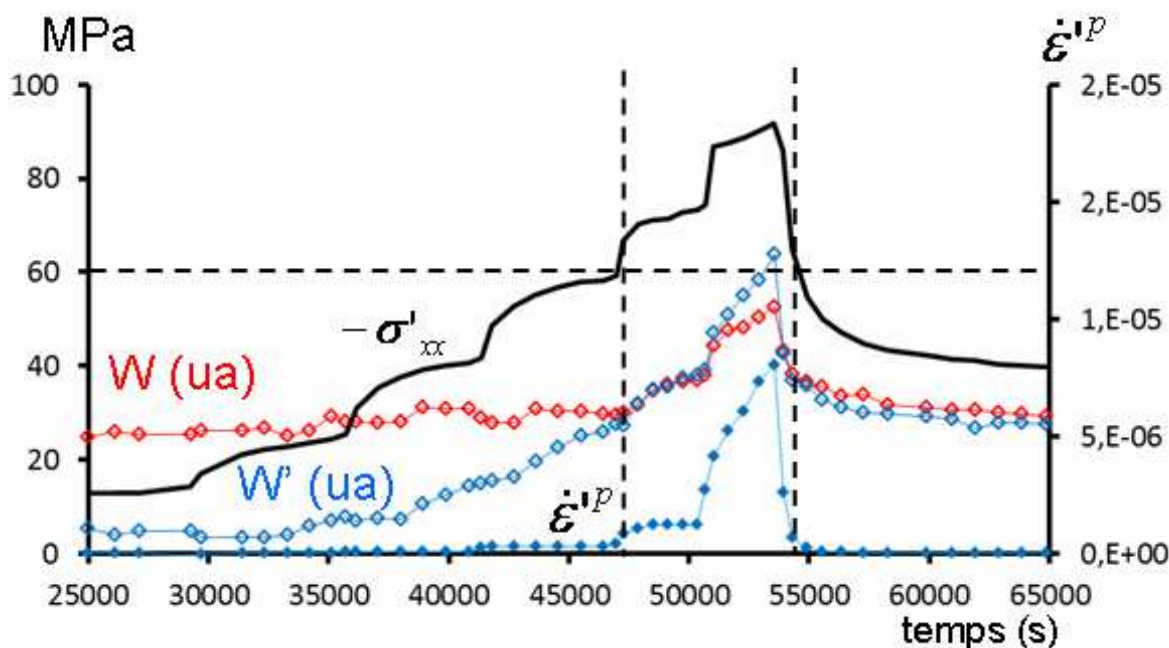


Figure 4.22 : Evolution simultanée de la contrainte dans les radeaux (ligne continue noire), de la vitesse de déformation (ligne bleue avec des carreaux pleins) et des paramètres W (ligne bleue avec des carreaux creux) et W' (ligne rouge avec des carreaux creux) (ua = unités affines arbitraires). Eprouvette 5A1.

Ce parallélisme est confirmé par la Figure 4.23, qui donne l'évolution de W et W' en fonction de la vitesse de déformation : pour des vitesses de déformation non nulles, W et W' sont des fonctions affines de cette vitesse.

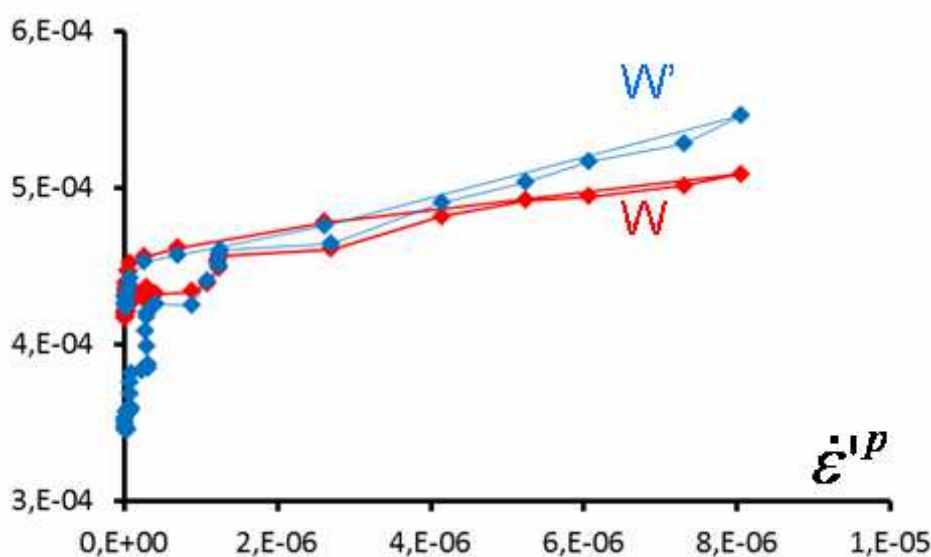


Figure 4.23 : Variation de W (carreaux rouges) et W' (carreaux bleus) avec la vitesse de déformation des radeaux pour la première montée et première décharge durant l'essai 5A1.

#### 4.4- Conclusion sur la forme des pics

En conclusion, si les hétérogénéités chimiques dans l'échantillon et la variation de la contrainte d'Orowan contribuent à la largeur des pics de diffraction, cette contribution est vraisemblablement fixée en début d'essai, en fin de mise en radeaux.

Les variations pendant l'essai peuvent, avec une très forte vraisemblance, être attribuées à un changement dans la microstructure de dislocations. Il peut s'agir des dislocations d'interface : la distribution des dislocations à l'interface en fin de stade I est relaxée, avec des dislocations coins qui

accommodent (et sur-accommodent) le désaccord paramétrique. L'arrivée aléatoire de segments de dislocations « fraîches », amenées par les dislocations qui entrent dans les couloirs  $\gamma$ , ajoute du désordre à l'interface et augmente le désaccord paramétrique. Les simulations décrites au paragraphe 4.2 montrent que, à désaccord paramétrique constant, ces dislocations devraient faire augmenter les paramètres de largeur  $W$  et  $W'$  suivant un rapport :  $\Delta W'/\Delta W \approx (1-f)/f$ . Cette évolution ne correspond pas à ce qui est observé en début de mise en charge des éprouvettes :  $W$  change peu et  $W'$  augmente. Il serait utile de refaire les simulations non pas en remplaçant des dislocations « relaxées » par des paires de dislocations fraîches, mais plus simplement en ajoutant de nouvelles dislocations fraîches.

Le principal facteur d'augmentation des paramètres  $W$  et  $W'$  en cours d'essai paraît être la présence de dislocations dans les radeaux. Dans ce cas, les simulations réalisées montrent que  $W$  et  $W'$  devraient évoluer le long d'une droite. C'est bien ce qui est observé, bien que les simulations dans leur état actuel ne reproduisent pas la pente expérimentale. La relation observée  $\Delta W'/\Delta W \approx 2(1-f)/f$  ne peut pas être due à un effet aléatoire : la retrouver sera un critère de qualité pour de futures simulations.

L'imprécision des simulations effectuées ne permet pas de relier la position le long de la droite ( $W, W'$ ) à la densité des dislocations dans les radeaux. Les simulations sont compatibles avec une relation linéaire, mais la dispersion des résultats pourrait masquer une loi de puissance. De toute façon, le rapport  $\Delta W'/\Delta W$  dépendant de la microstructure, le lien entre cette position et la densité de dislocations devra être validé.

La relation observée entre la vitesse de déformation des radeaux et la largeur des pics n'était pas attendue. Elle reste à confirmer sur des échantillons qui se déforment à vitesse suffisante pour que la précision de la corrélation soit bonne. Si cette relation et la précédente devaient être vérifiées, elles auraient une implication intéressante : la vitesse de déformation des radeaux ne dépend que de la densité de dislocations. Bien que spéculatif, ce point sera discuté ci-dessous.

## 5- Remarques sur la déformation plastique des radeaux

### 5.1- Principaux résultats de l'analyse des données expérimentales

Plusieurs points méritent d'être dégagés des résultats précédents :

- La contrainte pertinente pour analyser la vitesse de déformation des radeaux n'est pas la contrainte de Von Mises mais la composante  $\sigma'_{xx}$  du tenseur des contraintes. Elle est proportionnelle à l'écart  $\delta_{\perp} - \delta$  entre le désaccord paramétrique mesuré dans le plan des radeaux et le désaccord paramétrique naturel à la température d'essai.
- La vitesse de déformation des radeaux, vue sur une échelle linéaire, semble présenter un seuil voisin de 60 MPa, au-delà duquel elle augmente fortement. Sous réserve d'une analyse plus fine des données expérimentales, ce seuil dépend très peu de la température.
- Durant les essais, la largeur des pics de diffraction évolue de manière partiellement réversible. L'augmentation de la largeur des pics (paramètres  $W, W'$ ) est corrélée à la densité de dislocations dans les radeaux. Cette densité pourrait varier linéairement avec la vitesse de déformation.

### 5.2- Essai d'interprétation des paramètres d'activation

L'énergie d'activation obtenue à partir de l'ajustement est élevée par rapport aux valeurs de la littérature (de 350 à 500 kJ/mol, soit 3,6 à 5,2 eV), soit un peu plus du double de l'énergie d'activation de l'autodiffusion [16].

Le paramètre le plus surprenant est le volume d'activation, qui est énorme vis-à-vis du volume d'une lacune ou d'un interstitiel. Si ces valeurs sont correctes, le mécanisme qui limite la déformation plastique des radeaux ne peut être la création et la diffusion de lacunes.

Cette remarque est cohérente avec les résultats de Touratier [6] et Viguier *et al.* [7], qui montrent que le flux de lacunes nécessaire pour assurer une déformation par mécanisme de montée aux vitesses de déformation de fluage observées est de quatre ordres de grandeur inférieur au flux produit par la montée de dislocations flux aux niveaux de contrainte appliquée.

Un autre mécanisme limitant potentiel est la formation de segments de dislocations de vecteur de Burgers  $a[100]$  et leur entrée dans les radeaux. De tels segments peuvent se former par réaction de dislocations  $a/2[110]$  et  $a/2[1\bar{1}0]$  sans coût énergétique. Ils resteront bloqués par leurs extrémités à l'interface  $\gamma/\gamma'$  (les segments qui les composent ne peuvent pénétrer dans les radeaux sans tirer une faute d'empilement derrière eux) et devront se courber jusqu'à former une demi-boucle énergétiquement stable.

Il reste à estimer la taille d'une boucle stable, capable d'entrer dans un radeau. Le diamètre maximal d'une telle demi-boucle (Figure 4.24) est donné par la distance entre dislocations à l'interface, de l'ordre de 60 nm, c'est-à-dire 150 à 200 paramètres réticulaires. Le volume d'activation correspondant (en multipliant la surface par le vecteur de Burgers, égal à  $a'$ ) serait de l'ordre de  $10000 b^3$ , c'est-à-dire très supérieur à ce qui est mesuré ici : il faudrait admettre qu'une demi-boucle dont la longueur serait de quelques paramètres réticulaires serait stable.

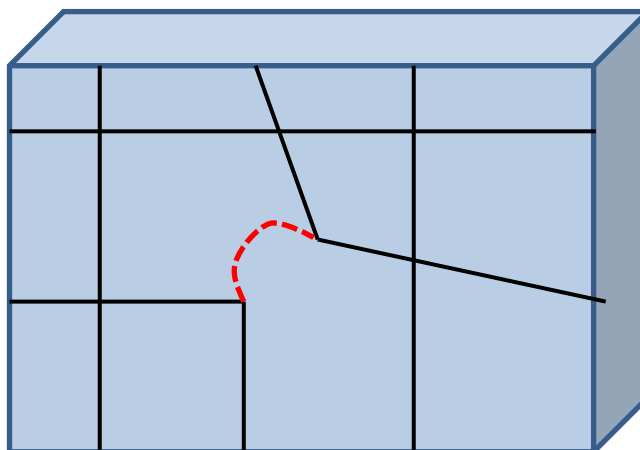


Figure 4.24 : Entrée d'une demi-boucle [100] dans un radeau.

### 5.3- Plasticité limitée par une réaction à l'interface et densité de dislocations

Quelle que soit sa vitesse de déplacement, une demi-boucle de dislocation qui entre dans un radeau va le balayer complètement et lui apporter un incrément de déformation identique : si le mécanisme qui contrôle la plasticité est l'entrée des dislocations dans les radeaux, la mobilité de ces dislocations ne joue plus aucun rôle. En revanche, à un instant donné, le nombre de dislocations dans un radeau sera égal au nombre de dislocations, qui y entrent par unité de temps, multiplié par le temps de parcours du radeau. La densité de dislocations dans le radeau sera égale au nombre de boucles, qui entrent par unité de surface et de temps, multiplié par le même temps de parcours. Pour une microstructure donnée, dans des conditions de température données, elle sera donc proportionnelle à la vitesse de déformation.

Sous réserve de vérification, la relation empirique entre valeur des paramètres  $W$  et  $W'$  et vitesse de déformation vient donc en appui à un modèle de plasticité des radeaux contrôlé par l'entrée des dislocations.

## Bibliographie du chapitre 4

- [1] J. CORMIER, « Comportement en fluage anisotherme à haute et très haute température du superalliage monocristallin MC2 », University of Poitiers, Poitiers, 2006.
- [2] J. P. HIRTH et J. LOTHE, *Theory of dislocations*, 2<sup>e</sup> éd. New York, 1984.
- [3] L. P. KUBIN, « Preplasticity and the Theory of Thermally-Activated Phenomena. », *Philos Mag*, vol. 30, n<sup>o</sup>. 4, p. 705-718, 1974.
- [4] P. SPATIG, J. BONNEVILLE, et J.-L. MARTIN, « A new method for activation volume measurements : application to Ni<sub>3</sub>(Al,Hf) », *Materials Science and Engineering A*, vol. 167, n<sup>o</sup>. 1-2, p. 73-79, 1993.
- [5] P. M. SAROSI, R. SRINIVASAN, G. F. EGGELER, M. V. NATHAL, et M. J. MILLS, « Observations of a<001> dislocations during the high-temperature creep of Ni-based superalloy single crystals deformed along the [001] orientation », *Acta Mater*, vol. 55, p. 2509-2518, 2007.
- [6] F. TOURATIER, B. VIGUIER, C. SIRET, S. LESTERLIN, et E. ANDRIEU, « Dislocation mechanisms during high temperature creep experiments on MC2 alloy », *Advanced Materials Research*, vol. 278, p. 7-12, 2011.
- [7] B. VIGUIER, F. TOURATIER, et E. ANDRIEU, « High temperature creep of single-crystal nickel-based superalloy, microstructural changes and effects of thermal cycling », *Philosophical Magazine*, 2011.
- [8] T. LINK, A. EPISHIN, M. KLAUS, U. BRUCKNER, et A. REZNICEK, « <100> dislocations in nickel-base superalloys : formation and role in creep deformation », *Material Science and Engineering*, vol. 405, p. 254-265, 2005.
- [9] A. EPISHIN et T. LINK, « Mechanisms of high temperature creep of nickel-base superalloys under low applied stress », *Phil. Mag. A.*, vol. 84, p. 1979-2000, 2004.
- [10] F. LOUCHET et M. IGNAT, « TEM analysis of square-shaped dislocation configurations in the  $\gamma'$  phase of a Ni-based superalloy », *Acta Metallurgica*, vol. 34, n<sup>o</sup>. 8, p. 1681-1685, 1986.
- [11] G. EGGELER et A. DLOUHY, « On the transformation of <010>-dislocations in the  $\gamma'$ -phase of superalloy single crystals during high temperature low stress creep », *Acta Mater*, vol. 45, n<sup>o</sup>. 10, p. 4251-4262, 1997.
- [12] L. DIRAND, A. JACQUES, J. P. CHATEAU, T. SCHENK, O. FERRY, et P. BASTIE, « Strains and dislocation densities within a rafted superalloy : In situ investigation during mechanical testing at 1080°C », *Journal of Physics : Conference Series*, vol. 240, 2010.
- [13] F. DIOLOGENT, P. CARON, T. d' ALMEIDA, A. JACQUES, et P. BASTIE, « The  $\gamma/\gamma'$  mismatch in Ni based superalloys : in situ measurements during a creep test », *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, vol. 200, p. 346-351, 2003.
- [14] G. SAADA et E. BOUCHAUD, « Dislocation walls », *Acta Metallurgica Et Materialia*, vol. 41, n<sup>o</sup>. 7, p. 2173-2178, 1993.
- [15] G. SAADA et D. SORNETTE, « Long-range stress field fluctuations induced by random dislocation arrays : A unified spectral approach », *Acta Metallurgica Et Materialia*, vol. 43, n<sup>o</sup>. 1, p. 313-318, 1995.
- [16] H. LI, L. ZUO, X. SONG, Y. WANG, et G. CHEN, « Coarsening behavior of  $\gamma$  particles in a nickel-base superalloy », *Rare Metals*, vol. 28, n<sup>o</sup>. 2, p. 197-201, 2009.

## CONCLUSION GENERALE

L'objectif du présent travail était de combiner les moyens classiques d'investigation microstructurale dans l'étude des propriétés mécaniques : essais mécaniques haute température, étude microstructurale par microscopie électronique à balayage et en transmission et diffraction de rayons X haute résolution en rayonnement synchrotron *in situ* et en temps réel, pour étudier le comportement mécanique en fluage à très haute température d'un superalliage monocristallin de référence, l'AM1.

Les superalliages monocristallins sont très bien connus pour leurs bonnes propriétés mécaniques à très haute température, qui permettent de les utiliser pour fabriquer des aubes de turbines de turboréacteurs. Ce sont aussi, au moins lorsqu'ils ont une microstructure en radeaux, des matériaux biphasés très simples, pour lesquels il est possible de séparer les contributions de chaque phase au comportement mécanique.

Grâce à la symétrie de cette microstructure, l'état de contrainte et de déformation du matériau peut en effet être déterminé complètement à l'aide de deux données seulement : l'allongement et la différence relative des paramètres réticulaires mesurée dans le plan perpendiculaire à l'axe de traction.

Mesurer ce désaccord paramétrique requiert néanmoins des moyens lourds : les superalliages base nickel sont très absorbants pour les rayons X et réaliser des mesures dans la masse et en temps réel nécessite l'emploi d'une source de très haute énergie et de très forte intensité : le rayonnement synchrotron. Les résultats obtenus ici sont donc une preuve de l'intérêt des Grands Instruments en métallurgie.

Au cours de ce travail, nous avons réalisé des mesures *in situ* de désaccord paramétrique sur une série d'éprouvettes pendant des essais de fluage à haute température (930 – 1125°C) sous contrainte variable. Nous avons suivi l'évolution de la position et de la forme des pics de diffraction (200), perpendiculairement à l'axe de traction, avec une précision relative des paramètres de l'ordre de  $10^{-5}$ , en répétant les mesures toutes les 300 secondes environ. Le matériau a été caractérisé de manière extensive après essai par microscopie électronique en transmission et à balayage, de façon à extraire les paramètres microstructuraux pertinents : taille de couloirs  $\gamma$ , de radeaux  $\gamma'$ , densité de dislocations dans les interfaces  $\gamma/\gamma'$  et dans les radeaux.

Cette caractérisation des échantillons a permis d'abord de vérifier que les mesures de différentes grandeurs, telles que la fraction de chaque phase ou le désaccord paramétrique par des méthodes différentes, donnent bien des résultats convergents. Elles ont aussi fourni les bases nécessaires à la modélisation des résultats : densité de dislocations en fin d'essai dans les radeaux, vecteur de Burgers...

Les fichiers de données expérimentales (pics de diffraction) ont été dépouillés de façon à extraire la valeur instantanée des paramètres réticulaires et les paramètres  $W$  et  $W'$  qui définissent la largeur des pics. Partant de ces données et des mesures d'allongement des échantillons, nous avons pu calculer, pour chaque phase, son état de contrainte, sa déformation plastique en fonction du temps et donc des sollicitations extérieures auxquelles elles étaient soumises.

Lors de la mise en charge par paliers des échantillons, les couloirs de phase cfc  $\gamma$  ont été soumis à des essais de relaxations successives. Les dislocations se propagent dans les couloirs dès que la contrainte de Von Mises dépasse une contrainte seuil, la contrainte d'Orowan, qui permet à un segment de dislocation d'y glisser en laissant aux interfaces des segments de dislocations, qui vont contribuer au désaccord paramétrique. La contrainte en retour de ces segments de dislocations ramène la contrainte de Von Mises à sa valeur initiale.

Une étude linéaire détaillée de l'évolution du désaccord paramétrique au cours de ces mises en charge successives a montré que la densité des dislocations mobiles dans les couloirs  $\gamma$  augmentait et que cette augmentation était proportionnelle à l'incrément de déformation des couloirs. Le taux d'augmentation de la densité de dislocations varie avec la température d'essai : leur arrangement sur un diagramme d'Arrhenius a mis en évidence un phénomène thermiquement activé sous-jacent, avec une énergie d'activation de l'ordre de 3 eV. Cependant, certaines valeurs calculées au cours de la modélisation nous font mettre en cause le modèle linéaire utilisé : soit il est incomplet, soit un autre mécanisme contribue à la déformation des couloirs lorsque la vitesse de déformation des radeaux dépasse quelques  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ . Des expériences complémentaires de décharge lente ou par paliers des éprouvettes devraient permettre d'éclaircir ce point.

Les radeaux  $\gamma'$  se déforment par montée de dislocations de vecteur de Burgers  $a'[100]$  et  $a'[010]$ . Dans une première étape, nous avons vérifié que le paramètre pertinent pour étudier leur comportement est la composante  $\sigma'_{xx}$  du tenseur des contraintes. Par la suite, nous avons étudié la dépendance en contrainte de la vitesse de déformation et montré que celle-ci augmente brusquement lorsque  $\sigma'_{xx}$  dépasse 60 MPa. L'analyse des données en contrainte et en température montre que la déformation plastique des radeaux est un phénomène thermiquement activé, avec une énergie d'activation de 1,7 eV pour les montées en charge et de 2,9 eV pour les décharges (avec cependant une forte imprécision) et un volume d'activation de quelques dizaines d' $a'^3$ . Seule la largeur des couloirs semble avoir un effet sur la sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte. La vitesse de déformation à 60 MPa dépend également de la microstructure lors des montées en charge, mais y est insensible lors des décharges.

Une telle valeur du volume d'activation semble exclure la diffusion de lacunes comme phénomène limitant de la déformation plastique, ce qui rejoint les arguments d'autres auteurs. En revanche, la déformation plastique pourrait être limitée par la formation et l'entrée des dislocations  $a'[100]$  dans les radeaux.

Un indice supplémentaire en faveur d'un tel mécanisme est fourni par l'évolution de la forme des pics de diffraction, qui s'élargissent de manière partiellement réversible lorsque l'éprouvette est soumise à une charge élevée. Des simulations ont permis de montrer que cet élargissement est dû à la présence de dislocations dans les radeaux. Or, une comparaison sur une éprouvette, qui se déformait à vitesse relativement élevée ( $> 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ ), semble montrer que les paramètres  $W$  et  $W'$  des pics (et peut-être la densité de dislocations dans les couloirs) varient de manière affine avec la vitesse de déformation plastique des radeaux.







AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE  
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL  
POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

oOo

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :

**Monsieur Pierre CARON, Ingénieur, D.M.S.M, ONERA, Châtillon**

**Monsieur Bernard VIGUIER, Professeur, CIRIMAT-ENSIACET, Toulouse**

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

**Madame DIRAND Laura**

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE,  
une thèse intitulée :

**"Fluage à haute température d'un superalliage monocristallin : expérimentation *in situ*  
en rayonnement synchrotron. "**

en vue de l'obtention du titre de :

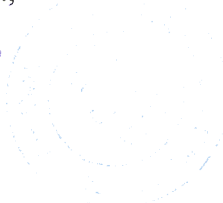
DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Intitulé du doctorat : « **Science des Matériaux** »

Fait à Vandoeuvre, le 07 novembre 2011

Le Président de l'IN.P.L.,

F. LAURENT







## **Fluage à haute température d'un superalliage monocristallin : expérimentation *in situ* en rayonnement synchrotron**

### **Résumé :**

Les superalliages monocristallins à base de nickel sont utilisés en aéronautique pour les aubes de turbines. Cette étude est consacrée à la modélisation du comportement en fluage du superalliage monocristallin AM1 après mise en radeaux, au cours d'essais isothermes à contrainte variable.

Des diffractogrammes (200) ont été obtenus *in situ* par diffractométrie trois axes en rayonnement synchrotron, à haute température (950-1150°C) pour des paliers de contrainte entre 0 et 300MPa. Pour chaque phase, les déformations élastiques se déduisent de la position des pics et les contraintes, déformations plastiques et vitesses de déformation sont obtenues par la mesure du désaccord paramétrique, en utilisant un modèle composite en série. Ces résultats sont combinés à une caractérisation *post mortem* en microscopie électronique : morphologie des phases, densité et nature des dislocations.

La mesure *in situ* du désaccord paramétrique donne accès à la densité instantanée de dislocations aux interfaces  $\gamma/\gamma'$ . Dans la phase  $\gamma$ , lors d'incrémentations de la contrainte appliquée, la contrainte de Von Mises augmente, puis se relaxe jusqu'à une contrainte seuil. Cette contrainte est en accord avec la contrainte d'Orowan et les largeurs des couloirs mesurées *post mortem*. La déformation plastique de la phase  $\gamma'$  est produite par montée de dislocations de vecteur de Burgers perpendiculaire à l'axe de traction sous l'action de la seule contrainte transverse et contrôlée par l'entrée de dislocations depuis les interfaces. Une simulation des pics de diffraction permet de reproduire l'évolution de leur largeur en fonction de la nature et de la répartition des dislocations aux interfaces et dans la phase  $\gamma'$ .

**Mots-clés : Superalliage à base nickel, Monocristal, Fluage, Diffraction de Rayons X, Synchrotron, Microscopie électronique, Désaccord paramétrique, Dislocation**

## **High temperature creep deformation of nickel-based superalloys: *in situ* high energy X- Rays Diffraction experiments**

### **Abstract :**

Nickel-based superalloys are used in aeronautics for turbine blades. This study aims at modelling the creep behaviour of single-crystalline AM1 superalloy with a rafted  $\gamma/\gamma'$  microstructure during isothermal tests under variable applied stresses.

(200) diffraction profiles are obtained with a triple crystal diffractometer and high energy synchrotron radiation at high temperature (950-1150°C) with an applied stress varying between 0 and 300 MPa. For each phase, the elastic strain is deduced from the peaks' positions and the stress, plastic strain rate from the lattice mismatch, assuming a model lamellar composite material. *Post mortem* characterizations by electronic microscopy completes the results: morphology of each phase, dislocations densities and nature.

The measurement of lattice mismatch leads to an *in situ* estimation of the dislocations' density at the  $\gamma/\gamma'$  interfaces. For the  $\gamma$  phase, during successive jumps of the applied stress, the Von Mises stress increases and then relaxes down to a threshold stress. This stress is in agreement with Orowan stress deduced from the *post mortem* measurements of the  $\gamma$  channels' width. Plastic strain of the  $\gamma'$  phase is produced by climb of dislocations with Burgers' vectors perpendicular to the tensile axis under the mere transversal stress and is controlled by the entrance of dislocations into the rafts from the interfaces. The distribution of elastic strains was simulated by assuming two main contributions: dislocations at the  $\gamma/\gamma'$  interfaces and within the  $\gamma'$  rafts. The simulation reproduces the absolute magnitude of the peaks' width, as well as their increase with dislocation densities.

**Keywords: Superalloys nickel-based, Single Crystal, Creep, X-Ray Diffraction, Synchrotron, Electron Microscopy, Misfit, Dislocation**

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE  
Ecole Doctorale : ÉNERGIE MÉCANIQUE ET MATÉRIAUX  
Laboratoire : INSTITUT JEAN LAMOUR

## THÈSE

Présentée par

**Laura DIRAND**

Pour l'obtention du grade de Docteur de l'INPL  
Spécialité : Science et ingénierie des matériaux et métallurgie

### **Fluage à haute température d'un superalliage monocristallin : expérimentation *in situ* en rayonnement synchrotron**

Soutenue le 10 novembre 2011

Tome 2 : Annexes

#### **Composition du jury**

<b>COUJOU Armand</b>	Président
<b>CARON Pierre</b>	Rapporteur
<b>VIGUIER Bernard</b>	Rapporteur
<b>BASTIE Pierre</b>	Examineur
<b>CORMIER Jonathan</b>	Examineur
<b>CHATEAU-CORNU Jean-Philippe</b>	Examineur
<b>JACQUES Alain</b>	Examineur
<b>SCHENK Thomas</b>	Invité



## Table des matières

<i>ANNEXE 1 : Ensemble des résultats des campagnes d'essai aux synchrotrons</i>	5
<i>ANNEXE 2 : Morphologie des différentes phases mesurées au MEB</i>	18
A2.1- Distribution des longueurs de radeaux	18
A2.2- Distribution des largeurs de radeaux	22
A2.3- Distribution des largeurs de couloirs	26
<i>ANNEXE 3 : Dislocations aux interfaces</i>	30
A3.1- Caractérisation des vecteurs de Burgers à des températures d'essai différentes	30
A3.2- Distribution des tailles des réseaux	32
<i>ANNEXE 4 : Dislocations dans la phase <math>\gamma'</math> observées au MET</i>	36
A4.1- Caractérisation des vecteurs de Burgers à des températures d'essai différentes	36
A4.2- Mesures des densités de dislocations dans la phase $\gamma'$	46
<i>ANNEXE 5 : Synthèse</i>	56





## ANNEXE 1 : Ensemble des résultats des campagnes d'essai aux synchrotrons

Pour chaque essai (Figure A1.1-A1.10) sont présentés en fonction du temps :

- 1- la température et la déformation plastique moyenne ;
- 2- le désaccord paramétrique perpendiculaire déduit des mesures des paramètres de maille;
- 3- la contrainte appliquée, les contraintes de Von Mises dans les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  et la contrainte transverse dans la phase  $\gamma'$ ;
- 4- les paramètres  $W$  et  $W'$  (largeurs des pics).

Pour les dix échantillons, les échelles en ordonnées sont identiques, sauf pour la déformation de l'éprouvette 5A1. Les échelles de temps sont différentes.

Dans le Tableau A1.1 sont rappelées les conditions de prédéformations et des essais *in situ*.

