



HAL
open science

Comportement mécanique d'alliages pour couches de liaison de barrière thermique par microindentation instrumentée à haute température

Arnaud Villemiane

► **To cite this version:**

Arnaud Villemiane. Comportement mécanique d'alliages pour couches de liaison de barrière thermique par microindentation instrumentée à haute température. Autre. Institut National Polytechnique de Lorraine, 2008. Français. NNT : 2008INPL112N . tel-01753027

HAL Id: tel-01753027

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01753027v1>

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

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

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

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

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

THESE de DOCTORAT de
l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE (Nancy)

Spécialité

Energie, Mécanique et Matériaux

présentée par

M. Arnaud VILLEMIANE

Pour l'obtention du grade de

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

*Analyse du comportement mécanique
d'alliages pour couches de liaison de barrière thermique
par microindentation instrumentée à haute température*

Soutenue à Châtillon le 15 décembre 2008 devant le jury composé de :

| | | |
|---------------------|---------------------------------------------------------|------------------------|
| J. Steinmetz | Ecole Européenne d'Ingénieurs en Génie des Matériaux | Président |
| J.-L. Loubet | Ecole Centrale de Lyon | Rapporteur |
| J.-Y. Guédou | SNECMA | Rapporteur |
| J.-P. Bauer | Institut National Polytechnique de Lorraine | Examineur |
| R. Kouitat | Ecole des Mines de Nancy | Directeur scientifique |
| B. Passilly | ONERA | Encadrant |
| R. Mévrel | ONERA | Encadrant |
| P. Chéreau | DGA | Invité |

THESE PREPAREE AU SEIN DU DEPARTEMENT MATERIAUX ET STRUCTURES
METALLIQUES (DMSM) DE L'ONERA

*« La science consiste à oublier ce qu'on croit savoir,
et la sagesse à ne pas s'en soucier. »*

Charles Nodier

Remerciements

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés dans le Département Matériaux et Structures Métalliques (DMSM) de l'ONERA. Cette thèse a été financée par une bourse de la Délégation Générale pour l'Armement (DGA). Ces quelques premières lignes sont pour tous ceux et celles qui ont participé de près comme de loin à l'aboutissement de ce travail. Je ne peux que les remercier de leur aide, de leur gentillesse, de leur patience parfois... mais le résultat arrive enfin à terme...

Je tiens à remercier tout d'abord M. Shigehisa Naka, Directeur du DMSM, pour m'avoir accueilli dans ses laboratoires pour effectuer mes travaux de thèse.

Je remercie vivement M. Richard Kouitat du Laboratoire de Science et Génie des Surfaces de l'Ecole des Mines de Nancy pour avoir assuré la direction scientifique de ma thèse.

Je remercie très sincèrement MM. Jean-Luc Loubet de l'Ecole Centrale de Lyon et Jean-Yves Guédou de Snecma pour m'avoir fait l'honneur d'être rapporteurs de ma thèse. Je remercie également MM. Jean-Philippe Bauer et Jean Steinmetz de l'Ecole Européenne d'Ingénieur en Génie des Matériaux ainsi que M. Pascal Chéreau de la DGA pour avoir participé à mon jury de soutenance de thèse le 15 décembre 2008.

Je voudrais exprimer ma sincère gratitude et toute ma reconnaissance à MM. Rémy Mévrel, Bruno Passilly et Me. Pascale Kanouté pour leur encadrement au quotidien, leur aide dans les moments les plus difficiles, leur disponibilité, leurs remarques pertinentes pour la rédaction de ce mémoire et leur patience et leur pédagogie tout au long de ces trois années de thèse.

Merci également à Thierry Ochin, Sophie Garabédian, Yveline Miart, Martine Snedder, Géraldine Georges pour leur efficacité dans les tâches administratives de l'ONERA, du LSGS et de l'Ecole Doctorale EMMA.

Je tiens maintenant à remercier toutes les personnes qui m'ont aidé au cours de trois années (en espérant n'oublier personne, sinon je m'en excuse par avance). Un grand merci à Jean-Luc Lunel, Stéphane Landais et Christophe Rouaud qui m'ont fourni les pains de matériaux et réalisé la majeure partie des traitements thermiques de diffusion, Claire Sanchez pour ses travaux de diffraction X, Jean-Marc Dorvaux (pour son aide précieuse pour résoudre urgemment les « bugs » informatiques et, au-delà, pour son aide pour les calculs thermiques). Merci à Jacky Mallarmé pour sa rapidité d'exécution des pièces et sa gentillesse. Je n'oublierais pas de remercier Denis Boivin (merci pour les chocolats), Yves Renollet (le petit déjeuner devra encore attendre un peu, malheureusement !) pour leur aide et leur disponibilité dans le traitement des images AFM et la réalisation des acquisitions et des analyses EBSD. Merci à Anne Denquin et Agnès Bachelier-Locq pour leur partage concernant la compréhension des transformations de phases de l'alliage. Merci à Serge Naveos, Pierre Caron, Didier Locq, Stéphane Drawin, Jean-Louis Raviart, Michel Armand, Alain Rafray, Didier Mézières, Régis Bouchet pour leur disponibilité. Un merci particulier à Pierre Josso, Jérôme Lozat, Sébastien Mercier, Marie-Hélène Ritti pour avoir remis en fonctionnement des fours de traitements thermiques pour les besoins de mes travaux. Je remercie également l'équipe des filles de l'ONERA, Catherine Rio (pour m'avoir toujours aidé dès que j'avais besoin d'aide), Martine Poulain et Odile Lavigne (pour leurs précieux conseils de fin de rédaction et de préparation de la soutenance), Monique Raffestin (pour toute sa gentillesse... en attendant de pouvoir

goûter un jour peut-être les ricouflettes à queue !). Je ne serai pas sans oublier Catherine Ramusat, Ariel Morel, Marie-Hélène Vidal-Sétif, Fabienne Popoff avec qui il fut bien agréable de travailler même ponctuellement. Je remercie par ailleurs Michel Béjet (pour sa disponibilité pour l'impression - toujours en dernière minute - des posters de séminaire et de congrès), Jean-Claude Daux, Yohan Petit et Jean-François Justin pour leur bonne humeur quotidienne. Je tiens également à remercier François-Henri Leroy pour son aide précieuse dans la mise au point des méthodes d'analyse des résultats de microindentation instrumentée, pour m'avoir expliqué moult fois, toujours avec patience et pédagogie, les différentes méthodes employées. Merci aussi à Jean-Louis Chaboche, Franck Gallerneau, Arjen Roos, Jean-François Maire pour leurs conseils et leurs remarques vives mais toujours pertinentes pour l'analyse mécanique du problème d'indentation.

Merci à tous les stagiaires qui ont contribué à l'avancée de ces travaux : Ingrid Picas, Jérôme Quatrefages (devenu collègue maintenant !), Melvin Kollannur, Nicolas Touti et sans oublier Serge Sélezneff (clin d'œil particulier à ces moments de franche camaraderie sans mettre en péril les travaux menés !).

Je remercie tous mes amis (certains furent avant moi doctorants et comprendront combien il est difficile de venir à bout d'un tel travail...), les thésards et les stagiaires qui ont permis de rendre ce labeur plus facile à surmonter au quotidien : Alexandra B. et Antoine V., Guillaume et Sophie D., Karine C., Marie-Anne P., Pierre-Yvan T. et Céline M., Aurélie S., Christophe R. et Diana, Sébastien M., Jérôme L., Eric C., Céline R. et Alban C., Virgine et Sébastien V. (sans oublier Sacha),... Gaël L., Mathieu D. et Pamela (en attendant avec impatience notre visite au Pérou), Marc P. et Aurélie et d'autres, plus loin des yeux mais toujours présents (Adrien M. et Micol, Adrien T., Benoît T., Benoît B. et Véronique F.). Un merci particulier à Ludo et Manon pour ces petits moments de détente au bord de l'eau qui permettent de faire le tri dans ses idées...

Une pensée toute particulière à Sarah H. pour avoir partagé pendant un peu plus de deux ans et demi notre bureau et avoir pu tenir ce rythme effréné de cafés... J'en profite pour remercier Sébastien R. d'être venu m'encourager en ce jour si particulier de soutenance - en espérant que le courant passe toujours aussi bien pour partager notre espace de travail et nos missions.

Je veux bien sûr remercier mes parents (Mam'n Dad) qui me soutiennent depuis le début et qui m'ont soutenu quels que soient mes choix. Merci également à Christian et Geneviève qui ont connu cette situation il y a déjà deux ans ! Merci à toute ma famille (Maurice, Martine, Estelle, Arnaud, Gaspard, et depuis peu Félicien, Guillaume, Alexandra, Charles, Christiane, Rémy, Robert, David, Sandra et les lutins, Josy et Claude M. - en souvenir de vos visites passées sur Paris et celles à venir !)

Ces trois dernières lignes sont pour celle sans qui... rien ! Celle qui m'a aidé pour venir à bout de ce travail, celle qui me transporte depuis plus de trois ans et pour qui je déplacerai des montagnes, celle qui a décidé de partager ma vie, Anne-Gaëlle, merci, merci et encore merci ! En attendant d'être plus...

Introduction générale

L'amélioration des performances des turbomachines aéronautiques est une des préoccupations constantes des motoristes. Une solution consiste à augmenter les températures de service des moteurs pour en augmenter le rendement. Cependant, élever la température des gaz de combustion entraîne une augmentation de la température des éléments de la turbine, et plus particulièrement des aubes. Pour que la température des éléments métalliques reste à des niveaux acceptables, des efforts ont été faits pour les refroidir, d'une part avec des circuits d'air interne, d'autre part avec l'application d'une barrière thermique à la surface en contact avec les gaz de combustion. Ce système « barrière thermique » consiste en une couche de céramique réfractaire dont le lien au superalliage de l'aube est assuré par une couche en aluminure de nickel modifiée avec du platine, encore noté (Ni,Pt)Al. Cette couche de liaison, d'une épaisseur de 30 à 50 μm , forme une couche d'alumine par oxydation à haute température, couche nécessaire au maintien de la couche de céramique. Ce système est utilisé aussi bien dans des moteurs militaires que des moteurs civils, mais en deçà de ses capacités en raison en particulier de l'insuffisance des modèles de prévision de durée de vie basée sur des approches physiques. Une des limites tient à la difficulté de décrire le champ de contrainte au sein de la couche liaison, difficulté liée à la méconnaissance des caractéristiques mécaniques de cette couche, dont la composition et la microstructure évoluent en service.

Des approches numériques ont été développées pour rendre compte d'une part de l'oxydation des couches de liaison et de l'évolution de la couche d'oxyde ; elles permettent d'autre part de rendre compte de l'évolution de la rugosité de l'interface métal/oxyde à l'origine d'un mode fréquent de dégradation. Cependant ces modèles numériques se heurtent au manque de données relatives à l'évolution du comportement mécanique de la couche de liaison en fonction de l'histoire thermique du système. Deux groupes, récemment ont proposé de déterminer les propriétés mécaniques de couches de liaison à partir d'essais micromécaniques ou d'éprouvettes composites. Ces approches sont d'une généralisation délicates et pas toujours représentatives. Par ailleurs, déterminer les lois de comportement de matériaux massifs ayant des compositions et microstructures similaires peut vite devenir une tâche titanesque, étant donné le domaine de compositions à balayer.

Dans ce contexte, nous avons exploré la possibilité d'utiliser la microindentation instrumentée à haute température - un moyen développé à l'ONERA par Bruno Passilly - pour déterminer les lois de comportement de matériaux représentatifs de couches de liaison. Cette technique permet d'une de sonder localement le matériau, à l'échelle de quelques dizaines de micromètres ou moins et par conséquent, offre la possibilité de tester relativement aisément un grand nombre de compositions sur des couples de diffusion, par exemple. En contrepartie, la technique est encore au stade de prototype et des difficultés expérimentales ont été rencontrées. La première partie de ce mémoire

reprend en détails les différents points de contexte en les illustrant et en les référant aux travaux déjà parus dans la littérature.

Nous passerons ensuite dans une deuxième partie à la présentation des moyens d'essai utilisés pour ces travaux en complétant cet exposé de la démarche qui nous a permis de fiabiliser les moyens d'essai micromécaniques. Cette fiabilisation a pour but d'assurer la validité et une bonne reproductibilité des résultats d'essais aussi bien à température ambiante qu'à haute température. Ces opérations se sont révélées délicates en particulier à haute température. L'idée générale est de montrer la stabilité en température du moyen d'essai, de quantifier la dérive thermique des capteurs de mesure, de caractériser la dégradation de la pointe d'indentation et l'oxydation des surfaces des échantillons analysés. A chaque étape, les méthodes employées sont exposées et les résultats obtenus sont présentés.

La troisième partie s'attache à la présentation de la mise en place d'une méthodologie robuste permettant de déterminer les propriétés mécaniques élasto-viscoplastique des matériaux testés. Cette méthodologie comprend la réadaptation des méthodes analytiques déjà existantes pour la détermination du module d'élasticité d'indentation et les étend à la caractérisation des paramètres de fluage par la possibilité de réaliser à haute température des essais de « fluage d'indentation ». Ces approches analytiques viennent directement en appui d'une méthode numérique par simulation éléments finis de l'essai d'indentation. Cette partie décrira le formalisme de loi de comportement retenu pour l'analyse inverse du problème d'indentation ainsi que les hypothèses de calcul nous permettant de nous affranchir des questions d'unicité de la solution couramment rencontrée dans ce type de problème.

Nous pourrions alors présenter dans une quatrième partie les résultats des paramètres caractérisant le comportement mécanique des couches de liaison actuelles (Ni,Pt)Al ou futur NiAl(Zr), afin de montrer l'influence de l'évolution microstructurale et métallurgique en vieillissement sur les évolutions des paramètres mécaniques. Cependant, la présence en quantité non négligeable d'éléments d'alliage tels que le Cr, Co, W, Ta, dans la couche de liaison, issus du superalliage lors du vieillissement ne permet pas de dégager distinctement l'influence des éléments d'alliage (Pt ou Zr) sur les transformations de phase de la couche de liaison. L'idée est donc de réaliser et caractériser des matériaux massifs polycristallins afin d'une part de balayer une large gamme de composition par la réalisation de couples de diffusion ; d'autre part de comprendre séparément l'influence des éléments d'alliage, tels que le platine, le zirconium ou le ruthénium et enrichir ainsi la (pauvre) base de données matériau existante. Cette partie permettra aussi de trancher sur la sensibilité du moyen d'essai pour caractériser l'anisotropie élastique des matériaux testés. Toutes les informations du comportement mécanique de ces alliages sont alors réunies afin de construire une loi de comportement qui puisse rendre compte de l'évolution métallurgique et microstructurale d'une couche de liaison en service.

| | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| INTRODUCTION GENERALE | 1 |
| I. REVUE BIBLIOGRAPHIQUE | 13 |
| I.1. Description du système barrière thermique | 13 |
| I.1.1. Un système multicouche complexe | 13 |
| I.1.1.1. <i>La couche céramique réfractaire</i> | 13 |
| I.1.1.2. <i>Une fine couche d'alumine adhérente</i> | 14 |
| I.1.1.3. <i>La couche de liaison</i> | 14 |
| I.1.1.4. <i>Le superalliage base nickel de l'aube</i> | 15 |
| I.1.2. Evolutions de la couche de liaison en service | 17 |
| I.1.2.1. <i>Evolutions métallurgiques</i> | 17 |
| I.1.2.2. <i>Evolutions microstructurales</i> | 17 |
| I.1.2.3. <i>Evolutions morphologiques</i> | 19 |
| I.1.3. Motivations de l'étude | 23 |
| I.2. Les aluminures de nickel et leurs propriétés mécaniques | 24 |
| I.2.1. L'alliage binaire NiAl | 24 |
| I.2.1.1. <i>Les phases stables de l'alliage binaire</i> | 24 |
| I.2.1.2. <i>La phase β-B2</i> | 26 |
| I.2.1.3. <i>Transformations de la phase β-B2</i> | 27 |
| a. la transformation martensitique | 27 |
| a.1. Influence de la composition de l'alliage | 28 |
| a.2. Influence du temps de maintien | 29 |
| a.3. Influence de la contrainte | 29 |
| b. Transformation β - γ' | 30 |
| c. Les autres transformations de phase | 30 |
| d. Conclusion | 32 |
| I.2.1.4. <i>Propriétés mécaniques</i> | 32 |
| a. Propriétés du monocristal | 32 |
| a.1. Propriétés élastiques du monocristal NiAl | 32 |
| a.2. Propriétés plastiques du monocristal NiAl | 35 |
| b. Propriétés du polycristal NiAl | 35 |
| b.1. Propriétés élastiques | 35 |
| b.2. Propriétés plastiques du polycristal NiAl | 37 |
| b.3. Comportement en fluage | 38 |
| I.2.2. Influence d'addition d'éléments d'alliage | 41 |
| I.2.2.1. <i>Addition de platine</i> | 41 |
| I.2.2.2. <i>Addition de ruthénium</i> | 41 |
| I.2.2.3. <i>Dopage en zirconium</i> | 42 |
| I.2.2.4. <i>Influence sur les propriétés mécaniques de l'alliage binaire NiAl</i> | 43 |
| a. Effet du platine | 44 |
| b. Effet du zirconium | 45 |
| I.2.2.5. <i>Influence sur la transformation martensitique</i> | 46 |
| I.2.3. Conclusion | 47 |
| I.3. Présentation des lois de comportement de la couche de liaison utilisées dans les calculs de champs de contraintes | 47 |
| I.3.1. Description du comportement mécanique de la couche de liaison | 47 |
| I.3.2. L'approche analytique | 50 |
| I.3.3. L'approche numérique | 52 |
| I.3.4. Conclusion | 54 |
| I.4. Propriétés des couches de liaison de barrières thermiques : méthodes utilisées | 54 |

| | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| I.4.1. Des moyens d'essais spécifiques aux dimensions du système | 55 |
| I.4.2. Propriétés mécaniques des couches de liaison déterminées par ces méthodes | 57 |
| I.4.3. Conclusion | 59 |
| I.5. La microindentation : un moyen d'essai adapté aux matériaux de l'étude | 60 |
| I.5.1. Intérêt de la microindentation instrumentée | 60 |
| I.5.2. Modèle d'analyse des résultats de microindentation instrumentée | 62 |
| I.5.2.1. <i>La dureté</i> | 62 |
| I.5.2.2. <i>Le module d'élasticité par indentation</i> | 62 |
| I.5.2.3. <i>Caractérisation du comportement plastique par indentation</i> | 64 |
| I.5.2.4. <i>L'indentation instrumentée à haute température</i> | 66 |
| a. Caractérisation des propriétés élastiques | 66 |
| b. Caractérisation des propriétés plastiques | 67 |
| c. Le fluage d'indentation | 67 |
| | |
| II. DESCRIPTION ET FIABILISATION DU MOYEN D'ESSAI MICROMECHANIQUE | 72 |
| | |
| II.1. Moyen d'essai de microindentation instrumentée à température ambiante | 72 |
| II.1.1. <i>Description du moyen d'essai à température ambiante</i> | 72 |
| II.1.1.1. <i>Aperçu général</i> | 72 |
| II.1.1.2. <i>Positionnement et déplacement de l'échantillon</i> | 73 |
| II.1.1.3. <i>Observation de l'échantillon</i> | 73 |
| II.1.1.4. <i>Acquisition des mesures et pilotage</i> | 73 |
| a. Mesure de l'effort | 73 |
| b. Mesure du déplacement | 74 |
| c. Acquisition des mesures | 75 |
| d. Détermination du début du test de microindentation instrumentée (h_0) | 76 |
| II.1.2. <i>L'indenteur Vickers à géométrie parfaite existe-t'il?</i> | 78 |
| II.1.3. <i>Correction d'un défaut de cinématique de l'indenteur à température ambiante.</i> | 82 |
| II.1.3.1. <i>Mise en évidence expérimentale du défaut de cinématique</i> | 82 |
| II.1.3.2. <i>Prise en compte du défaut de cinématique dans l'analyse des courbes réponse force-pénétration</i> | 86 |
| II.1.3.3. <i>Application de la méthode de correction à un échantillon étalon de silice vitreuse</i> | 92 |
| II.1.4. Détermination de la souplesse du dispositif de microindentation instrumentée à température ambiante | 93 |
| II.1.4.1. <i>Présentation de la méthode</i> | 93 |
| II.1.4.2. <i>Application</i> | 94 |
| II.1.5. L'effet de taille en indentation ? | 95 |
| | |
| II.2. Dispositif de microindentation instrumentée à haute température | 100 |
| II.2.1. État de l'art de la microindentation instrumentée à haute température | 100 |
| II.2.2. Description de la technique originale de microindentation instrumentée à haute température développée à l'Onera | 102 |
| II.2.2.1. <i>Une conception revue et corrigée!</i> | 102 |
| a. Eléments constitutifs du dispositif | 102 |
| b. Pilotage du dispositif | 103 |
| II.2.2.2. <i>Le système de chauffage</i> | 105 |
| a. Four de chauffage, mesure et régulation de la température | 105 |
| b. Problèmes liés à la température | 106 |
| II.2.2.3. <i>Stabilité en température du dispositif de microindentation instrumentée en température</i> | 108 |
| a. Stabilité de la régulation en température | 108 |
| b. Intérêt d'un double système chauffant | 110 |
| c. Stabilité en température de l'échantillon pendant le test micromécanique | 112 |
| d. Dissipation thermique lors de l'essai d'indentation | 114 |
| e. Stabilité de la mesure du déplacement à haute température | 116 |
| f. Stabilité de la mesure de la force à haute température | 117 |

| | |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| II.2.2.4. <i>Souplesse du dispositif de microindentation instrumentée à haute température</i> | 118 |
| II.2.2.5. <i>Réduction de l'oxydation des surfaces des échantillons</i> | 119 |
| a. <i>Mise en évidence expérimentale de l'oxydation des surfaces</i> | 119 |
| b. <i>Estimation de l'épaisseur d'oxyde formé à la surface des échantillons</i> | 122 |
| c. <i>Modifications du dispositif expérimental</i> | 124 |
| d. <i>Efficacité des modifications ?</i> | 125 |
| II.2.2.6. <i>Dégradation de l'indenteur en diamant</i> | 126 |
| II.3. Présentation des protocoles expérimentaux | 129 |
| II.3.1. Les matériaux de l'étude | 130 |
| II.3.1.1. <i>Couche de liaison de barrière thermique</i> | 130 |
| a. <i>Elaboration des couches de liaison β-(Ni,Pt)Al et β-NiAl(Zr)</i> | 130 |
| b. <i>Caractérisation des couches de liaison brute d'élaboration</i> | 130 |
| II.3.1.2. <i>Matériaux massifs et couples de diffusion</i> | 135 |
| a. <i>Les alliages massifs monocristallins</i> | 135 |
| b. <i>Les alliages massifs polycristallins</i> | 136 |
| b.1. <i>Le ternaire Ni-Al-Pt</i> | 136 |
| b.2. <i>Le ternaire Ni-Al-Ru</i> | 137 |
| b.3. <i>Le ternaire Ni-Al-Zr</i> | 139 |
| c. <i>Les couples de diffusion d'alliages massifs</i> | 140 |
| c.1. <i>Les couples de diffusion du ternaire Ni-Al-Pt</i> | 140 |
| c.2. <i>Les couples de diffusion du ternaire Ni-Al-Ru</i> | 141 |
| c.3. <i>Le couple de diffusion du ternaire Ni-Al-Zr</i> | 142 |
| II.3.2. La démarche expérimentale | 143 |
| II.3.2.1. <i>Conditions expérimentales de réalisation des essais d'indentation</i> | 143 |
| II.3.2.2. <i>Observations des empreintes d'indentation</i> | 143 |
| II.3.2.3. <i>Analyse des échantillons</i> | 144 |
| | |
| III. MISE EN PLACE D'UNE METHODE D'ANALYSE INVERSE SYSTEMATIQUE DES RESULTATS DE MICROINDENTATION INSTRUMENTEE | 146 |
| | |
| III. 1. Validité des résultats de microindentation instrumentée | 146 |
| III.1.1. <i>Reproductibilité des résultats</i> | 146 |
| III.1.1.1. <i>Reproductibilité des résultats à température ambiante</i> | 146 |
| III.1.1.2. <i>Influence de la température et de la vitesse de chargement sur la reproductibilité du résultat de microindentation instrumentée à haute température</i> | 147 |
| a. <i>Reproductibilité des réponses mécaniques lors du chargement</i> | 148 |
| b. <i>Reproductibilité de la réponse en fluage</i> | 149 |
| III.1.2. <i>Corrélation des observations visuelles et résultats instrumentaux (courbe réponse force - pénétration)</i> | 150 |
| III.1.2.1. <i>Corrélation à température ambiante</i> | 150 |
| III.1.2.2. <i>Corrélation à haute température</i> | 151 |
| III. 1. 3. <i>Validation du gradient de composition sous l'indenteur à température ambiante</i> | 152 |
| III.1.3.1. <i>Détermination des compositions chimiques testées</i> | 152 |
| | |
| III. 2. Adaptation des méthodes analytiques | 155 |
| III.2.1. <i>Le module d'élasticité d'indentation</i> | 155 |
| III.2.1.1. <i>Estimation de la projection de l'aire de contact</i> | 155 |
| III.2.1.2. <i>Estimation de la raideur apparente à la décharge K_d</i> | 156 |
| III.2.2. <i>Fluage d'indentation</i> | 157 |
| III.2.2.1. <i>Limites des méthodes couramment employées.</i> | 157 |
| III.2.2.2. <i>Une nouvelle approche d'analyse des courbes de fluage d'indentation</i> | 158 |
| III.2.3. <i>Incertitude sur les paramètres mécaniques</i> | 161 |
| III.2.3.1. <i>Incertitude sur la microdureté</i> | 161 |
| III.2.3.2. <i>Incertitude sur le module d'élasticité</i> | 161 |
| III.2.3.3. <i>Incertitude sur les paramètres de fluage n et Q</i> | 162 |

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| III.3. Mise en place d'une méthode d'analyse numérique par éléments finis | 163 |
| III.3.1. Choix d'une méthode de calcul numérique | 164 |
| III.3.1.1. <i>Méthode de simulation numérique par optimisation itérative</i> | 164 |
| III.3.1.2. <i>Méthode de simulation numérique par réseau de neurones</i> | 165 |
| III.3.2. Choix d'un formalisme de loi de comportement | 166 |
| III.3.2.1. <i>Modèle de viscoplasticité « unifié »</i> | 166 |
| III.3.2.2. <i>Stratégie numérique à température ambiante</i> | 168 |
| III.3.2.3. <i>Méthodologie à haute température</i> | 172 |
| III.3.3. Construction et validation d'un modèle de calcul par éléments finis de simulation numérique de l'essai d'indentation Vickers | 174 |
| III.3.3.1 <i>Construction du maillage et du modèle numérique par éléments finis</i> | 174 |
| a. <i>Construction du maillage</i> | 174 |
| b. <i>Méthode de résolution</i> | 176 |
| c. <i>La gestion du contact indenteur/matière</i> | 176 |
| III.3.3.2. <i>Validation des maillages</i> | 178 |
| a) <i>... sur critères élastiques</i> | 178 |
| b) <i>... sur critères élasto-plastiques</i> | 181 |
| III.3.3.3. <i>Choix du maillage optimal</i> | 183 |
| III.3.4. Sensibilité de la méthode sur la détermination de la limite d'élasticité | 184 |
| | |
| IV. RESULTATS ET DISCUSSIONS | 188 |
| | |
| IV.1. Etude de l'anisotropie par microindentation instrumentée | 188 |
| IV.1.1. Les alliages monocristallins NiAl et (Ni,Pt)Al | 188 |
| IV.1.1.1. <i>Microdureté</i> | 189 |
| IV.1.1.2. <i>Module d'élasticité d'indentation</i> | 191 |
| IV.1.2. Les alliages massifs polycristallins (Ni,Pt)Al | 193 |
| IV.1.3. Les couches de liaison | 195 |
| IV.1.3.1. <i>Résultats de microindentation instrumentée d'une couche de liaison en fonction de l'orientation cristallographique</i> | 195 |
| IV.1.3.2. <i>Discussion des résultats de microindentation instrumentée d'une couche de liaison en fonction de l'orientation cristallographique</i> | 197 |
| | |
| IV.2. Etude des matériaux massifs polycristallins | 198 |
| IV.2.1. L'alliage binaire NiAl | 198 |
| IV.2.1.1. <i>La microdureté</i> | 198 |
| a. Les résultats de microindentation instrumentée | 198 |
| b. Discussion des résultats de microdureté | 199 |
| IV.2.1.2. <i>Le module d'élasticité</i> | 201 |
| a. <i>Le module d'élasticité à température ambiante</i> | 201 |
| a.1. Les résultats sur le module d'élasticité | 201 |
| a.2. Discussion des résultats du module d'élasticité | 201 |
| b. <i>Le module d'élasticité en fonction de la température</i> | 202 |
| IV.2.1.3. <i>Caractérisation en fluage de l'alliage Ni₅₀Al₅₀ <001></i> | 205 |
| IV.2.1.4. <i>La limite d'élasticité, $\sigma_{0,2\%}$, définie à 0,2% de déformation plastique</i> | 207 |
| a. La limite d'élasticité à température ambiante | 207 |
| b. La limite d'élasticité en fonction de la température pour l'alliage Ni ₅₀ Al ₅₀ | 213 |
| IV.2.2. Influence de l'ajout d'éléments d'alliage | 216 |
| IV.2.2.1. <i>Influence de l'ajout de platine</i> | 216 |
| a. Effet du platine sur les résultats de microdureté | 217 |
| a.1. Les résultats de microdureté | 217 |
| a.2. Discussion des résultats de microdureté pour l'alliage ternaire (Ni,Pt)Al | 218 |
| a.3. Température de Transition Ductile / Fragile des alliages (Ni,Pt)Al | 219 |
| b. Effet du platine sur le module d'élasticité | 222 |
| b.1. ...à température ambiante | 222 |
| b.2. ...en fonction de la température | 223 |
| c. Effet du platine sur les propriétés en fluage de la phase β -B2 (Ni,Pt)Al | 224 |
| d. Effet de l'ajout de platine sur la limite d'élasticité $\sigma_{0,2\%}$ | 227 |
| d.1. ...à température ambiante | 227 |

| | |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| d.2. ...en fonction de la température | 231 |
| e. Effet du platine sur la transformation martensitique des aluminures de nickel | 235 |
| e.1. Microdureté à température ambiante de la phase martensitique | 237 |
| e.2. Module d'élasticité par microindentation instrumentée de la phase martensitique | 238 |
| e.3. Limite d'élasticité de la phase martensitique | 240 |
| f. Propriétés en fluage de la phase martensitique | 242 |
| IV.2.2.2. Influence de l'ajout de zirconium | 245 |
| a. Les résultats de microdureté | 246 |
| b. Les résultats de module d'élasticité | 247 |
| c. Résultats de la limite d'élasticité à température ambiante | 247 |
| IV.2.2.1. Influence de l'ajout de ruthénium | 249 |
| a. Résultats de microdureté | 250 |
| b. Effet du ruthénium sur la transformation martensitique des aluminures de nickel | 252 |
| c. Résultats du module d'élasticité | 253 |
| c.1. Evolution du module d'élasticité à température ambiante | 253 |
| c.2. Evolution du module d'élasticité en fonction de la température | 254 |
| d. Résultats de limite d'élasticité | 254 |
| e. Effet du ruthénium sur les propriétés en fluage | 255 |
| IV.3. Synthèses des résultats obtenus sur alliages massifs | 256 |
| IV.3.1. Comportement mécanique de deux phases distinctes : β -B2 et martensite | 256 |
| IV.3.2. Comportement mécanique en température de la phase martensitique | 257 |
| IV.3.3. Comportement mécanique en température de la phase β -B2 des aluminures de nickel | 258 |
| IV.4. Application aux couches de liaison de barrières thermiques | 260 |
| IV.4.1. Caractérisation du système actuel (Ni,Pt)Al | 260 |
| IV.4.1.1. Couche de liaison (Ni,Pt)Al brute d'élaboration | 260 |
| IV.4.1.2. Couche de liaison (Ni,Pt)Al vieillie | 261 |
| IV.4.1.3. Discussion des résultats obtenus sur couche de liaison (Ni,Pt)Al de barrière thermique | 263 |
| Conclusion générale et perspectives | 265 |
| COMMUNICATIONS, SEMINAIRES, PUBLICATIONS | 269 |
| ANNEXES | 273 |
| Annexe 1 : Elaboration des matériaux et préparation des échantillons de l'étude | 273 |
| Annexe 2 : Elaboration des couples de diffusion | 276 |
| Annexe 3 : Observations au Microscope Electronique à Balayage (MEB) | 278 |
| Annexe 4 : Diffraction de Rayons X (DRX) | 281 |
| Annexe 5 : La microscopie à force atomique | 284 |
| Annexe 6 : Relations de mécanique générale | 286 |
| Annexe 7 : Algorithme de Levenberg-Marquardt / Fonction objectif | 289 |
| Annexe 8 : Estimation des modules d'élasticité d'indentation de monocristaux à symétrie cubique | 291 |
| REFERENCES | 295 |

Notations et symboles

| Symboles | unités | description |
|--------------------|---------------------------------|-----------------------------------------------------------|
| a_0 | nm | Paramètre de maille |
| a^* | nm | Paramètre de maille apparent |
| a | m | Diamètre de l'empreinte rémanente |
| A_c | m ² | Aire de contact projetée |
| A_f | - | Facteur d'anisotropie |
| α | m/°C | Coefficient de dilatation thermique |
| BT | - | Système Barrière Thermique |
| c | nm | Paramètre de maille |
| c^* | - | Facteur géométrique |
| C_s | m/N | Souplesse de contact |
| C_m | m/N | Souplesse du dispositif |
| C_i | Pa | Contrainte d'écroutissage |
| C_{ij} | Pa | Constantes d'élasticité du monocristal |
| CL | - | Couche de Liaison |
| d | nm | Distance interréticulaire |
| D | m | Diagonale de l'empreinte résiduelle d'indentation |
| D | - | Vitesse d'écroutissage |
| \tilde{D} | Coefficient d'interdiffusion | |
| m ² /s | | |
| E | Pa | Module de Young |
| E^* | Pa | Module réduit d'indentation |
| E_{ind} | Pa | Module d'Young de l'indenteur |
| EBPVD | - | Electron Beam Physical Vapor Deposition |
| ϵ | - | Déformation |
| $\dot{\epsilon}$ | s ⁻¹ | Vitesse de déformation |
| $\dot{\epsilon}_p$ | s ⁻¹ | Vitesse de déformation plastique |
| $\dot{\epsilon}_0$ | s ⁻¹ | Facteur préexponentiel thermiquement activé |
| F | N | Force d'indentation |
| F_{coude} | N | Force du début du coude de la courbe de déchargement |
| F_{max} | N | Force maximale d'indentation |
| GDMS | | Glow discharge mass spectrometry |
| G | Pa | Module de cisaillement |
| h | m | Epaisseur |
| \hat{h} | m | Profondeur d'indentation |
| h_{coude} | m | Profondeur du début du coude de la courbe de déchargement |
| h_{max} | m | Profondeur d'indentation maximale à $F=F_{max}$ |
| h_f | m | Profondeur d'indentation finale à $F=0$ |
| h_c | m | Profondeur d'indentation de contact |
| h_r | m | Profondeur d'indentation tangente |
| H | Pa | Dureté |
| $\{hkl\}$ | - | Indice de Miller des plans cristallographiques |
| k_p | m.s ^{-1/2} | Constante parabolique de croissance de l'oxyde |
| K_d | N/m | Raideur de contact |
| λ | m | Longueur d'onde des rayons X |

| | | |
|----------------------|-------------------|--------------------------------------------------------------------------------------|
| m | - | Coefficient d'écroûissage |
| M | Pa | Module d'élasticité d'indentation |
| M_s | K | Température de début de transformation martensitique ($\beta \rightarrow M$) |
| MEB | - | Microscope Electronique à Balayage |
| MET | - | Microscope Electronique en Transmission |
| n | - | Exposant de contrainte |
| n | - | Ordre de réflexion (nombre entier) |
| ν | - | Coefficient de Poisson |
| ν_{ind} | - | Coefficient de Poisson de l'indenteur |
| Q | J/mol | Energie d'activation |
| θ | ° | Angle de diffraction |
| θ | ° | Demi-angle au sommet de l'indenteur |
| r | nm | Rayon atomique |
| R_0 | Pa | Contrainte à 0 % de déformation plastique |
| \mathcal{R} | J/mol/K | Constante des gaz ($\mathcal{R} = 8,314 \text{ J/mol/K}$) |
| \mathcal{R}_a | m | Paramètre de rugosité arithmétique |
| ρ | Kg/m ³ | Masse volumique |
| S | m ² | Surface de contact |
| SCR | - | Somme des Carrés des Résidus |
| σ | Pa | Contrainte |
| σ_c | Pa | Contrainte de compression |
| σ_N | Pa | Contrainte de traction |
| $\sigma_{thermique}$ | Pa | Contrainte thermique |
| σ_v | Pa | Contrainte visqueuse |
| σ_y | Pa | Limite d'élasticité |
| $\sigma_{0,2\%}$ | Pa | Contrainte à 0,2% de déformation plastique |
| t | s | Temps |
| T | °C | Température |
| T_f | °C | Température de fusion |
| TCP | - | Topologically Closed Packed phases topologiquement compactes |
| TTDF | °C | Température de Transition Ductile / Fragile |
| τ | s | Temps d'incubation de la phase martensitique |
| \mathcal{W}_c | J | Energie stockée pendant le test d'indentation, lors du chargement |
| \mathcal{W}_d | J | Energie restituée à la décharge |
| ω | - | Facteur géométrique |
| ω | °/s | Vitesse angulaire de balayage du diffractomètre |
| YPSZ | - | Yttria Partially Stabilized Zirconia Zircone Partiellement Stabilisée à l'Yttrine |
| z | m | Epaisseur |
| ZE | - | Zone Externe de la couche de liaison |
| ZI | - | Zone d'Interdiffusion |
| - | ppmm | parties par million massique |
| - | %at. | Pourcent atomique |

I. Revue bibliographique

« Attendre d'un homme qu'il retienne tout ce qu'il a lu, c'est comme attendre de son corps qu'il retienne tout ce qu'il a déjà mangé. »

Arthur Schopenhauer

Cette première partie pose le problème dans son contexte pour comprendre notamment le rôle de la couche de liaison au sein du système barrière thermique et aussi pourquoi la caractérisation mécanique de cette couche est si importante. Cette partie se découpe en cinq chapitres dont le premier est consacré à la description du système barrière thermique et de son évolution métallurgique et microstructurale en conditions de service. Il met en évidence le rôle crucial de la couche de liaison pour conserver l'intégrité du système au cours de sa vie. L'évolution morphologique, microstructurale et métallurgique de la couche de liaison est une difficulté majeure pour mettre au point des modèles numériques de prévision de durée de vie du système barrière thermique. Les différentes lois de comportement de la couche de liaison utilisées dans ces modèles numériques sont présentées dans un second chapitre. Un troisième chapitre présente les approches déjà employées pour déterminer les propriétés des couches de liaison de barrière thermique et en montrer les limites. Le quatrième chapitre tente une synthèse des propriétés mécaniques des aluminures constitutifs des couches de liaison. Enfin, le dernier chapitre expose comment la microindentation instrumentée à haute température peut être un moyen d'essai adéquat pour répondre au problème posé qui est de déterminer des lois de comportement de matériaux pour barrières thermiques.

I. Revue bibliographique

I.1. Description du système barrière thermique

I.1.1. Un système multicouche complexe

L'amélioration des performances des turbines aéronautiques passe par l'augmentation de la température des gaz de combustion, pour en améliorer le rendement, et par conséquent de celle des éléments de la turbine. L'amélioration de la durée de vie est un autre enjeu très important. Ces éléments (aubes fixes et mobiles) fonctionnent dans un environnement très agressif (corrosion par des sulfates vers 850°C, oxydation au-delà de 1000°C, contraintes thermomécaniques élevées). L'utilisation d'un revêtement protecteur permet d'isoler thermiquement le superalliage des aubes, et de maintenir sa température au-dessous de 1050-1100°C environ. Ces systèmes protecteurs, appelés « Barrière Thermique » (BT) sont des systèmes multicouches complexes comme le montre la *Figure 1*.

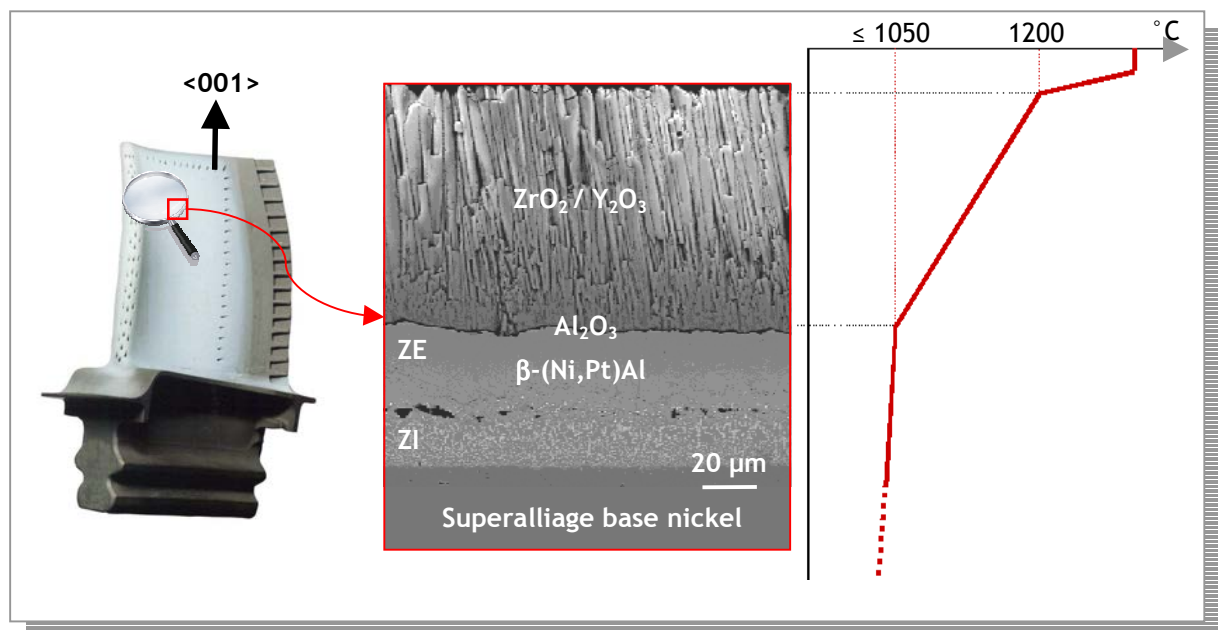


Figure 1 : Coupe d'un système Barrière Thermique sur aube mobile de turbine et profil de température typique.