**Tableau A1.1 : Sollicitations appliquées aux dix échantillons, tous les essais ont été refroidis en maintenant la contrainte finale appliquée, sauf 4N2, OP1 et 5A2 (déchargement : D)**

Code éprouvette	Conditions de prédéformation			Conditions d'essais <i>in situ</i>					Fin d'essais
	Charge (MPa)	T (°C)	Durée (h)	T (°C)	Charge min. (MPa)	Charge max. (MPa)	$\epsilon^p$ après prédef. (%)	$\epsilon^p$ fin d'essai (%)	
4N2	150	1080	27	930	120	250	0,5	0,7	D
4R1	100	1080	30	955	120	300	0,7	1,7	-
3F1	120	1080	24,5	972	120	275	0,6	1,2	-
OP1	120	1080	30	996	120	250	0,6	1,8	D
5A1	120	1080	24	1000	120	250	×	2,5	striction
5A2	120	1080	20	1011	120	250	×	2,6	D
4L2	120	1120	5	1049	60	170	0,4	1	-
5C1	120	1120	4,5	1066	0	150	0,6	2,0	striction (légère)
1C2	120	1120	5	1120	20	120	0,6	1,2	-
4R2	100	1080	26,5	1125	20	100	0,8	2,5	striction



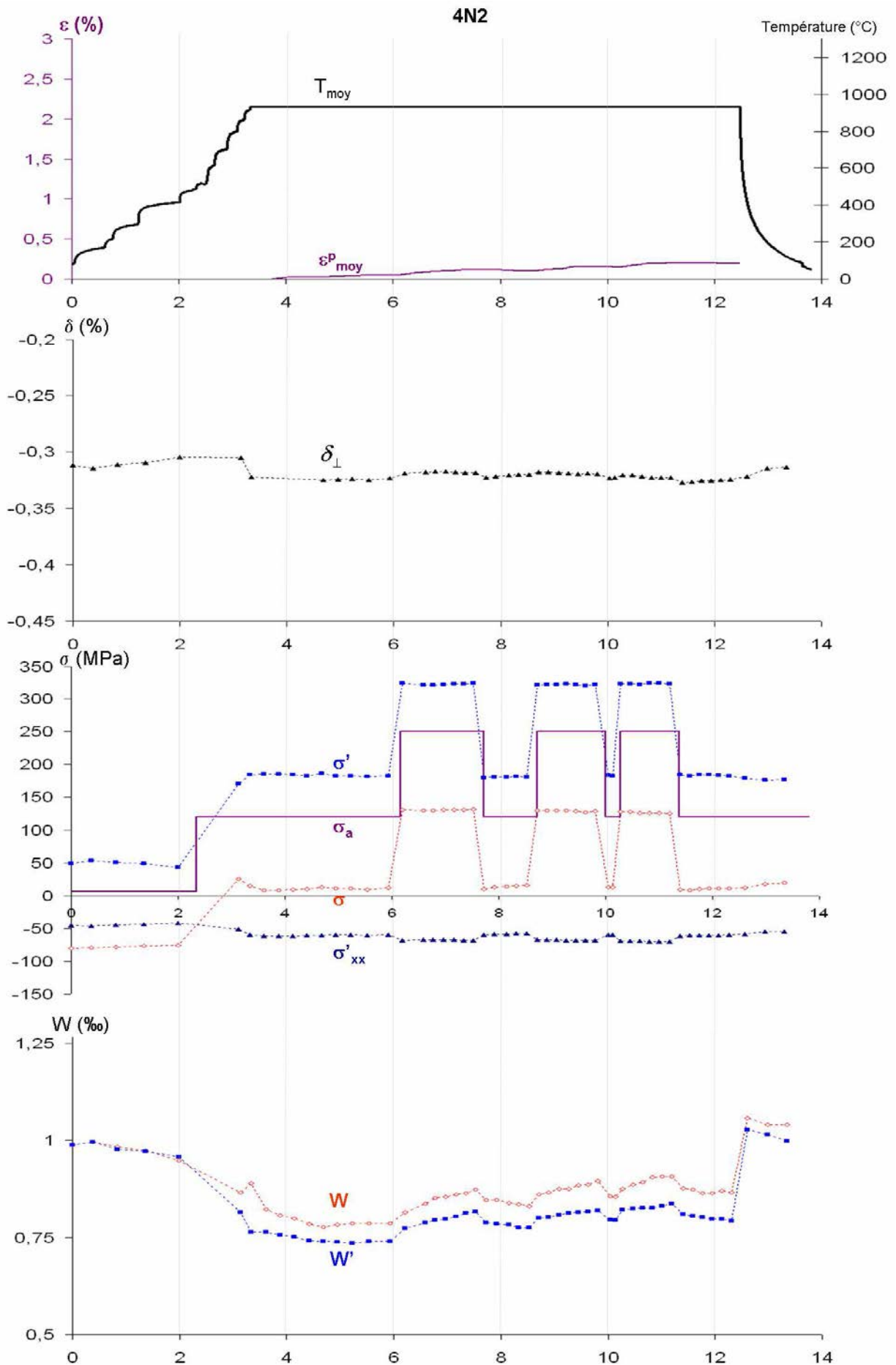


Figure A1.1 : Evolution des paramètres caractéristiques de l'essai 4N2 déduite des mesures *in situ* en rayonnement synchrotron.

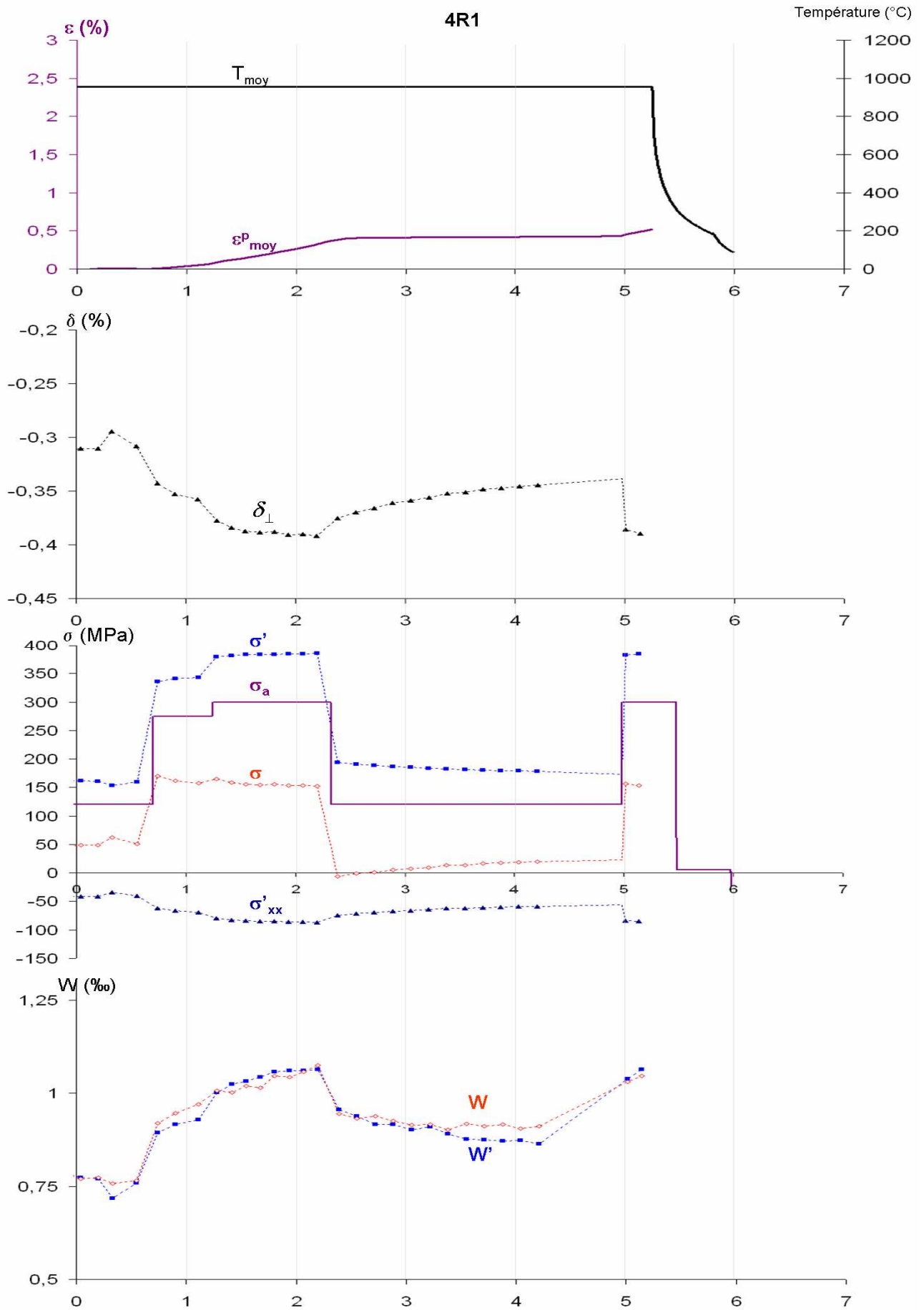


Figure A1.2 : Evolution des paramètres caractéristiques de l'essai 4R1 déduite des mesures *in situ* en rayonnement synchrotron.

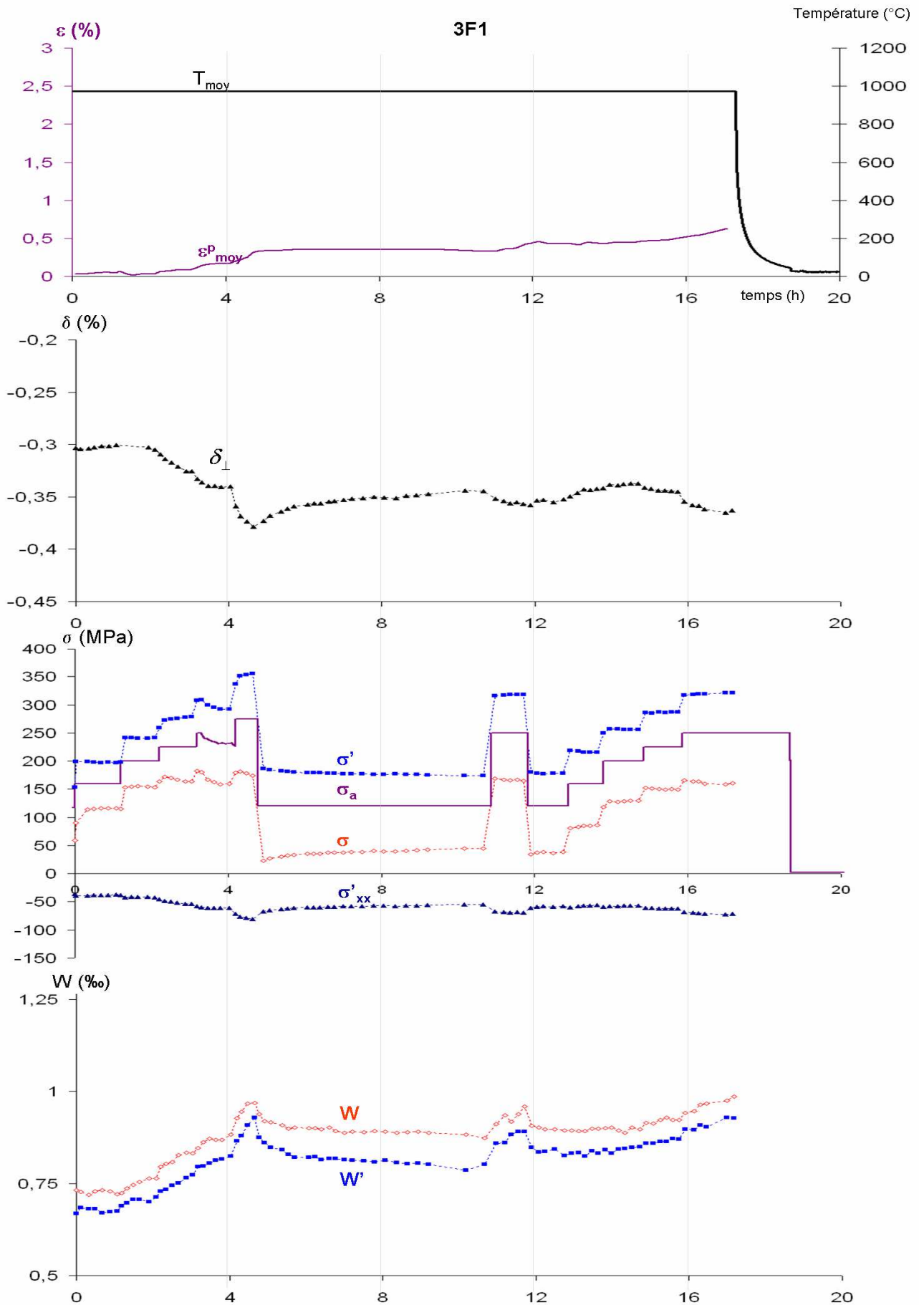


Figure A1.3 : Evolution des paramètres caractéristiques de l'essai 3F1 déduite des mesures *in situ* en rayonnement synchrotron.

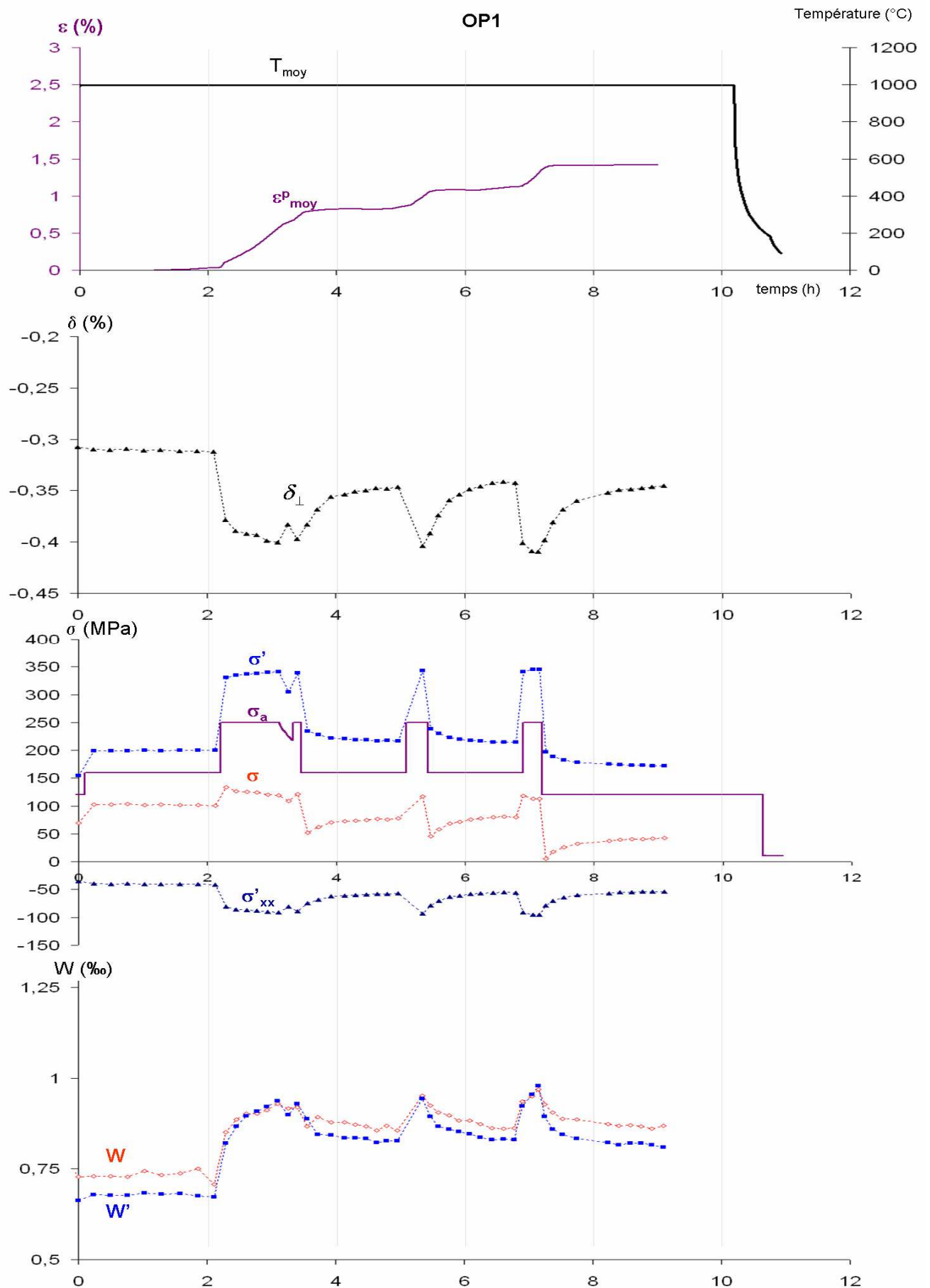


Figure A1.4 : Evolution des paramètres caractéristiques de l'essai OP1 déduite des mesures *in situ* en rayonnement synchrotron.

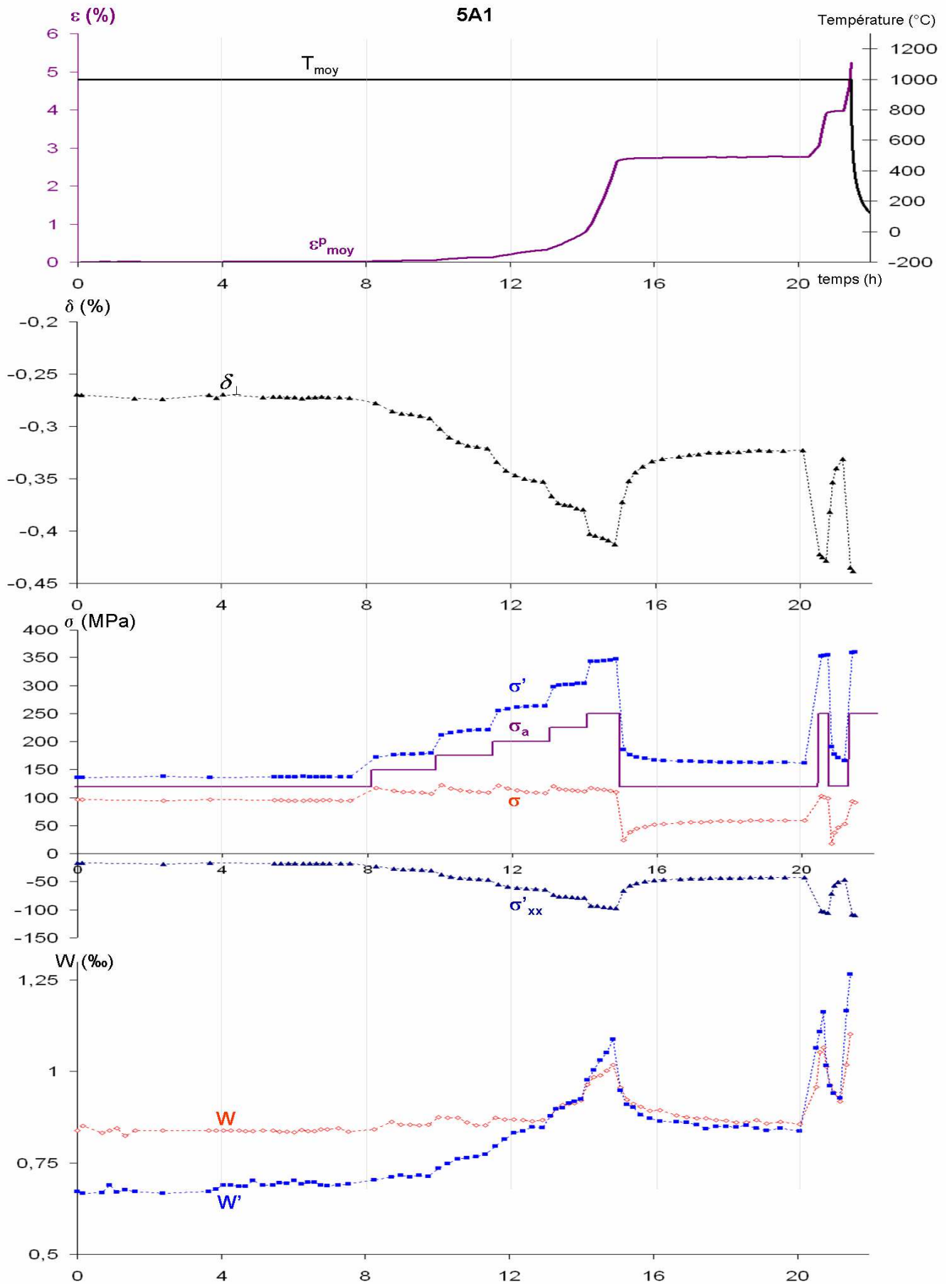


Figure A1.5 : Evolution des paramètres caractéristiques de l'essai 5A1 déduite des mesures *in situ* en rayonnement synchrotron.

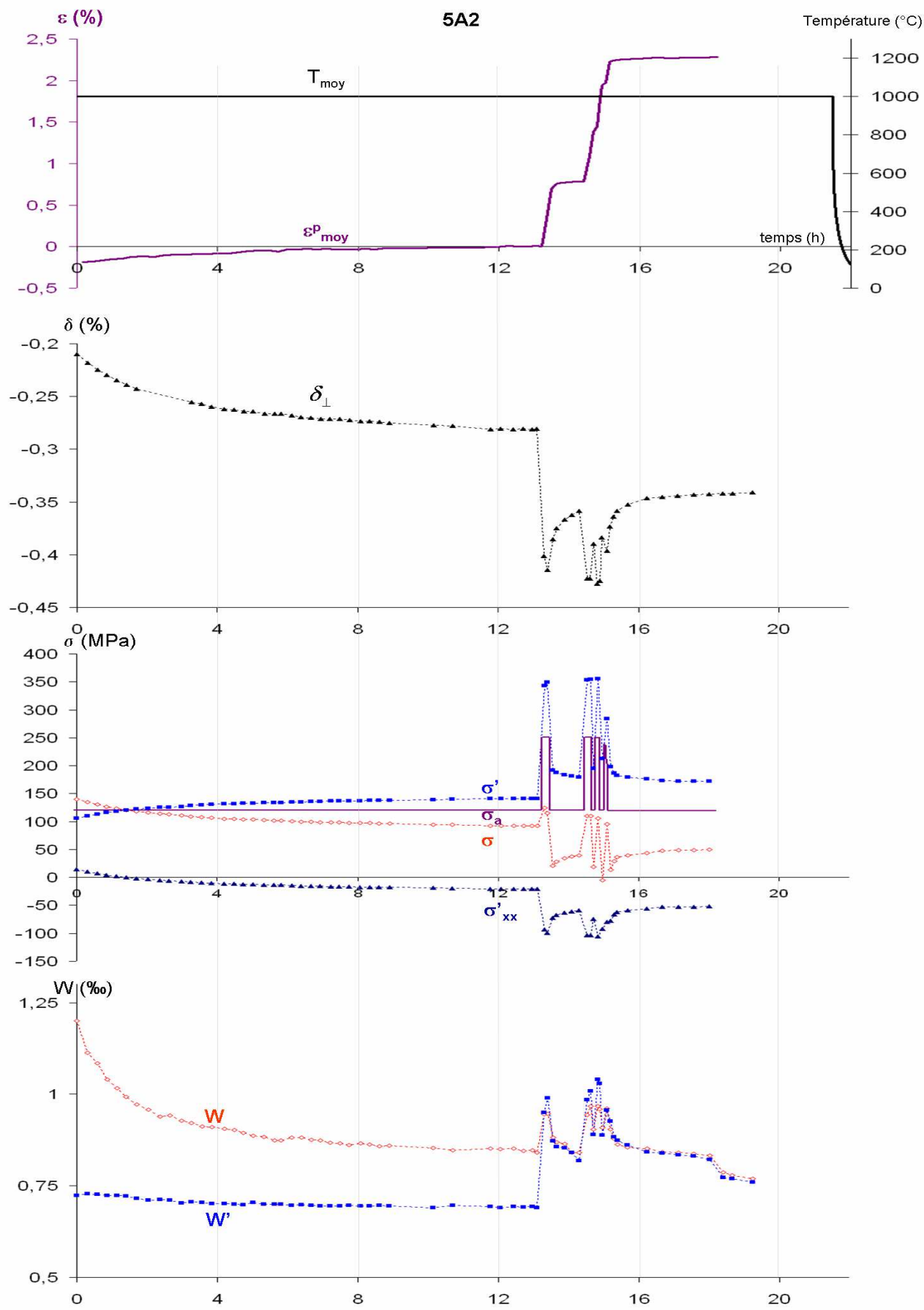


Figure A1.6 : Evolution des paramètres caractéristiques de l'essai 5A2 déduite des mesures *in situ* en rayonnement synchrotron.



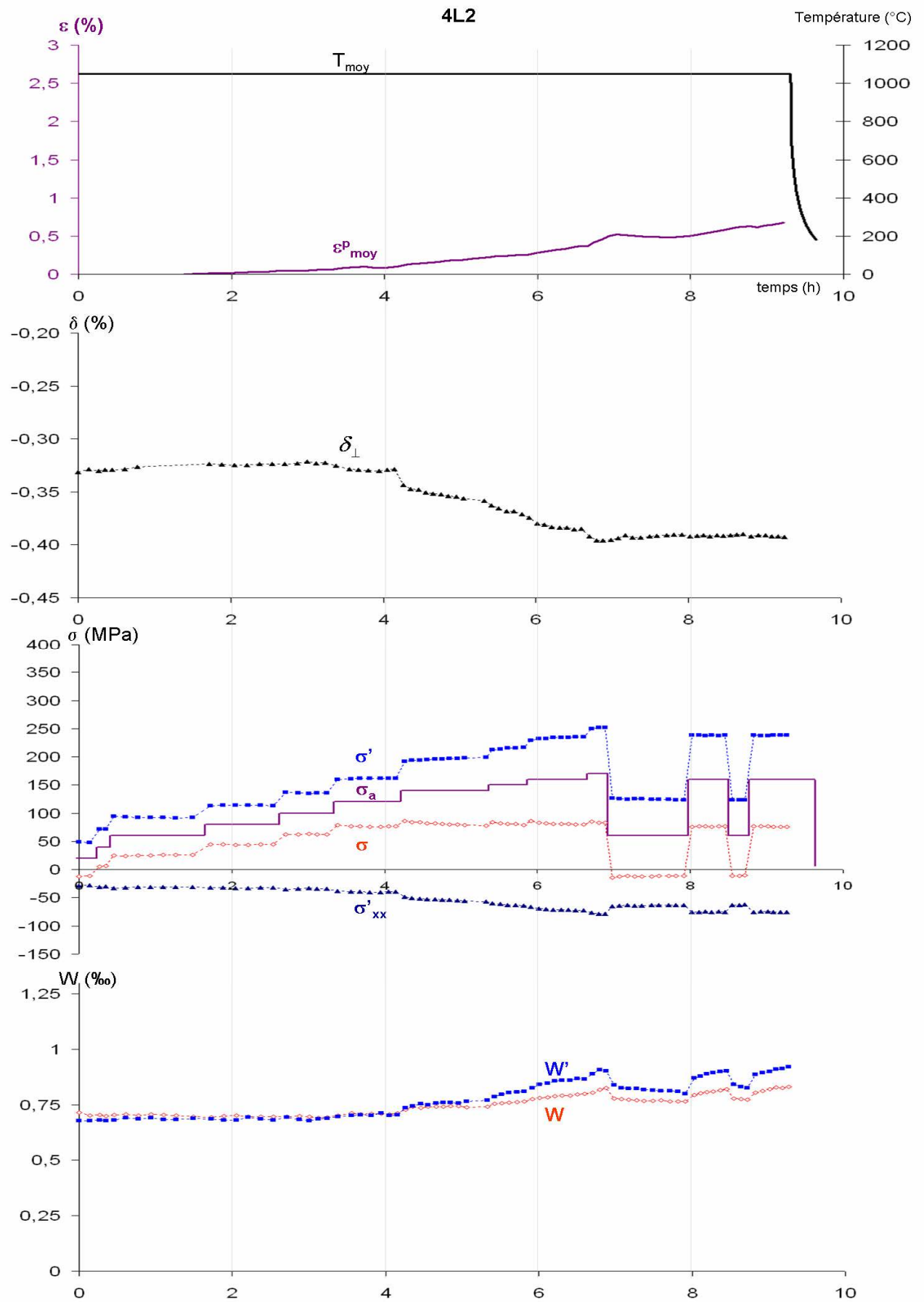


Figure A1.7 : Evolution des paramètres caractéristiques de l'essai 4L2 déduite des mesures *in situ* en rayonnement synchrotron.