I.1.1.1. La couche céramique réfractaire

La couche céramique réfractaire, notée YPSZ (Yttria Partially Stabilised Zirconia), est constituée de zircone yttrée partiellement stabilisée ($\text{ZrO}_2 + 6\text{-}8\%_{\text{mas.}} \text{Y}_2\text{O}_3$). D'une épaisseur moyenne de 150 μm , cette couche céramique poreuse a été choisie pour sa très faible conductivité thermique ($\sim 1,5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) et son coefficient de dilatation élevé ($\sim 10^{-5} \text{ K}^{-1}$). Elle est déposée soit par projection plasma (cas des aubes fixes déviatrices), soit par EBPVD (*Electron Beam Physical Vapor Deposition*) dans le

cas des aubes mobiles à une température de l'ordre de 1000°C, après un préchauffage oxydant du système à 900°C. La morphologie colonnaire et poreuse de la céramique obtenue par EBPVD réduit significativement les flux thermiques, la conductivité thermique du gaz contenu dans les pores ($<0,03 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) étant bien plus faible que celle de la céramique. Cette couche permet une différence de température de l'ordre de 100 entre la face externe et le métal. L'évolution morphologique de cette couche à haute température par frittage constitue une limite d'utilisation de ce système. La recherche de nouveaux matériaux céramiques pouvant fonctionner à plus haute température en diminuant les phénomènes de diffusion de surface responsables de ces évolutions a été le sujet d'un travail de thèse récent visant à remplacer la barrière actuelle par une céramique pérovskite [1].

1.1.1.2. Une fine couche d'alumine adhérente

Une fine couche d'alumine (Al_2O_3) se forme à haute température (1100°C) par oxydation de la couche de liaison, décrite au paragraphe suivant. En effet, la couche céramique YPSZ est transparente à l'oxygène. Il en résulte donc une oxydation continue de la couche de liaison pour former cette couche d'alumine. Cette dernière, d'une épaisseur entre 0,3 et 7 μm , joue un rôle crucial car elle assure l'intégrité et la durabilité de la couche céramique.

1.1.1.3. La couche de liaison

La couche de liaison (CL), d'une épaisseur de 50 à 100 μm , est constituée soit d'un alliage MCrAlY (avec $M = \text{Ni}$ et/ou Co), soit d'un aluminure de nickel modifié ou non par un élément d'alliage. C'est en particulier sur ce second type de couche de liaison que l'étude a porté. Le procédé de dépôt de la couche de liaison dépend de l'élément d'alliage ; celui-ci peut être le platine (système en production) ou le zirconium (système en développement). L'effet majeur de l'élément ternaire est de favoriser l'adhésion de la couche d'alumine sur la couche de liaison.

Industriellement, dans le cas de couche de liaison en aluminure de nickel modifié par le platine, un procédé utilisé consiste à effectuer un prédépôt électrolytique de platine, d'une épaisseur de 5-6 μm , après sablage de la surface de dépôt en milieu humide. Un traitement de diffusion de 1 h à 1100°C sous vide est ensuite réalisé. Puis vient le traitement d'aluminisation qui consiste à apporter l'aluminium par voie thermochimique, sous forme d'halogénure produit par la réaction entre un activateur halogéné et un ciment donneur à base d'aluminium et de chrome dans un four porté à 1100°C pendant 4 h sous argon. Un dernier traitement thermique de diffusion de 1 h à 1100°C est réalisé pour assurer une bonne homogénéité de la composition de la couche de liaison.

Le revêtement obtenu est constitué de la phase $\beta\text{-B2}$ (Ni,Pt)Al avec une composition typique $(\text{Ni}_{47}\text{Pt}_8)\text{Al}_{45}$ (%at) (**Figure 2**).

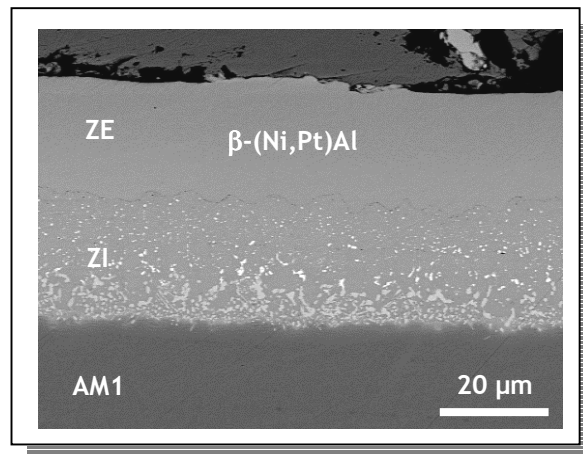


Figure 2 : Zoom sur la couche de liaison ; mise en évidence des couches externe (ZE) et d'interdiffusion (ZI).

Il est intéressant de noter que cette couche de liaison brute d'élaboration se compose d'une zone externe (ZE) de β -B2 (Ni,Pt)Al et d'une zone interne, aussi appelée zone d'interdiffusion (ZI), qui résulte du départ du nickel vers la zone externe et qui est riche en éléments du superalliage et en précipités constitués des éléments réfractaires non solubles dans NiAl (phases TCP).

La couche de liaison permet d'accommoder au mieux les contraintes thermomécaniques générées au sein même du système. Les origines de ces contraintes seront évoquées ultérieurement.

1.1.1.4. Le superalliage base nickel de l'aube

Le superalliage à base de nickel, sur lequel est déposé le système barrière thermique, est actuellement, pour les moteurs SNECMA, de type AM1 (superalliage monocristallin). Sa composition nominale, donnée dans le *Tableau 1* et sa microstructure γ - γ' , illustrée à la *Figure 3*, ont été optimisées pour obtenir de bonnes propriétés mécaniques à haute température (résistance au fluage et résistance en fatigue).

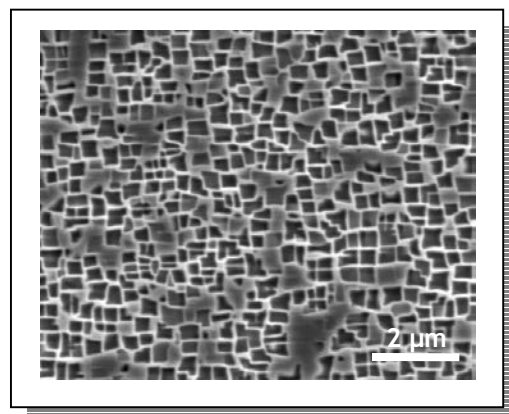


Figure 3 : Mise en évidence de la structure γ - γ' du superalliage à base de nickel AM1.

| AM1 | Ni | Al | Cr | Co | Ta | Ti | Mo |
|------|------|------|-----|-----|-----|-----|-----|
| %at. | 65,5 | 11,6 | 9,0 | 6,7 | 2,6 | 1,4 | 1,3 |

Tableau 1 : Composition nominale du superalliage AM1.

Dans les prochaines années, le superalliage utilisé dans l'élaboration des aubes de turbine pourrait évoluer vers une nouvelle génération d'alliages monocristallins, comme l'alliage MCNG dont la composition est reportée dans le *Tableau 2*.

| MCNG | Ni | Al | Cr | Ru | Re | Ta | Ti | Mo | W | Si | Hf |
|------|------|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|---------|
| %at. | 73,2 | 13,6 | 4,7 | 2,4 | 1,3 | 1,7 | 0,6 | 0,6 | 1,7 | 0,2 | 300 ppm |

Tableau 2 : Composition nominale du superalliage MCNG.

Le MCNG diffère de l'AM1 en particulier par sa teneur significative de ruthénium. Comme l'illustre l'Image X du ruthénium dans la zone d'interdiffusion et la zone externe d'une couche de liaison β -(Ni,Pt)Al sur un superalliage MCNG (*Figure 4*), le ruthénium diffuse de façon significative dans la couche de liaison lors de l'élaboration du système barrière thermique et a fortiori en vieillissement.

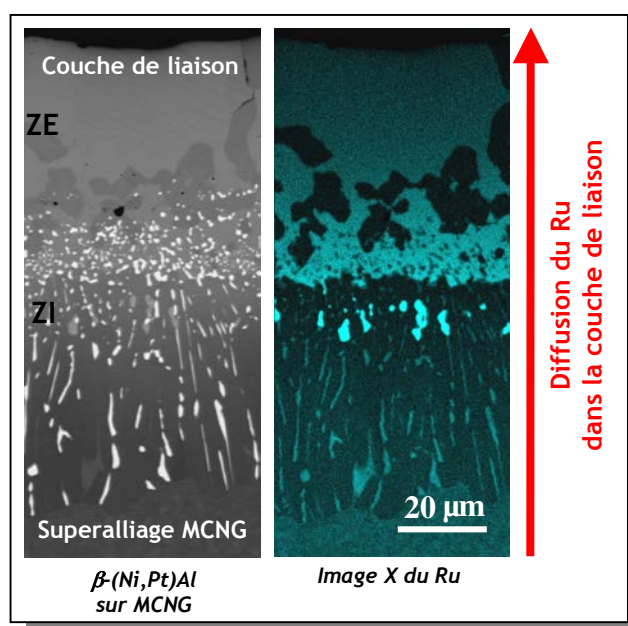


Figure 4 : Mise en évidence de la forte teneur en ruthénium dans le superalliage à base de nickel MCNG et dans la couche de liaison (d'après [2]).

Associé au système barrière thermique, un réseau complexe de canaux internes assure le refroidissement du superalliage de l'aube.

I.1.2. Evolutions de la couche de liaison en service

I.1.2.1. Evolutions métallurgiques

Généralement, la composition d'une couche de liaison brute d'élaboration contient environ entre 45 et 50 %at. d'aluminium et de 8 à 10 %at. de platine. Comme on peut le constater sur les trois clichés pris après différents traitements thermiques (*Figure 5*) sous atmosphère inerte, la couche de liaison voit dans un premier temps sa composition chimique évoluer.

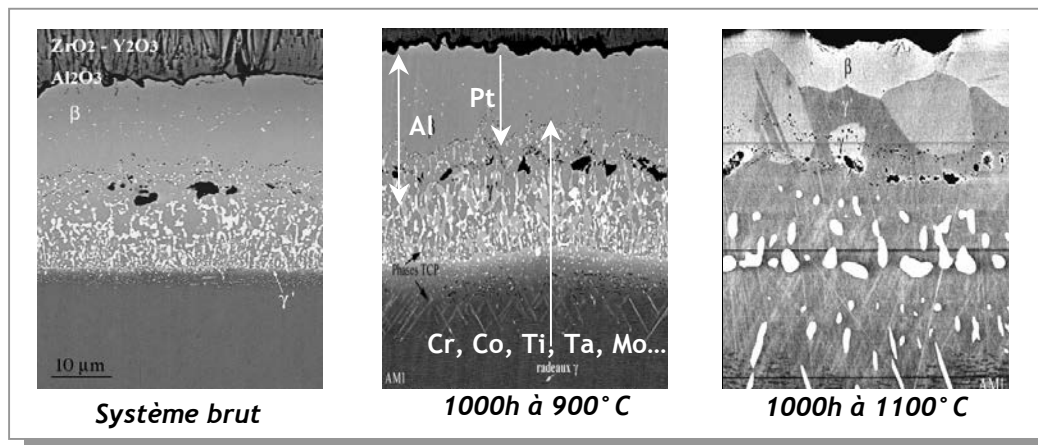


Figure 5 : Evolution métallurgique et microstructurale de la couche de liaison du système barrière thermique (d'après [3]).

Ces évolutions sont essentiellement dues à :

- la diffusion de l'aluminium vers le substrat,
- la diffusion d'éléments du superalliage vers la couche de liaison (chrome, cobalt, tantale, titane),
- la diffusion du platine dont la composition tend à s'homogénéiser dans la couche de liaison ; il existe initialement un gradient de concentration en platine dans la couche de liaison dû au procédé d'élaboration. L'ajout de platine favorise une oxydation sélective de l'aluminium et permet la formation d'oxyde plus pur dont la croissance lente retarde le décollement de ce dernier [4]. En effet, le platine ralentit la diffusion d'éléments réfractaires néfastes du superalliage (molybdène, tungstène et vanadium par exemple) dans la couche de liaison [5]. Cependant, Bouchet a montré plus récemment lors de ces travaux de thèse que l'ajout de platine dans les alliages β -(Ni,Pt)Al accélère la diffusion de l'aluminium vers le substrat [6].

Par ailleurs, en condition de service ou en essai de vieillissement sous air, l'oxydation de la surface de la zone externe de la couche de liaison entraîne la consommation d'aluminium de cette couche pour former l'alumine interfaciale. Le jeu des diffusions atomiques conduit à des transformations microstructurales au sein de ce système (*Figure 5*).

I.1.2.2. Evolutions microstructurales

Des transformations microstructurales se produisent lors du vieillissement de la barrière thermique :

- la transformation progressive de la zone externe de la couche de liaison en un mélange de phases β -NiAl / γ' -Ni₃Al puis γ' -Ni₃Al/ γ -Ni. Une étude de Haynes *et al.* [7] a montré que l'ajout de platine stabilise à 1100°C la phase β de la couche de liaison : la transformation β - γ' est moins avancée dans le cas d'un revêtement (Ni,Pt)Al que dans le cas d'un aluminium simple, après 200 cycles d'une heure à 1150°C. Par ailleurs, l'influence de l'ajout d'un élément autre que le platine sur la stabilité de la phase β -NiAl a été étudiée par Jia *et al.* [8]. De cette étude, il résulte que le vanadium, le cobalt et le chrome sont des éléments préférentiellement « β -gènes », et que le titane, le tantale, le molybdène et le tungstène sont des éléments « γ' -gènes ».
- la transformation martensitique de la phase β -NiAl pour certaines conditions de compositions et de température (*Figure 6*). Historiquement ce sont Guard et Turkalo qui ont mis en évidence cette transformation de phase sur un alliage binaire contenant 35 %at. d'aluminium [9]. Cette phase est facilement reconnaissable par sa structure lamellaire. Smialek *et al.* ont proposé une relation empirique reliant la température de transformation martensitique à la composition de l'alliage [10]. Cette transformation martensitique a été mise en évidence dans la couche de liaison de BT par Zhang *et al.* [11] et récemment lors des travaux de thèse de P.-Y. Théry [12].

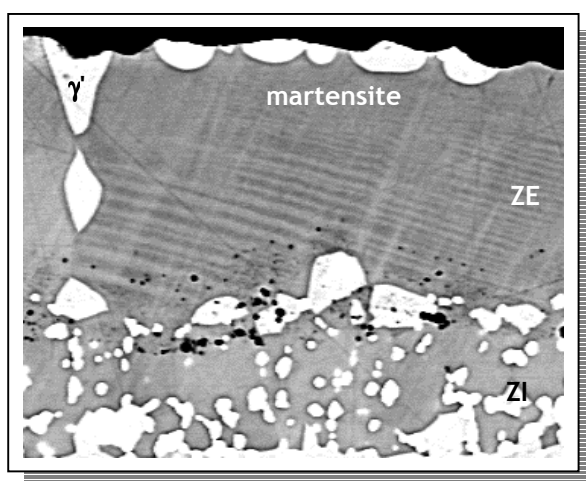


Figure 6 : Mise en évidence de la transformation martensitique de la phase β -NiAl au sein d'une couche de liaison vieillie 100 cycles thermiques d'une heure à 1100°C (d'après [12]).

- l'apparition de γ' -Ni₃Al et l'évolution des phases TCP dans la zone interne de la couche de liaison,
- La transformation du superalliage dans la zone proche de la couche de liaison par coalescence de la phase γ' -Ni₃Al et la précipitation de phases TCP,

A ces transformations, peut s'ajouter un effet de la ségrégation du soufre à l'interface métal/oxyde. Le soufre est une impureté en très faible quantité (seulement quelques ppm) qui provient du procédé d'élaboration de la couche de liaison (le superalliage en contient également une faible teneur). Des analyses par *GDMS* réalisées avant et après dépôt de la couche de liaison sur substrat *AM1* ont révélé des teneurs en soufre respectivement de l'ordre de 0,3 et 1,2 ppm [12]. Le problème est que cet élément peut ségréger à l'interface métal/oxyde et affaiblir les liaisons interfaciales, avec pour conséquence une diminution de l'adhérence de la couche d'alumine sur la couche de liaison [13].

1.1.2.3. Evolutions morphologiques

Dans la couche d'alumine, qui se forme et croît par oxydation de la couche de liaison, apparaissent et se développent des contraintes de compression [12]. Ces contraintes peuvent atteindre localement des valeurs supérieures à 3 GPa (*Figure 7*).

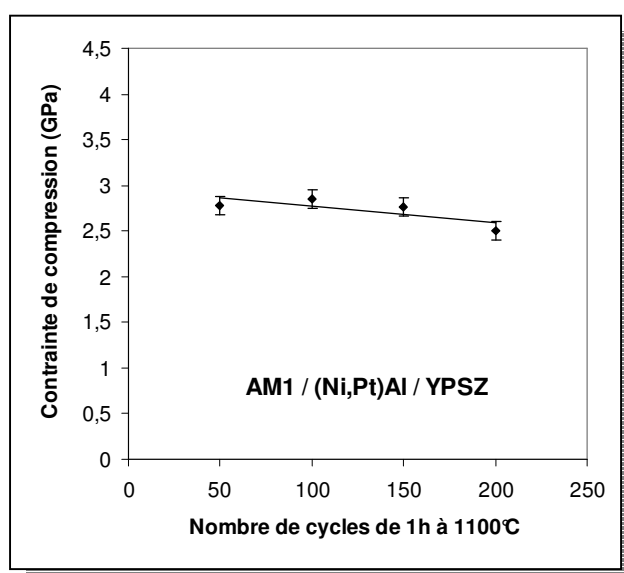


Figure 7 : Evaluation des contraintes de compression dans la couche interfaciale d'alumine du système AM1/(Ni,Pt)Al/YPSZ en fonction du nombre de cycle d'oxydation de 1 h à 1100°C (d'après [12]).

Ces contraintes de compression ont une double origine :

- les contraintes de croissance de la couche d'alumine à haute température dues à la différence de volume entre l'oxyde formé et le métal consommé,
 - les contraintes thermiques principalement dues à la différence de coefficient de dilatation thermique des différentes couches, en particulier entre l'alumine et la couche de liaison.
- Un ordre de grandeur des contraintes d'origine thermique dans la couche d'alumine peut être estimé à partir de l'expression suivante déterminée en élasticité :

Équation 1

$$\sigma_{thermique} = \frac{(\alpha_{Al_2O_3} - \alpha_{NiAl}) \Delta T \cdot E_{Al_2O_3}}{1 - \nu_{Al_2O_3}}$$

avec $\alpha_{Al_2O_3}$ et α_{NiAl} les coefficients de dilatation thermique respectifs de l'alumine et de la couche de liaison, ΔT la variation de température, $E_{Al_2O_3}$ et $\nu_{Al_2O_3}$ respectivement le module de Young et le coefficient de Poisson de la couche d'alumine.

Une application numérique de l'Équation 1 avec $\alpha_{Al_2O_3} = 9.10^{-6} K^{-1}$, $\alpha_{NiAl} = 15.10^{-6} K^{-1}$, $E_{Al_2O_3} = 350$ GPa, $\nu_{Al_2O_3} = 0,25$ et $\Delta T = 1100^\circ C$ donne une valeur très élevée des contraintes thermiques, de l'ordre de 3,8 GPa. C'est le même ordre de grandeur que les valeurs déterminées expérimentalement (figure 7).

Le **Tableau 3** rassemble les valeurs des coefficients de dilatation thermique de la couche de zircone-yttriée, de l'alumine, de la couche de liaison et du superalliage. On remarque que les contraintes thermiques ont principalement pour origine l'écart important entre les coefficients de dilatation thermique de l'alumine et de la couche de liaison.

| | Coefficient de dilatation thermique ($\times 10^6 \text{ } ^\circ C^{-1}$) |
|--------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------|
| Zircone-yttriée | 10 |
| Alumine | 8 - 9 |
| Couche de liaison | 14 - 16 |
| Superalliage | 13 - 17 |

Tableau 3 : Coefficient de dilatation thermique des différentes couches constitutives du système BT.

Les contraintes de compression qui apparaissent dans l'alumine à haute température et durant le refroidissement engendrent localement des contraintes de traction hors plan à l'interface métal/oxyde (**Figure 8-a**).

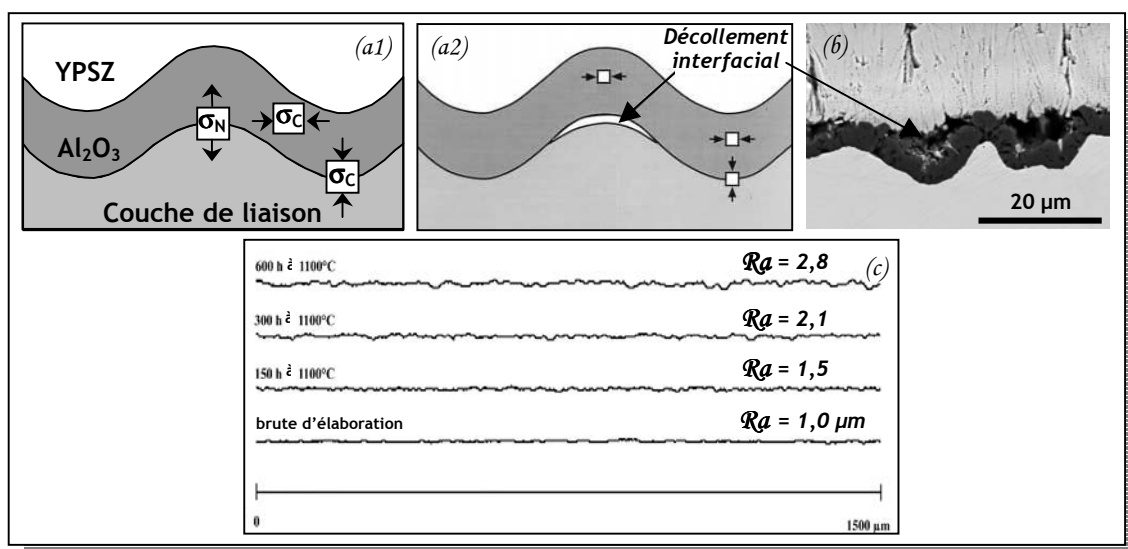


Figure 8 : Schéma de principe de l'endommagement local à l'interface métal/oxyde (a1-a2); Mise en évidence expérimentale du décollement interfacial (b) et de l'évolution de rugosité de l'interface (c) (d'après [12]).

Ces contraintes de traction ont pour effet d'augmenter la rugosité de l'interface* (Figure 8-b). L'évolution de la rugosité interfaciale peut entraîner l'apparition d'endommagements locaux - décollement de la couche d'alumine. La Figure 8-c permet d'apprécier l'évolution de la rugosité interfaciale. Celle-ci fut mise en évidence à partir d'essais isothermes à 1100°C. Malheureusement la propagation de ces défauts et leur coalescence conduit à la ruine de la barrière par son écaillage. Ceci a pour effet de mettre à nu le matériau qui s'endommage alors rapidement.

Diminuer les contraintes de compression revient à diminuer les contraintes d'origine thermique donc l'écart entre les coefficients de dilatation thermique de la couche d'alumine et de la couche de liaison. Une étude récente montre que la présence de platine à hauteur de 2,3 %at. dans la phase β -NiAl riche en aluminium réduisait le coefficient de dilatation thermique de l'alliage [14]. La Figure 9 montre l'évolution du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température pour différentes compositions d'alliages.

* Le terme de "rumpling" est couramment utilisé dans la littérature pour désigner l'évolution de la rugosité interfaciale. Le rumpling peut être suivi à travers l'évolution de la rugosité arithmétique R_a (moyenne arithmétique des valeurs absolues des ordonnées à l'intérieur d'une longueur de base).

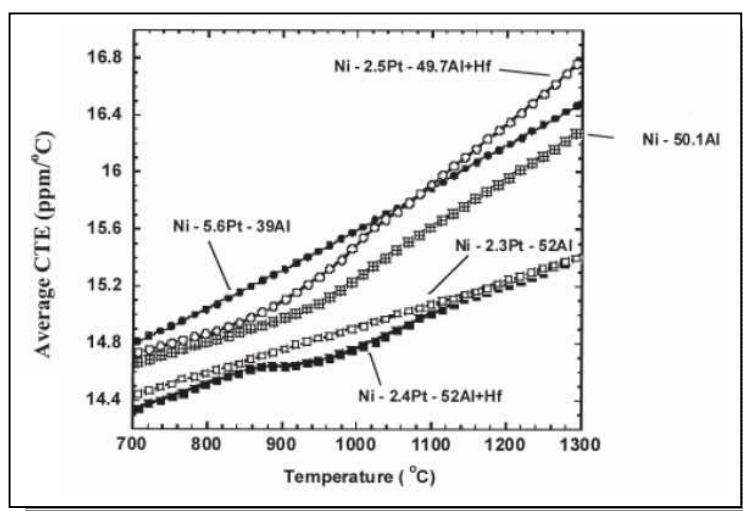


Figure 9 : Coefficient de dilatation thermique en fonction de la température pour différentes compositions d'alliages (d'après [14]).

De plus, les transformations de phase de la couche de liaison, en particulier la transformation martensitique et la transformation β - γ' , sont accompagnées de changements de volume. Ces transformations apportent ainsi leur contribution à l'évolution de la morphologie de la couche de liaison et par conséquent de l'interface.

Par ailleurs, l'effet des contraintes de compression peut être exacerbé par la formation de cavités interfaciales. Ces cavités apparaissent aux premiers instants d'oxydation de la couche de liaison [15]; plusieurs mécanismes de formation de ces cavités ont été proposés dans la littérature : l'effet Kirkendall [16, 17], injection de lacunes dues à la croissance cationique de l'oxyde [18], évaporation de Al à la surface des cavités [19]. Ces mécanismes ne seront pas développés ici. Il est néanmoins intéressant de noter que ces cavités interfaciales ont pour effet de diminuer la surface de contact entre la couche d'alumine et la couche de liaison diminuant ainsi l'intégrité du système. Par ailleurs, ces cavités peuvent agir comme des amorce de fissures à l'interface. Cependant il a été montré dans la littérature que la présence de platine tendait à diminuer la formation des cavités [20]. Un mécanisme a été proposé pour expliquer cet effet lors des travaux de thèse de Y. Cadoret [21]. Ce mécanisme prend en compte l'asymétrie entre les flux de diffusion du nickel et de l'aluminium dans l'alliage. La Figure 10 met en évidence ce mécanisme qui repose sur l'effet Kirkendall.

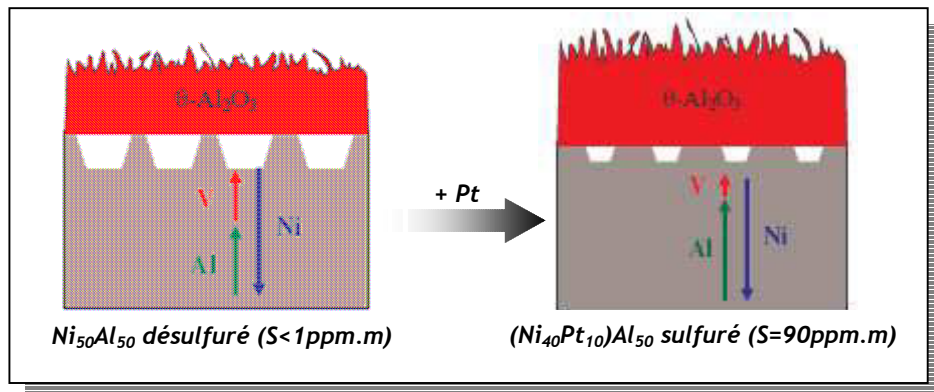


Figure 10 : Mécanisme mettant en évidence l'effet bénéfique du platine sur la diminution de la formation de cavités interfaciales (d'après [22]).

Le platine augmente la diffusion de l'aluminium dans l'alliage (augmentation du coefficient d'interdiffusion \tilde{D}_{AlAl}^{Ni} [6]). Dans ce cas, la différence entre les flux de diffusion du nickel et de l'aluminium diminue en présence de platine et conduit ainsi à une réduction de condensation des lacunes au niveau de l'interface métal/oxyde.

1.1.3. Motivations de l'étude

La couche de liaison joue un rôle central dans l'adhérence de la céramique sur le superalliage par formation d'un oxyde passivant à sa surface pour conserver l'intégrité du système en cyclage thermique. L'évolution de la concentration d'aluminium dans la couche de liaison, les transformations de phases au sein de cette couche (en particulier la transformation martensitique) et la formation de cavités interfaciales sont autant d'exemples de facteurs limitants de l'intégrité du système barrière thermique.

La façon dont va réagir le système à ces évolutions va notamment dépendre du comportement mécanique de la couche de liaison. Il est donc nécessaire de connaître la loi de comportement de cette couche pour être en mesure de décrire de façon réaliste le champ de contraintes au sein de ce système afin de prévoir ainsi son évolution pour une histoire thermique donnée et proposer un système plus performant.

Malheureusement, il est encore difficile de décrire finement le comportement en température de ce système car les connaissances de son comportement mécanique, en particulier de la couche de liaison, sont peu nombreuses en raison de la complexité du problème.

I.2. Les aluminures de nickel et leurs propriétés mécaniques

Des synthèses concernant les propriétés mécaniques des aluminures de nickel ont été publiées [23, 24]. On se restreindra ici à la présentation des propriétés mécaniques de l'alliage NiAl, des transformations de phases possibles en fonction de la température et de l'influence de l'addition d'éléments d'alliage ternaire sur ces propriétés. On focalisera ensuite la présentation sur les effets possibles du platine, du zirconium et du ruthénium, des éléments entrant dans les compositions des couches de liaison actuelles et futures.

I.2.1. L'alliage binaire NiAl

I.2.1.1. Les phases stables de l'alliage binaire

Le diagramme de phases du binaire Ni-Al montre une solubilité importante de l'aluminium dans le nickel et met en évidence cinq composés intermétalliques stables : β -NiAl, γ -Ni₃Al, Ni₅Al₃, NiAl₃ et δ -Ni₂Al₃ (Figure 11).

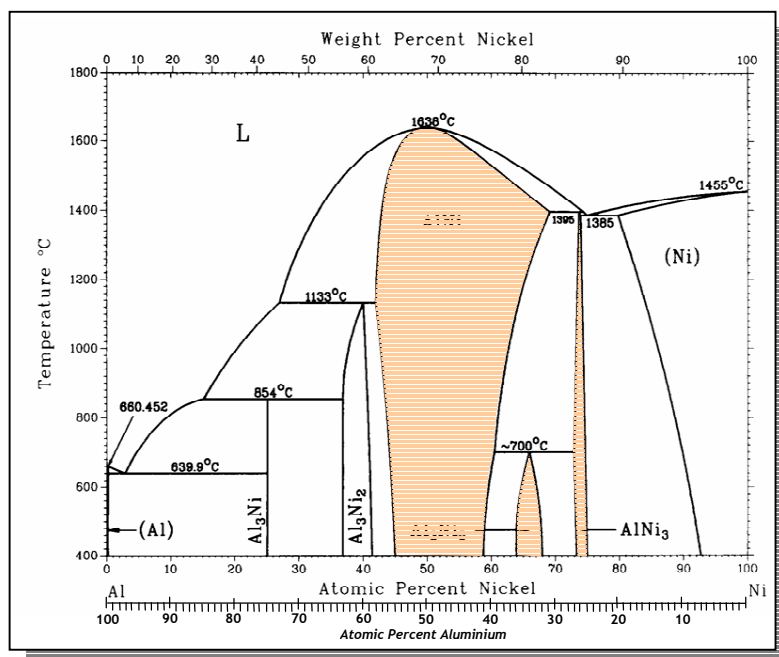


Figure 11 : Diagramme de phases de l'alliage binaire Ni-Al (d'après [24]).

En pratique, seules les phases β -B2 NiAl, Ni₃Al, Ni₅Al₃ et γ -Ni se rencontrent dans l'étude des couches de liaison de barrière thermique. Les deux autres phases (NiAl₃ et Ni₂Al₃), qui ont des compositions très riches en aluminium (> 58 %at.) et des points de fusion relativement faibles, ne sont pas observées dans ces systèmes.

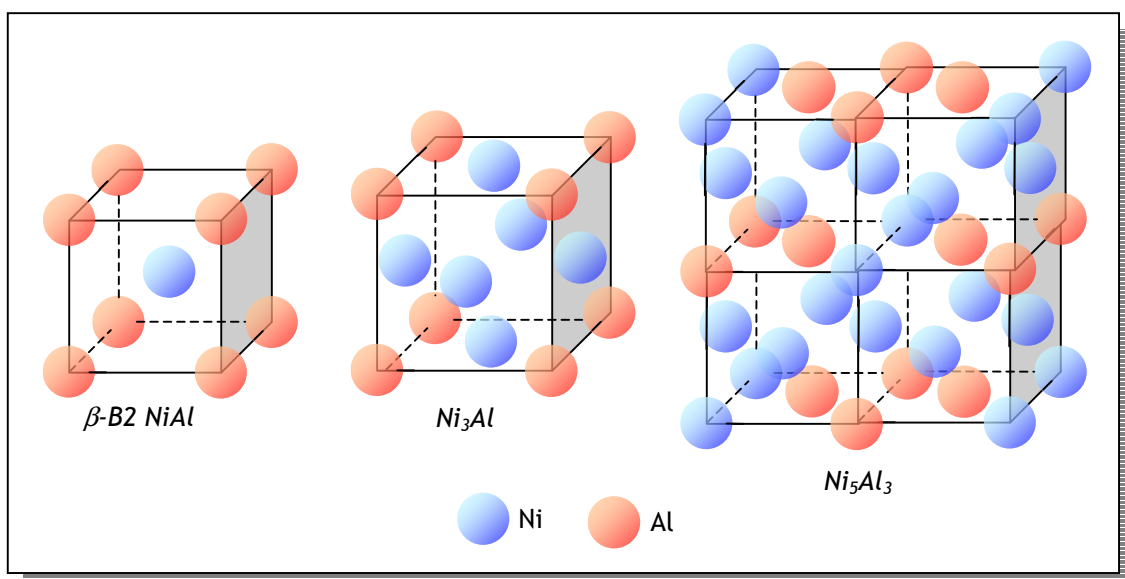


Figure 12 : Structures des phases β -B2 NiAl, γ -L₁₂ Ni₃Al et Ni₅Al₃.

NiAl : il s'agit de la phase β de structure cubique de type CsCl : B2 (groupe d'espace $Pm\bar{3}m$) (Figure 12). Cette phase présente un domaine d'existence étendu entre 35 et 57 %at. d'aluminium à 1100°C et entre 42 et 55 %at. d'aluminium à 400°C. On notera que NiAl équiatomique a une température de fusion congruente de 1638°C, soit environ 300°C de plus que celle d'un superalliage à base de nickel. Pour les alliages dont la teneur en aluminium est faible (< 37 %at.), une transformation martensitique de la phase β -B2 peut se produire. Cette phase - usuellement décrite dans le système quadratique de type CuAu : L₁₀ (groupe d'espace $P4/mmm$) (Figure 13) - sera détaillée dans une section ultérieure (§ 1.3.1.3).

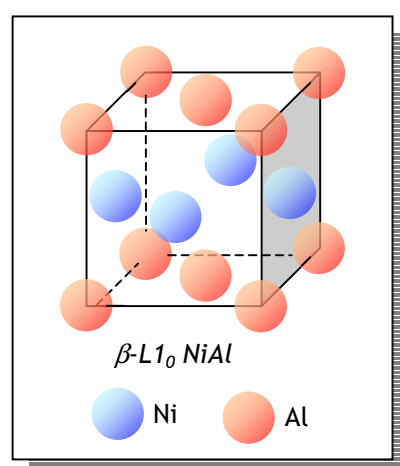


Figure 13 : Structure de la phase β -L₁₀ NiAl.

Ni₃Al : il s'agit de la phase γ ' de structure cubique de type Cu₃Au : L₁₂ (groupe d'espace $Pm\bar{3}m$) (Figure 12). Cette phase a un domaine d'existence assez étroit, entre 23 et 24,5 %at. à température ambiante. Elle peut en particulier se former lors du refroidissement lent de la phase β dans le cas d'alliages à basses teneurs en aluminium (< 39 %at.).

Ni_5Al_3 : cette phase, dont la structure orthorhombique typique Pt_5Ga_3 (groupe d'espace $Cmmm$) est représentée sur la *Figure 12*, est stable jusqu'à 700°C , température à laquelle elle subit une transformation péritectoïde. Cette phase peut aussi se former à partir de la phase martensitique recuite pendant plusieurs heures à une température inférieure à 700°C .

1.2.1.2. La phase β -B2

La phase β -B2 de l'alliage NiAl est la phase de référence de cette étude car il s'agit de la structure initiale d'une couche de liaison brute d'élaboration. Sa bonne résistance à l'oxydation à haute température et sa compatibilité avec les superalliages à base de nickel ont fait de ce composé un bon candidat en tant que revêtement de couche de liaison de barrière thermique [25].

La structure ordonnée B2 de cette phase consiste en deux réseaux cubiques simples décalés d'un vecteur $a_0(\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2})$, où a_0 est le paramètre de maille (*Figure 12*). A la composition équiatomique, la structure est parfaitement ordonnée, l'aluminium et le nickel occupant chacun complètement un sous-réseau. Tout écart de la stœchiométrie est alors accommodé par la formation de défauts structuraux comme représenté dans la *Figure 14* [26, 27] :

- lacunes de nickel (V_{Ni}) pour les compositions sur-stœchiométriques en aluminium,
- atomes de nickel en antisite (Ni_{Al}) pour les compositions sous-stœchiométriques en aluminium.

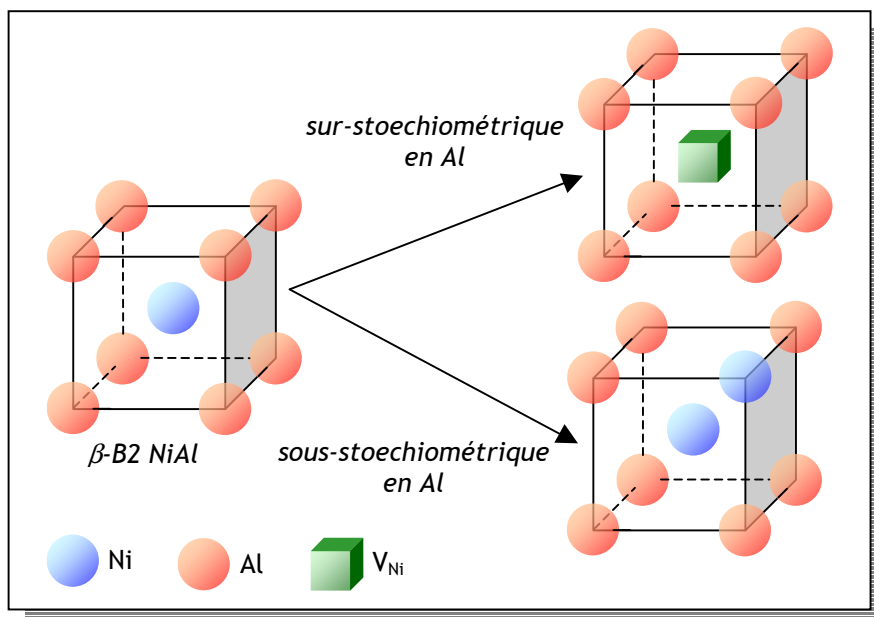


Figure 14 : Défauts de structure dans la phase β -B2 NiAl en fonction de la composition de l'alliage.

1.2.1.3. Transformations de la phase β -B2

a. la transformation martensitique

Il est relativement bien connu que pour les alliages pauvres en aluminium, avec une teneur comprise entre 32 et 38 %at., la phase β -B2 subit une transformation martensitique (transformation de phase sans diffusion). Dans NiAl, cette transformation martensitique ne nécessite pas une vitesse de refroidissement élevée, une simple trempe à l'air suffit [9, 28].

La détermination de la structure de cette phase dans les alliages NiAl a fait l'objet de plusieurs publications. Si Davenport *et al.* ont mis en évidence une structure monoclinique (type 7R) [29], Finlayson *et al.* ont proposé que cette phase, mise en évidence sur des nuances d'alliage similaires ($37,5 < Al_{\%at.} < 39$), avait une structure orthorhombique [30]. Il est toutefois plus couramment reconnu que, dans le cas des aluminures pour couche de liaison de barrière thermique, la phase martensitique de ces alliages est de structure $L1_0$ [11].