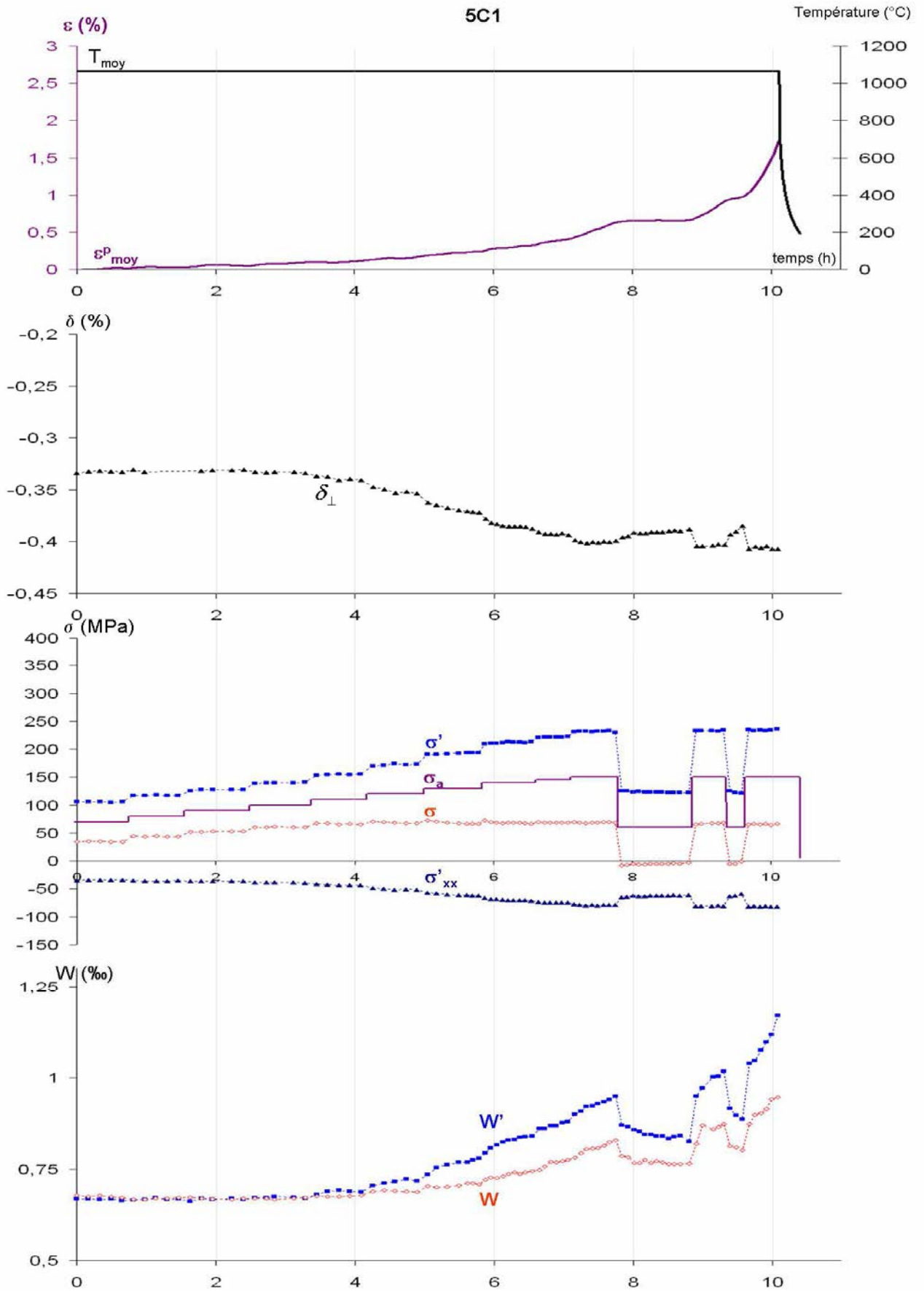


Figure A1.8 : Evolution des paramètres caractéristiques de l'essai 5C1 déduite des mesures *in situ* en rayonnement synchrotron.

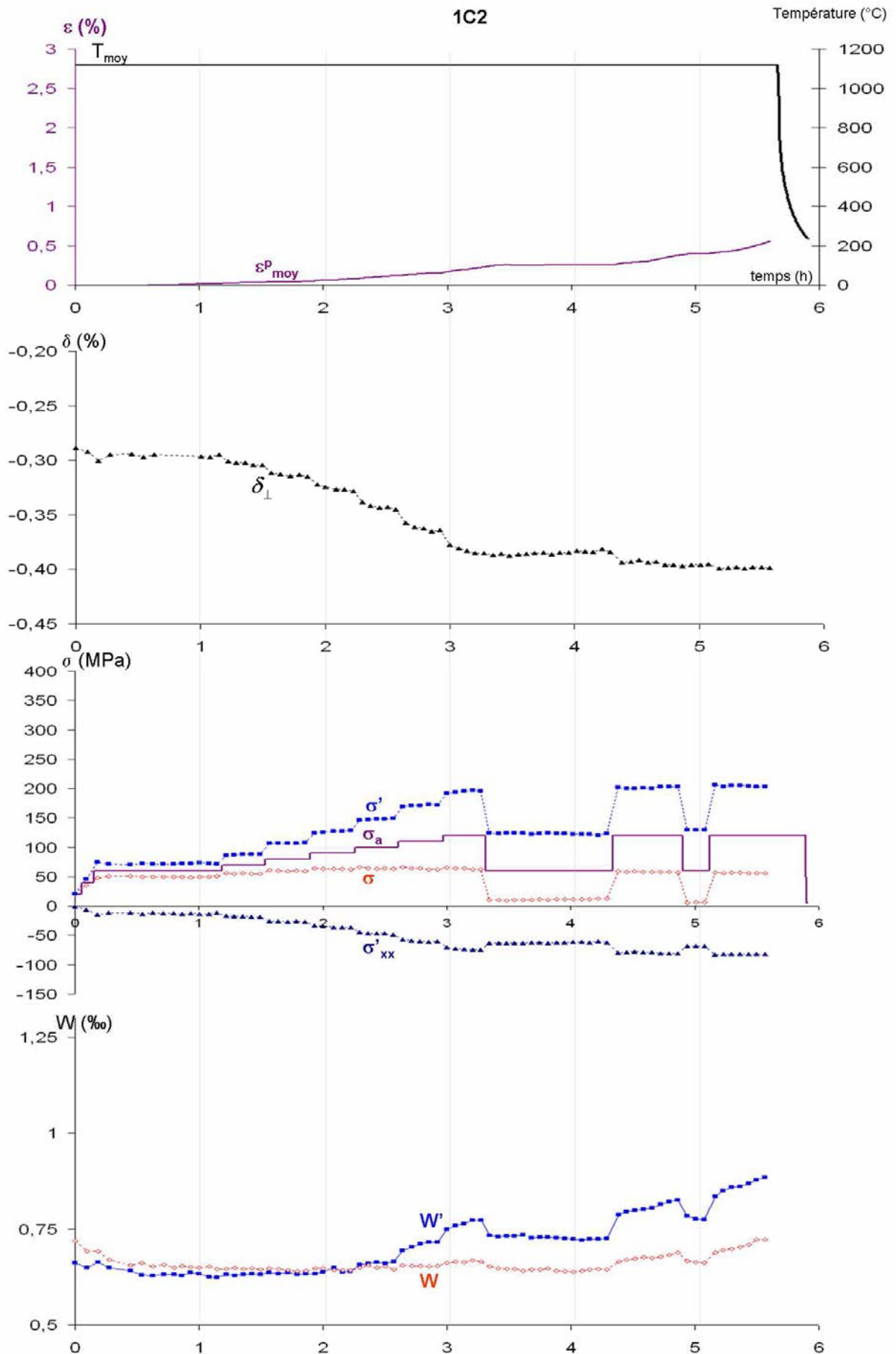


Figure A1.9 : Evolution des paramètres caractéristiques de l'essai 1C2 déduite des mesures *in situ* en rayonnement synchrotron.

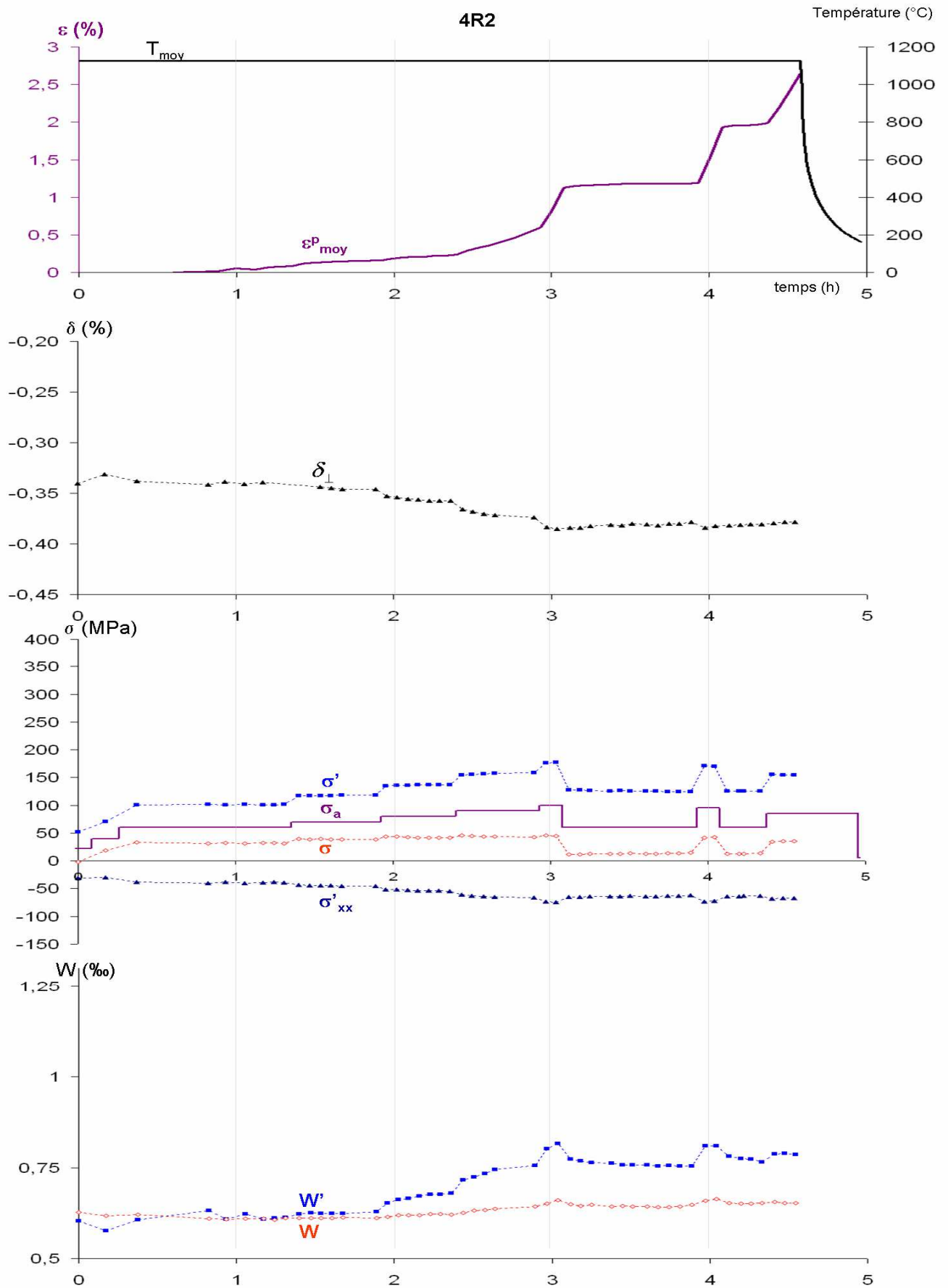


Figure A1.10 : Evolution des paramètres caractéristiques de l'essai 4R2 déduite des mesures *in situ* en rayonnement synchrotron.



# ANNEXE 2 : Morphologie des différentes phases mesurées au MEB

## A2.1- Distribution des longueurs de radeaux

### A2.1.1- Zones dendritiques

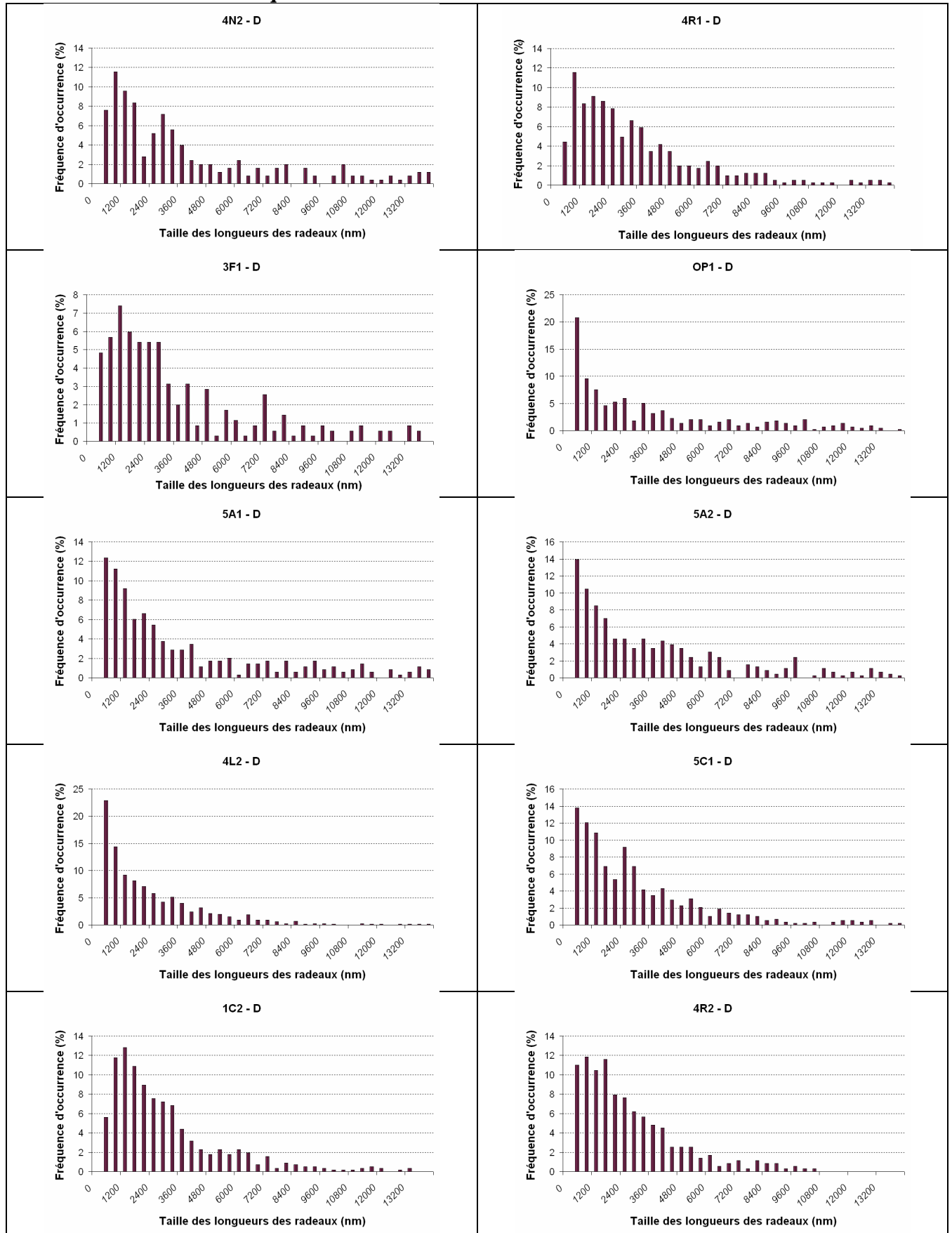


Figure A2.1 : Histogramme des mesures sur les longueurs des radeaux dans les dendrites pour l'ensemble des essais.

## A2.1.2- Zones interdendritiques

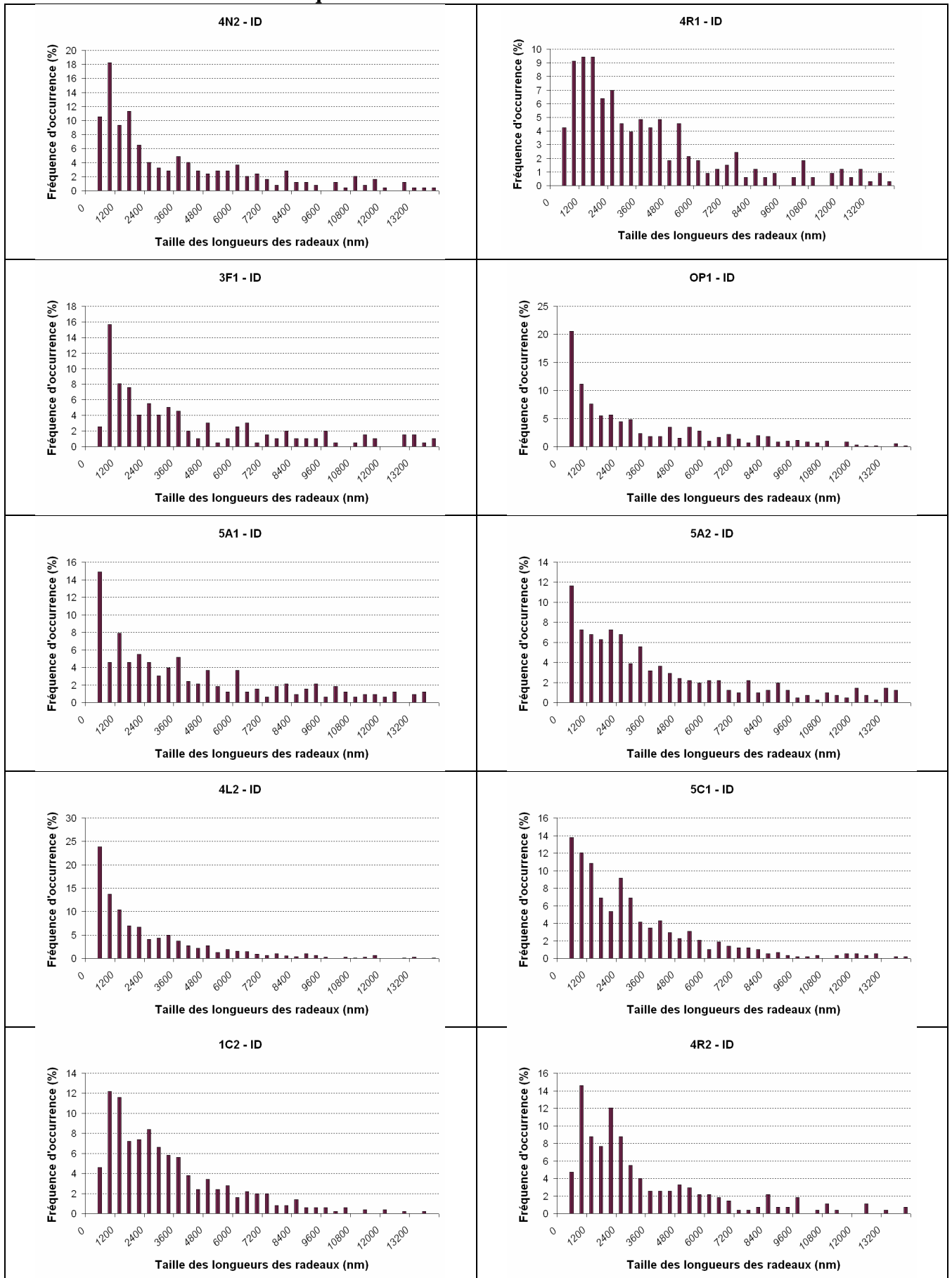


Figure A2.2 : Histogramme des mesures sur les longueurs des radeaux dans les zones interdendritiques pour l'ensemble des essais.

### A2.1.3- Zones dendritiques et interdendritiques

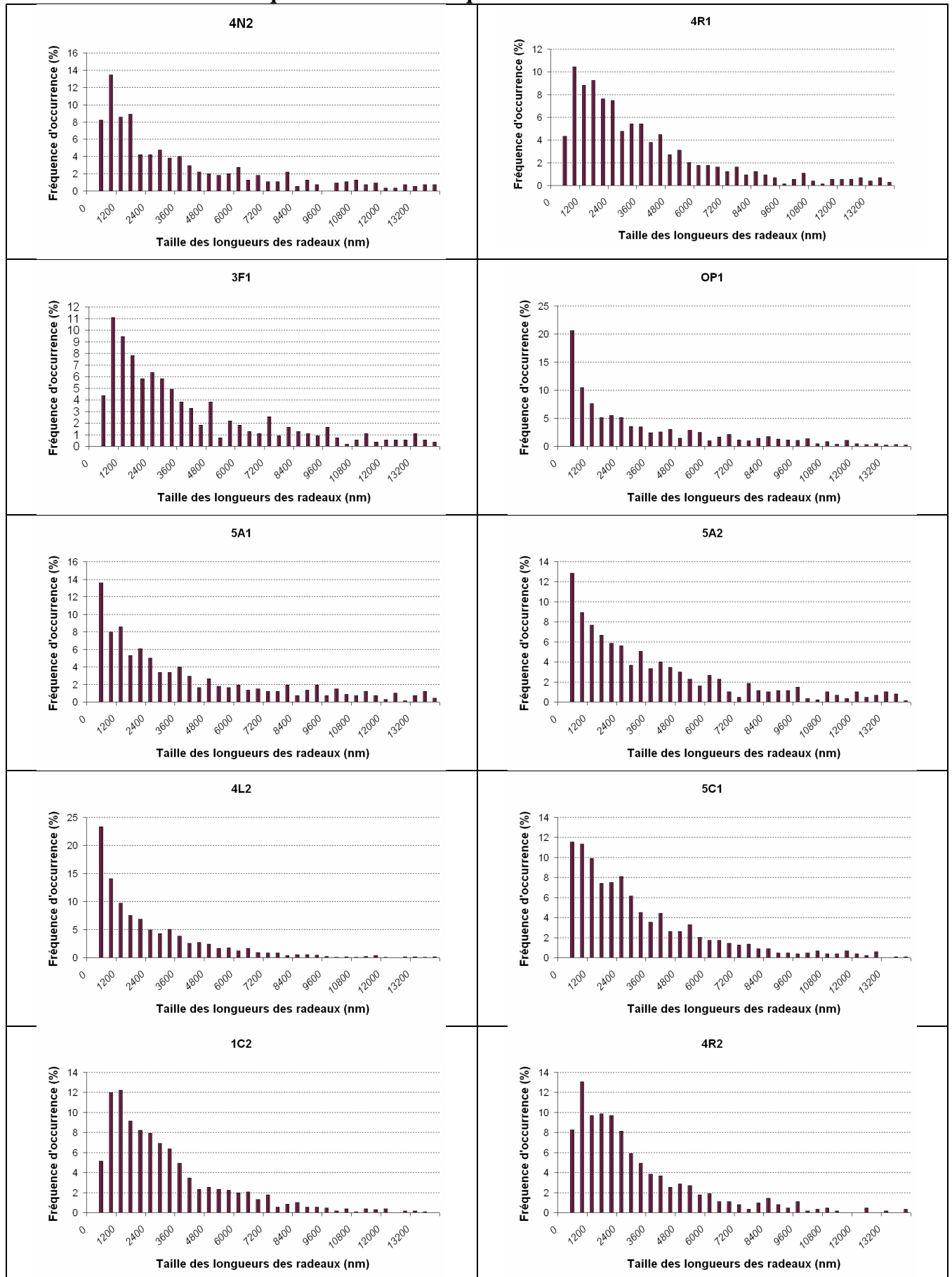


Figure A2.3 : Histogramme des mesures sur les longueurs des radeaux dans les dendrites et zones interdendritiques pour l'ensemble des essais.



### A2.1.4- Synthèses des mesures sur les longueurs moyennes de radeaux

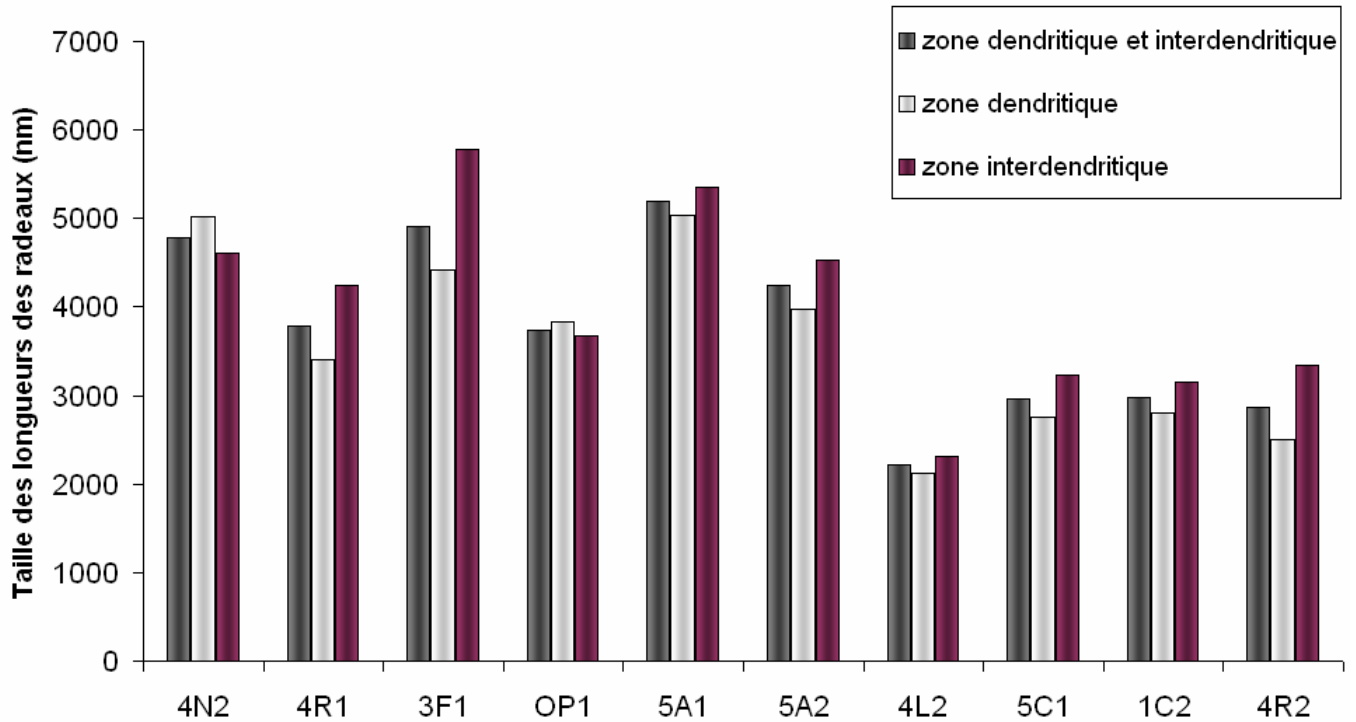


Figure A2.4 : Histogramme des longueurs moyennes de radeaux dans les zones dendritiques et interdendritiques et dans chacune de ces zones pour l'ensemble des essais classés par température d'essai croissante.

Tableau A2.1 : Récapitulatif des valeurs caractéristiques des distributions des longueurs de radeaux pour tous les essais.

Code éprouvette	4N2	4R1	3F1	OP1	5A1	5A2	4L2	5C1	1C2	4R2
Longueur des radeaux Dendrites + zones Interdendritiques										
Minimale (nm)	176	217	67	26	26	26	26	26	134	26
Maximale (nm)	25719	23843	25229	23843	24383	23843	23843	19608	22257	23843
Moyenne (nm)	4791	3781	4911	3743	5192	4242	2214	2963	2971	2868
Ecart type (nm)	5660	3822	5543	4379	5986	4627	2522	2856	2792	2885
Longueur des radeaux Dendrites										
Minimale (nm)	187	217	67	26	26	26	26	26	160	26
Maximale (nm)	25719	23190	23713	23843	24383	23843	20019	19608	22257	16772
Moyenne (nm)	5016	3410	4424	3834	5032	3979	2127	2752	2811	2496
Ecart type (nm)	5985	3315	4843	4398	6087	4428	2320	2726	2705	2308
Longueur des radeaux zones interdendritiques										
Minimale (nm)	176	261	145	26	26	26	26	26	134	171
Maximale (nm)	24612	23843	25229	23806	23843	23843	23843	17071	20504	23843
Moyenne (nm)	4601	4240	5779	3676	5361	4533	2311	3230	3155	3348
Ecart type (nm)	5374	4330	6532	4368	5881	4827	2726	2993	2879	3438

## A2.2- Distribution des largeurs de radeaux

### A2.2.1- Zones dendritiques

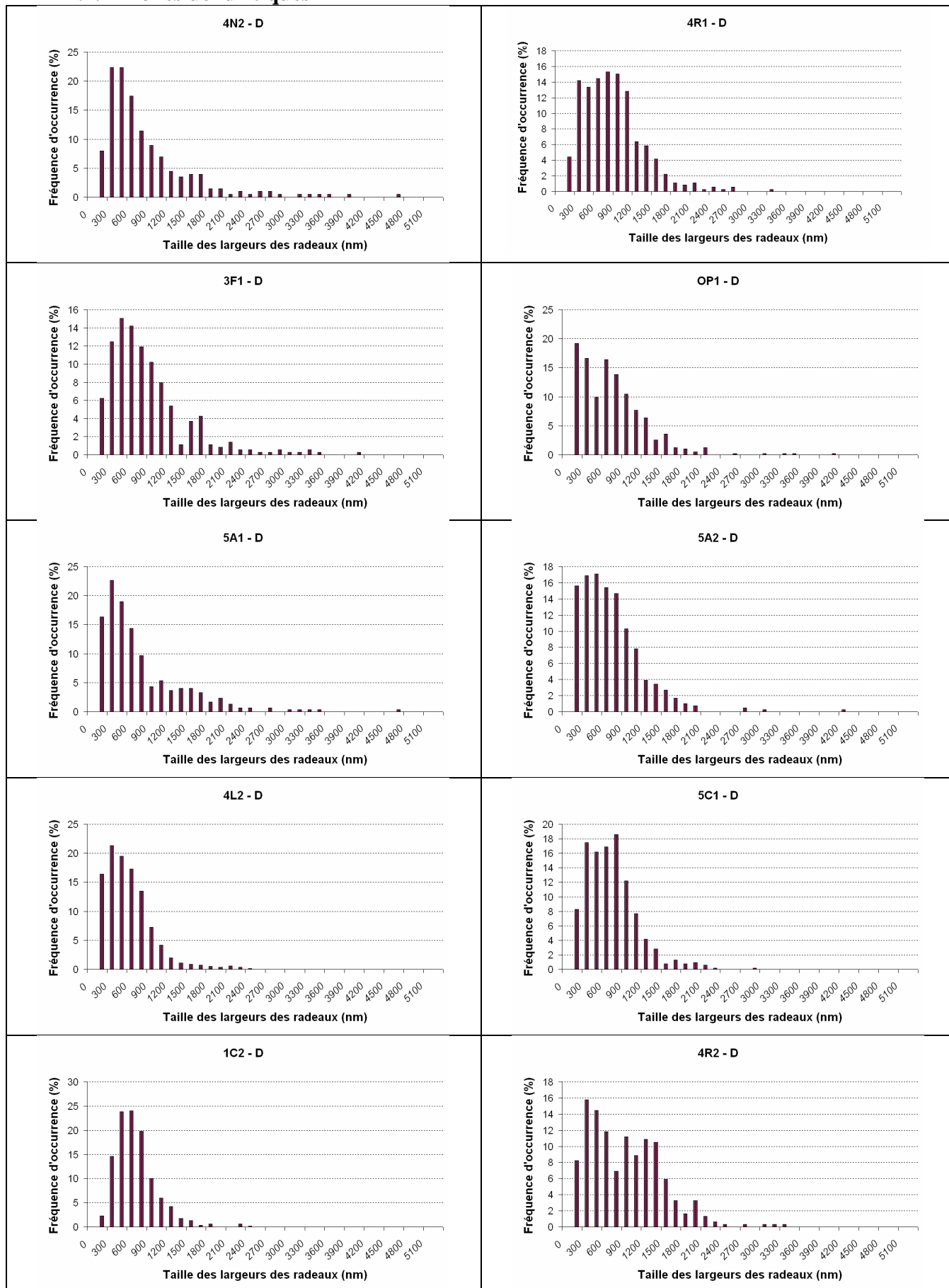


Figure A2.5 : Histogramme des mesures sur les largeurs des radeaux dans les dendrites pour l'ensemble des essais.

## A2.2.2- Zones interdendritiques

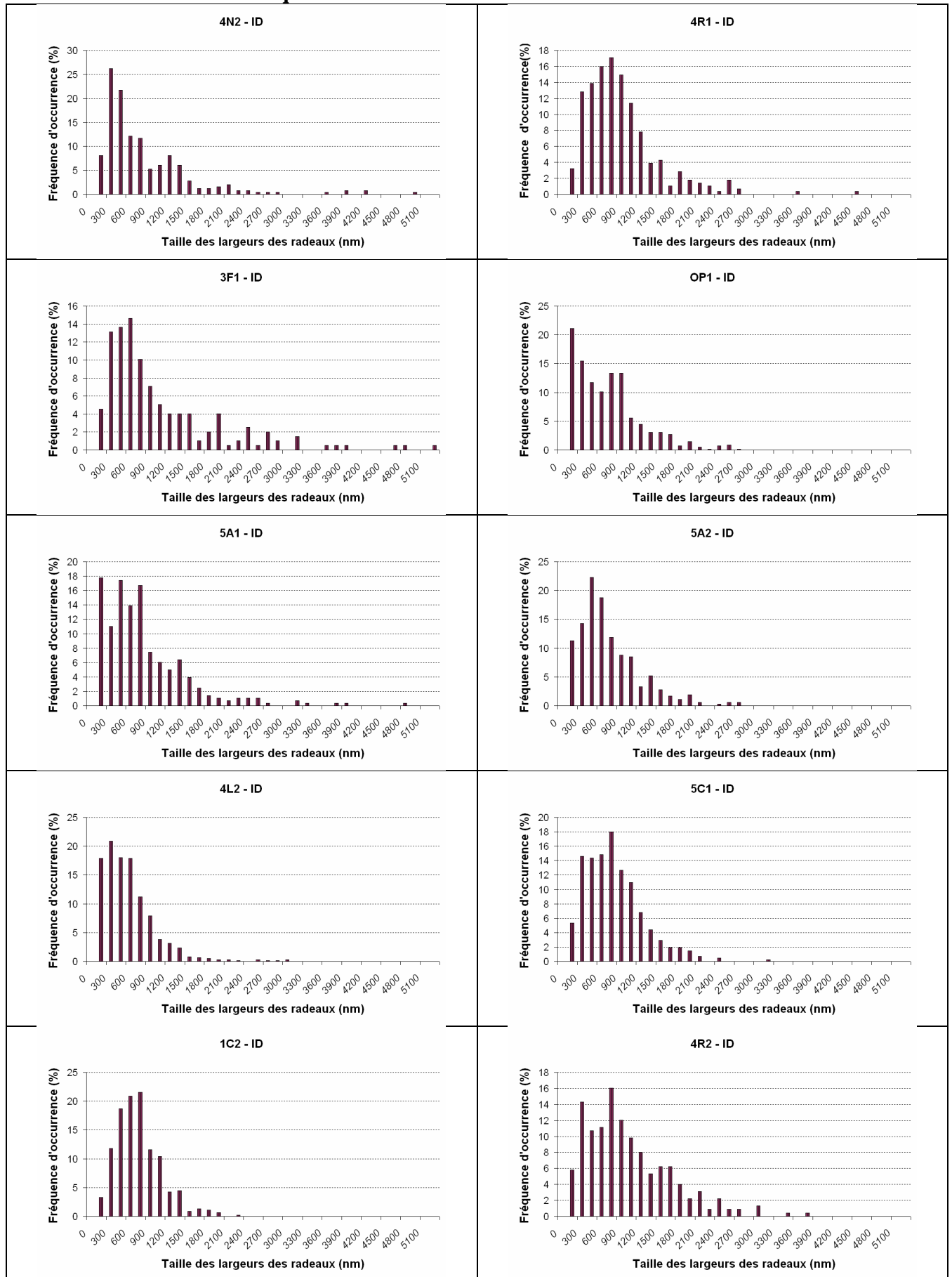


Figure A2.6 : Histogramme des mesures sur les largeurs des radeaux dans les zones interdendritiques pour l'ensemble des essais.

### A2.2.3- Zones dendritiques et interdendritiques

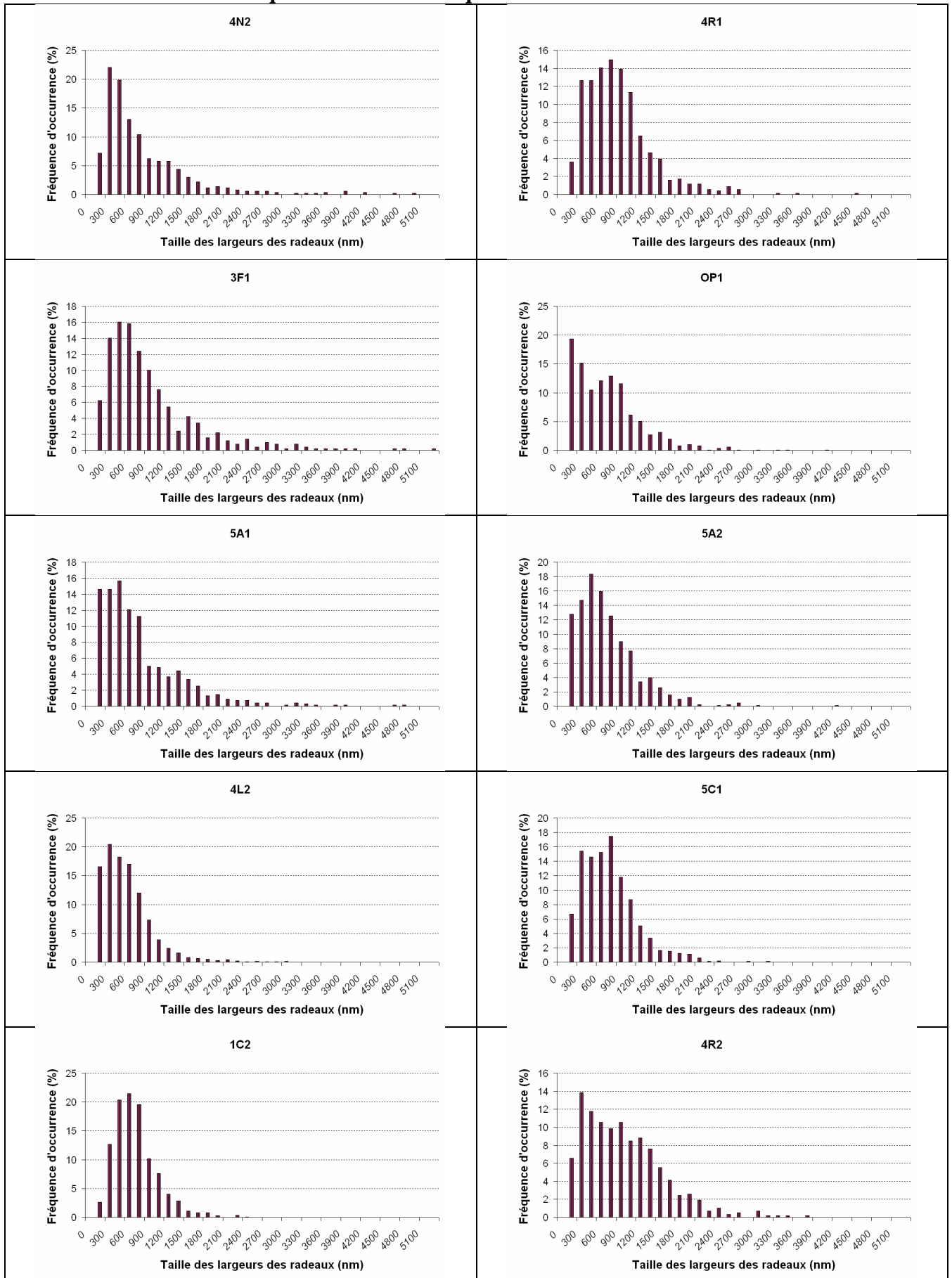


Figure A2.7 : Histogramme des mesures sur les largeurs des radeaux dans les dendrites et zones interdendritiques pour l'ensemble des essais.

### A2.2.4- Synthèse des mesures sur les largeurs moyennes de radeaux

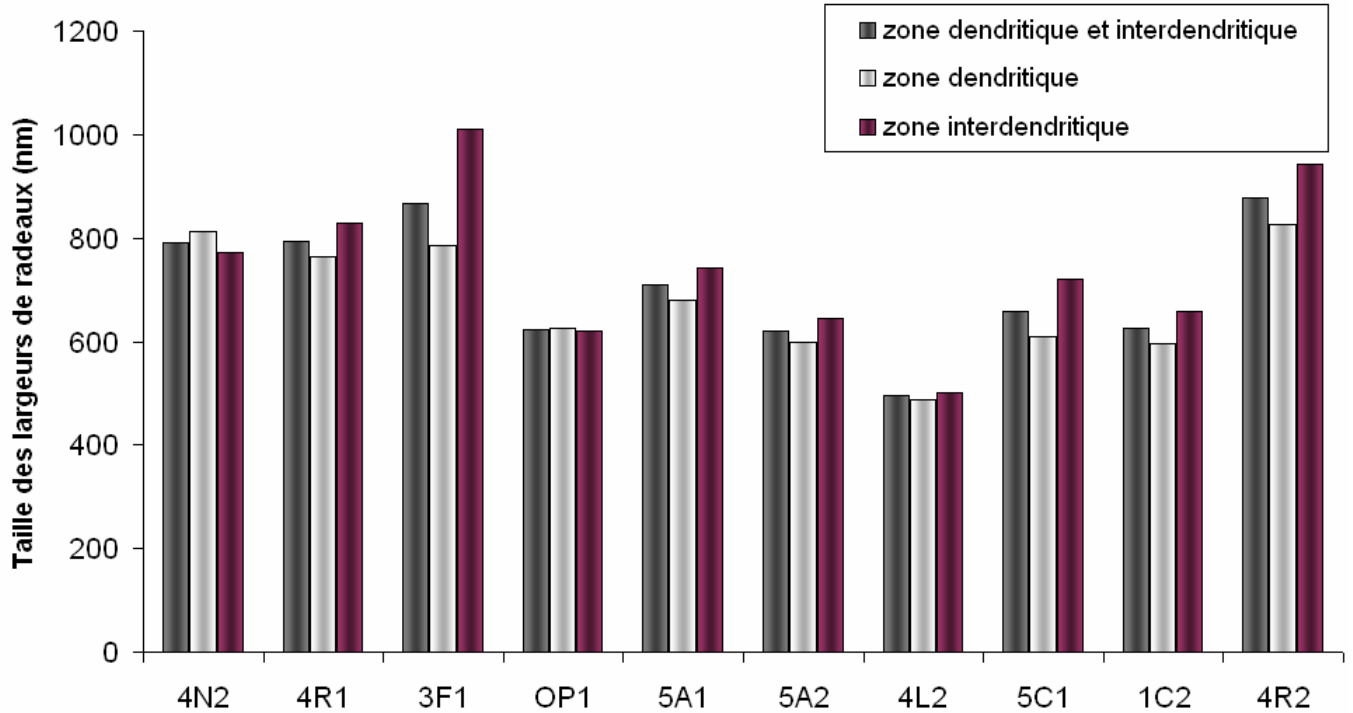


Figure A2.8 : Histogramme des largeurs moyennes de radeaux dans les zones dendritiques et interdendritiques et dans chacune de ces zones pour l'ensemble des essais classés par température d'essai croissante.

Tableau A2.2 : Récapitulatif des valeurs caractéristiques des distributions des largeurs de radeaux pour tous les essais.

Code éprouvette	4N2	4R1	3F1	OP1	5A1	5A2	4L2	5C1	1C2	4R2
<b>Largeur des radeaux Dendrites + zones Interdendritiques</b>										
Minimale (nm)	37	56	37	19	19	19	19	19	75	19
Maximale (nm)	10187	4403	7227	4030	5522	4067	2929	3045	2332	3611
Moyenne (nm)	790	793	866	623	710	621	495	658	625	877
Ecart type (nm)	908	519	787	514	675	468	385	416	333	603
<b>Largeur des radeaux Dendrites</b>										
Minimale (nm)	56	56	37	19	19	19	19	19	93	19
Maximale (nm)	10187	3284	3937	4030	5522	4067	2276	2780	2332	3265
Moyenne (nm)	812	763	784	627	680	599	489	609	595	826
Ecart type (nm)	970	475	612	522	685	467	367	389	319	558
<b>Largeur des radeaux zones interdendritiques</b>										
Minimale (nm)	37	75	93	19	19	19	19	19	75	75
Maximale (nm)	7444	4403	7227	2556	4739	2668	2929	3045	2239	3611
Moyenne (nm)	772	830	1011	620	741	644	502	720	659	941
Ecart type (nm)	854	568	1013	508	664	469	404	440	346	651

## A2.3- Distribution des largeurs de couloirs

### A2.3.1- Zones dendritiques

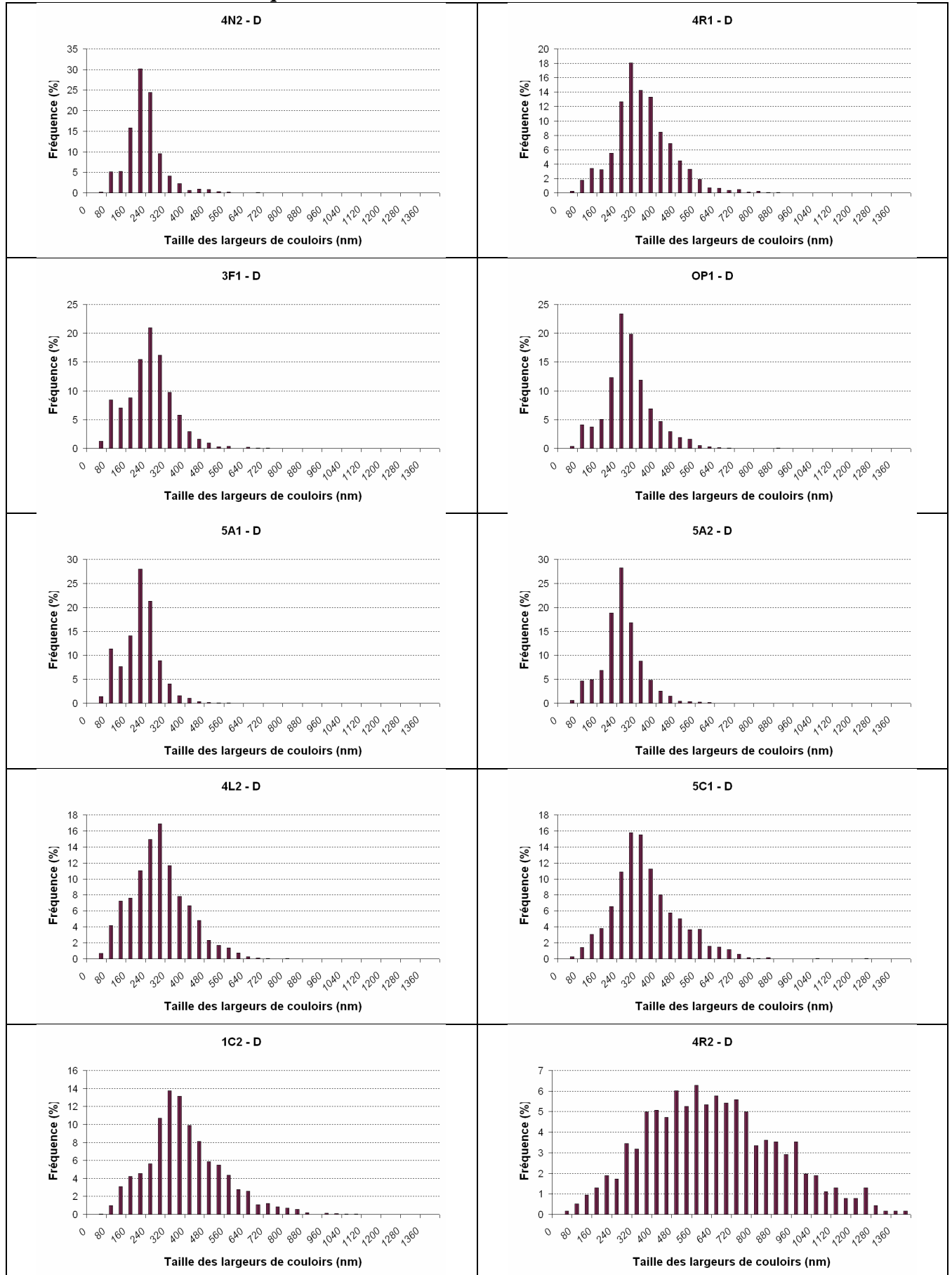


Figure A2.9 : Histogramme des mesures sur les largeurs des couloirs dans les dendrites pour l'ensemble des essais.

### A2.3.1- Zones interdendritiques

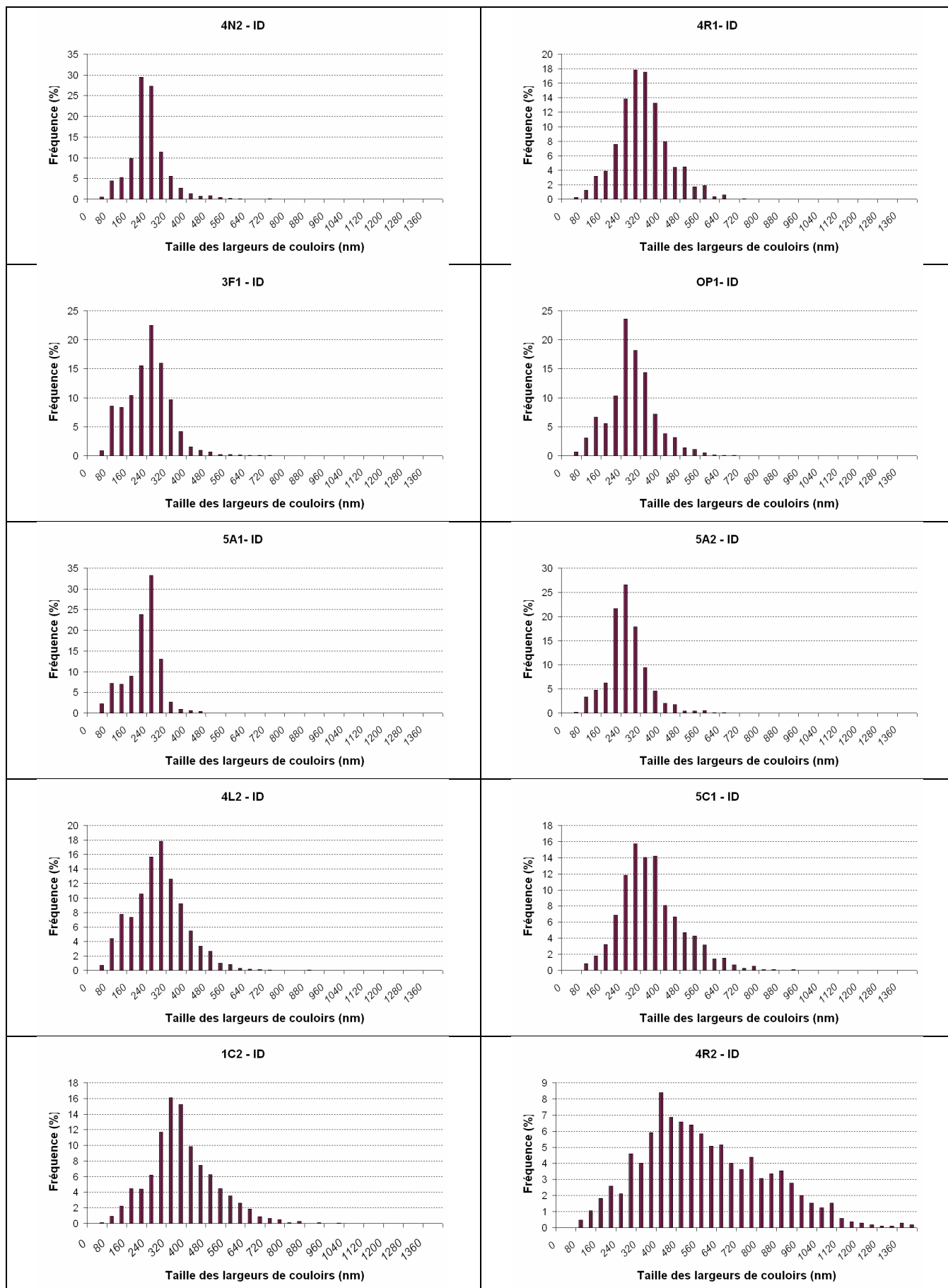


Figure A2.10 : Histogramme des mesures sur les largeurs des couloirs dans les zones interdendritiques pour l'ensemble des essais.

### A2.3.2- Zones dendritiques et interdendritiques

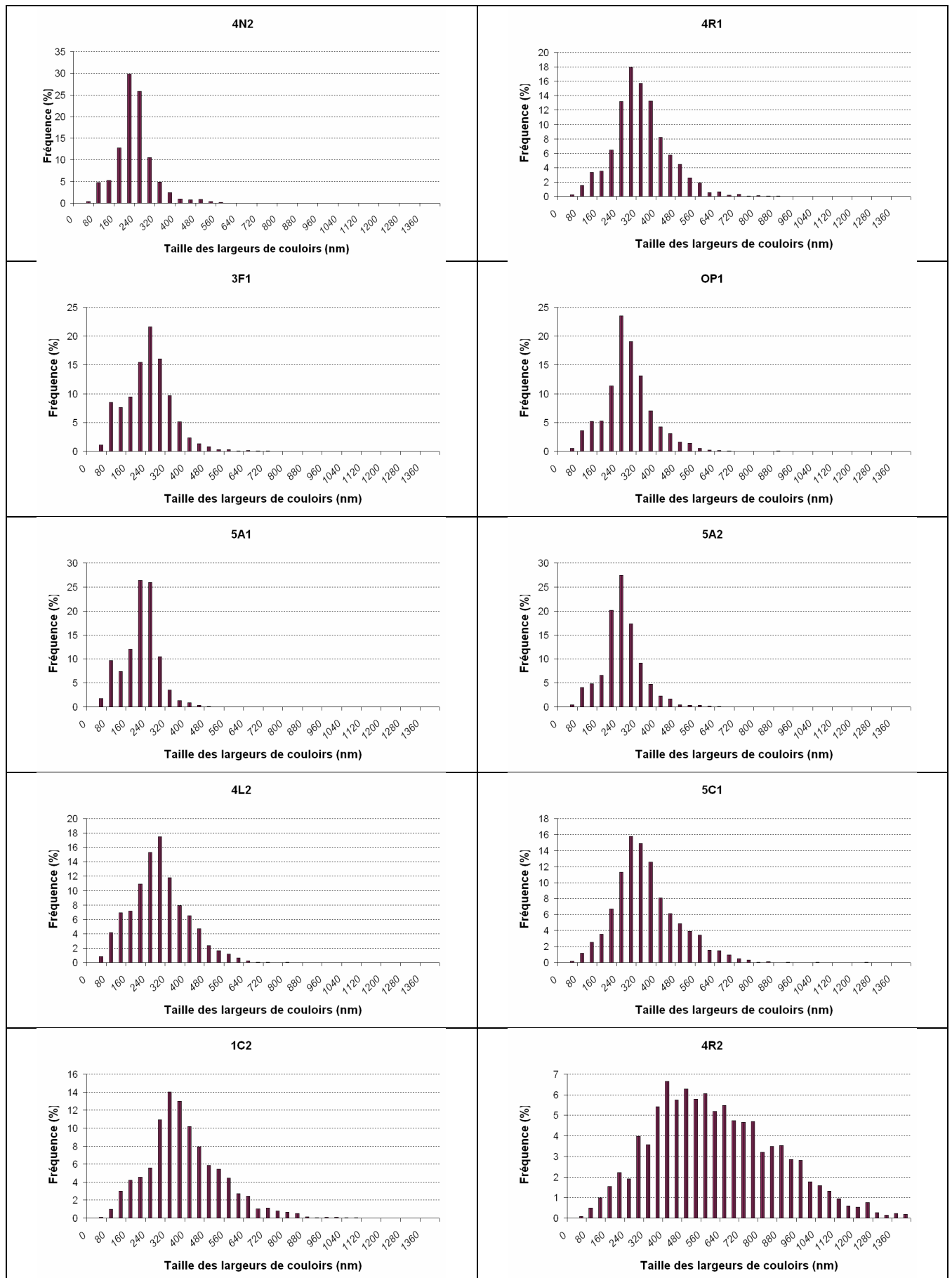


Figure A2.11 : Histogramme des mesures sur les largeurs des couloirs dans les dendrites et les zones interdendritiques pour l'ensemble des essais.



### A2.3.3- Synthèse des mesures sur les largeurs moyennes de couloirs

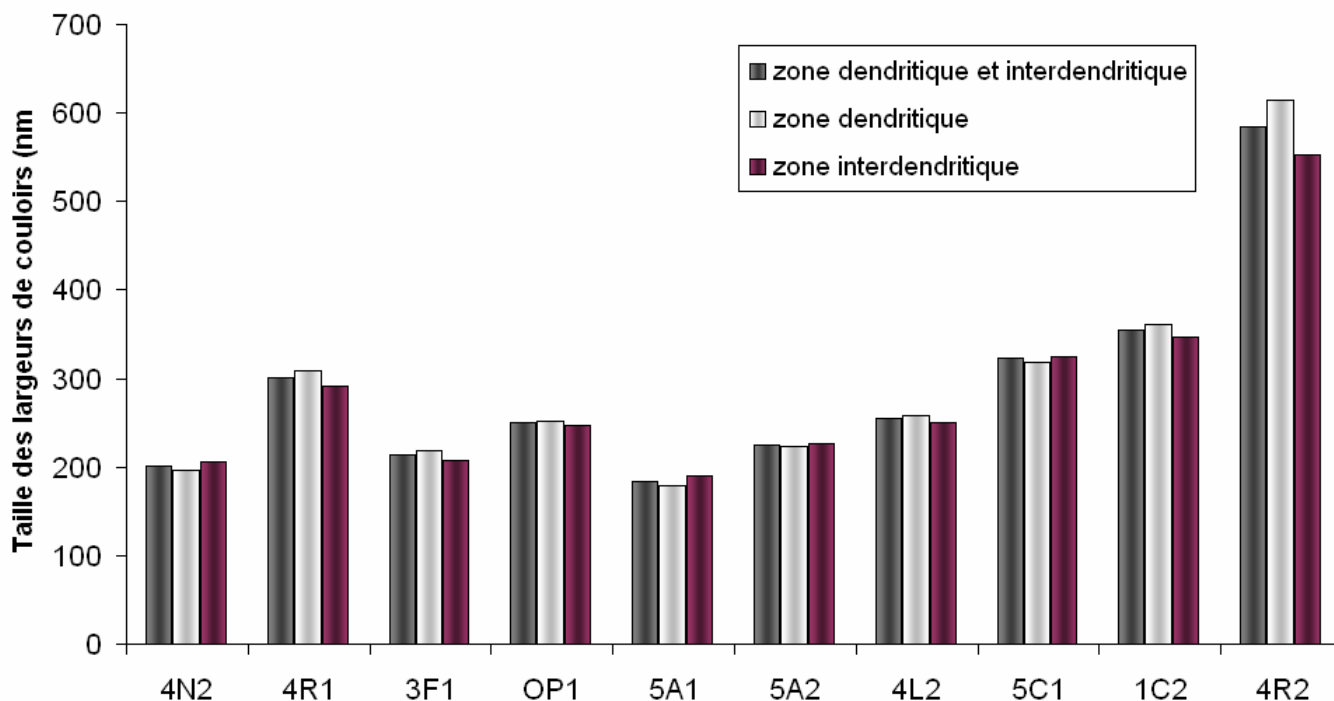


Figure A2.12 : Histogramme des largeurs moyennes des couloirs dans les zones dendritiques et interdendritiques et dans chacune de ces zones pour l'ensemble des essais classés par température d'essai croissante.

Tableau A2.3 : Récapitulatif des valeurs caractéristiques des distributions des largeurs de couloirs pour tous les essais.