Cette transformation de phase s'accompagne d'un changement de volume que l'on peut estimer en considérant les paramètres de maille des phases β -B2 NiAl et martensitique (Figure 15). Pour cela, on a considéré une martensite de structure $L1_0$ comme il est usuellement observé lors de la transformation de la phase β -B2 de la couche de liaison de barrière thermique. Cette structure quadratique est caractérisée par un paramètre de maille apparent a^* tel que $a^* = \sqrt[3]{a^2 \cdot c}$ où a et c sont les paramètres de maille de cette structure quadratique. Pour la température commune de 600°C la variation de volume induite par ce changement de phase est de l'ordre de 2 %. On remarque sur cette figure que les pentes des paramètres en fonction de la température sont très voisines, c'est-à-dire que la variation de volume induite par la transformation de phase devrait rester du même ordre de grandeur en température.

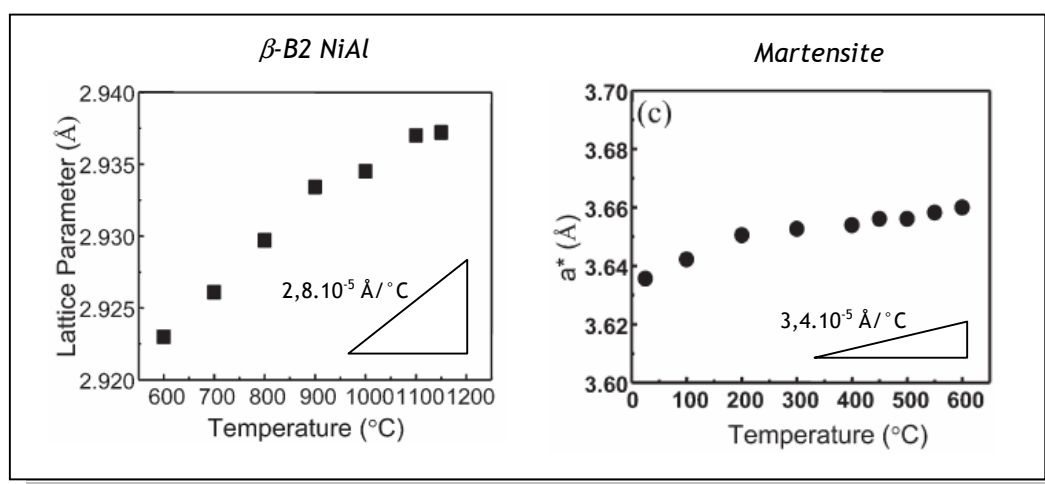


Figure 15: Evolution du paramètre de maille de la phase β -B2 NiAl entre 600 et 1200°C et du paramètre de maille apparent de la phase martensitique entre 25 et 600°C (d'après [31, 32]).

a.1. Influence de la composition de l'alliage

Comme le montre la **Figure 16** dans laquelle nous avons rassemblé les températures de transformation martensitique M_s , en fonction de la teneur en aluminium, publiées par différents auteurs [10, 28, 33, 34], cette température augmente lorsque la teneur en aluminium diminue, variant de -270°C pour 40 %at. à 900°C pour 31 %at. d'aluminium.

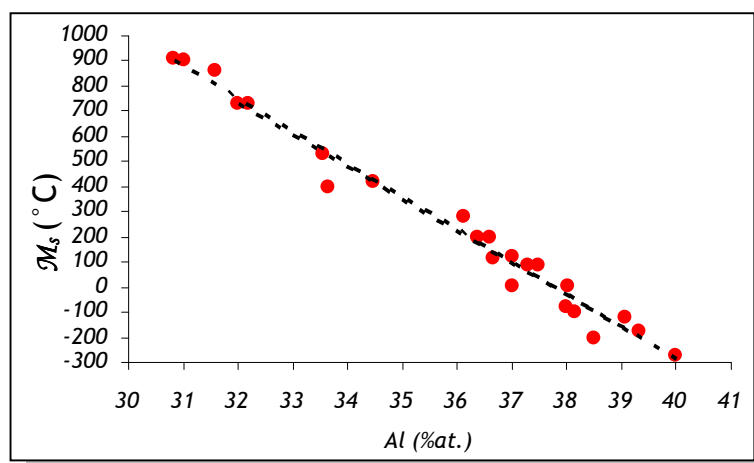


Figure 16: Evolution de la température de transformation martensitique M_s en fonction de la teneur en aluminium de l'alliage binaire NiAl (d'après [10, 28,33,34]).

Ces valeurs de température de transformation martensitique sont quelque peu dispersées ; en effet, selon les sources, la température M_s , pour une même nuance d'alliage, peut varier d'une centaine de degrés. Par exemple, pour l'alliage à 37 %at. d'aluminium, il est possible de trouver selon les auteurs une température M_s de 7 ou de 123°C. Ces variations peuvent venir de conditions expérimentales différentes, en particulier les vitesses de refroidissement. Une étude récente de Sordelet *et al.* a ainsi mis en évidence cet effet sur trois nuances d'alliages alliés au platine pour des vitesses de refroidissement allant de 5 à 40 °C/min (**Figure 17**) [35].

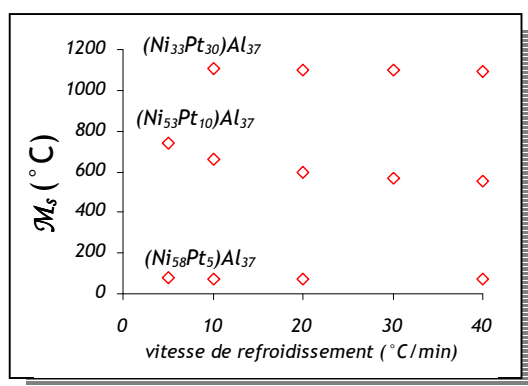


Figure 17 : Variation de la température de transformation martensitique en fonction de la vitesse de refroidissement (d'après [35]).

Moyennant ces précautions, si l'on admet que l'on peut mettre en commun ces résultats, l'évolution de la température de transformation martensitique M_s avec la teneur en aluminium de l'alliage, pour le binaire Ni-Al, peut être décrite par l'expression :

$$\text{Équation 2} \quad M_s(^{\circ}\text{C}) = -130,5 \cdot Al_{\%at.} + 4926$$

a.2. Influence du temps de maintien

La cinétique de croissance de la martensite peut être athermique ou isothermique. Dans le cas athermique, le plus courant, la quantité de martensite formée ne dépend pas du temps mais de variables externes telles que la température ou la contrainte appliquée. Dans le cas isothermique, la transformation peut se produire spontanément après un temps de maintien isotherme (temps d'incubation noté τ_s) à une température supérieure à la température de transformation martensitique. Aspelmeyer *et al.* ont quantifié ce paramètre pour l'alliage binaire $Ni_{63}Al_{37}$ (%at.) monocristallin ; alliage pour lequel la température de transformation martensitique est, selon eux, égale à 7°C [36].

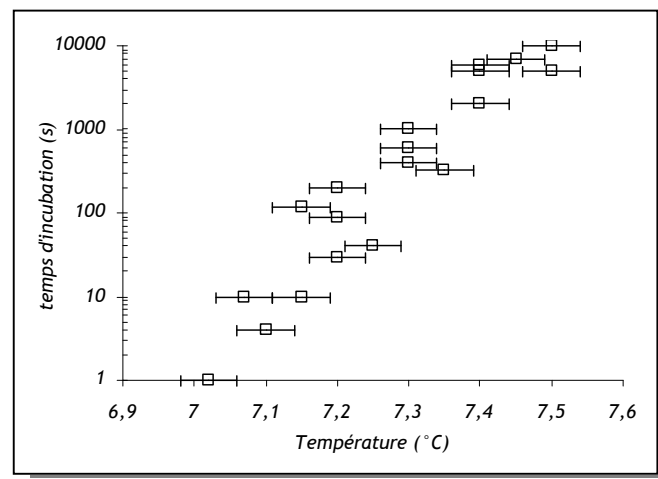


Figure 18 : Mise en évidence du temps d'incubation pour un alliage $Ni_{67}-Al_{37}$ at.% (d'après [36]).

On remarque que plus l'écart à la température de transformation martensitique est grand plus le temps d'incubation est long. Par ailleurs, on peut s'interroger sur la précision de la mesure de température que fournit cette étude.

a.3. Influence de la contrainte

En principe, l'application d'une contrainte peut augmenter la température de transformation martensitique [37], mais peu d'études l'illustrent expérimentalement. Dans le cas d'un alliage $Ni_{63}Al_{37}$ monocristallin orienté dans la direction $\langle 001 \rangle$, Davenport *et al.* montrent l'influence de

l'application d'une contrainte uniaxiale sur la température de transformation martensitique [29], avec la relation suivante entre la contrainte et la variation de température :

Équation 3
$$\Delta M_s(^{\circ}C) = 0,53 \cdot \sigma_{(MPa)}$$

b. Transformation β - γ'

La transformation β - γ' se produit couramment dans la couche de liaison d'un système barrière thermique [38, 39]. Elle résulte de l'appauvrissement en aluminium de la phase β lié aux phénomènes d'oxydation et d'interdiffusion. Typiquement, à 1000°C, elle survient lorsque la teneur en aluminium de la phase β est inférieure à 35 %at. et la phase γ' ainsi formée a une composition en aluminium comprise entre 25 et 26 %at. Cette transformation induit une diminution de volume évaluée à 4 % - correspondant donc à une déformation linéaire d'environ 1,3 % [31]. Cette transformation peut également se produire par précipitation au refroidissement au sein même de la phase β .

c. Les autres transformations de phase

La phase β -B2 peut également se transformer en Ni_5Al_3 (phase stable) ou Ni_2Al (métastable). L'apparition de ces phases dépend de la température et principalement de la composition de l'alliage NiAl. Lasalmonie fut le premier à mettre en évidence expérimentalement la phase Ni_2Al dans un alliage $Ni_{62,5}Al_{37,5}$ après un recuit vers 400°C [40]. Grâce aux expériences de résistivité de Lašek *et al.* [41], il a été possible de déterminer un domaine d'existence de la phase Ni_2Al . A l'instar de Schryvers et Ma [42], le diagramme de phase du binaire NiAl a été complété avec le domaine d'existence de la phase métastable Ni_2Al et avec la limite de transformation β -martensite (*Figure 19*). Cette phase riche en nickel se forme dans la phase β -NiAl au chauffage comme au refroidissement par précipitation cohérente, dans une large gamme de température (de l'ordre de 200°C). Hors de cette plage de température, les précipités sont dissous dans la phase mère β -NiAl ou avec la possibilité de former la phase stable Ni_5Al_3 au-delà de 600°C.

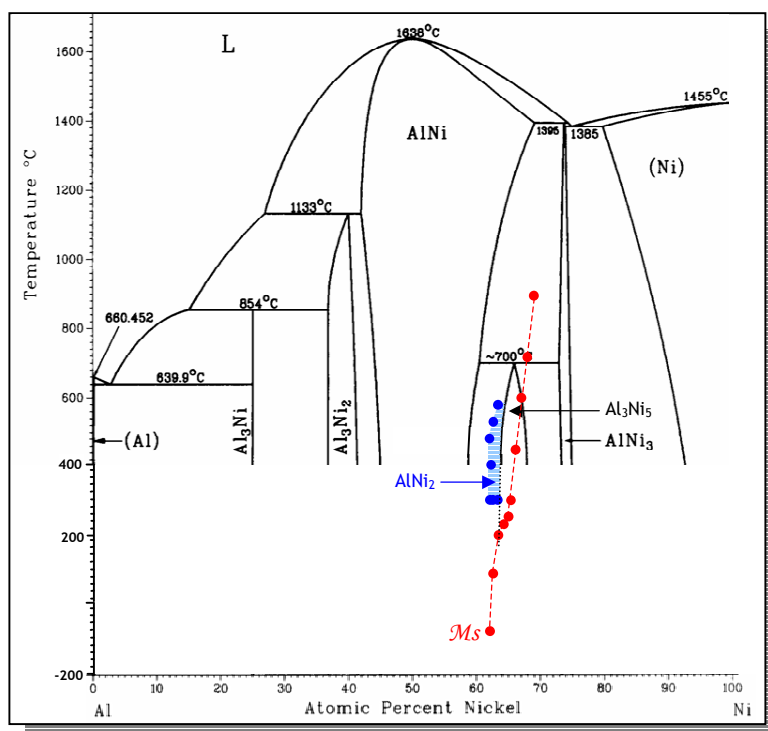


Figure 19 : Mise en évidence sur le diagramme de phases du binaire Ni-Al de l'existence des phases métastable Ni_2Al et martensitique (d'après [10,41]).

Par ailleurs, ces auteurs montrent qu'au chauffage, la phase martensitique peut se transformer en phase β et en phase Ni_5Al_3 . Cette quantité de phase Ni_5Al_3 est d'autant plus importante que le nombre de cycles thermiques est grand, ce qui peut être attribué au fait que le processus de germination et de croissance de cette phase est lent [43]. Une analyse complémentaire de Kataeva *et al.* a mis en évidence l'influence de la température de recuit d'un alliage $Ni_{65}Al_{35}$ sur sa température de transformation martensitique [44] : la température de transformation martensitique décroît quand la température de recuit (durée : 5 heures) augmente (Figure 20). Les auteurs n'observent plus de transformation au-delà de 550°C et ce, jusqu'à 780°C.

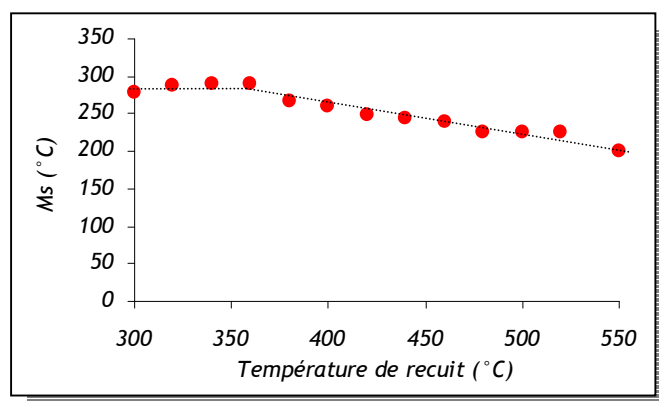


Figure 20 : Mise en évidence de la diminution de la température de transformation martensitique en fonction de la température de recuit d'un alliage $Ni_{65}Al_{35}$ (tracée d'après [44]).

Kataeva *et al.* expliquent leurs observations par le fait qu'une partie de la phase martensitique peut se transformer en Ni_5Al_3 . On peut pousser leur raisonnement plus avant ; la température de transformation "d'austénitisation" (martensite \rightarrow β -B2) est de l'ordre de 310°C pour l'alliage $\text{Ni}_{65}\text{Al}_{35}$ étudié [44]. D'après le diagramme de phases de la **Figure 19**, lorsque la température de recuit est supérieure à cette température, une faible partie de la phase martensitique peut se transformer en Ni_5Al_3 . Cette transformation entraîne un enrichissement en aluminium de la phase mère β -B2 NiAl et par conséquent une diminution de la température de transformation martensitique - résultats en accord avec ceux présentées à la **Figure 16**. A la température de recuit de 550°C , on peut considérer que la transformation Ni_5Al_3 est complète. Cette phase stable ne se transforme plus en martensite lors du refroidissement. A la température du palier péritectoïde à 700°C , Ni_5Al_3 se décompose en un mélange de phases β -B2/ Ni_3Al . La phase β -B2 NiAl qui apparaît a donc la composition qui correspond à l'extrémité du palier péritectoïde, soit $\text{Ni}_{60}\text{Al}_{40}$, dont la température de transformation martensitique est de l'ordre de -270°C , ce qui explique pourquoi la transformation martensitique n'est plus observée après des paliers entre 550 et 780°C .

d. Conclusion

Si la structure du composé β -NiAl proche de la composition stoechiométrique est simple, il n'en n'est pas de même lorsque l'on s'en éloigne, avec des transformations possibles au refroidissement et l'apparition de phases hors équilibre (martensite, Ni_2Al) ou d'équilibre (Ni_3Al ou Ni_5Al_3). Il est important de garder en mémoire que la structure de ce composé NiAl peut être complexe et peut dépendre de l'histoire thermique des échantillons.

1.2.1.4. Propriétés mécaniques

L'influence de la teneur en aluminium des alliages NiAl sur la structure et les propriétés mécaniques* a fait l'objet de plusieurs études [45, 52]. On se contentera ici de rappeler d'une part les propriétés du monocristal NiAl pour souligner la forte anisotropie élastique et plastique de ces alliages ; et d'autre part celles du polycristal pour mettre en évidence l'effet de la méthode d'élaboration de l'alliage sur les propriétés mécaniques.

a. Propriétés du monocristal

a.1. Propriétés élastiques du monocristal NiAl

La **Figure 21** montre l'évolution des constantes élastiques C_{ij} du monocristal déterminées en fonction de la composition (entre 37 et 55 %at. d'aluminium) et de la température (entre -200 et 600°C) à partir d'une méthode dynamique de propagation d'ondes ultrasonores [46, 47].

* On parlera de module d'Young si cette propriété a été déterminée par un essai conventionnel de traction uniaxiale, de module d'élasticité dynamique s'il s'agit d'un dispositif ultrasonore et de module d'élasticité s'il s'agit d'un autre essai mécanique.

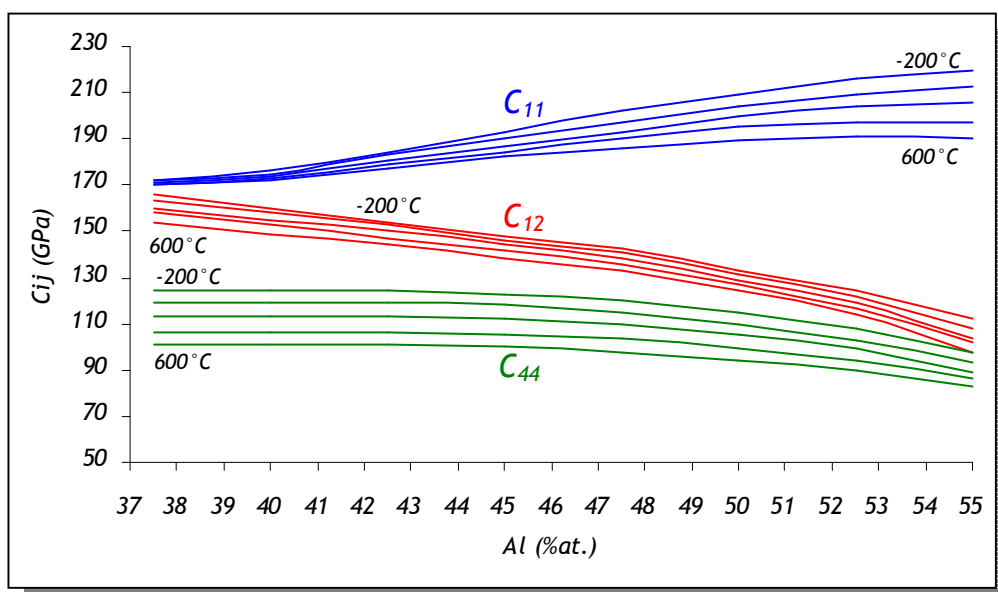


Figure 21 : Evolution des constantes d'élasticité C_{ij} en fonction de la teneur en aluminium de l'alliage binaire NiAl et de la température (d'après [46]).

On notera que la différence ($C_{11} - C_{12}$), qui caractérise la résistance au cisaillement d'un matériau, diminue avec la teneur en aluminium. Ceci rejoint le fait que l'on observe une transformation martensitique pour les alliages à faible teneur en aluminium.

Le facteur d'anisotropie A_f , défini par la relation $A_f = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}}$, est reporté dans la Figure 22.

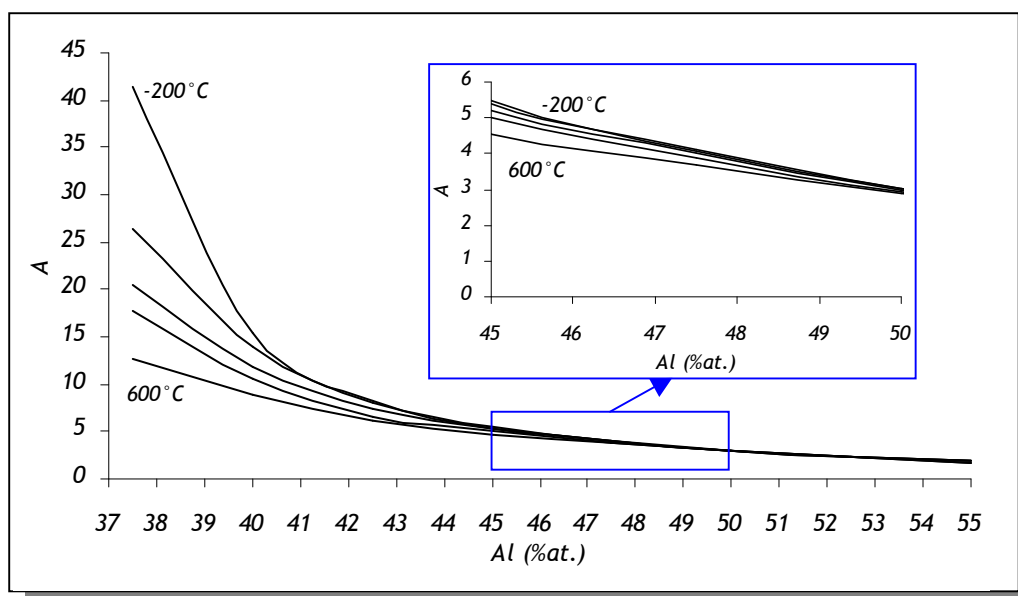


Figure 22 : Variation du facteur d'anisotropie A en fonction de la teneur en aluminium de l'alliage binaire NiAl et de la température.