Code éprouvette	4N2	4R1	3F1	OP1	5A1	5A2	4L2	5C1	1C2	4R2
Largueur des couloirs Dendrites + zones Interdendritiques										
Minimale (nm)	37	37	37	37	37	37	37	37	37	37
Maximale (nm)	688	864	705	858	522	634	858	1231	1418	1735
Moyenne (nm)	201	300	213	250	183	225	254	323	355	585
Ecart type (nm)	74	112	93	96	71	80	111	129	145	262
Largueur des couloirs Dendrites										
Minimale (nm)	37	37	37	37	37	37	37	37	37	37
Maximale (nm)	653	864	705	858	522	597	765	1231	1045	1735
Moyenne (nm)	197	308	218	252	179	223	258	318	361	614
Ecart type (nm)	73	120	95	98	73	81	114	136	152	270
Largueur des couloirs zones interdendritiques										
Minimale (nm)	37	37	37	37	37	37	37	50	37	47
Maximale (nm)	688	709	693	672	429	634	858	898	1418	1460
Moyenne (nm)	206	292	207	247	190	227	251	325	346	553
Ecart type (nm)	74	103	89	94	66	79	107	124	135	249

## ANNEXE 3 : Dislocations aux interfaces

### A3.1- Caractérisation des vecteurs de Burgers à des températures d'essai différentes

- A ~930°C (4N2) :

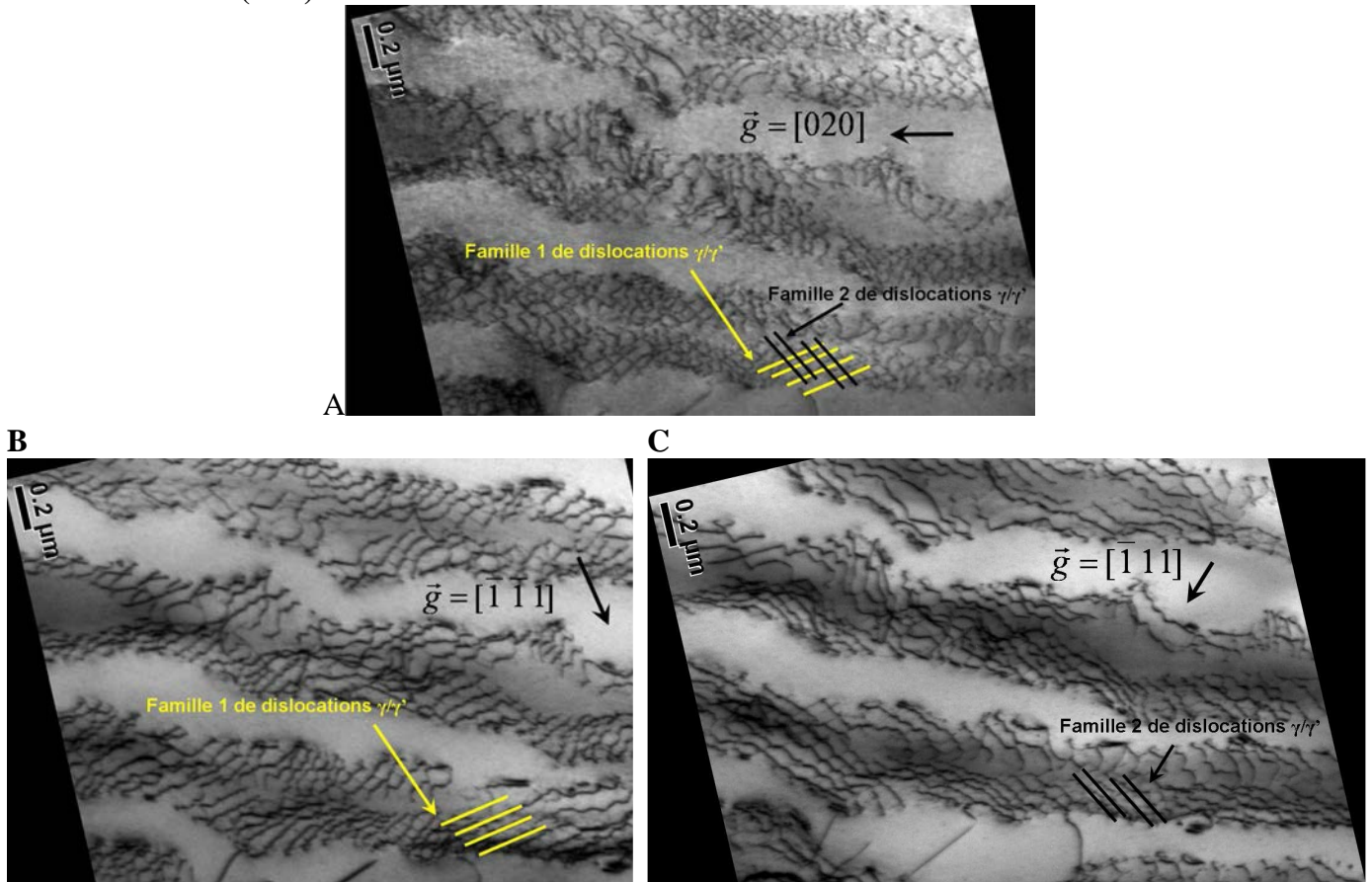


Figure A3.1 : Observation des dislocations aux interfaces  $\gamma/\gamma'$  dans l'éprouvette 4N2 au MET en champ clair pour différents  $\vec{g}$  : A :  $\vec{g} = [020]$  ; B :  $\vec{g} = [\bar{1} \bar{1} 1]$  ; C :  $\vec{g} = [\bar{1} 1 1]$ .

- A ~1010°C (5A2) :

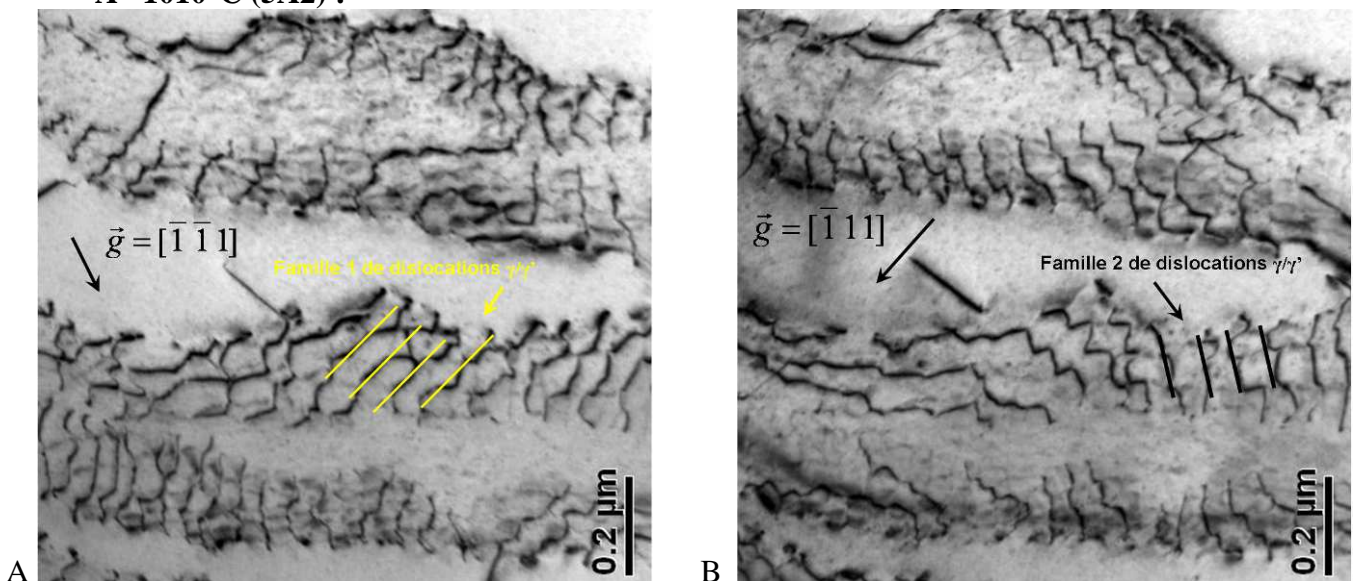


Figure A3.2 : Observation des dislocations aux interfaces  $\gamma/\gamma'$  dans l'éprouvette 5A2 au MET en champ clair pour différents  $\vec{g}$  : A :  $\vec{g} = [\bar{1} \bar{1} 1]$  ; B :  $\vec{g} = [\bar{1} 1 1]$ .

- A  $\sim 1120^\circ\text{C}$  (1C2) :

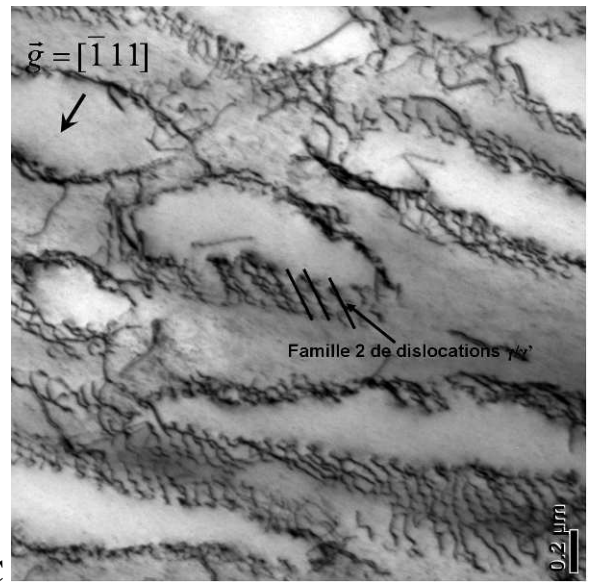
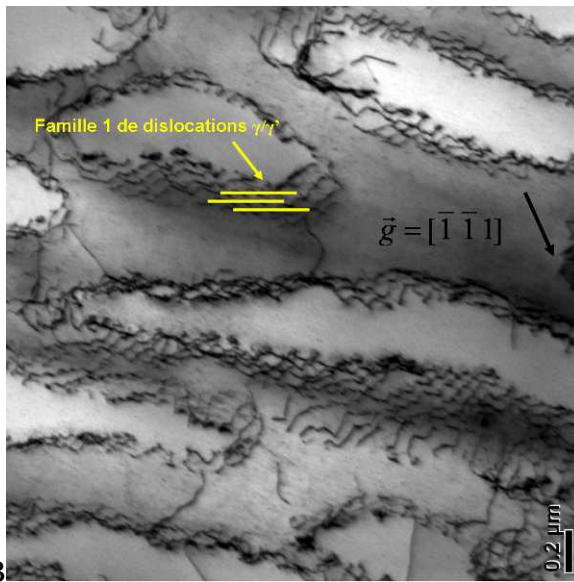
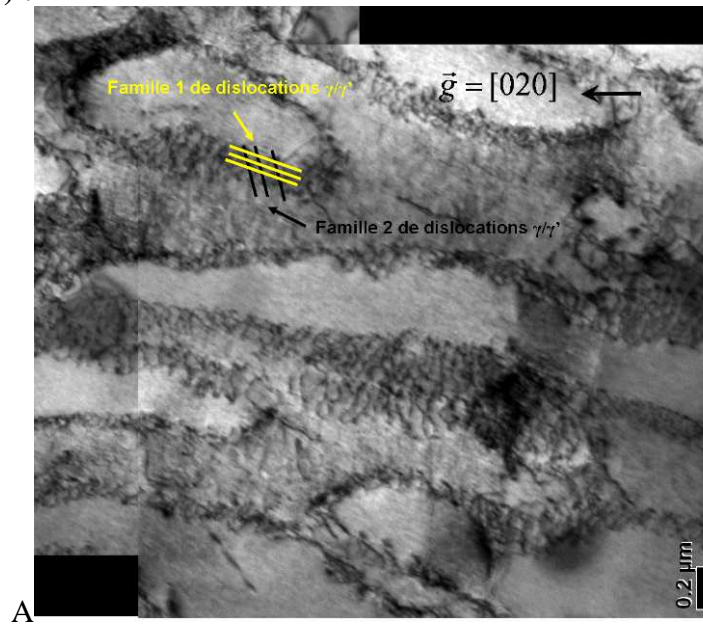


Figure A3.3 : Observation des dislocations aux interfaces  $\gamma/\gamma'$  dans l'éprouvette 1C2 au MET en champ clair pour différents  $\vec{g}$  : A :  $\vec{g} = [020]$  ; B :  $\vec{g} = [\bar{1} \bar{1} 1]$  ; C :  $\vec{g} = [\bar{1} 1 1]$ .

### A3.2- Distribution des tailles des réseaux

L'analyse de la distribution de taille de cellules des réseaux de dislocation d'interface a été réalisée manuellement à partir d'images MEB réalisées à très fort grossissement. Cette analyse, basée sur la topographie de surface des précipités résultant de l'interaction précipités – réseaux de dislocations, est très récente et n'a été rendue possible que par l'utilisation d'images MEB-FEG. Quatre micrographies illustrent pour chaque échantillon cette topographie de surface présentées Figure A3.4.

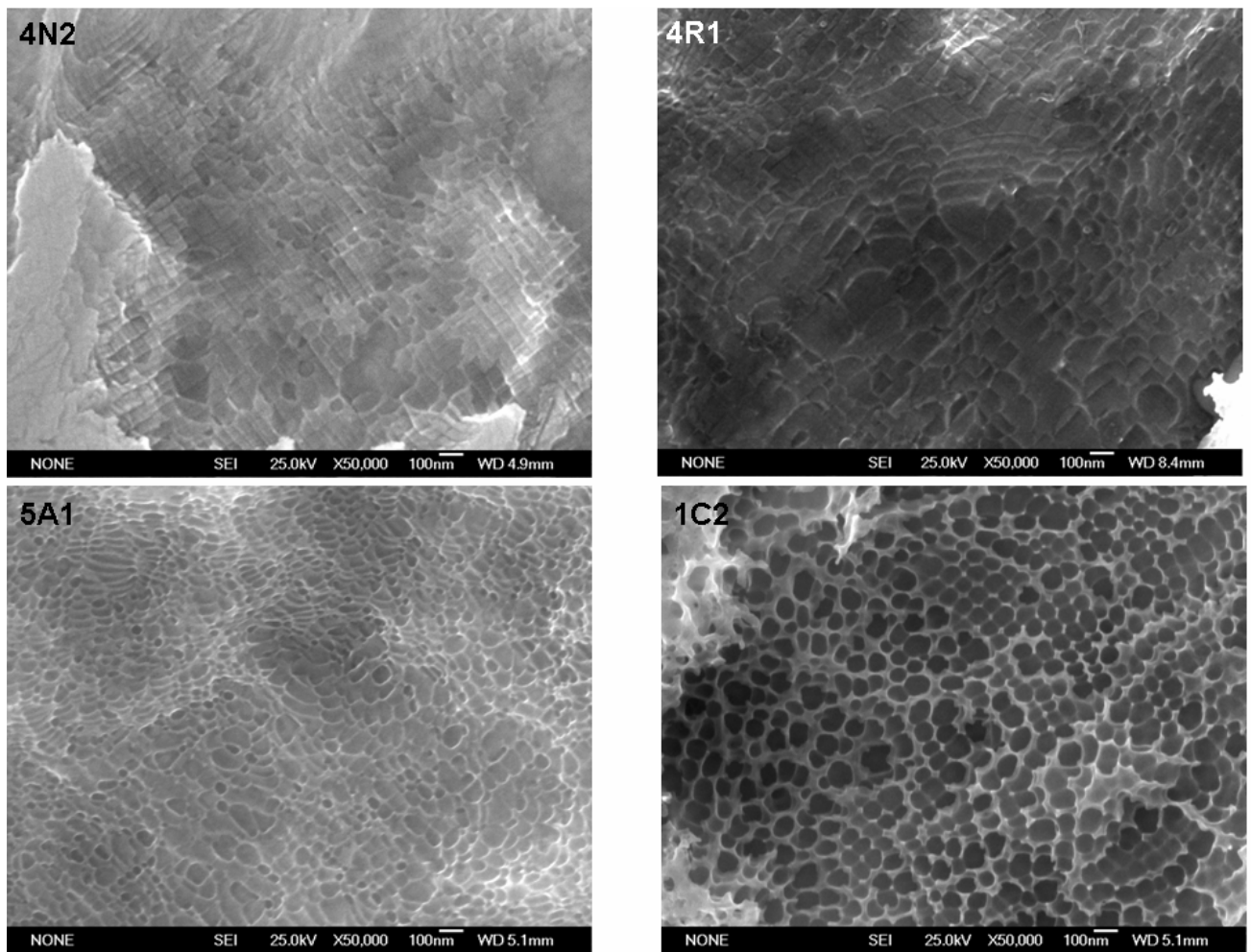


Figure A3.4 : Coupe transversale observée au MEB après dissolution de la phase  $\gamma'$ , montrant les réseaux d'interface  $\gamma/\gamma'$  pour quatre éprouvettes 4N2, 4R1, 5A1 et 1C2.



- Mesures dans les dendrites

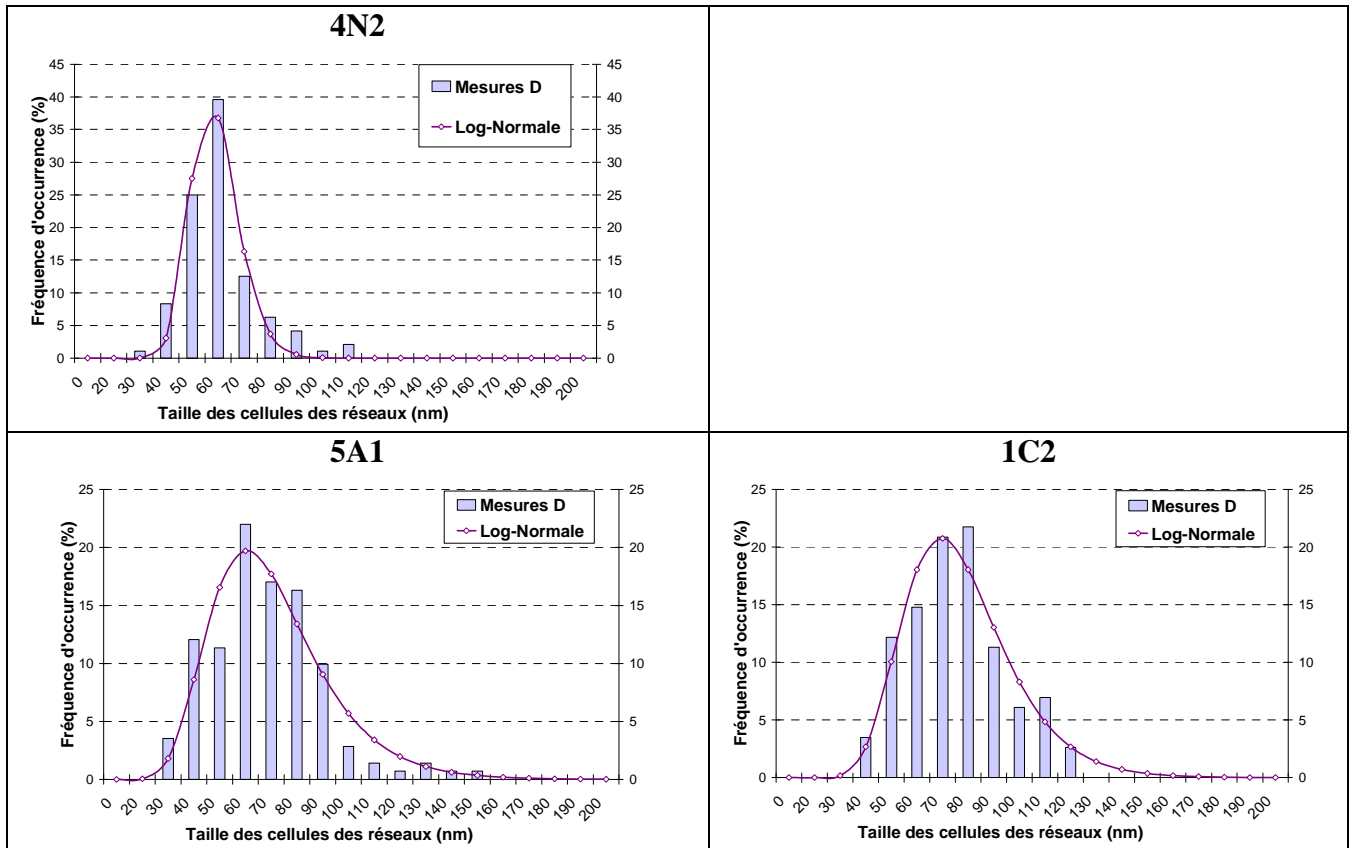


Figure A3.5 : Distribution des tailles de réseaux dans les dendrites pour les éprouvettes 4N2, 5A1 et 1C2 et fonction log—normale.

- Mesures dans les espaces interdendritiques

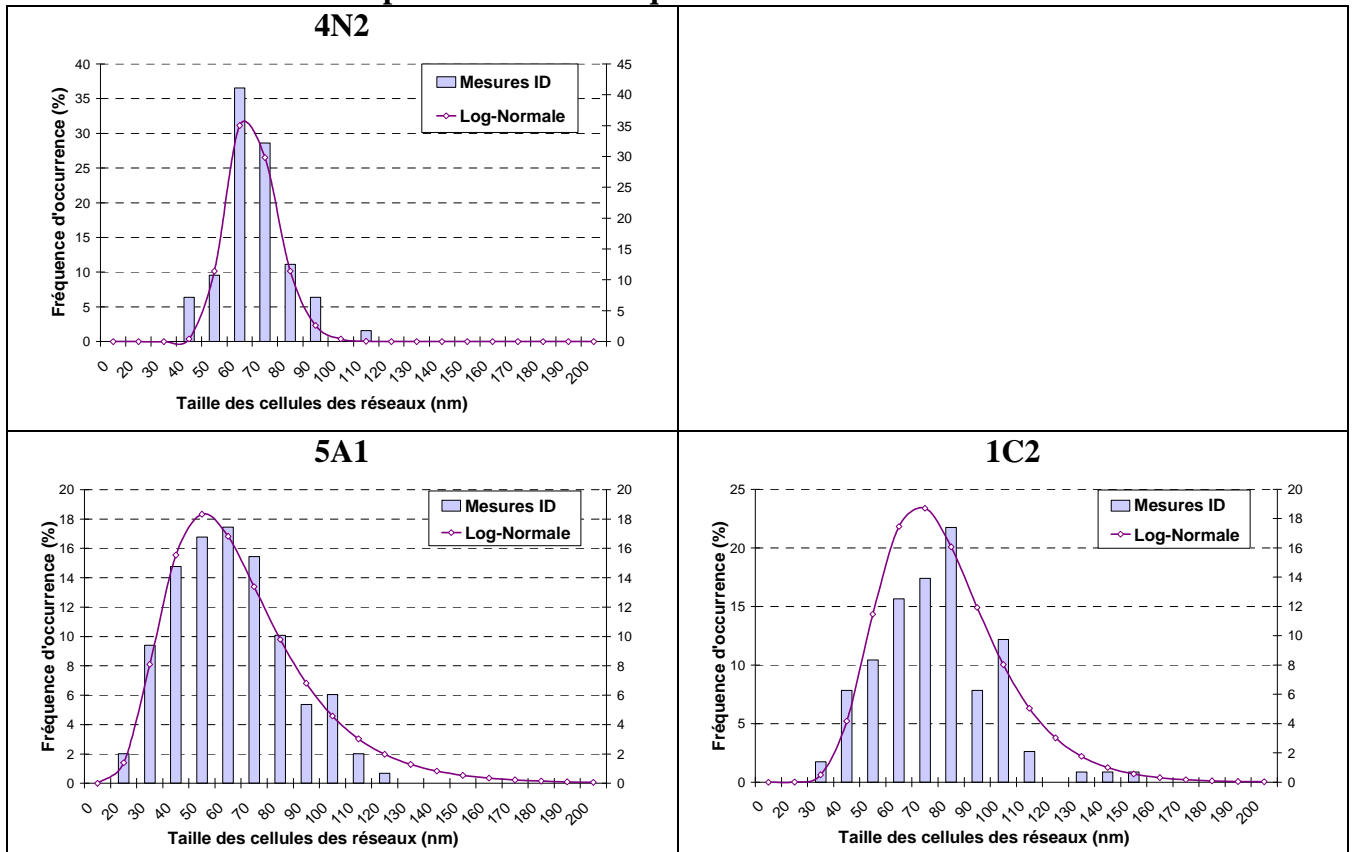


Figure A3.6 : Distribution des tailles de réseaux dans les espaces interdendritiques pour les éprouvettes 4N2, 5A1 et 1C2 et fonction log—normale.

• Mesures sur l'ensemble de l'échantillon

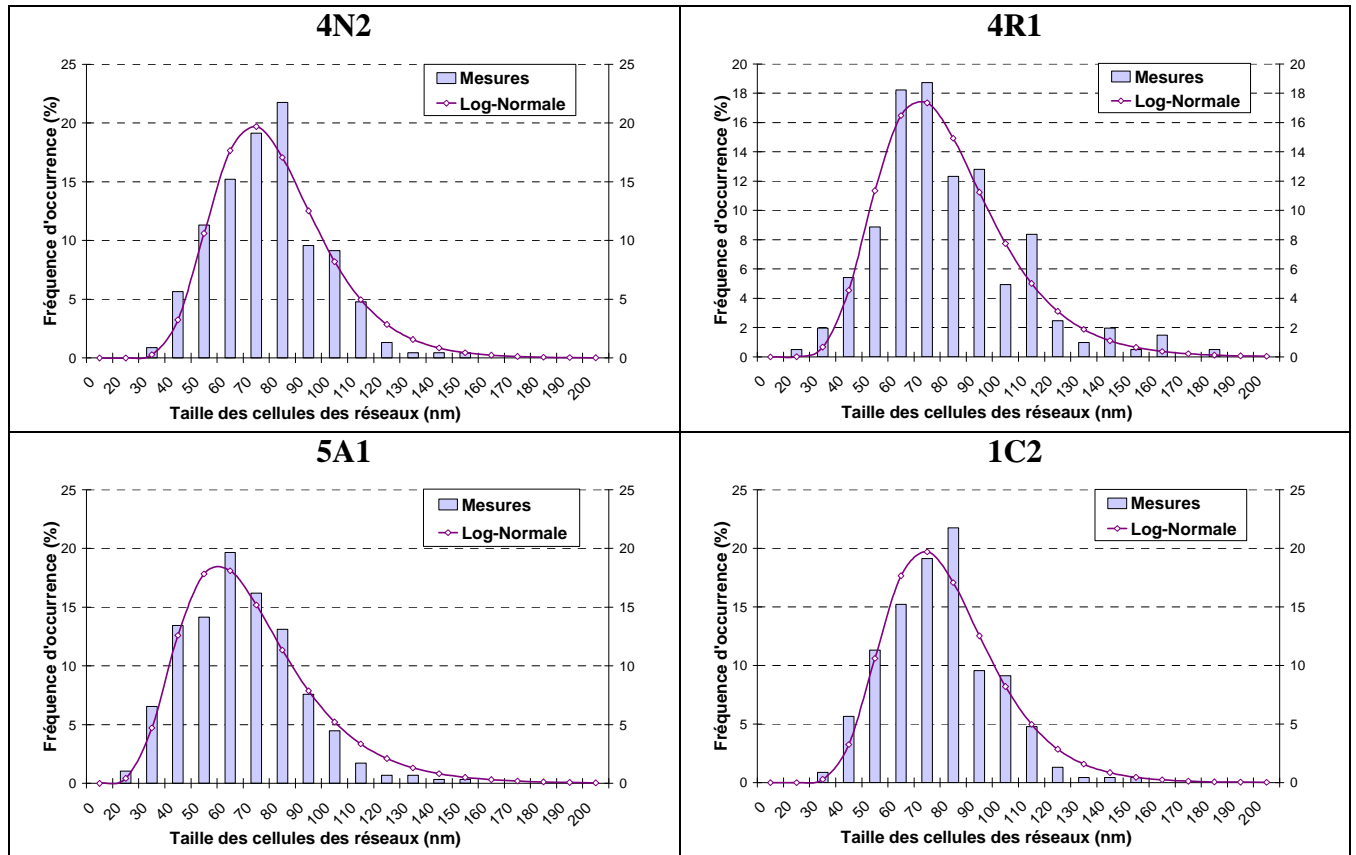


Figure A3.7 : Distribution des tailles de réseaux dans les zones dendritiques et interdendritiques pour les éprouvettes 4N2, 4R1, 5A1 et 1C2 et fonction log—normale.