Au voisinage de la composition stœchiométrique, A_f (qui vaut $\approx 3,0$ à température ambiante pour $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}$ %at.) dépend faiblement de la température et peu de la composition. On notera que le facteur d'anisotropie augmente d'autant plus que l'on s'approche de la limite d'existence de la phase $\beta\text{-B2 NiAl}$. Ceci vient du fait que la constante de cisaillement ($C_{11}\text{-}C_{12}$) diminue pour les compositions pauvres en aluminium. Cette diminution de la constante de cisaillement est accompagnée d'un adoucissement de NiAl selon les systèmes de glissement $\langle 110 \rangle \{110\}$ et $[1\bar{1}\bar{1}](1\bar{1}2)$, due à la distorsion du réseau atomique précédant la transformation martensitique [48].

A partir des constantes d'élasticité du monocristal du binaire NiAl, il est possible de déterminer les modules d'Young des orientations cristallographiques $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$, au moyen des relations exposées en [Annexe 6](#). La **Figure 23** représente l'évolution de ces modules en fonction de la teneur en aluminium de l'alliage binaire NiAl et pour des températures allant de -200°C à 600°C . L'anisotropie sur le module de NiAl est clairement mise en évidence.

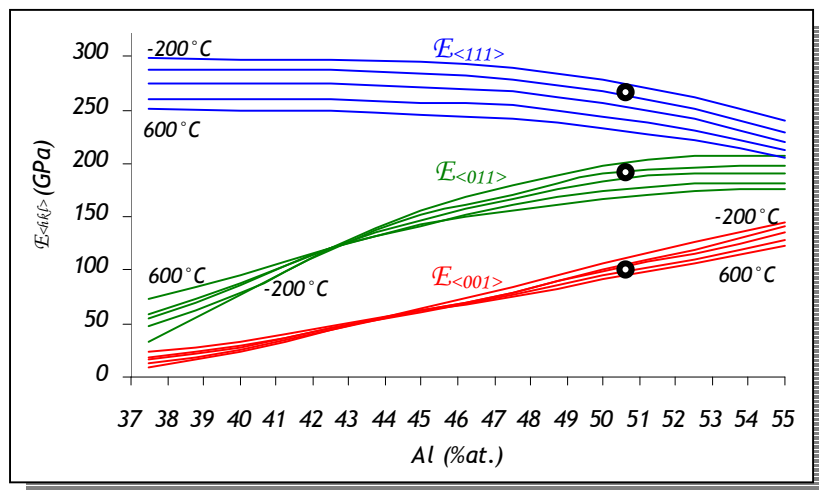


Figure 23 : Evolution des modules d'Young $E_{\langle 001 \rangle}$, $E_{\langle 011 \rangle}$ et $E_{\langle 111 \rangle}$ calculés à partir des constantes d'élasticité C_{ij} du monocristal en fonction de la teneur en aluminium de l'alliage binaire NiAl et de la température [46] et déterminés expérimentalement (●) (d'après [49]).

Sur cette même **Figure 23**, nous avons également reporté les modules déterminés à température ambiante par Wasilewski [49] sur des monocristaux ayant une teneur en aluminium légèrement sur-stœchiométrique de 50,6 %at. : 270 GPa pour la direction $\langle 111 \rangle$, 185 GPa pour $\langle 011 \rangle$ et 95 GPa pour $\langle 001 \rangle$. Cette étude a aussi permis de déterminer les modules de cisaillement : 112,1 GPa pour la direction $\langle 111 \rangle$, 52,5 GPa pour $\langle 011 \rangle$ et 44,5 GPa pour $\langle 001 \rangle$.

a.2. Propriétés plastiques du monocristal NiAl

Le comportement plastique de monocristaux de NiAl est fortement anisotrope. Lors d'essais de traction sur des échantillons monocristallins, Lahrman *et al.* [50] puis Schneibel *et al.* [51] n'ont observé aucun allongement plastique du NiAl $\langle 001 \rangle$ avant rupture alors que les échantillons orientés $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ ont pu atteindre des taux de déformation plastique de l'ordre de 2 %. L'étude la plus complète sur l'évolution de la limite d'élasticité* de monocristaux stœchiométriques d'orientation $\langle 011 \rangle$ et $\langle 001 \rangle$ en fonction de la température est celle de Pascoe et Newey [52] (*Figure 24*).

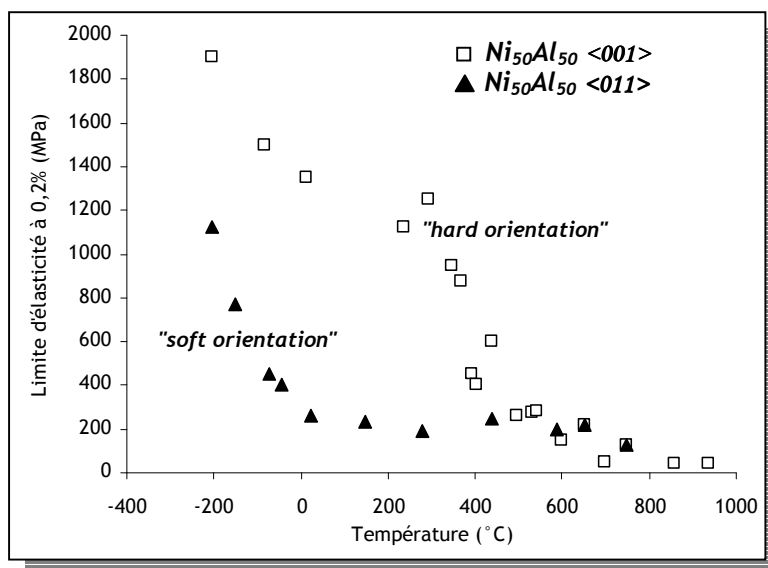


Figure 24 : Evolution de la limite d'élasticité en fonction de la température pour deux orientations cristallines $\langle 001 \rangle$ (« hard orientation ») et $\langle 011 \rangle$ (« soft orientation ») de l'alliage Ni₅₀Al₅₀ (at.%) (d'après [52]).

On notera que la limite d'élasticité $\sigma_{0,2}$ associée à l'orientation $\langle 011 \rangle$ décroît rapidement à basse température pour atteindre une valeur de palier de l'ordre de 200 MPa dès 130 °C. A température ambiante la limite d'élasticité dans la direction $\langle 001 \rangle$ est d'un ordre de grandeur supérieur à $\langle 011 \rangle$. Au-dessus de 500 °C, les valeurs se rejoignent.

b. Propriétés du polycristal NiAl

b.1. Propriétés élastiques

Etant donné les variations en température et selon la composition des propriétés élastiques du NiAl monocristallin, il faut s'attendre à des variations analogues pour le polycristal. De plus, étant donnée l'anisotropie de ces propriétés, le module du polycristal va être lié au procédé d'élaboration du matériau s'il conduit à une texture cristallographique. C'est effectivement illustré dans la *Figure*

* La limite d'élasticité réelle, classiquement désignée par σ_y (pour le terme anglais « yield stress ») est parfois difficile à déterminer expérimentalement. De ce fait, on préférera relier et identifier cette grandeur à la contrainte à 0,2 % de déformation plastique notée alors $\sigma_{0,2\%}$.

25 qui rassemble des résultats obtenus par Harmouche *et al.* [53] et Rusović *et al.* [47] et montre l'évolution du module d'Young de l'alliage binaire β -NiAl en fonction de la concentration en aluminium de l'alliage (entre 44,05 et 50,78 at.%). Les modules ont été déterminés expérimentalement dans les deux cas par méthode ultrasonore.

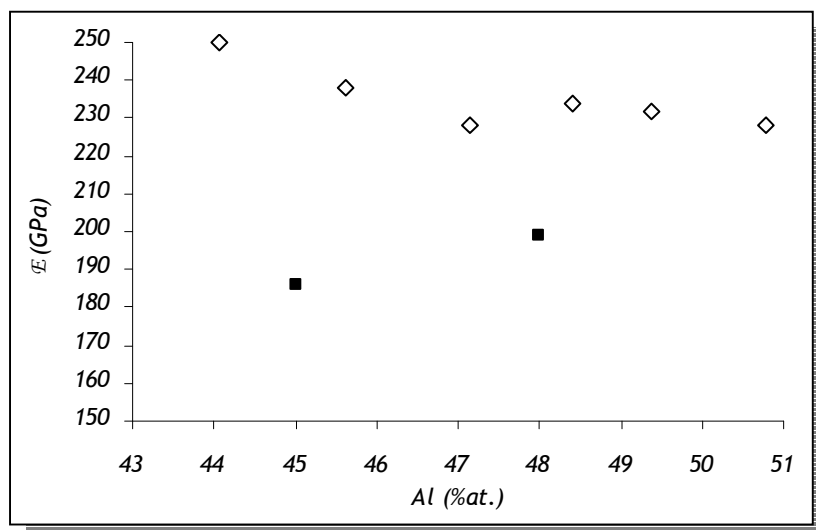


Figure 25 : Evolution du module d'Young du binaire NiAl en fonction de la teneur en aluminium pour deux procédés d'élaboration de l'alliage (◇ d'après [53] et ■ d'après [47]).

Les échantillons de Harmouche *et al.* ont été préparés par filage de poudres et peuvent présenter une certaine texturation; ceux de Rusović *et al.*, élaborés par fusion et homogénéisation, n'ont pas d'orientation préférentielle.

Le module de Young de NiAl polycristallin pour la composition stœchiométrique en fonction de la température a été déterminé initialement par Moose [54] et reporté par Miracle dans son article de synthèse [23] :

$$\text{Équation 4} \quad E_{\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}} \text{ (GPa)} = 188,9 - 0,04.T(\text{°C})$$

L'application de cette relation à température ambiante ($T = 25 \text{ °C}$), donne un module de Young de l'alliage binaire stœchiométrique de 187 GPa.

Moose a aussi déterminé expérimentalement les évolutions du module de cisaillement G et du coefficient de Poisson ν d'un alliage $\text{Ni}_{49,4}\text{Al}_{50,6}$ - élaboré par pressage à chaud en fonction de la température [54] :

$$\text{Équation 5} \quad G_{\text{Ni}_{49,4}\text{Al}_{50,6}} \text{ (GPa)} = 71,9 - 0,04.T(\text{°C})$$

et

$$\text{Équation 6} \quad \nu_{\text{Ni}_{49,4}\text{Al}_{50,6}} = 0,3129 - 2,15.10^{-5}.T(\text{°C})$$

b.2. Propriétés plastiques du polycristal NiAl

L'évolution de la limite d'élasticité du polycristal NiAl en fonction de la composition et de la température a été déterminée par Pascoe et Newey [52] et reprise par Noebe *et al.* dans leur article de revue [24] (*Figure 26*)

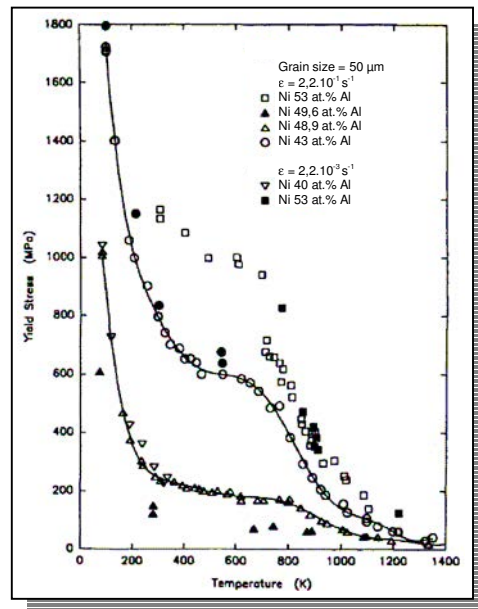


Figure 26 : Evolution de la limite d'élasticité du binaire NiAl polycristallin en fonction de la composition et de la température (d'après [24]).

La limite d'élasticité est d'autant plus faible que la composition de l'alliage est proche de la composition stoechiométrique. Un durcissement important apparaît dans les composés pauvres en aluminium, en particulier pour des teneurs en aluminium inférieures à 46 at.%. Ce durcissement est associé au nombre croissant de défauts ponctuels de structure (atomes de nickel en antisite).

A basse température ($T^{\circ}\text{C} < 0^{\circ}\text{C}$), la limite d'élasticité décroît rapidement lorsque la température augmente. A température moyenne ($30 < T^{\circ}\text{C} < 500^{\circ}\text{C}$), il existe un palier pour lequel la limite d'élasticité décroît lentement quand la température augmente. La formation d'obstacles forts constitués par des amas riches en nickel peut aussi être une hypothèse de mécanisme de durcissement. Cette hypothèse a été confirmée par des observations de déformation de lames minces sous MET par Lequeux [45]. En se reportant à la *Figure 19*, les amas riches en nickel de cette gamme de température ne peuvent être que des précipités de la phase métastable Ni_2Al . Ces amas sont cisailés ou contournés par les dislocations selon leur taille et entraînent un durcissement du matériau. A haute température ($T^{\circ}\text{C} > 500^{\circ}\text{C}$), la limite d'élasticité décroît à nouveau très rapidement avec la température. On notera par ailleurs que la limite d'élasticité est peu sensible à la vitesse de déformation.

Il est à remarquer qu'il peut être difficile de comparer des résultats obtenus sur des matériaux élaborés dans des conditions différentes et avec des expériences différentes. Ainsi Noebe *et al.* [24] comparent leurs résultats de limite d'élasticité en fonction de la température pour un alliage équiatomique aux résultats obtenus dans diverses études sur un alliage similaire (Figure 27). Force est de constater que les valeurs peuvent varier du simple au double d'une référence à l'autre.

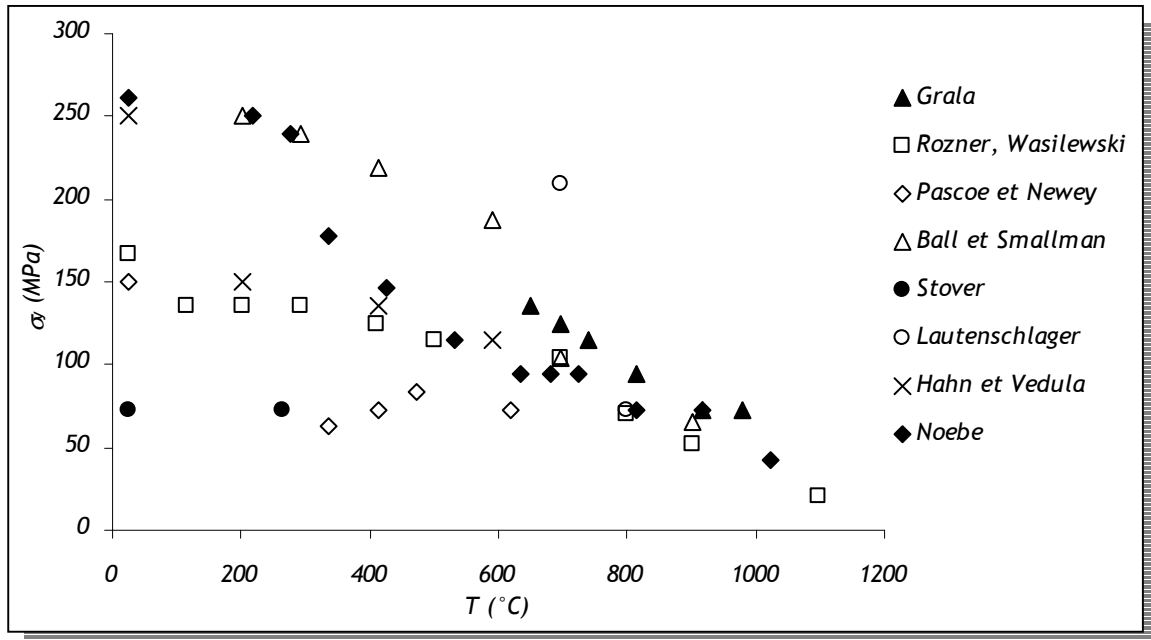


Figure 27 : Limite d'élasticité en fonction de la température d'un alliage polycristallin Ni₅₀Al₅₀ selon diverses sources (d'après [24]).

Ces différences notables ont été attribuées à l'influence d'éléments mineurs et/ou d'interstitiels, à un effet de texturation possible dû aux procédés thermomécaniques d'élaboration, à un faible écart à la stoechiométrie, à la différence de taille de grain. Le problème majeur de ces études est que l'influence de ces paramètres n'a pas été clairement démontrée.

b.3. Comportement en fluage

Comme le mentionne Miracle dans sa synthèse [23], les composés binaires NiAl, monocristallin stœchiométrique et polycristallin non stœchiométrique, présentent un stade de fluage secondaire étendu entre 1000 et 1300K. Ce comportement peut être décrit par une loi classique (Norton) du type :

Équation 7
$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \cdot \sigma^n \cdot e^{\left(\frac{-Q}{R \cdot T}\right)}$$

avec $\dot{\epsilon}_0$ un facteur pré-exponentiel, σ la contrainte, n l'exposant de contrainte, Q l'énergie d'activation du phénomène de fluage, R la constante des gaz et T la température.

Des résultats très disparates ont été reportés dans la littérature (que ce soit pour des polycristaux et pour des monocristaux) comme l'illustre la **Figure 28**. Ces différences ont été attribuées à l'influence possible d'éléments mineurs en faible teneur (carbone ou interstitiels par exemple) ou à la précipitation de complexes lacunes/impureté. De telles influences peuvent dépendre de l'histoire thermique des matériaux étudiés et des conditions d'essais. En conséquence, il est reconnu qu'il est difficile d'établir le comportement intrinsèque en fluage d'un composé tel que NiAl [55] et que la comparaison de résultats obtenus dans des conditions différentes sur des matériaux élaborés différemment peut être problématique.

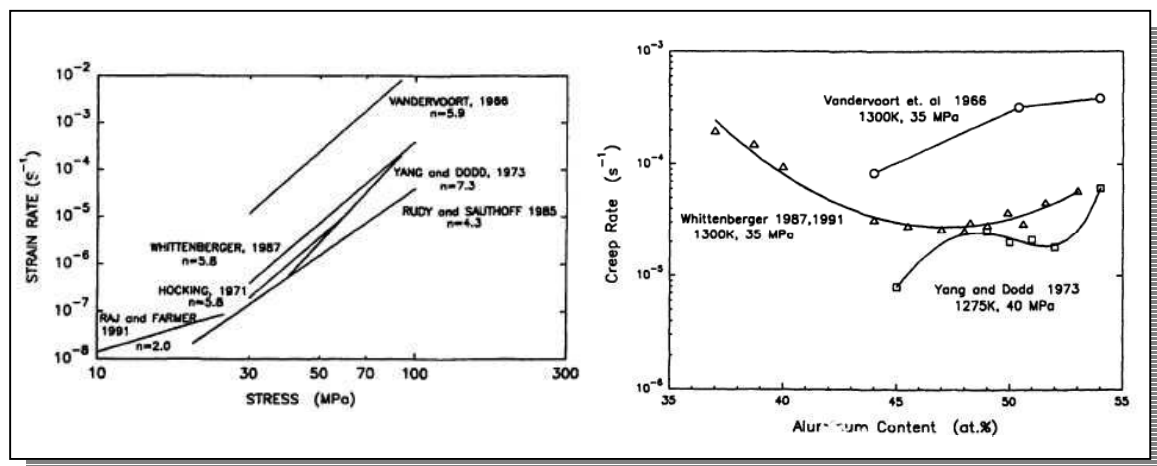


Figure 28 : Comportement en fluage de NiAl stœchiométrique à 1175K (à gauche) et effet de la composition sur le fluage en compression de NiAl (à droite) (d'après [24]).

Les mécanismes responsables du comportement en fluage sont en général déduits de la valeur de l'exposant n dans la loi précédente (Équation 7). Ainsi, pour des métaux cubiques centrés, des valeurs de n comprises entre 1 et 5 correspondent à des mécanismes mettant en jeu de la diffusion alors que des valeurs supérieures à 5 correspondent à un mécanisme impliquant du glissement de dislocations.

La **Figure 29** représente les valeurs de l'exposant de contrainte pour des composés NiAl proches de la stœchiométrie. Étant donnée la dispersion de ces valeurs, il est difficile d'attribuer un mécanisme particulier à une température donnée. Néanmoins, on peut en déduire quelques généralités :

- Il n'y a pas de différence flagrante entre monocristaux et polycristaux.
- Les valeurs de n pour les compositions non stœchiométriques tendent à être plus faibles que pour la composition stœchiométrique au dessus de 1000 K.
- Pour les composés non stœchiométriques, n tend à augmenter lorsque la température décroît (3 au-dessus de 1600 K à 8 ± 3 à 1000 K). Ceci suggère un processus par diffusion au-dessus de 1200 K.

En fait, il faut être très prudent si l'on tente d'interpréter les valeurs de n obtenues avec des essais menés au-dessous de 1000 K car dans plusieurs publications, c'est la contrainte d'écoulement et non la contrainte en régime stationnaire qui a servi à déterminer n . Une interprétation en terme de mécanisme de fluage serait plus que sujette à caution.

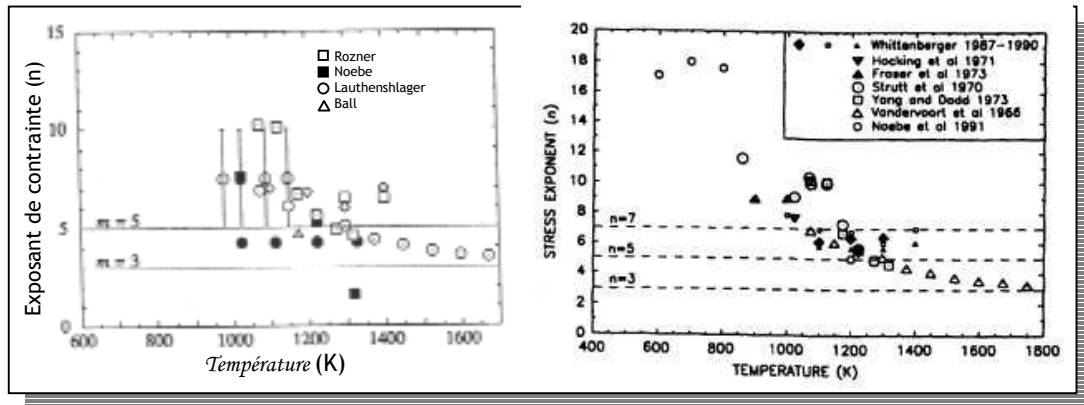


Figure 29 : Evolution en fonction de la température de l'exposant de contrainte d'alliages NiAl polycristallins et monocristallins (symboles noirs sur la figure de gauche), pour des compositions proches de la stœchiométrie (extraits de [23 et 24]).

La valeur de l'énergie d'activation peut également donner des indications sur les mécanismes mis en jeu. Comme le montre la **Figure 30**, l'énergie d'activation varie en fonction de la température. Des variations en fonction de la contrainte appliquée et de la composition ont également été reportées. Il peut être difficile de séparer ces effets dans la mesure par exemple où les essais à basse température sont effectués en général avec des contraintes élevées.

Néanmoins, on observe que les énergies d'activation reportées sont du même ordre de grandeur que les énergies déterminées par des expériences d'interdiffusion [23].

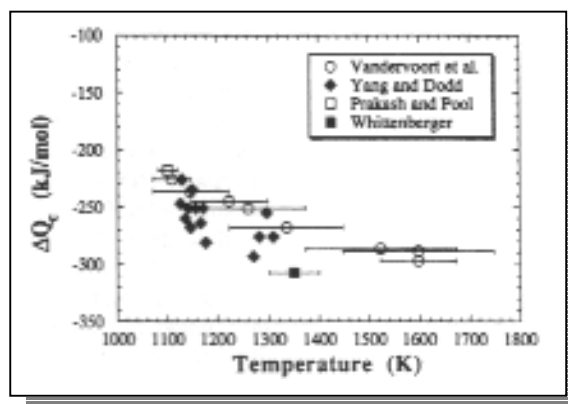


Figure 30 : Energie d'activation, en fonction de la température pour le fluage de NiAl (d'après [23])

I.2.2. Influence d'addition d'éléments d'alliage

I.2.2.1. Addition de platine

Une section isotherme du diagramme d'équilibre de phases du ternaire Ni-Al-Pt à 1100 / 1150°C a été proposée récemment par Hayashi *et al.* [56]. Elle montre (Figure 31) une solubilité élevée du platine dans β -NiAl et γ' -Ni₃Al respectivement de l'ordre de 32 et 34 %at. à 1150°C.

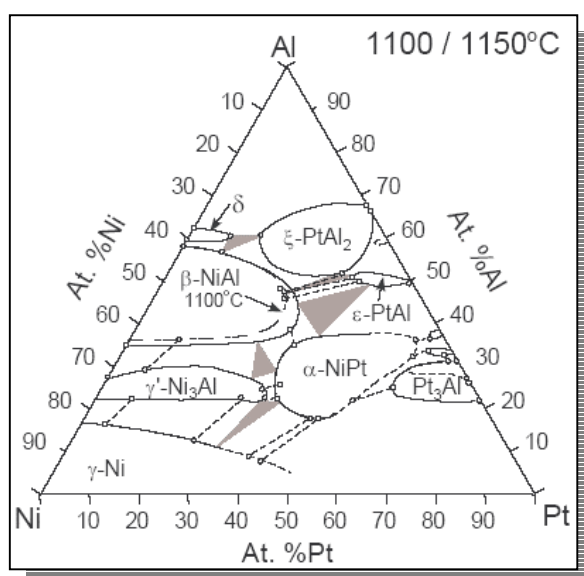


Figure 31 : Section isotherme du diagramme ternaire Ni-Al-Pt à 1100 / 1150°C (d'après [56]).

Plusieurs études (expérimentales et numériques) indiquent que le platine se substitue vraisemblablement au nickel dans la phase β -NiAl [57,6]. Des résultats d'analyse par sonde atomique portant sur un alliage Ni_{49,5}Al_{49,5}Pt₁ montrent plutôt une distribution du platine à la fois sur les sites de nickel et les sites d'aluminium [58].

I.2.2.2. Addition de ruthénium

Peu d'études concernent l'alliage ternaire NiAl-Ru. D'après la section isotherme du diagramme de phases d'équilibre à 1000°C de ce ternaire (Figure 32) proposée par Tryon et Pollock [59], les phases RuAl et NiAl sont miscibles en toutes proportions.

Le composé stoechiométrique Ru₅₀Al₅₀ a une température de fusion élevée ($T_f = 2060^\circ\text{C}$), soit environ 400°C de plus que Ni₅₀Al₅₀, un paramètre de maille de l'ordre de 0,295 nm (pour 0,288 nm dans le cas de NiAl) et une masse volumique de 7970 kg.m⁻³ ($\rho_{\text{Ni50Al50}} = 5950 \text{ kg.m}^{-3}$).

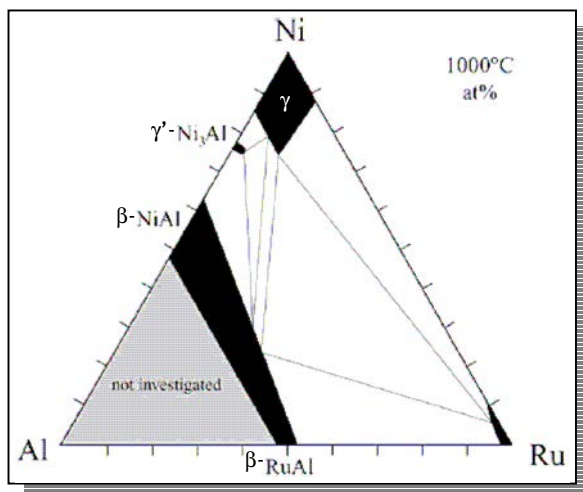


Figure 32 : Section isotherme du diagramme ternaire Ni-Al-Ru à 1100 °C (d'après [59]).

1.2.2.3. Dopage en zirconium

Remplacer le platine de la couche de liaison du système barrière thermique par du zirconium est une solution envisagée par des motoristes de l'aéronautique afin de diminuer les coûts de production induits par le platine. Le zirconium, au même titre que l'hafnium et l'yttrium, est un bon candidat car il permet d'améliorer le comportement en oxydation – en particulier l'adhésion de la couche d'alumine – des alliages aluminifères. Les mécanismes mis en jeu restent encore discutés [60].

Les sections isothermes du diagramme ternaire Ni-Al-Zr obtenues expérimentalement à 800°C [61] et à 1100°C [62] montrent une très faible solubilité du zirconium dans la phase β-NiAl (Figure 33), bien inférieure à 1 %at. à 1100°C.

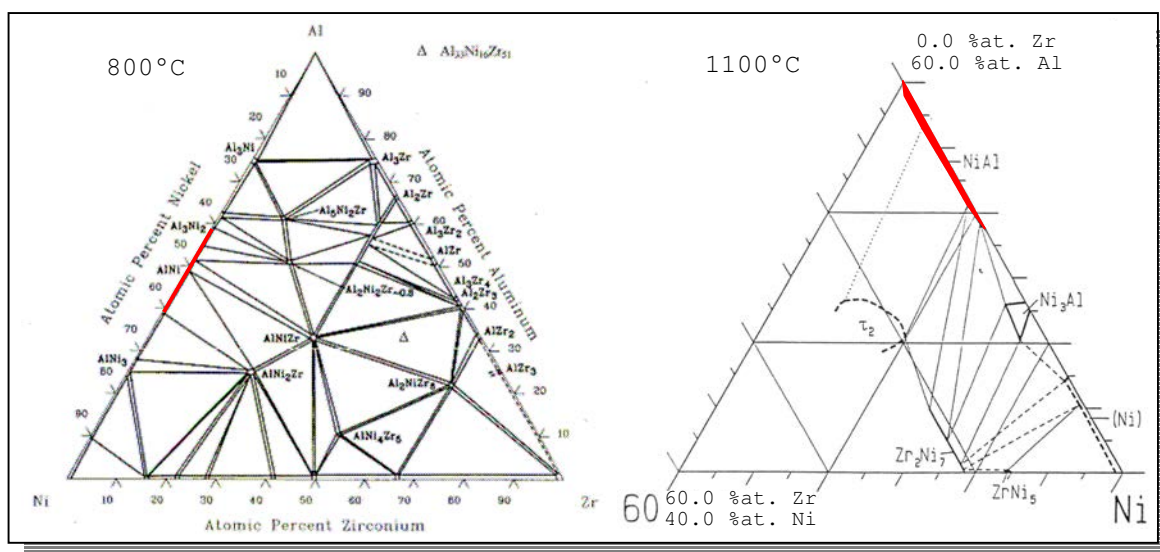


Figure 33 : Sections isothermes du diagramme ternaire Ni-Al-Zr à 800°C (d'après [61]) et vue partielle de cette section à 1100°C (d'après [62]).

Très peu soluble, le zirconium peut ségréger au niveau des joints de grain et des dislocations [63]. Lorsque le zirconium est en solution solide dans β -NiAl, des calculs montrent que celui-ci se substitue préférentiellement à l'aluminium [64].

1.2.2.4. Influence sur les propriétés mécaniques de l'alliage binaire NiAl

Si, comme on l'a vu, l'influence de la composition sur les propriétés mécaniques du binaire NiAl et sur ses transformations de phase a fait l'objet d'une abondante littérature, celle relative à l'influence d'éléments d'addition est plus succincte. En particulier, très peu d'études portent sur le rôle d'éléments tel que le platine, le ruthénium ou le zirconium.

Des études ont été réalisées pour déterminer les sites de substitution d'atomes ternaires dans la structure NiAl [65] (*Tableau 4*).

| <i>Eléments</i> | <i>Y</i> | <i>Zr</i> | <i>La</i> | <i>Ti</i> | <i>Mo</i> | <i>V</i> | <i>Cr</i> | <i>Mn</i> | <i>Fe</i> | <i>Co</i> |
|------------------------------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| <i>Sites de substitution</i> | Al | Al | Al | Al | Al | Al | Al | Al | Ni | Ni |

Tableau 4 : Tableau récapitulatif des sites de substitution d'éléments dans l'alliage NiAl (d'après [65]).

Ces auteurs s'accordent à dire que la mise en solution de ces éléments ne va pas changer la structure cristalline de l'alliage. Néanmoins il a déjà été montré que ces éléments peuvent jouer un rôle en stabilisant la phase β ou γ de l'alliage NiAl [66, 67]. Leur effet sur la stabilité relative de ces phases est à relier à leur tendance à se solubiliser préférentiellement dans l'une ou l'autre phase [8]. De ces études on retiendra que dans le cas des aluminures de nickel sous-stoechiométriques en aluminium :

- Cr et Co stabilisent la phase β ,
- Ti, Ta, Mo, et W stabilisent la phase γ .

La présence de ces éléments d'addition s'accompagne de distorsion du réseau cristallographique, avec un effet sur la limite d'élasticité en particulier, comme le montre la *Figure 34*.

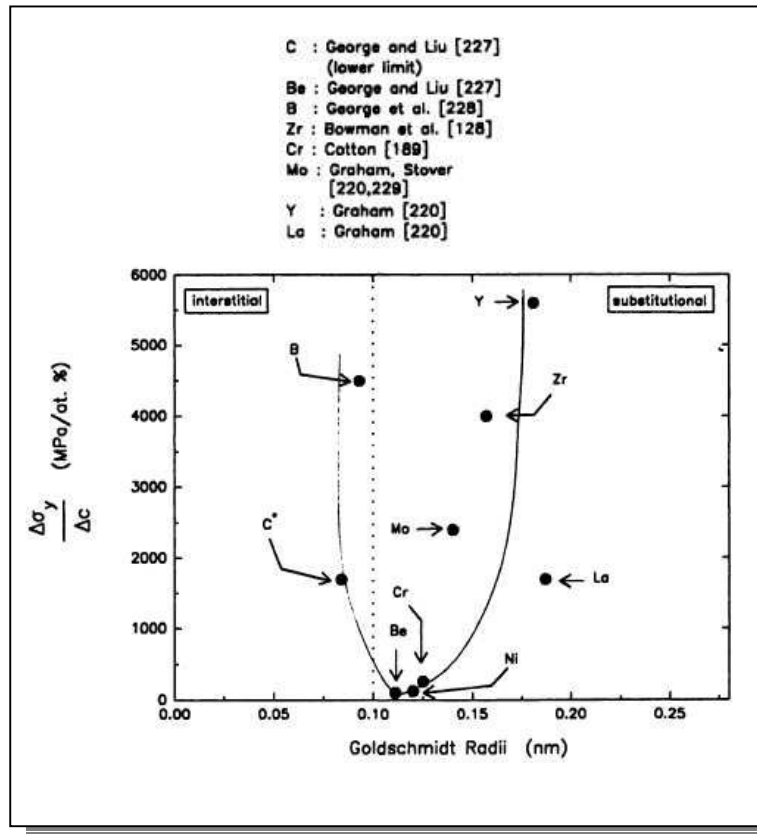


Figure 34 : Relation entre taux de durcissement de NiAl et taille de l'élément d'alliage [24].

a. Effet du platine

Peu d'études concernent l'évolution des propriétés mécaniques élasto-viscoplastiques de l'alliage (Ni,Pt)Al. La seule étude référencée à ce jour est celle de Jiang *et al.* [68]. Pour un alliage $(\text{Ni}_{50-x}\text{Pt}_x)\text{Al}_{50}$ (%at.), ces auteurs ont récemment déterminé à température ambiante l'évolution du module d'élasticité E et du module de cisaillement G du polycristal en fonction de la teneur en platine de l'alliage (Figure 35). Ces résultats sont issus d'une étude jumelant approche expérimentale (propagation d'ondes ultrasonores) et calculs. Nous en avons déduit l'évolution des constantes d'élasticité C_{ij} du monocristal (également reportée sur la Figure 35).

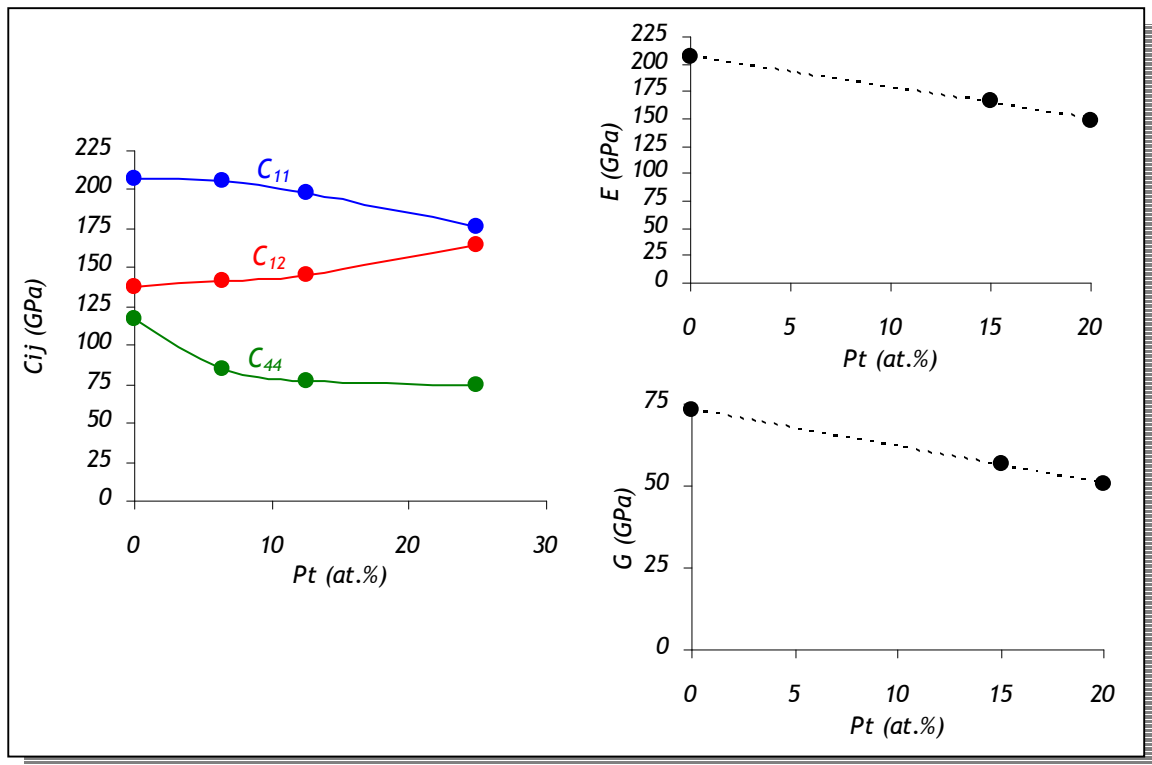


Figure 35 : Evolution des constantes d'élasticité C_{ij} , du module d'élasticité E et du module de cisaillement G à température ambiante en fonction de la teneur en platine d'alliage $(Ni_{50-x}Pt_x)Al_{50}$ (%at.) (d'après [68]).

La substitution de nickel par du platine s'accompagne de la diminution des constantes C_{11} et C_{44} , et de l'augmentation de C_{12} . En conséquence, le module d'élasticité E et le module de cisaillement G diminuent lorsque la teneur en platine de l'alliage augmente.

b. Effet du zirconium

En se reportant à la Figure 34, on note que l'ajout de zirconium peut conduire à des valeurs élevées de durcissement, mais cet élément est très peu soluble dans NiAl.

L'effet du zirconium sur la résistance en fluage des aluminures de nickel a été peu étudié. La seule étude référencée sur le sujet montre qualitativement une amélioration de la résistance en fluage par dopage de l'aluminure par du zirconium [69]. Cette amélioration serait due à une ségrégation du zirconium au niveau des dislocations ce qui ralentit leur mouvement au sein de l'alliage.

Par ailleurs, l'effet du ruthénium sur les propriétés mécaniques des aluminures ne semble pas avoir fait l'objet de publication, sans doute en raison de l'intérêt très récent porté à ces alliages.

1.2.2.5. Influence sur la transformation martensitique

L'évolution de la température de transformation martensitique des alliages (Ni,Pt)Al a fait l'objet d'une étude par Sordelet *et. al* [35]. La **Figure 36** représente l'évolution de la température de transformation martensitique en fonction de la composition en platine de l'alliage pour plusieurs teneurs en aluminium.