La fonction log-normale est définie par :

$$h(d) = B \exp \left( - \frac{\left( \ln \left( \frac{d}{d_m} \right) \right)^2}{2 \cdot \omega^2} \right)$$

Tableau A3.1 : Valeurs caractéristiques des distributions de tailles de réseaux ajustées par la fonction log-normale et désaccord paramétrique déduit de la loi de Brooks :  $\delta_{\perp} = -b/d_m$

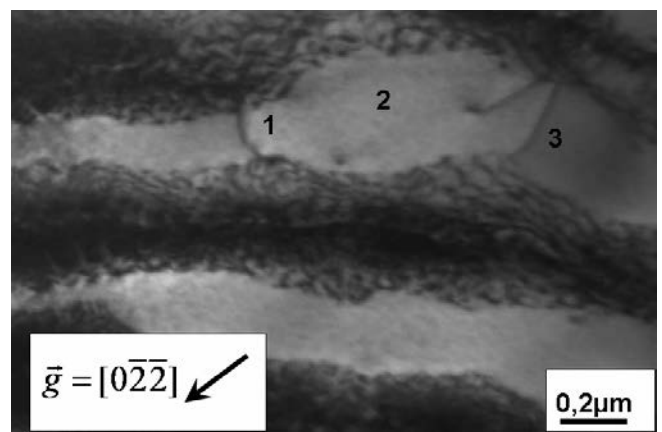
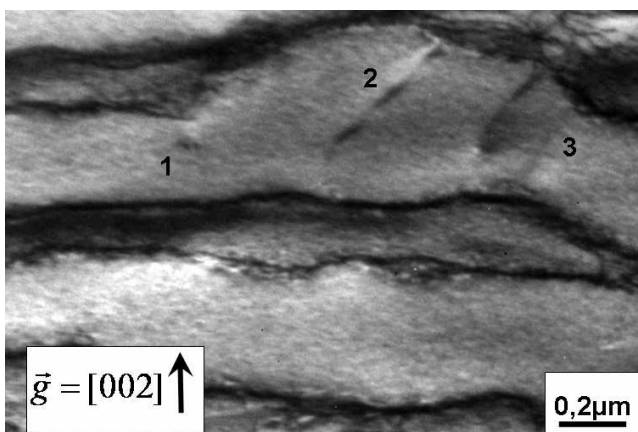
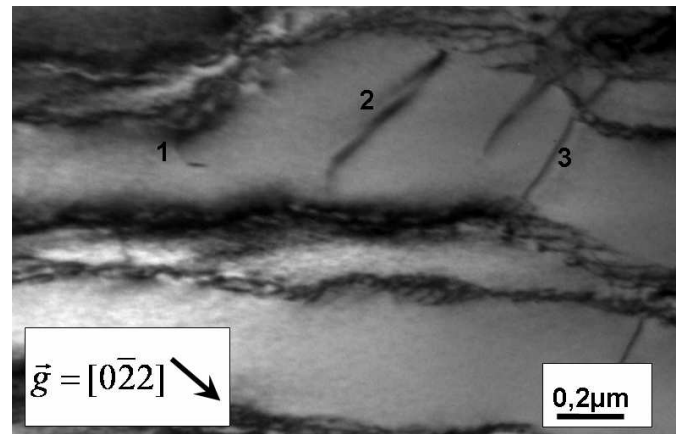
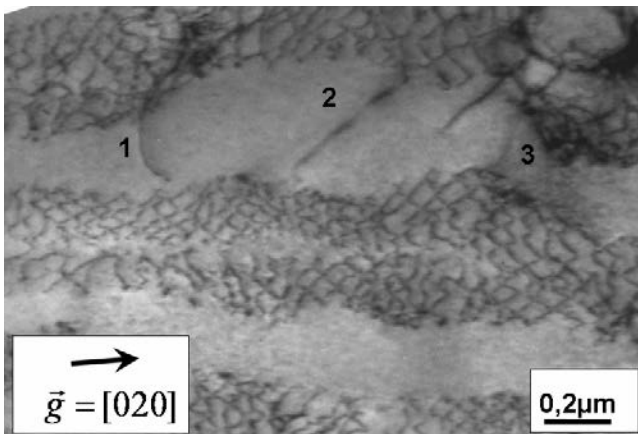
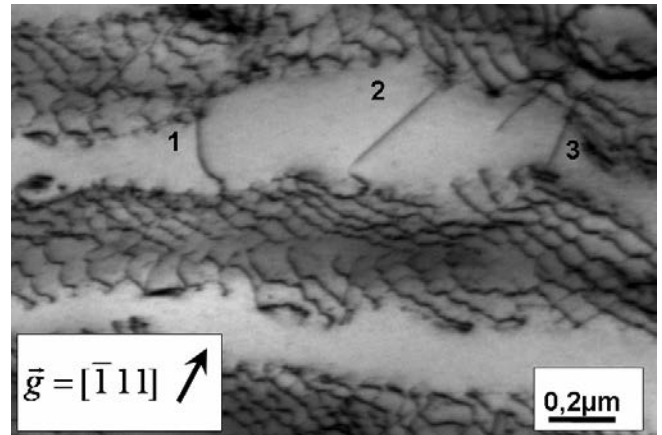
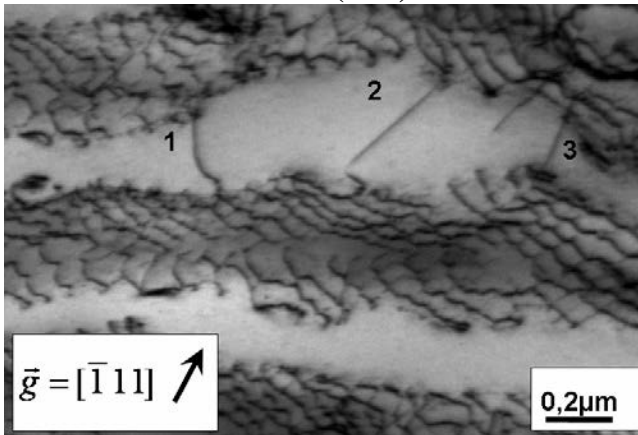
Code éprouvette + zone	4N2			4R1			5A1			1C2		
	D	ID	D+ID	D	ID	D+ID	D	ID	D+ID	D	ID	D+ID
<i>B</i>	38,8	37,1	35,7	X	X	17,5	19,7	18,4	18,5	20,8	18,8	19,8
$\omega$	0,15	0,15	0,17	X	X	0,31	0,32	0,41	0,37	0,27	0,30	0,28
$d_m$ (nm)	56,95	63,25	59,21	X	X	67,0	60,4	50,61	55,4	69,28	67,5	68,6
$\delta_{\perp}$ déduit à partir $d_m$ (%)	-0,45	-0,40	-0,43	X	X	-0,38	-0,42	-0,50	-0,46	-0,37	-0,38	-0,37



## ANNEXE 4 : Dislocations dans la phase $\gamma'$ observées au MET

### A4.1- Caractérisation des vecteurs de Burgers à des températures d'essai différentes

- A  $\sim 930^\circ\text{C}$  (4N2)





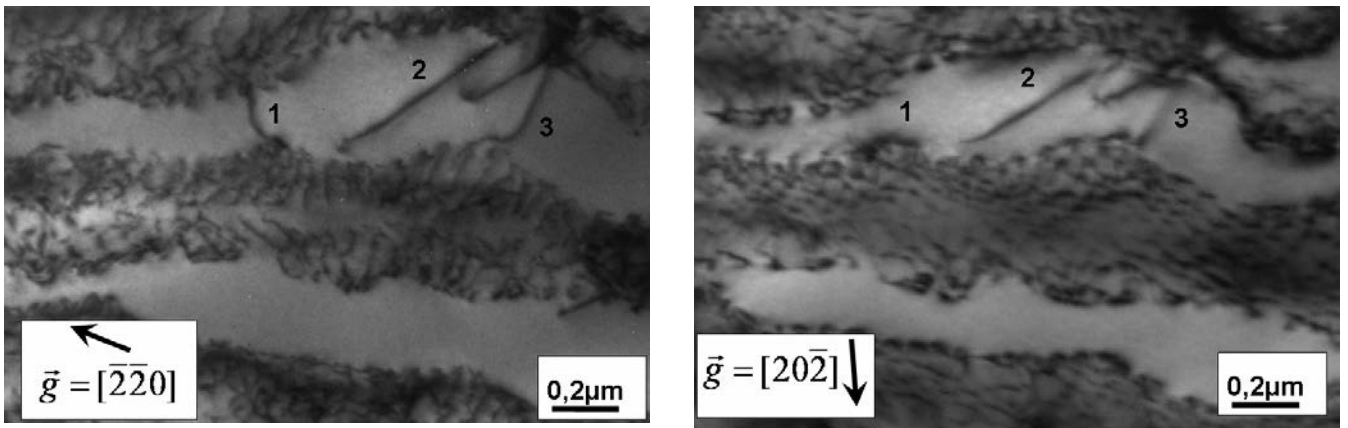
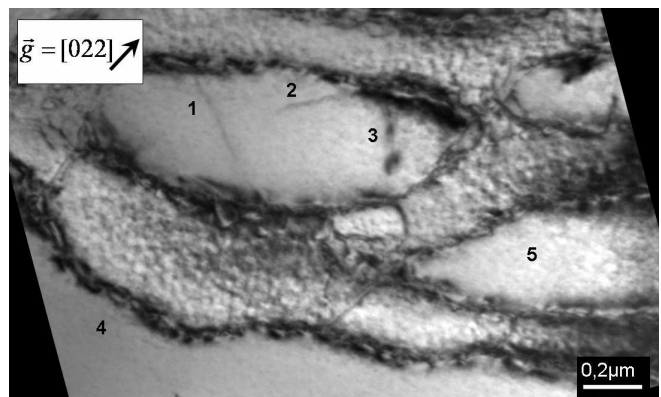
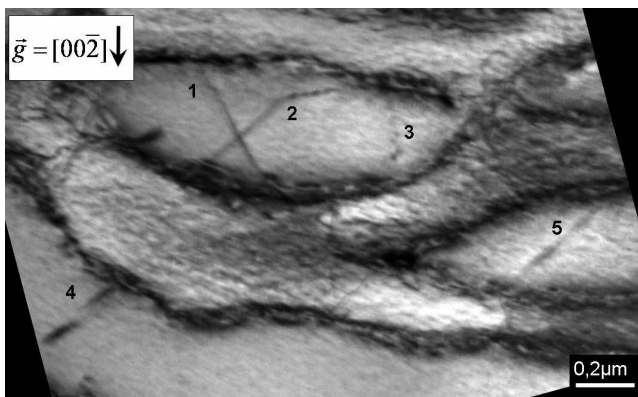
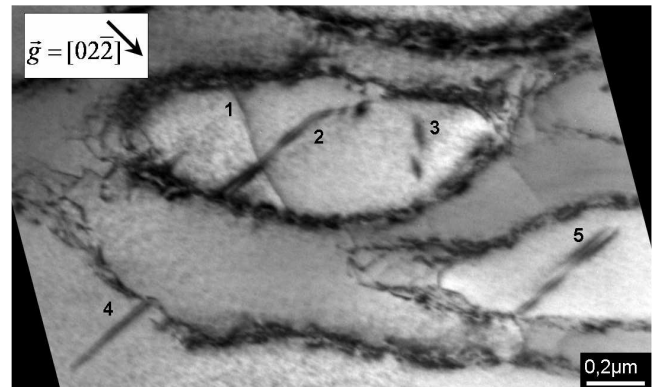
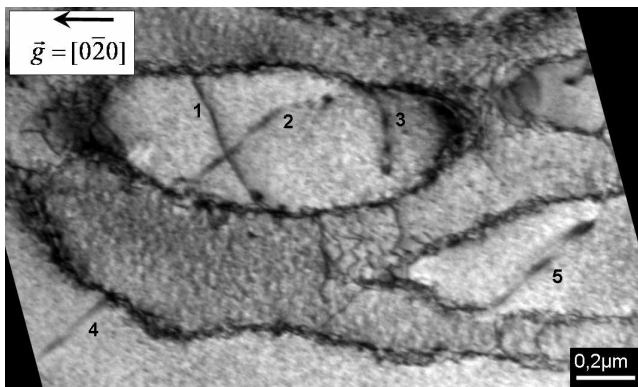
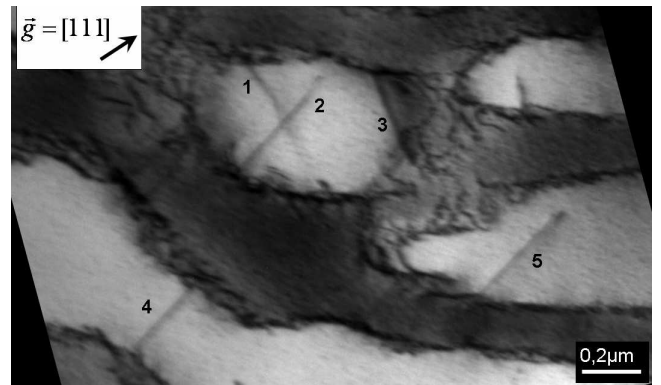
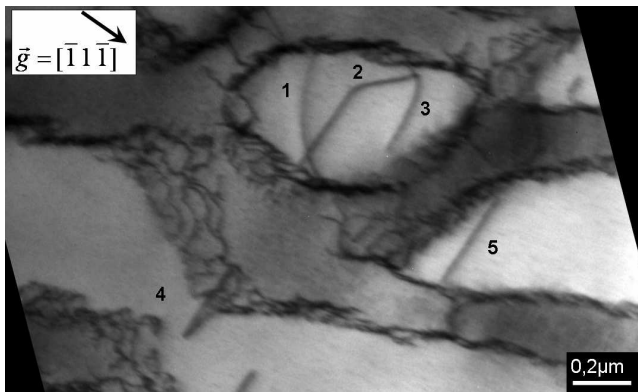
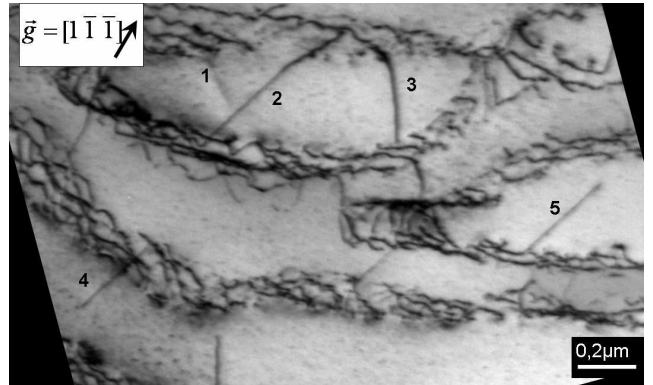
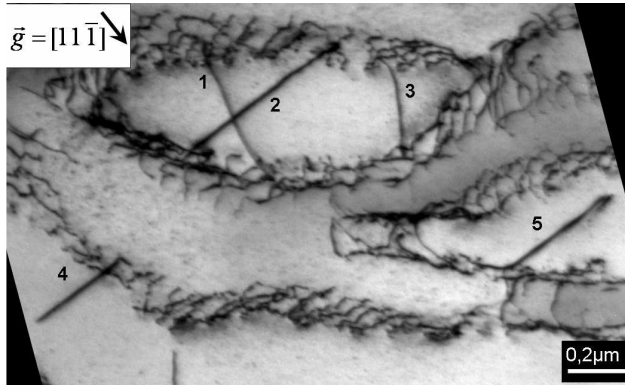


Figure A4.1 : Caractérisation de dislocations localisées dans les radeaux après essai 4N2 au MET pour différents  $\vec{g}$

Tableau A4.1 : Tableau de visibilité des dislocations identifiées Figure A4.1 et vecteurs de Burgers correspondant.  
**V** : Visible, **I** : Invisible et **CR** : Contraste Résiduel, **?** : indéterminé.

N° dislocation ↓	$\vec{g} \rightarrow$	$[\bar{1}11]$	$[\bar{1}\bar{1}1]$	$[020]$	$[0\bar{2}2]$	$[002]$	$[0\bar{2}\bar{2}]$	$[\bar{2}\bar{2}0]$	$[20\bar{2}]$	$\vec{b}$ déduit
1		V	V	V	?	CR	V	V	I	$[010]$
2		V	V	CR	CR	CR		V	V	$[100]$
3		V	V	V	V	CR	V	V	CR	$[010]$

- A ~1000°C (5A1 zone hors striction)



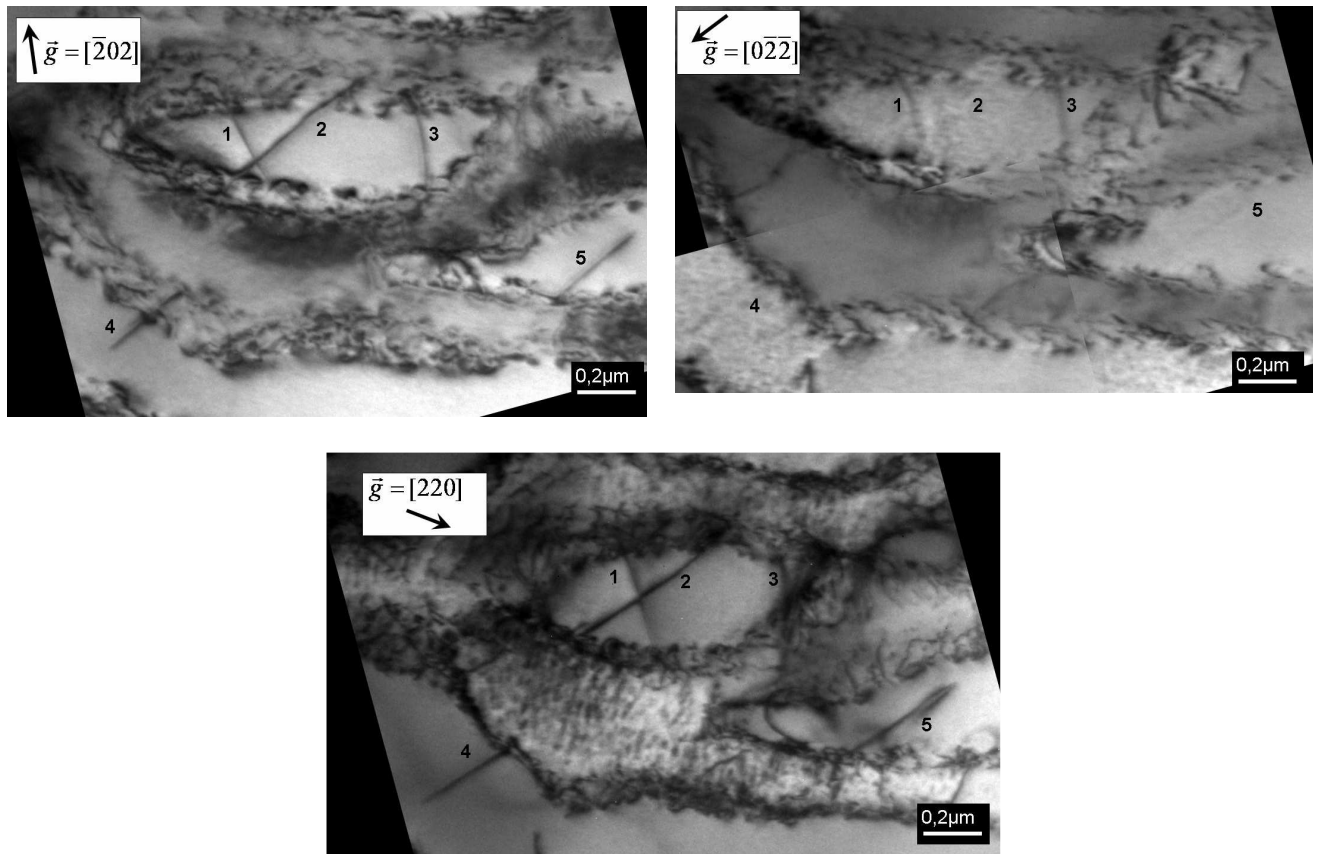
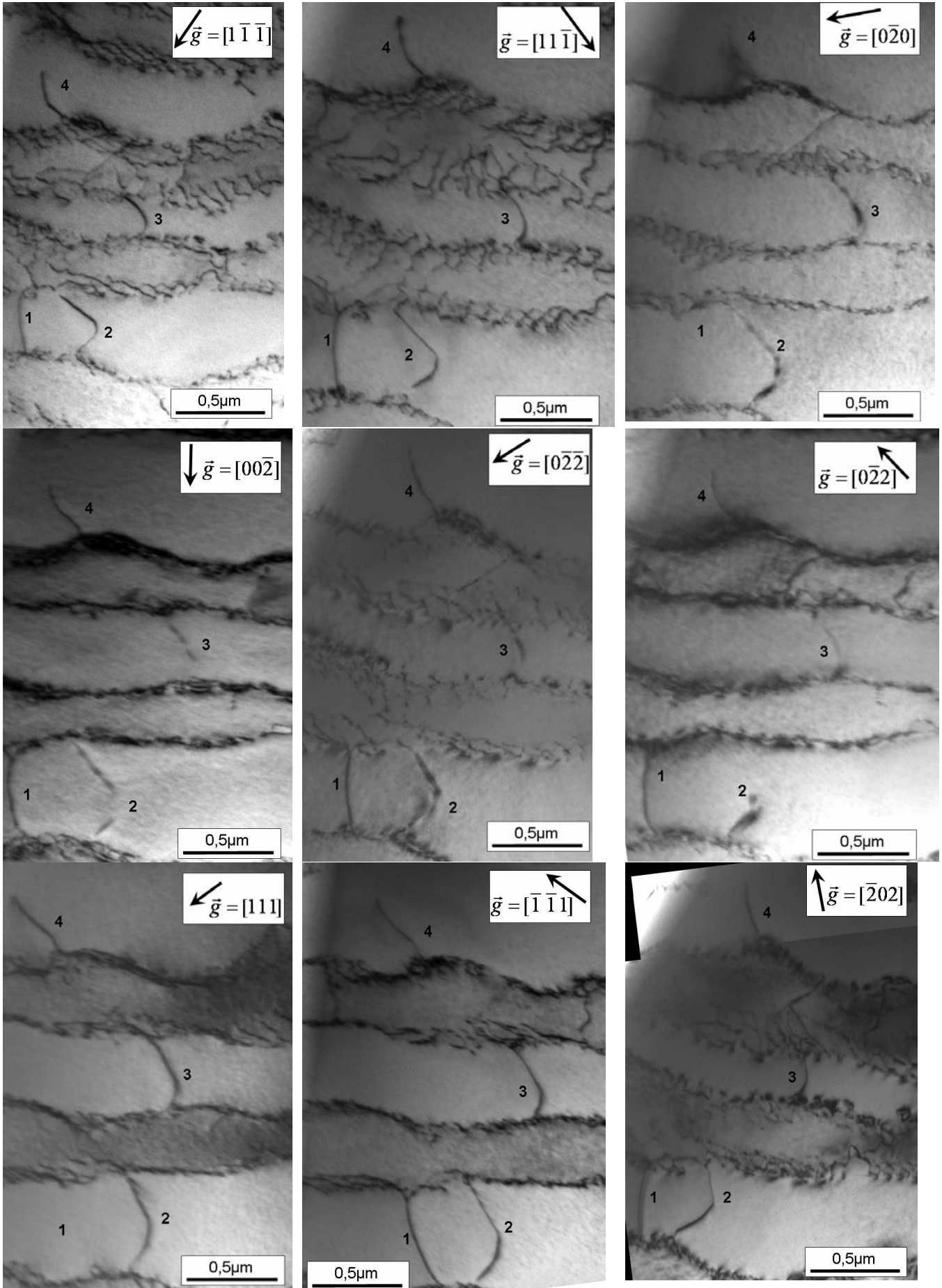


Figure A4.2 : Caractérisation de dislocations localisées dans les radeaux après essai 5A1 (zone sans striction) au MET pour différents  $\bar{g}$ .

Tableau A4.2 : Tableau de visibilité des dislocations identifiées Figure A4.2 et vecteurs de Burgers correspondant. V : Visible, I : Invisible et CR : Contraste Résiduel, ? : indéterminé.

N° dislo- ca- tion ↓	$\bar{g}$ →	$[11\bar{1}]$	$[1\bar{1}\bar{1}]$	$[\bar{1}1\bar{1}]$	$[111]$	$[0\bar{2}0]$	$[02\bar{2}]$	$[00\bar{2}]$	$[022]$	$[\bar{2}02]$	$[0\bar{2}\bar{2}]$	$[220]$	$\bar{b}$ déduit
1		V	I	V	CR	V	V	V	I	V	CR	V	$[0\bar{1}1]$
2		V	V	V	V	CR	CR	CR	I	V	I	V	$[100]$
3		V	V	V	V	CR	CR	CR	CR	V	CR	V	$[100]$
4		V	V	V	V	CR	CR	CR	I	V	I	V	$[100]$
5		V	V	V	V	CR	CR	CR	I	V	I	V	$[100]$

- A  $\sim 1010^\circ\text{C}$  sur une éprouvette déchargée avant refroidissement (5A2)



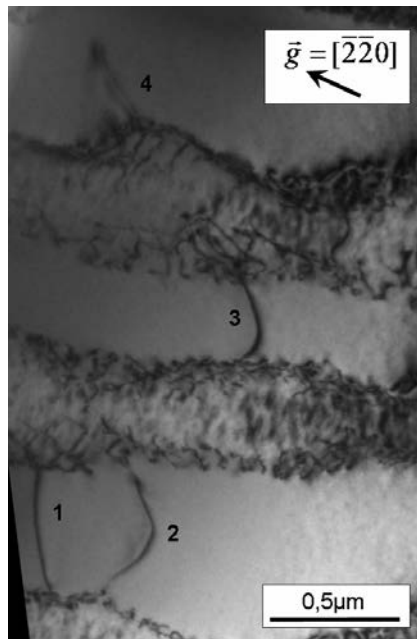
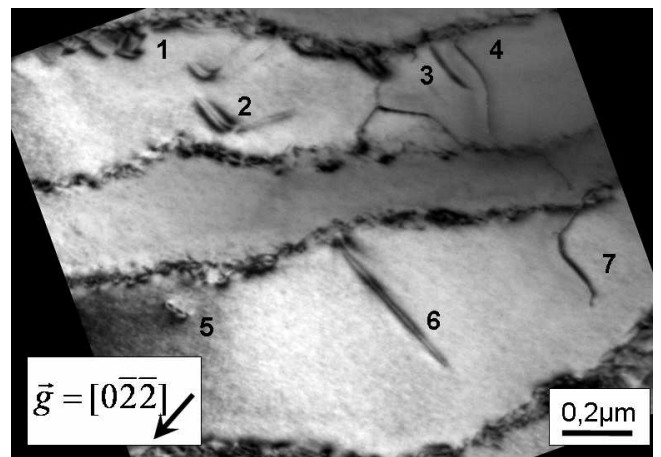
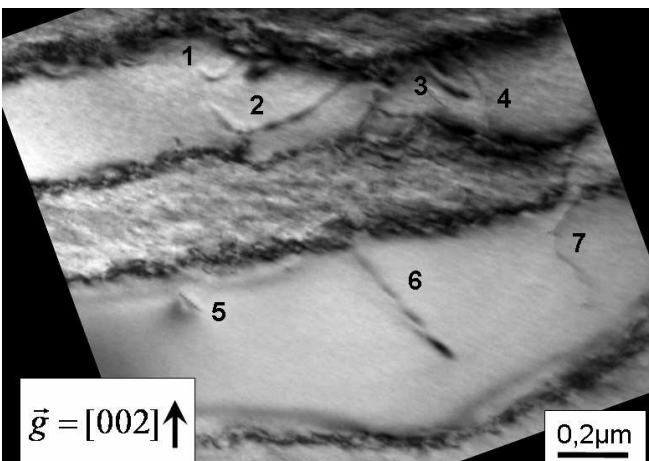
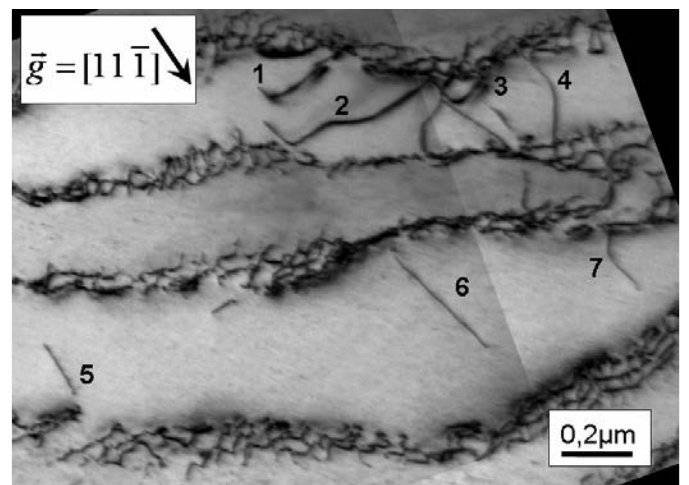
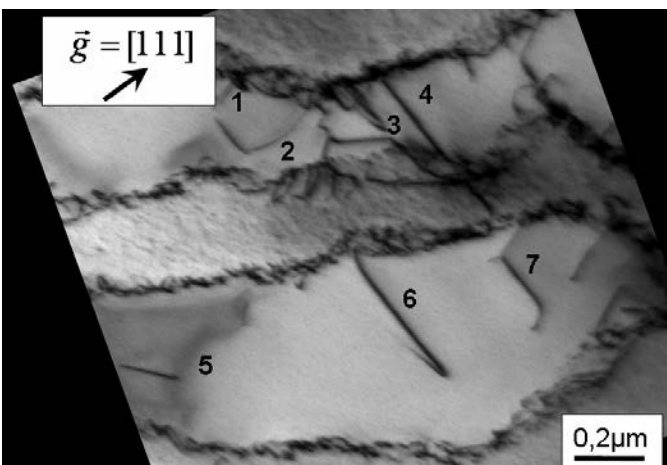
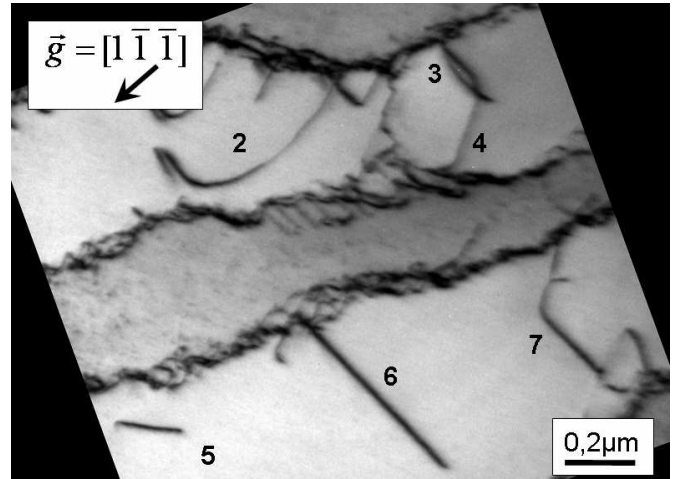
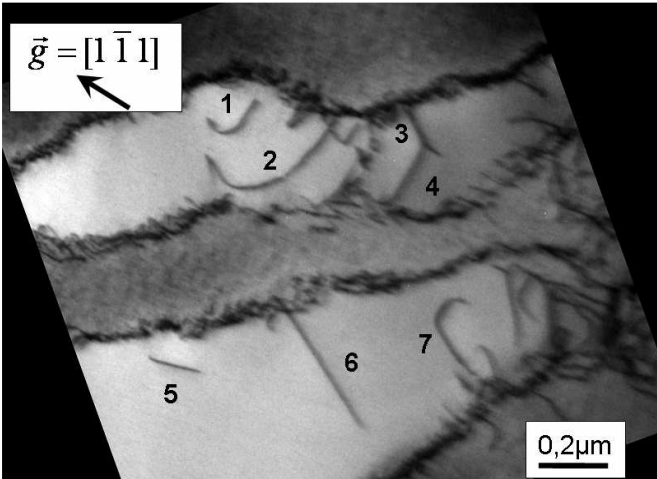


Figure A4.3 : Caractérisation de dislocations localisées dans les radeaux après essai 5A2 au MET pour différents  $\vec{g}$

Tableau A4.3 : Tableau de visibilité des dislocations identifiées Figure A4.3 et vecteurs de Burgers correspondant.  
V : Visible, I : Invisible et CR : Contraste Résiduel, ? : indéterminé.

N° Dislocation ↓	$\vec{g}$ →	$[1\bar{1}\bar{1}]$	$[11\bar{1}]$	$[0\bar{2}0]$	$[00\bar{2}]$	$[0\bar{2}\bar{2}]$	$[0\bar{2}2]$	$[111]$	$[\bar{1}\bar{1}1]$	$[\bar{2}02]$	$[\bar{2}\bar{2}0]$	$\vec{b}$ déduit
1		V	V	I	V	V	V	I	V	V	V	$[10\bar{1}]$
2		V	V	CR	CR	CR	CR	V	V	V	V	$[100]$
3		V	V	CR	CR	CR	CR	V	V	V	V	$[100]$
4		V	V	CR	V	V	?	V	V	V	CR	$[001]$

- A ~1060°C (5C1)



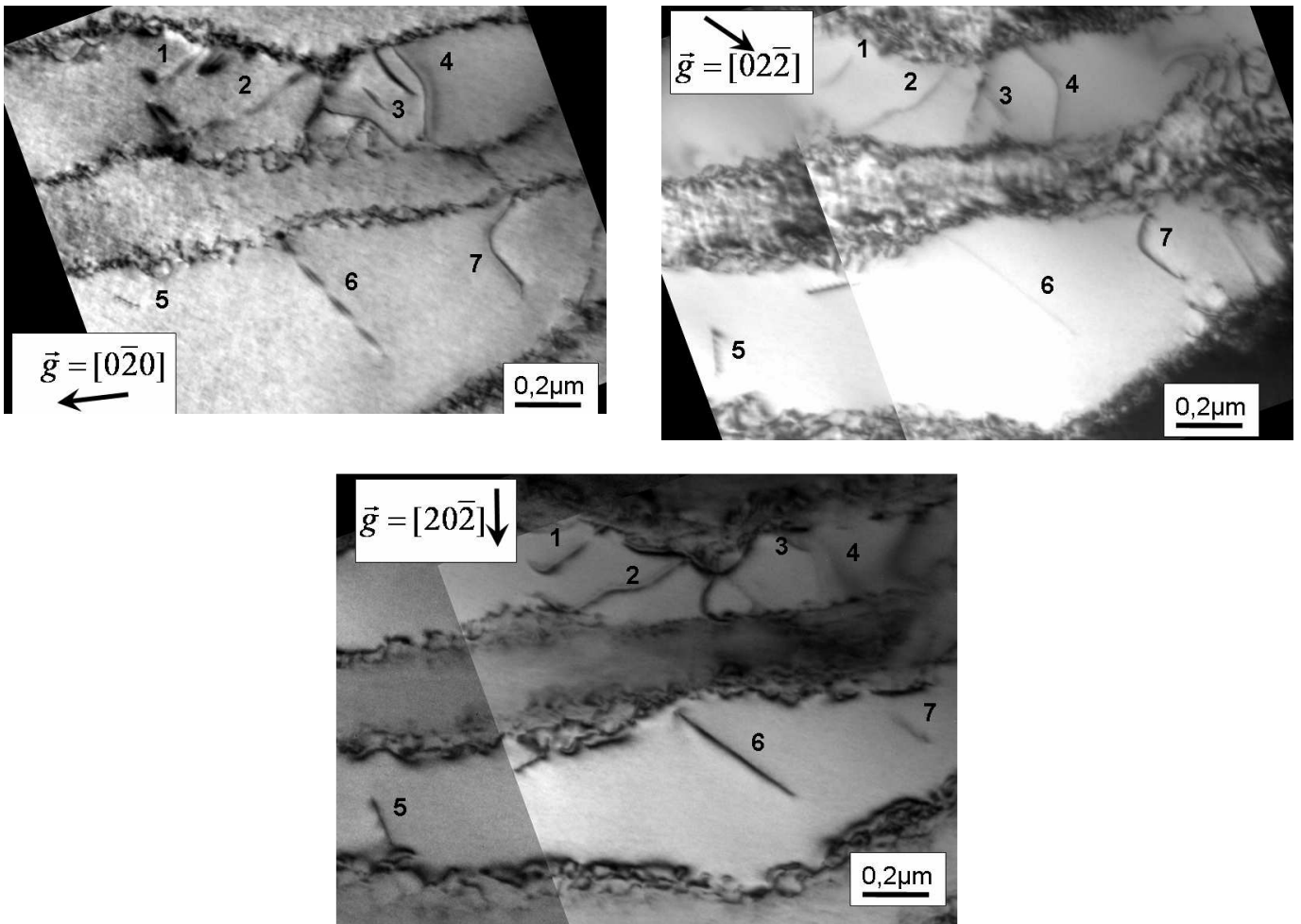


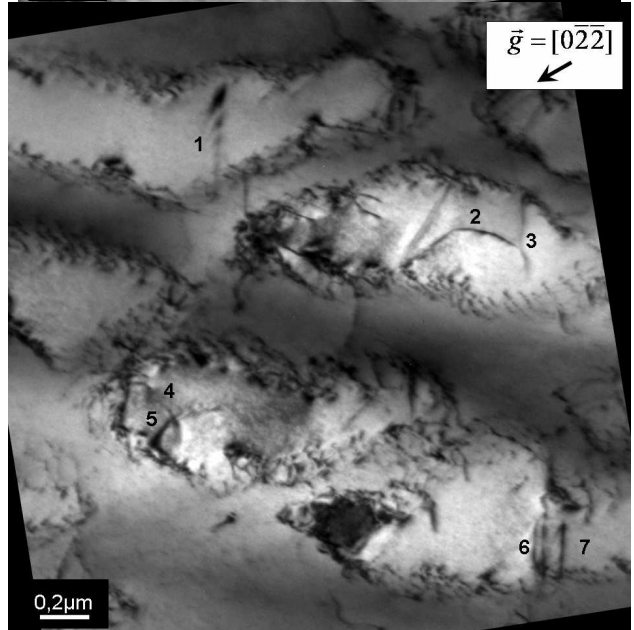
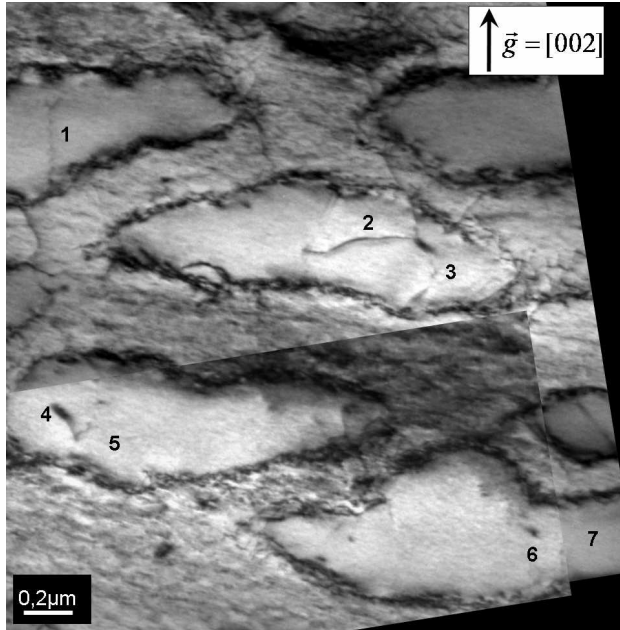
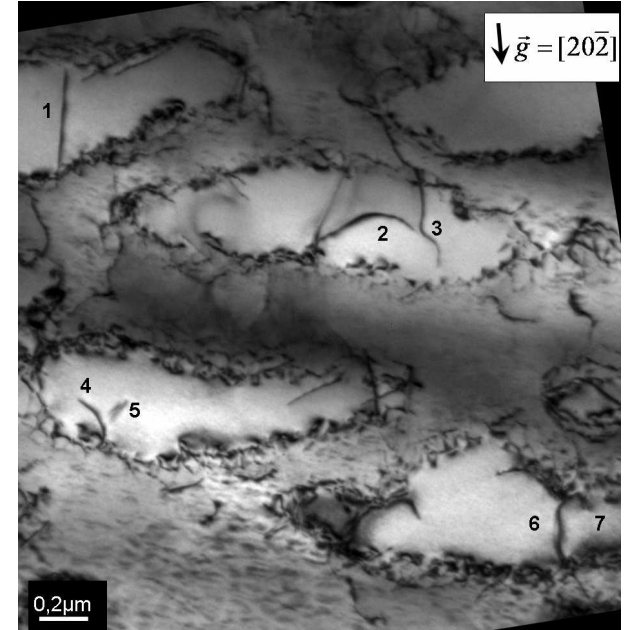
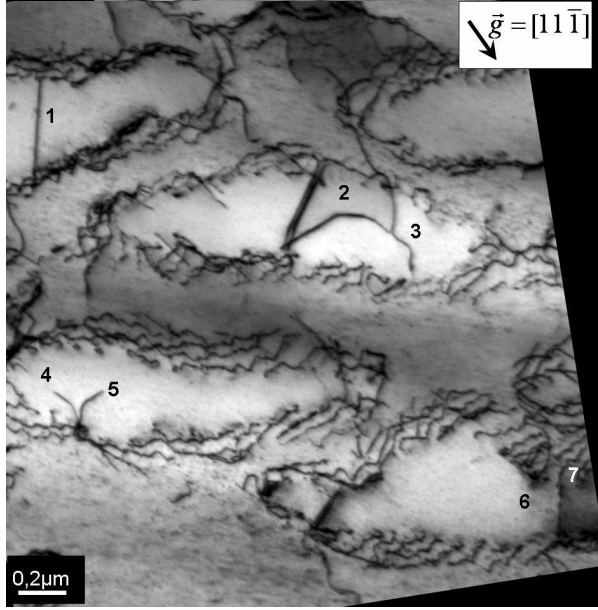
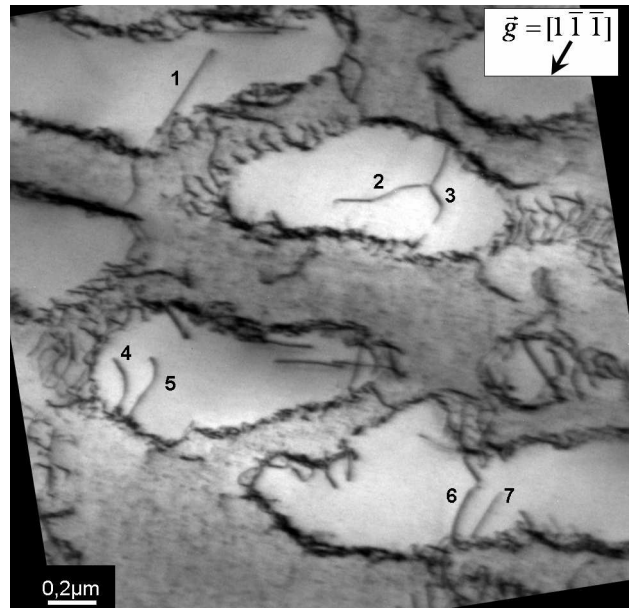
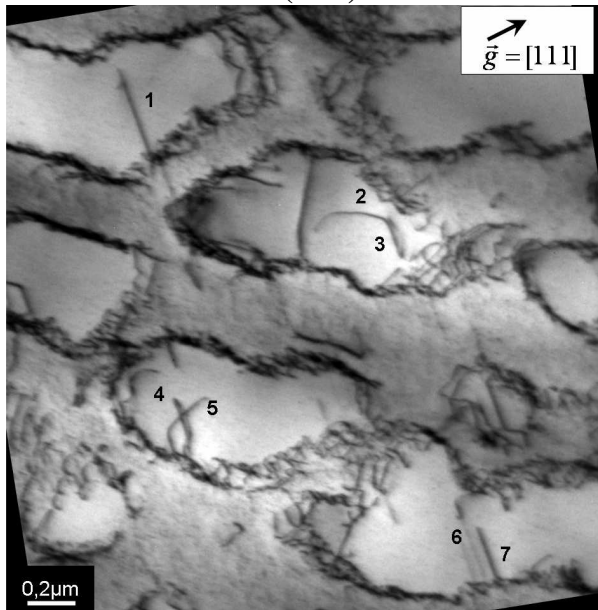
Figure A4.4 : Caractérisation de dislocations localisées dans les radeaux après essai 5C1 au MET pour différents  $\vec{g}$

Tableau A4.4 : Tableau de visibilité des dislocations identifiées Figure A4.4 et vecteurs de Burgers correspondant.  
 V : Visible, I : Invisible et CR : Contraste Résiduel, ? : indéterminé.

N° dislocation ↓	$\vec{g}$ →	$[1\bar{1}1]$	$[1\bar{1}\bar{1}]$	$[111]$	$[11\bar{1}]$	$[002]$	$[02\bar{2}]$	$[0\bar{2}0]$	$[02\bar{2}]$	$[20\bar{2}]$	$\vec{b}$ déduit
1		V	V	V	V	CR	CR	CR	CR	V	$[100]$
2		V	V	V	V	CR	CR	CR	CR	V	$[100]$
3		?	V	V	CR	V	V	V	I	V	$[011]$
4		V	V	V	V	CR	V	V	V	I	$[010]$
5		V	V	V	V	CR	CR	CR	CR	V	$[100]$
6		V	V	V	V	CR	CR	CR	I	V	$[100]$
7		V	V	V	V	CR	V	V	V	I	$[010]$



• A ~1120°C (1C2)





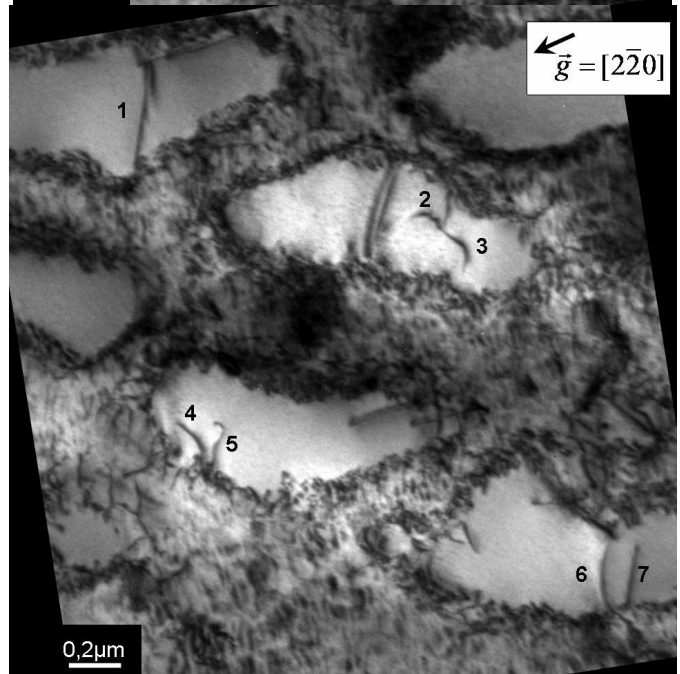
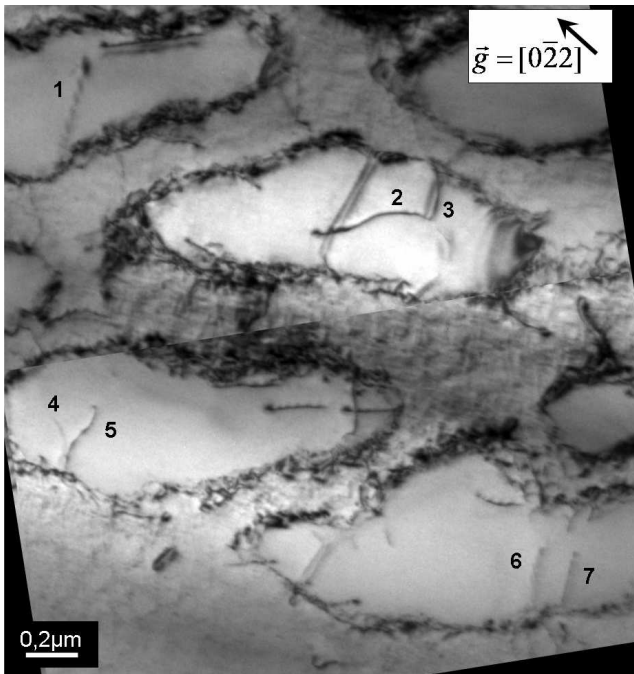
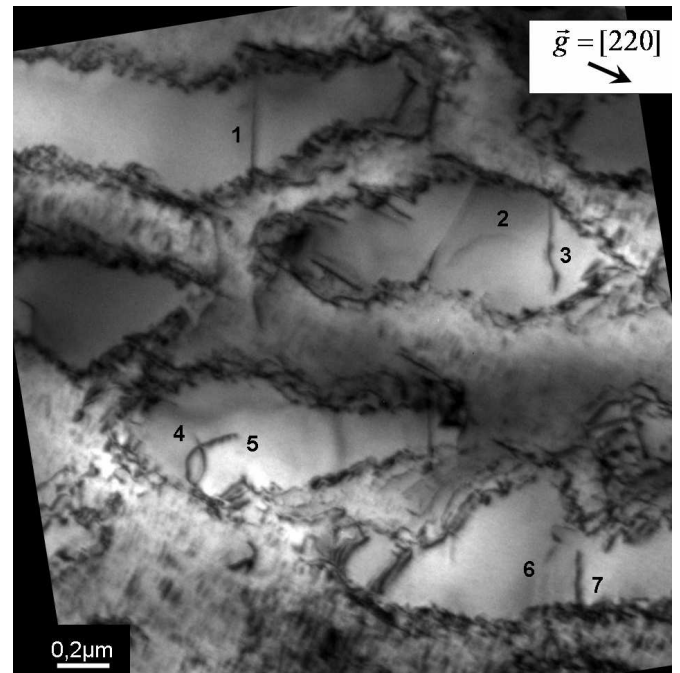
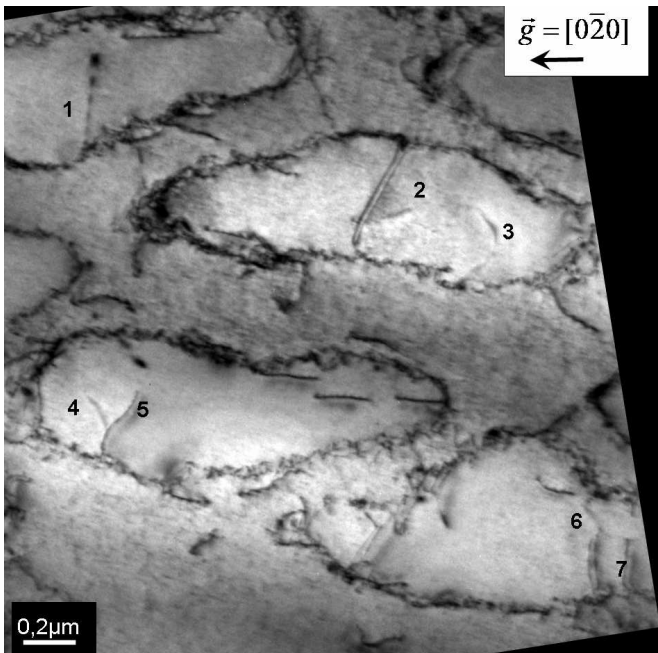


Figure A4.5 : Caractérisation de dislocations localisées dans les radeaux après essai 1C2 au MET pour différents  $\vec{g}$

Tableau A4.5 : Tableau de visibilité des dislocations identifiées Figure A4.5 et vecteurs de Burgers correspondant.

V : Visible, I : Invisible et CR : Contraste Résiduel, ? : indéterminé.

N° dislocation ↓	$\vec{g}$ →	[111]	[1 $\bar{1}$ 1]	[11 $\bar{1}$ ]	[20 $\bar{2}$ ]	[002]	[0 $\bar{2}$ 2]	[0 $\bar{2}$ 0]	[220]	[0 $\bar{2}$ 2]	[2 $\bar{2}$ 0]	$\vec{b}$ déduit
1		V	V	V	V	CR	CR	CR	V	CR	V	[100]
2		V	V	V	V	V	V	I	I	V	CR	[001]
3		V	V	V	V	CR	CR	I	V	CR	V	[100]
4		V	V	V	V	I	CR	CR	V	I	V	[100]
5		V	V	V	CR	CR	V	V	V	V	V	[010]
6		I	V	I	V	I	V	V	I	V	V	[1 $\bar{1}$ 0]
7		V	V	V	I	I	V	V	V	V	V	[010]

## A4.2- Mesures des densités de dislocations dans la phase $\gamma'$

4N2 : ~930°C

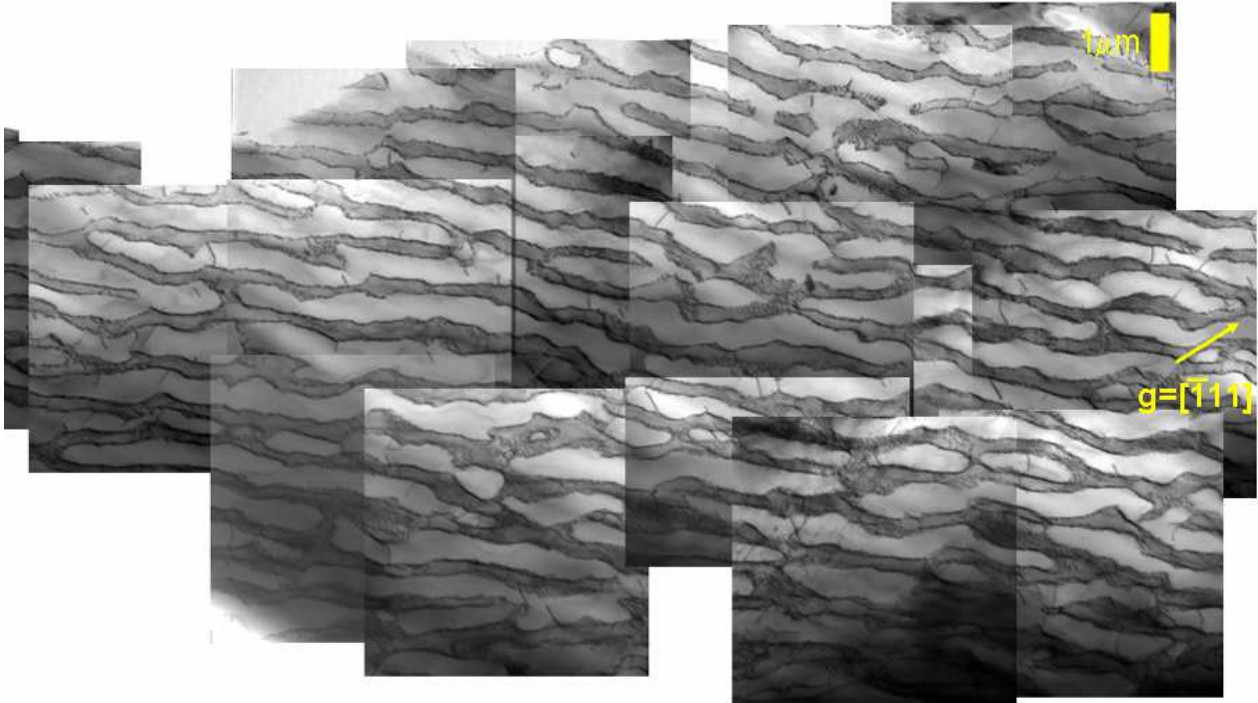


Figure A4.6 : Image MET utilisée pour mesurer les densités de dislocations pour l'essai de fluage 4N2 (déchargé avant refroidissement pas de striction).

Densité de dislocations mesurée dans la phase  $\gamma'$  :  $\rho = 0,65 \cdot 10^{12}$  dislocations/m<sup>2</sup>

4R1 : ~955°C

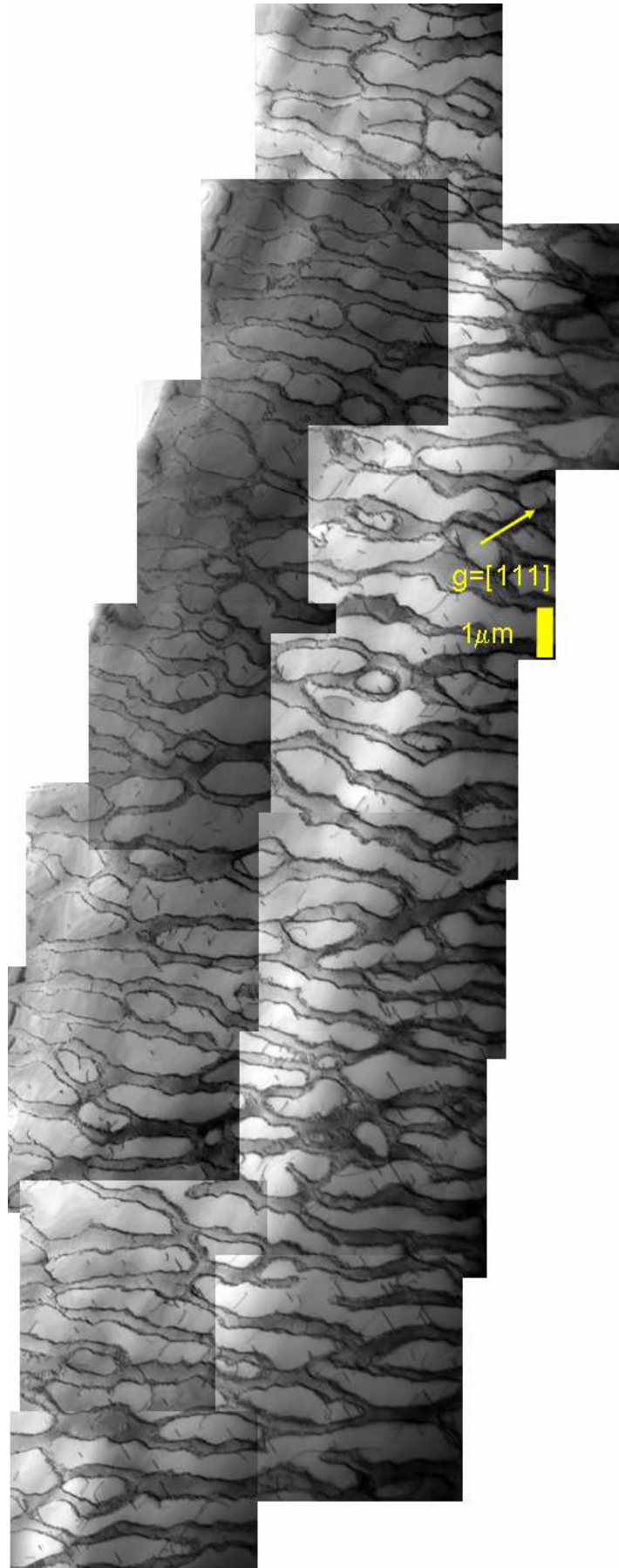


Figure A4.7 : Image MET utilisée pour mesurer les densités de dislocations pour l'essai de fluage 4R1 (refroidi sous contrainte, pas de striction).

Densité de dislocations mesurée dans la phase  $\gamma'$  :  $\rho = 1,63 \cdot 10^{12}$  dislocations/m<sup>2</sup>

3F1 : ~972°C

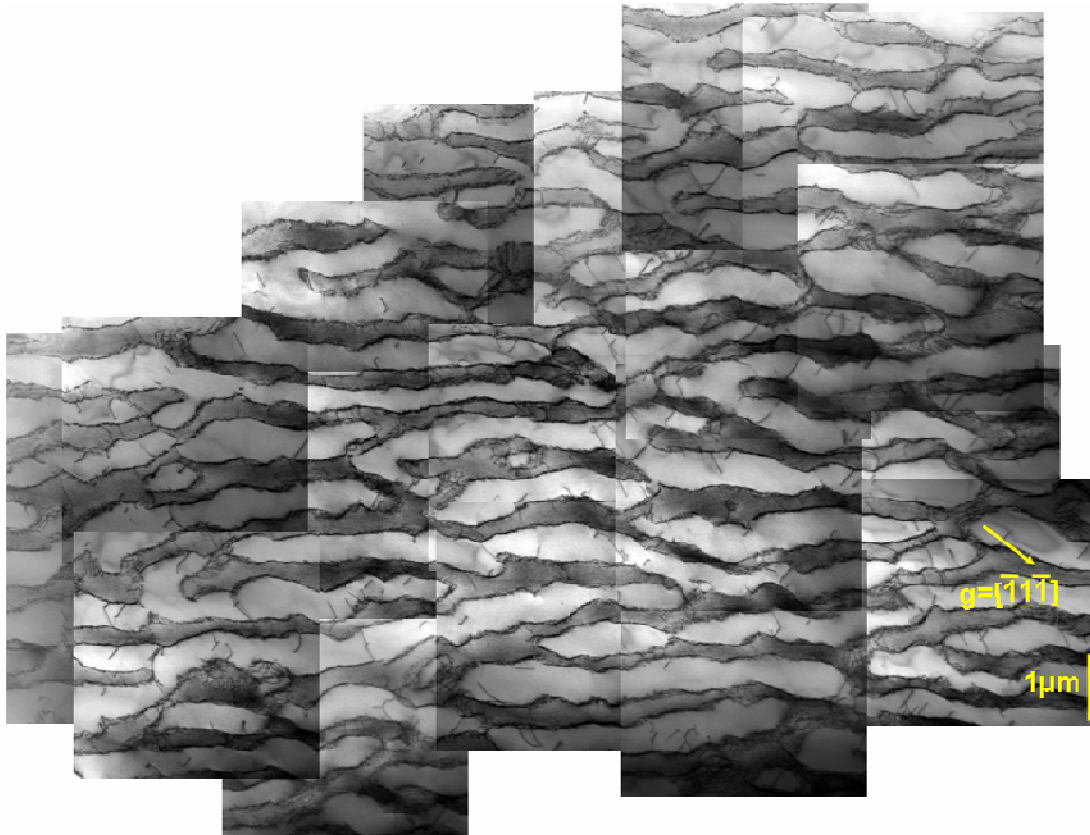


Figure A4.8 : Image MET utilisée pour mesurer les densités de dislocations pour l'essai de fluage 3F1 (refroidi sous contrainte, pas de striction).

Densité de dislocations mesurée dans la phase  $\gamma'$  :  $\rho = 2,3 \cdot 10^{12}$  dislocations/m<sup>2</sup>

OP1 : ~996°C

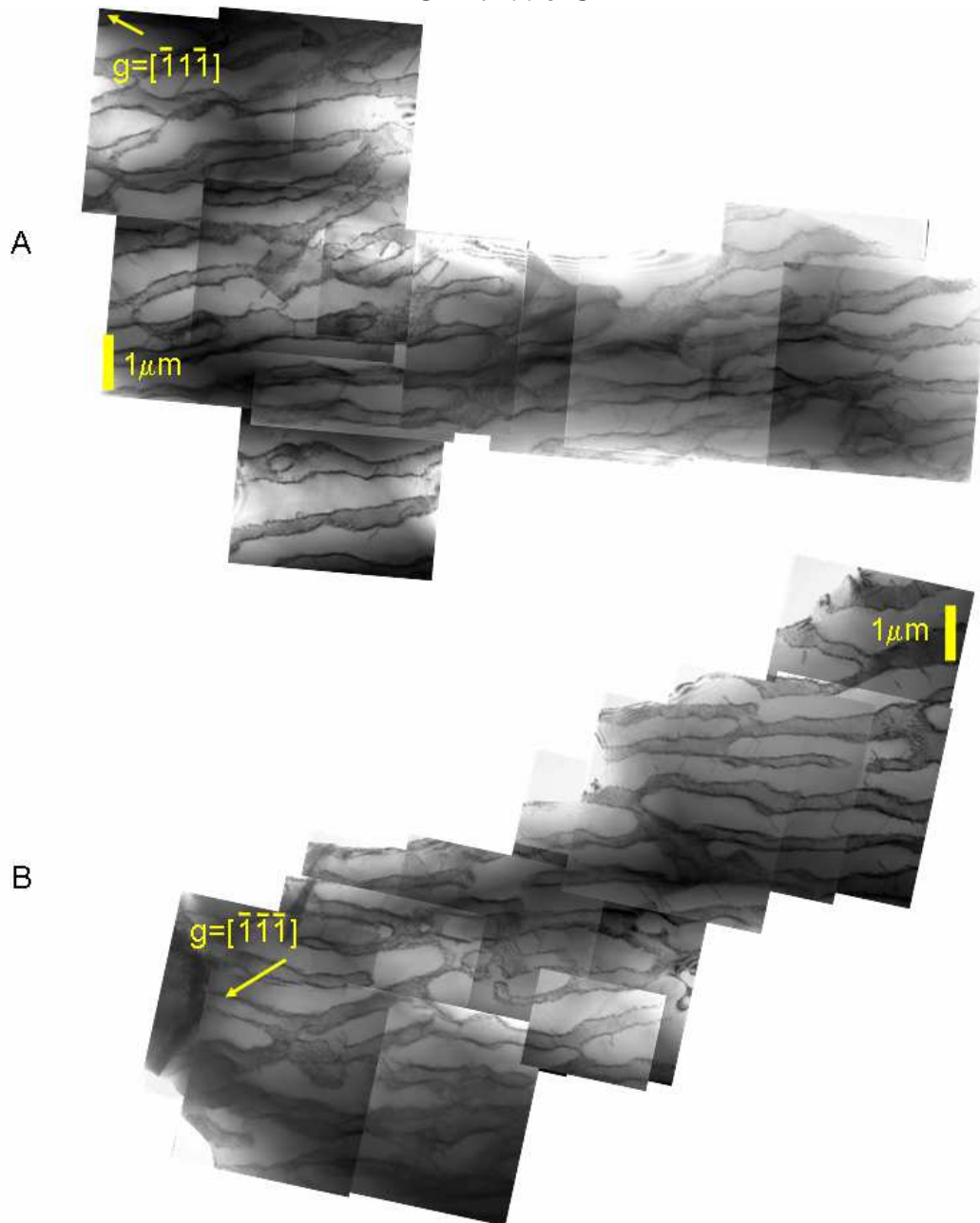


Figure A4.9 : Image MET utilisée pour mesurer les densités de dislocations pour l'essai de fluage OP1 (déchargé avant refroidissement, pas de striction).

Densité de dislocations mesurée dans la phase  $\gamma'$  :  $\rho = 1,2 \cdot 10^{12}$  dislocations/m<sup>2</sup>



5A1 : ~1000°C (1mm de la zone de striction)

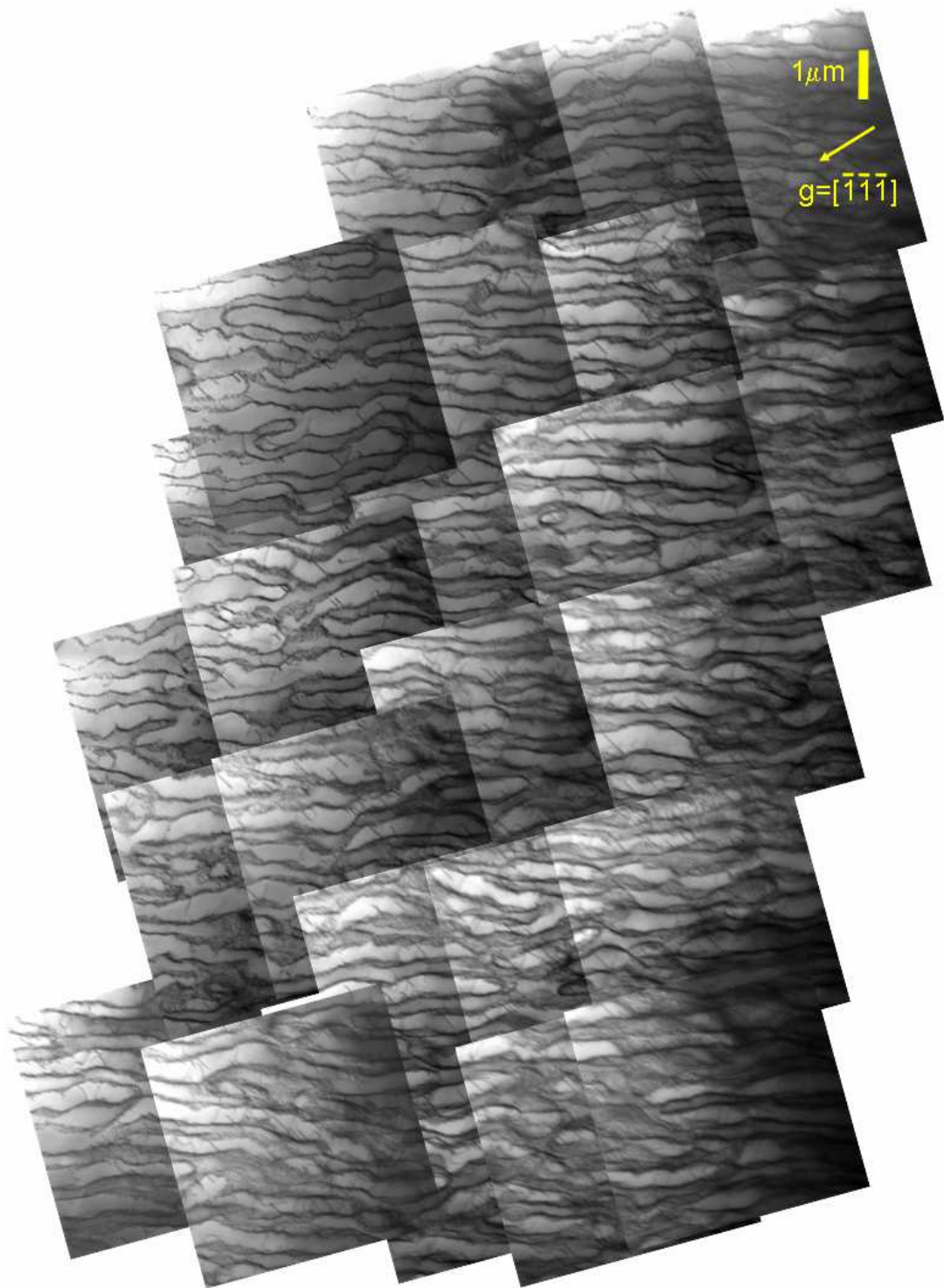


Figure A4.10 : Image MET utilisée pour mesurer les densités de dislocations pour l'essai de fluage 5A1, (refroidi sous contrainte, zone à 1mm de la striction).

Densité de dislocations mesurée dans la phase  $\gamma'$  :  $\rho = 2,5 \cdot 10^{12}$  dislocations/m<sup>2</sup>

5A1 : ~1000°C (zone de striction)

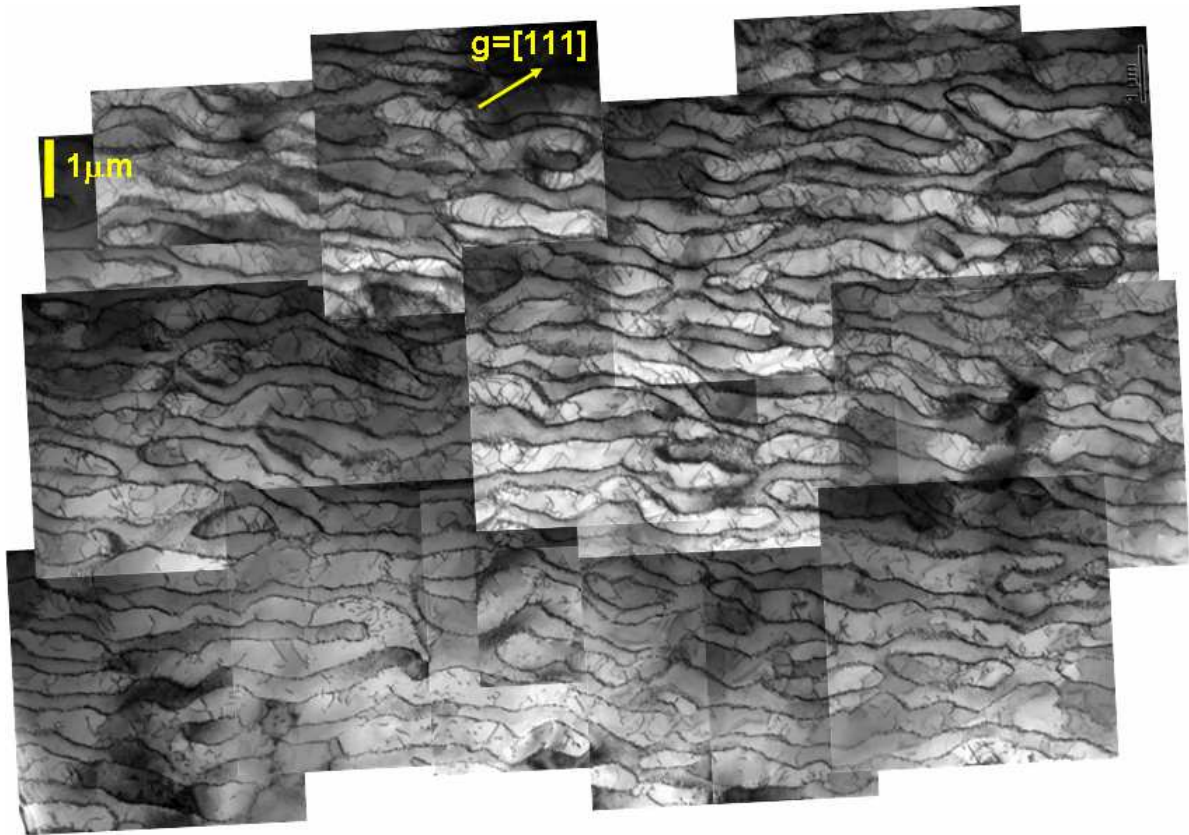


Figure A4.11 : Image MET utilisée pour mesurer les densités de dislocations pour l'essai de fluage 5A1 (refroidi, sous contrainte, intérieure de la zone de striction).

Densité de dislocations mesurée dans la phase  $\gamma'$  :  $\rho = 10,5 \cdot 10^{12}$  dislocations/m<sup>2</sup>

5A2 : ~1011°C

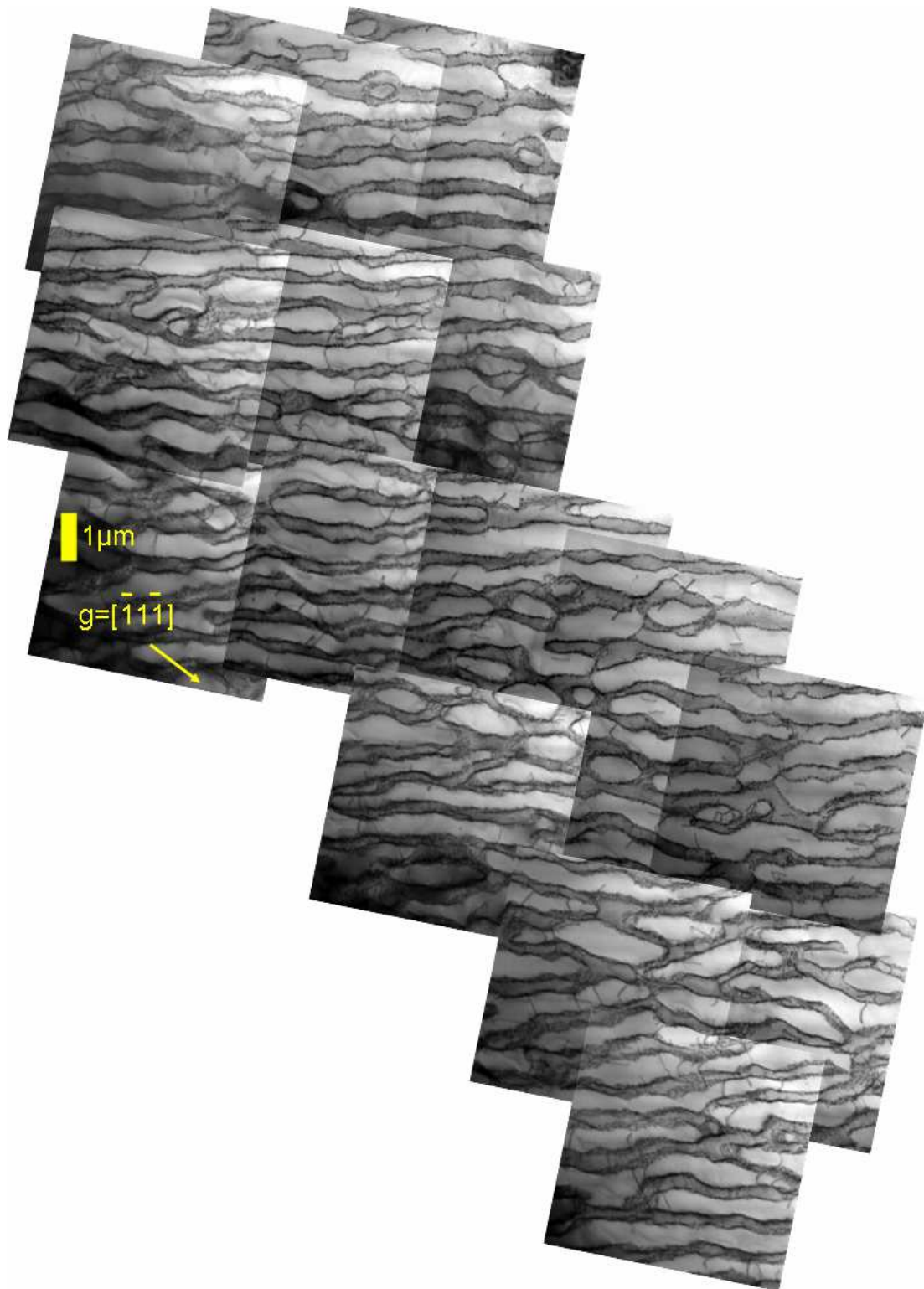


Figure A4.12 : Image MET utilisée pour mesurer les densités de dislocations pour l'essai de fluage 5A2 (déchargé avant refroidissement, pas de striction).

Densité de dislocations mesurée dans la phase  $\gamma'$  :  $\rho = 1,2 \cdot 10^{12}$  dislocations/m<sup>2</sup>



4L2 : ~1049°C

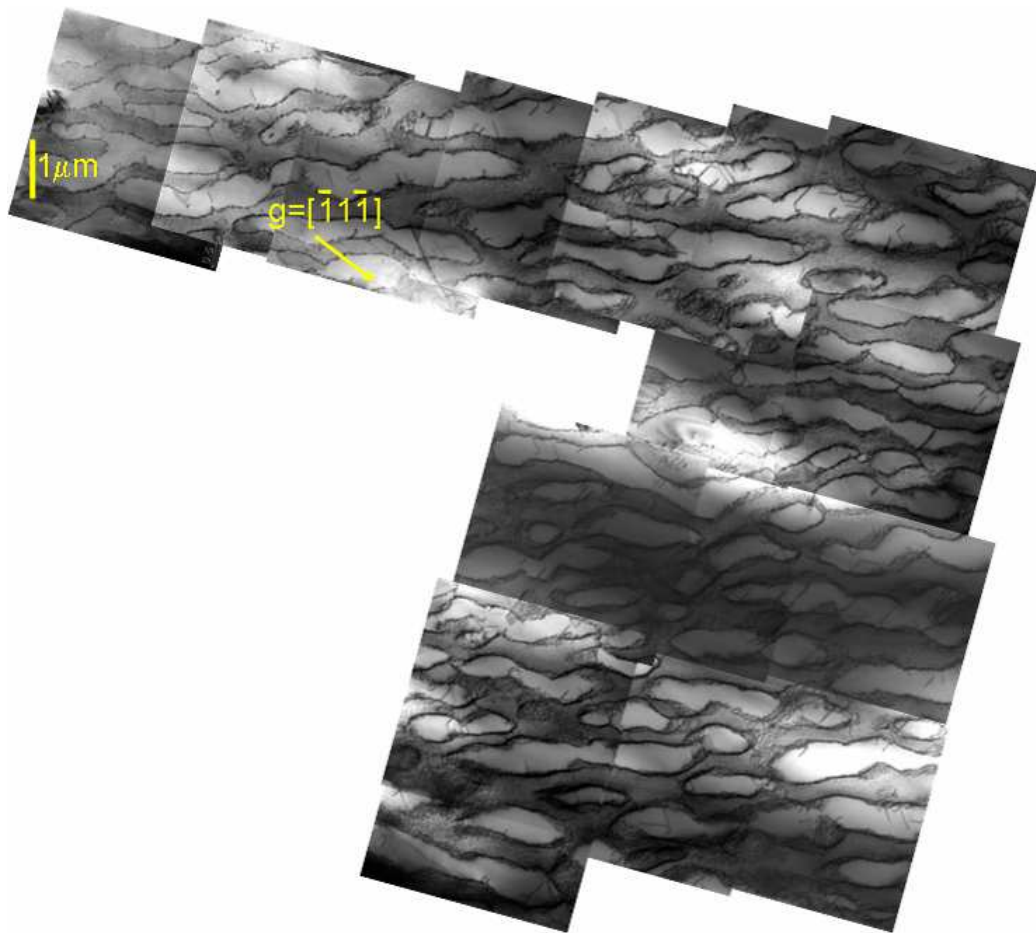


Figure A4.13 : Image MET utilisée pour mesurer les densités de dislocations pour l'essai de fluage 4L2 (refroidi sous contrainte, pas de striction).

Densité de dislocations mesurée dans la phase  $\gamma'$  :  $\rho = 2,4 \cdot 10^{12}$  dislocations/m<sup>2</sup>

5C1 : ~1066°C

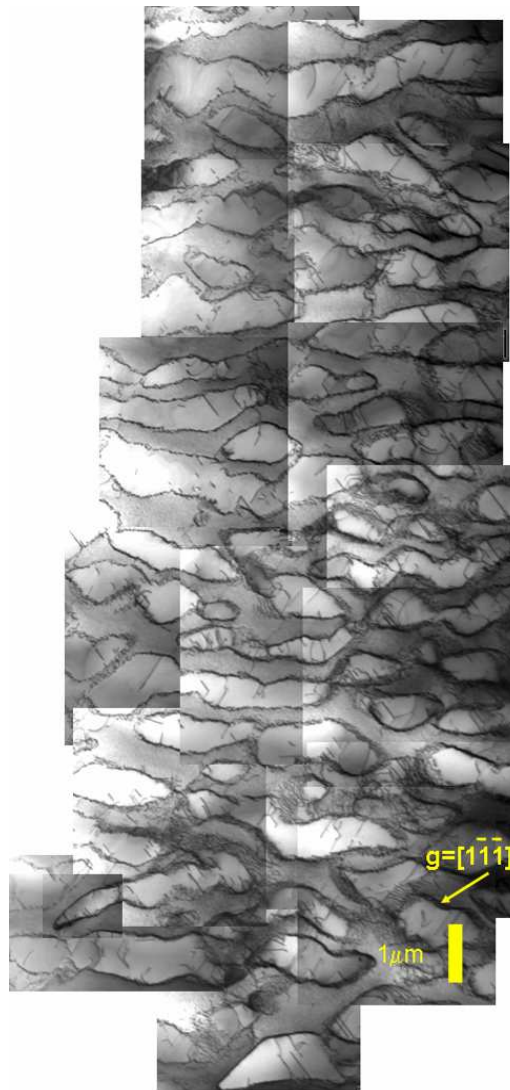


Figure A4.14 : Image MET utilisée pour mesurer les densités de dislocations pour l'essai de fluage 5C1 (refroidi sous contrainte, intérieur d'une zone à faible striction).

Densité de dislocations mesurée dans la phase  $\gamma'$  :  $\rho = 6,5 \cdot 10^{12}$  dislocations/m<sup>2</sup>

1C2 : ~1119°C

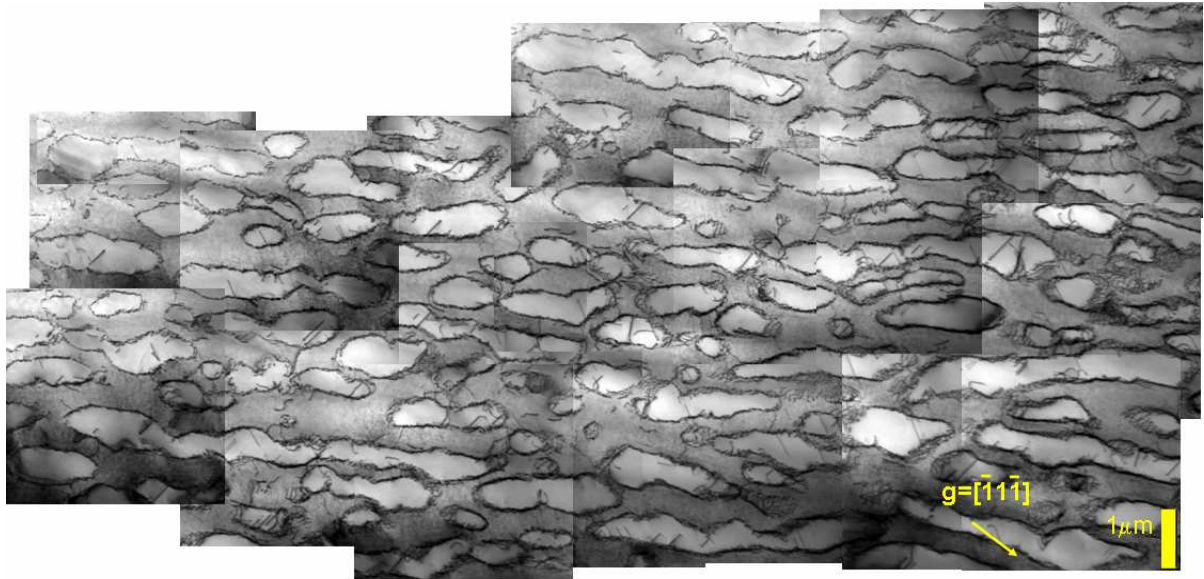


Figure A4.15 : Image MET utilisée pour mesurer les densités de dislocations pour l'essai de fluage 1C2 (refroidi sous contrainte, pas de striction).

Densité de dislocations mesurée dans la phase  $\gamma'$  :  $\rho = 4.10^{12}$  dislocations/m<sup>2</sup>

4R2 : ~1125°C

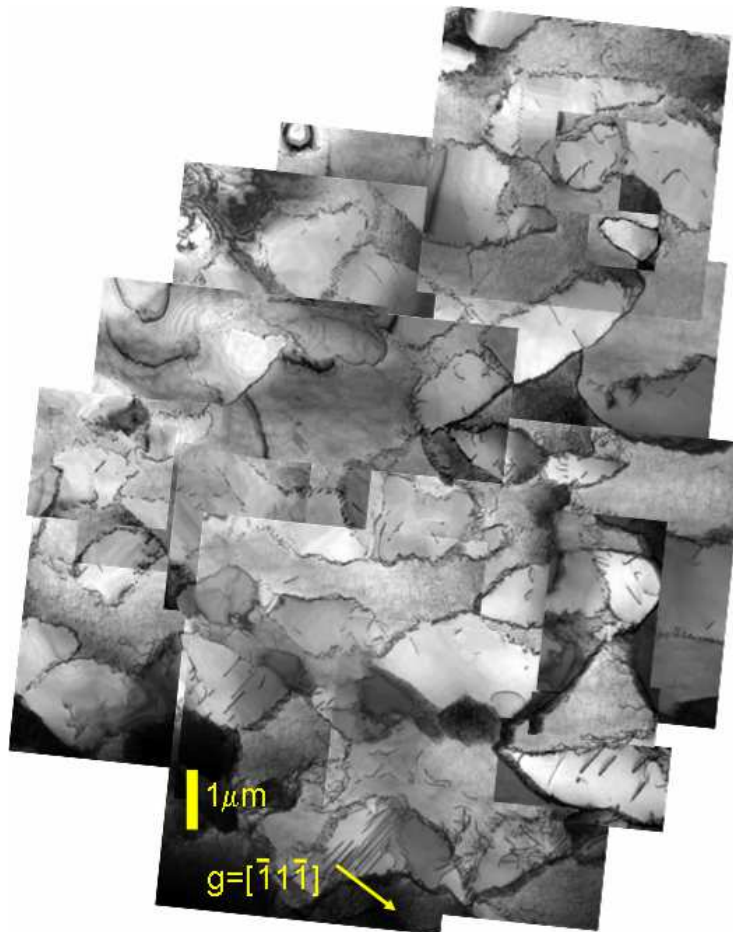


Figure A4.16 : Image MET utilisée pour mesurer les densités de dislocations pour l'essai de fluage 4R2 (refroidi sous contrainte, intérieur de la zone de striction).

Densité de dislocations mesurée dans la phase  $\gamma'$  :  $\rho = 7.10^{12}$  dislocations/m<sup>2</sup>

## ANNEXE 5 : Synthèse

**Tableau A5.1 : Récapitulatif des fractions volumiques obtenues par les différentes méthodes, connexités en fin d'essai et températures déduites des fractions volumiques.**

Code éprouvette	4N2	4R1	3F1	OP1	5A1	5A2	4L2	5C1	1C2	4R2
<b>f DRX (%)</b>	66	66,5	64	60,5	60	58	54	52	45,5	44
<b>f<sub>D</sub> MEB: zone dendritique (%)</b>	64,5	58,7	59,2	58,3	57,3	57,4	50,8	49,4	41,6	40,9
<b>f<sub>ID</sub> MEB : zone interdendritique (%)</b>	64,7	60,2	58,6	58,6	58	57,2	55,5	53,2	46,0	45
<b>f MEB : moyenne de f<sub>D</sub> et f<sub>ID</sub> (%)</b>	64,6	59,5	58,9	58,5	57,7	57,3	53,1	51,3	43,8	43
<b>f moyen (<i>in situ</i>/ MEB) (%)</b>	65	63	62	59	59	58	54	52	45	44
<b>Na (<math>\gamma'</math>) (<math>\mu\text{m}^{-2}</math>)</b>	0,056	0,073	0,037	0,037	-0,094	-0,062	0,292	X	0,257	0,144
<b>T (°C)</b>	931	955	972	996	1000	1011	1049	1066	1119	1125

**Tableau A5.2 : Récapitulatif des valeurs utilisées pour déterminer les modules d'Young moyens et des phases  $\gamma$  et  $\gamma'$ .**

Code éprouvette	4N2	4R1	3F1	OP1	5A1	5A2	4L2	5C1	1C2	4R2
<b>T (°C)</b>	931	955	972	996	1000	1011	1049	1066	1119	1125
<b>f moyen (<i>in situ</i>/ MEB)</b>	0,65	0,63	0,62	0,59	0,59	0,58	0,54	0,52	0,45	0,44
<b><math>\chi</math> brut</b>	0,75	0,65	0,6	0,7	0,7	0,68	0,6	0,66	0,6	0,5
<b><math>\chi</math> linéaire</b>	0,71	0,70	0,68	0,66	0,66	0,65	0,62	0,61	0,57	0,56
<b>Pente <math>-v/E_{moy}</math> (<math>10^{-3} \text{ GPa}^{-1}</math>)</b>	-4,87	-5,26	-5,65	-5,73	-5,60	-5,75	-6,44	-6,66	-7,13	-6,87
<b>E<sub>moy</sub> (GPa)</b>	86	80	74	73	75	73	65	63	59	61
<b>E (GPa)</b>	70	66	62	60	62	61	54	51	46	48
<b>E' (GPa)</b>	95	88	82	82	84	82	75	74	74	78

Tableau A5.3 : Ensemble des paramètres caractéristiques obtenus pour chaque essai.

Code éprouvette	4N2	4R1	3F1	OP1	5A1	5A2	4L2	5C1	1C2	4R2
<b>Température moyenne déduite (°C)</b>	930	955	972	996	1000	1011	1049	1066	1119	1125
<b>Longueur moyenne des radeaux (nm)</b>	4791	3781	4911	3743	5192	4242	2214	2963	2971	2868
<b>Largeur moyenne des radeaux (nm)</b>	790	793	866	623	710	621	495	658	625	877
<b>Largeur moyenne des couloirs (nm)</b>	201	300	213	250	183	225	254	323	355	585
<b>Pseudo-période (nm)</b>	992	1093	1079	872	893	846	749	981	979	1462
<b>- <math>\delta</math> (%)</b>	0,215	0,232	0,241	0,256	0,258	0,262	0,278	0,283	0,295	0,296
<b>- <math>\delta_{\perp final}</math> (%)</b>	0,32	0,39	0,36	0,345	0,44	0,34	0,39	0,41	0,40	0,38
<b><math>\rho</math> interface finale déduite de <math>\delta_{\perp final}</math> (<math>10^7</math> dislo/m)</b>	1,26	1,54	1,42	1,36	1,73	1,34	1,54	1,61	1,57	1,50
<b><math>\rho</math> hors striction (<math>10^{12}</math> dislo/m<sup>2</sup>)</b>	0,65	1,63	2,3	1,2	2,5	1,2	2,4	X	4	X
<b><math>\rho</math> dans la striction (<math>10^{12}</math> dislo/m<sup>2</sup>)</b>	Pas de Striction	PdS	PdS	PdS	10,1	PdS	PdS	6,5	PdS	7
<b>Pentes de W'en fonction de W</b>	1,13	1,06	1,10	1,20	1,46	1,30	1,83	1,84	2,21	2,71
<b>Wfinal</b>	1,04	1,046	0,99	0,87	1,10	0,76	0,83	0,95	0,72	0,65
<b>W'final</b>	1,00	1,063	0,93	0,81	1,26	0,75	0,91	1,17	0,89	0,78