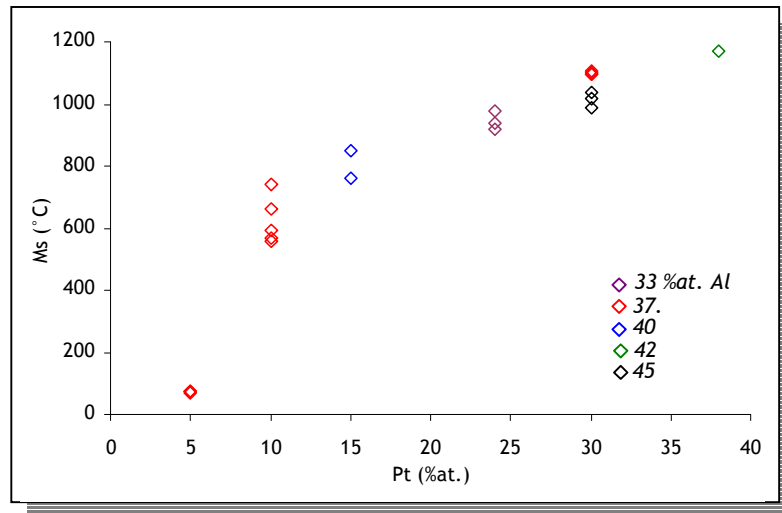


Figure 36 : Evolution de la température de transformation martensitique M_s d'alliages ternaires NiAl-Pt en fonction de la teneur en platine (d'après [35]).

On remarque que l'ajout de platine augmente la température de transformation martensitique. Ceci est à rapprocher du fait que la différence ($C_{11}-C_{12}$) diminue quand la teneur en platine augmente dans la **Figure 35**.

La mise en commun des résultats obtenus sur l'alliage binaire (§ 1.3.1.3.), avec ceux obtenus par Sordelet *et al.* pour des alliages ternaires (Ni,Pt)Al [35], ainsi que ceux obtenus par Kainuma *et al.* [70] pour définir l'influence de nombreux autres éléments sur la température de transformation martensitique nous a conduit à définir la relation suivante où les teneurs en éléments sont exprimés en pourcents atomiques :

$$\begin{aligned} \text{Equation 8} \quad M_s(^{\circ}C) = & 7145 - 194.A\text{Al} + 83.P\text{t} - 15.A\text{g} - 14.C\text{o} - 161.C\text{r} - 50.C\text{u} - 152.F\text{e} - 173.M\text{n} \\ & - 175.M\text{o} - 260.N\text{b} - 244.S\text{i} - 378.T\text{a} - 216.T\text{i} - 170.V - 323.W \end{aligned}$$

Dans le cas des couches de liaison de barrière thermique brutes d'élaboration, la température de transformation martensitique est essentiellement définie par la teneur en aluminium et en platine de l'alliage. Après traitement à haute température, des éléments du superalliage peuvent diffuser dans la couche de liaison. A priori, la martensite aura d'autant plus de chance d'apparaître, qu'initialement la teneur en aluminium de la couche de liaison sera faible et que la teneur en platine sera plus élevée. Après maintien à haute température, des éléments comme le chrome, le

cobalt, le tantale, le titane, le vanadium et le tungstène vont abaisser la température de transformation martensitique de l'alliage, stabilisant ainsi la phase β de l'alliage. A notre connaissance, aucune étude n'a été menée à ce jour sur l'effet d'addition de ruthénium ou de zirconium sur la température de transformation martensitique des aluminures.

Dans le cas des alliages (Ni,Pt)Al pour couche de liaison de barrière thermique cette transformation a déjà été observée expérimentalement au sein même de cette couche contenant 6 à 8 %at. de platine et 32 à 39 %at. d'aluminium [12, 31, 32]. Aucune valeur de température de transformation martensitique n'a été déterminée sur ces systèmes.

1.2.3. Conclusion

Les propriétés mécaniques élasto-viscoplastiques de l'alliage binaire NiAl sont maintenant bien connues en fonction de la composition de l'alliage et de la température. Cependant, les effets d'éléments d'alliage entrant dans la composition des couches de liaison actuelles et futures tels que le platine, le ruthénium et le zirconium sur les propriétés mécaniques de ces alliages sont moins bien documentés. Il est aussi important de garder à l'esprit que la structure du composé NiAl peut être complexe et dépend essentiellement de sa composition et de l'histoire thermique de l'alliage. Nous avons vu par ailleurs qu'il est difficile de dissocier les effets conjugués de la taille de grain, des éléments mineurs, et du procédé thermomécanique d'élaboration de l'alliage. On peut alors s'interroger de savoir comment ces propriétés mécaniques sont prises en compte dans les calculs de champs de contraintes du système barrière thermique.

1.3. Présentation des lois de comportement de la couche de liaison utilisées dans les calculs de champs de contraintes

De nombreux travaux ont été publiés depuis une dizaine d'années, concernant le calcul du champ de contraintes dans le système barrières thermiques afin de décrire et prévoir en particulier l'évolution morphologique du système barrière thermique. De ces travaux, deux approches se dégagent : une approche analytique et une approche numérique utilisant des calculs par éléments finis. Ces approches requièrent l'introduction de données relatives au comportement des différentes couches. Dans cette partie, nous exposons les lois de comportement les plus caractéristiques utilisées jusqu'à présent pour la couche de liaison.

1.3.1. Description du comportement mécanique de la couche de liaison

Dans les premiers temps, certains auteurs, à l'instar de Hsueh et Fuller ont considéré un comportement mécanique purement élastique des différentes couches constitutives du système

barrière thermique sans tenir compte de l'effet de la température sur ces propriétés - celle-ci n'intervenant dans leur analyse que par le biais du coefficient de dilatation de chaque couche du système [71]. Les propriétés mécaniques prises en compte dans cette étude sont regroupées dans le *Tableau 5*.

| | <i>Superaliage</i> | <i>Couche de liaison</i> | Al_2O_3 | YPSZ |
|-----------------------------------------|--------------------|--------------------------|-----------|------|
| E (GPa) | 213 | 200 | 360 | 50 |
| ν | 0,25 | 0,30 | 0,27 | 0,1 |
| α ($\cdot 10^{-6} / ^\circ C$) | 14,5 | 15,2 | 8,0 | 10,0 |

Tableau 5 : Modules d'Young E, coefficients de Poisson ν et coefficients de dilatation thermique des différentes couches constitutives du système barrière thermique (d'après [71]).

Cheng *et al.*, ont tenu compte de l'évolution des propriétés mécaniques élastiques en fonction de la température [72]. La *Figure 37* rassemble l'évolution des modules d'Young, coefficients de Poisson et coefficients d'élasticité considérés dans leur analyse en fonction de la température pour les différentes couches du système.

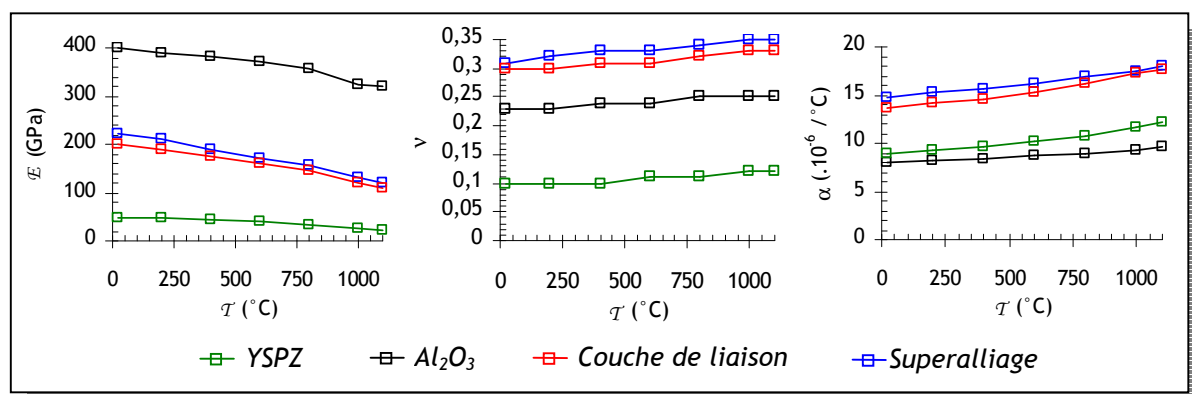


Figure 37 : Modules d'Young des différentes couches constitutives du système barrière thermique en fonction de la température (d'après [72]).

Pour affiner le calcul décrivant le champ de contraintes dans le système barrière thermique, ces auteurs ont pris en compte un comportement élasto-plastique de la couche de liaison en fonction de la température [72]. La *Figure 38* représente l'évolution de la limite d'élasticité de la couche de liaison en fonction de la température utilisées par ces auteurs, ainsi que celle employée par Karlsson et Evans [73] à partir de données de Darolia. On remarquera ici que ces études divergent par les valeurs employées ; en effet, la limite d'élasticité est étroitement liée à la composition de l'alliage. Malheureusement, ces informations ne sont pas fournies par les auteurs de ces différentes études.

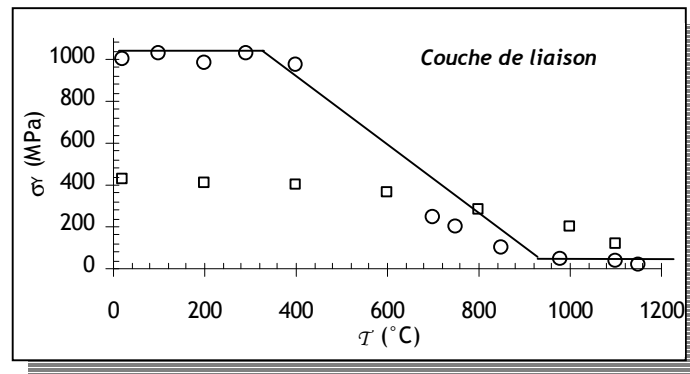


Figure 38 : Evolution de la limite d'élasticité d'une couche de liaison en fonction de la température prise en compte dans le calcul du champ de contraintes d'un système BT (□ Cheng et al. [72] et ○ Karlsson et al. [73]).

Cependant, une description plus fine du champ de contraintes dans le système barrière thermique peut être envisagée si on considère le comportement en fluage de la couche de liaison. Pour ses calculs, Caliez identifia une loi de fluage de type Norton* prenant en compte pour la première fois le comportement en fluage de l'alliage à partir de données publiées sur un alliage binaire NiAl élaboré par fonderie [74]. Dans leurs analyses plus récentes, Busso *et al.* ont considéré aussi les propriétés en fluage de la couche d'alumine [75]. Les valeurs considérées pour décrire le comportement en fluage de ces couches sont les suivantes (Tableau 6):

| | Couche de liaison | Al ₂ O ₃ |
|------------------------------------------------------|-------------------|--------------------------------|
| n | 4,1 | 2,3 |
| Q (kJ.mol) | 263 | 424 |
| ε̇ ₀ (s ⁻¹ .MPa ⁿ) | 13,3 | 6805 |

Tableau 6 : Paramètres de fluage de la couche de liaison et de la couche d'alumine pris en compte dans les calculs de champs de contrainte (d'après [74 et 75]).

Les propriétés mécaniques des matériaux utilisées sont souvent celles de matériaux massifs dont les compositions ne sont pas représentatives d'une couche de liaison de barrière thermique. Très récemment, le comportement en fluage de la couche de liaison a été caractérisé par plusieurs groupes [76, 77]; ces nouvelles données, qui prennent en compte pour la première fois l'histoire thermique de la couche de liaison ont alors pu être employées dans les calculs de champ de contraintes au sein de barrières thermiques. Ces approches sont de deux sortes : l'approche analytique consiste à décrire simplement l'évolution du « rumpling » du système barrière thermique et ne s'occupe donc que de l'évolution des interfaces [78], l'approche numérique permet un calcul

* Couramment employée dès qu'il s'agit de décrire le fluage d'un matériau en régime stationnaire, la vitesse de déformation en fluage suit une loi de Norton et s'écrit : $\dot{\epsilon}_{fluage} = \dot{\epsilon}_0 \cdot \exp\left(\frac{-Q}{R \cdot T}\right) \cdot \tilde{\sigma}^n$ avec T la température, $\tilde{\sigma}$ la contrainte uniaxiale équivalente de Von Mises, $\dot{\epsilon}_0$ le facteur préexponentiel, Q l'énergie d'activation du phénomène de fluage et n l'exposant de contrainte et R la constante des gaz.

plus fin du champ de contraintes au sein du système mais nécessite des protocoles de calculs plus complexes [75]. Ces deux approches sont présentées dans les sections suivantes.

1.3.2. L'approche analytique

Peu de références existent sur le sujet [78, 79]. L'approche analytique la plus développée à ce jour est celle de Balint *et al.* [78]. Celle-ci repose sur des travaux antérieurs de ces mêmes auteurs et consiste à décrire l'évolution de rugosité aux interfaces couche de liaison/alumine et alumine/zircone yttrée [80]. Pour cela, les auteurs prennent en compte le comportement de la couche céramique réfractaire et celui de la couche de liaison par des lois puissance de fluage à partir de 600 °C. La couche d'alumine est alors décrite par un comportement purement élastique jusqu'à 1150 °C et élastique parfaitement plastique au-dessus. Chaque couche⁽ⁱ⁾ est décrite, selon le modèle de loi choisi, par son épaisseur $h^{(i)}$, son module d'Young $\mathcal{E}^{(i)}$, son coefficient de Poisson $\nu^{(i)}$, son coefficient d'érouissage $n^{(i)}$ et son coefficient de dilatation thermique $\alpha^{(i)}$, son énergie d'activation du phénomène de fluage $Q^{(i)}$ (**Figure 39**). L'alumine est supposée alors avoir une ondulation initiale d'amplitude δ_0 et de longueur d'onde ℓ . Les propriétés de la couche de liaison et celles de la couche céramique réfractaire (YPSZ) sont supposées isotropes.

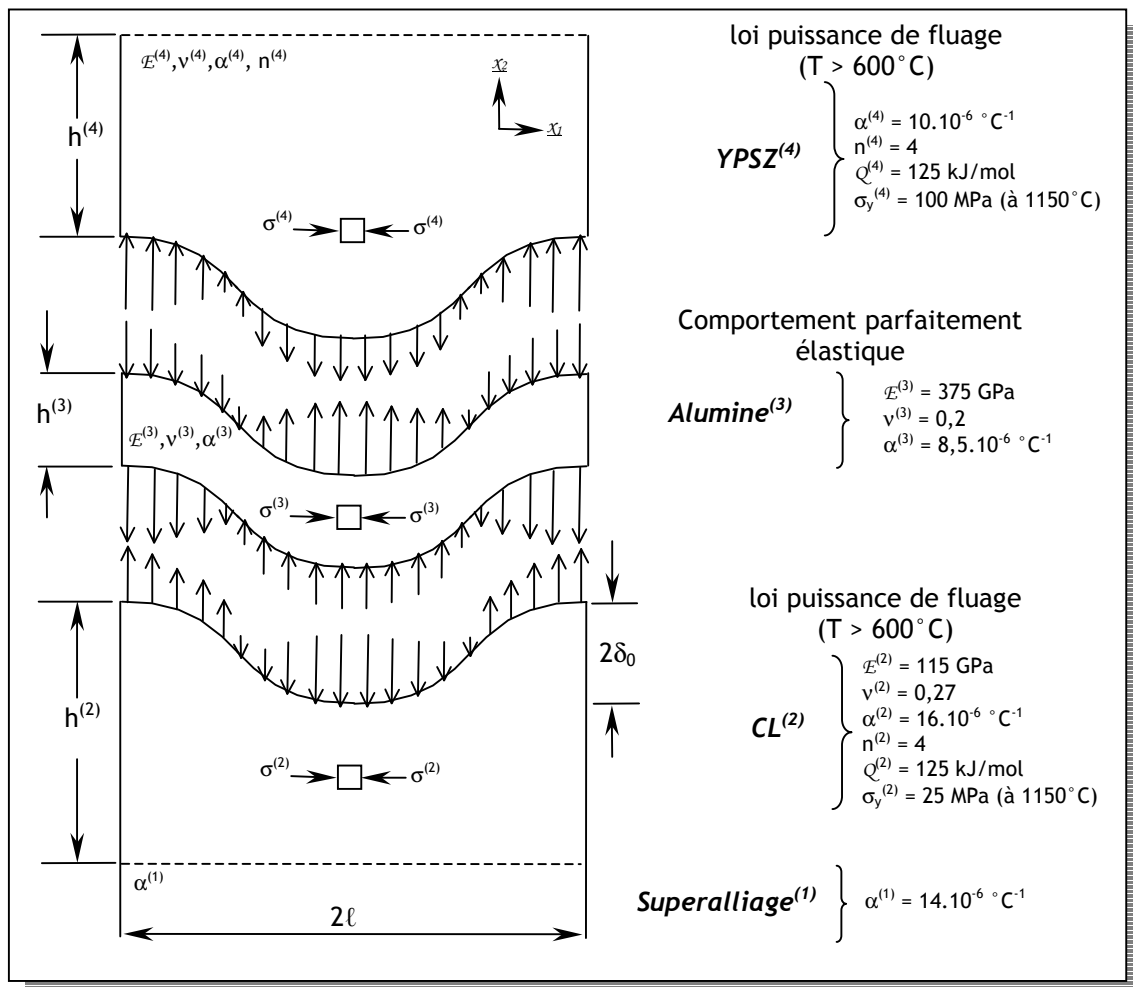


Figure 39 : Système Barrière Thermique schématique à quatre couches utilisé classiquement pour l'analyse analytique (d'après [78]).

L'approche consiste alors à découpler les différentes couches et à modéliser séparément chacune d'elle afin de satisfaire les équations d'équilibre de chaque couche constitutive du système. La relation d'équilibre de la couche de liaison s'écrit :

$$\text{Équation 9} \quad \dot{\sigma}^{(2)} = \frac{E^{(2)}}{1-\nu^{(2)}} \left[-\frac{\dot{\epsilon}_0^{(2)}}{2} \left(\frac{\sigma^{(2)}}{\sigma_y^{(2)}} \right)^{n^{(2)}} e^{(-T_{\mathcal{R}}^{(2)}/T)} + \text{sign}(\sigma_{11}^{(2)}) (\alpha^{(1)} - \alpha^{(2)}) \dot{T} \right]$$

avec $T_{\mathcal{R}}^{(2)} = Q^{(2)}/\mathcal{R}$, et la contrainte biaxiale $\sigma^{(2)}$ peut se décomposer en son amplitude $|\sigma_{11}^{(2)}| = |\sigma_{33}^{(2)}|$ et son signe $\text{sign}(\sigma_{11}^{(2)})$. A noter que cette relation d'équilibre s'écrit aussi pour la couche céramique YPSZ en respectant les indices respectifs des matériaux.

L'équation d'équilibre de la couche d'alumine tient compte de l'évolution de rugosité de l'interface δ . Cette équation s'écrit :

$$\text{Équation 10} \quad \dot{\sigma}^{(2)} = \text{sign}(\sigma_{11}^{(3)}) \left[\frac{E^{(3)}}{1-\nu^{(3)^2}} \left(\frac{\pi^2(\delta_0 + \delta)\dot{\delta}}{\ell^2} - \dot{\epsilon}_G \right) + \frac{E^{(3)}}{1-\nu^{(3)}} (\alpha^{(2)} - \alpha^{(3)}) \dot{T} \right]$$

avec $\dot{\epsilon}_G = \frac{k_p}{2.d.h^{(3)}}$ (où k_p est la constante parabolique de croissance de l'oxyde et d une constante choisie de telle sorte que 5% des déformations de croissance se produisent après 100 h à 1150°C.)

L'unique condition de compatibilité de ce modèle est que les vitesses de croissance de l'ondulation aux interfaces soient identiques : $\dot{\delta}^{(2)} = \dot{\delta}^{(3)} = \dot{\delta}^{(4)}$.

La résolution de ce système d'équation permet de décrire l'évolution de la rugosité interfaciale, et en particulier au niveau de l'interface *CL/Alumine* :

$$\text{Équation 11} \quad \dot{\delta}^{(2)} = \ell \dot{\epsilon}_r^{(2)} e^{(-T_{\mathcal{R}}^{(2)}/T)} \left(\frac{p^{(2)}}{\sigma_y^{(2)}} \right) \left[a(n^{(2)}) \left(\frac{\sigma^{(2)}}{\sigma_y^{(2)}} \right)^{n^{(2)}-1} + b(n^{(2)}) \left(\frac{p^{(2)}}{\sigma_y^{(2)}} \right)^{n^{(2)}-1} \right]$$

avec $p^{(2)}$ la traction normale au niveau de l'interface, $a(n^{(2)})$ et $b(n^{(2)})$ deux coefficients adimensionnels définis respectivement par les conditions $p^{(2)}/\sigma^{(2)} < 1$ et $\text{limit } \sigma^{(2)} = 0$.

Le point important à noter est que cette relation tient compte de la température T et de la résistance au fluage de la couche de liaison $n^{(2)}$. Par ailleurs cette approche permet de prendre en compte les effets conjugués de l'histoire thermique du système (T_{max} , temps de maintien, vitesse de chauffe et de refroidissement), des changements d'amplitude et de fréquence de la rugosité interfaciale, ainsi que le rôle des transformations de phases de la couche de liaison, de l'épaisseur de la couche d'oxyde. Balint *et al.* ont appliqué leur modèle à plusieurs cas d'étude pour estimer l'évolution de la rugosité interfaciale (**Figure 40**).

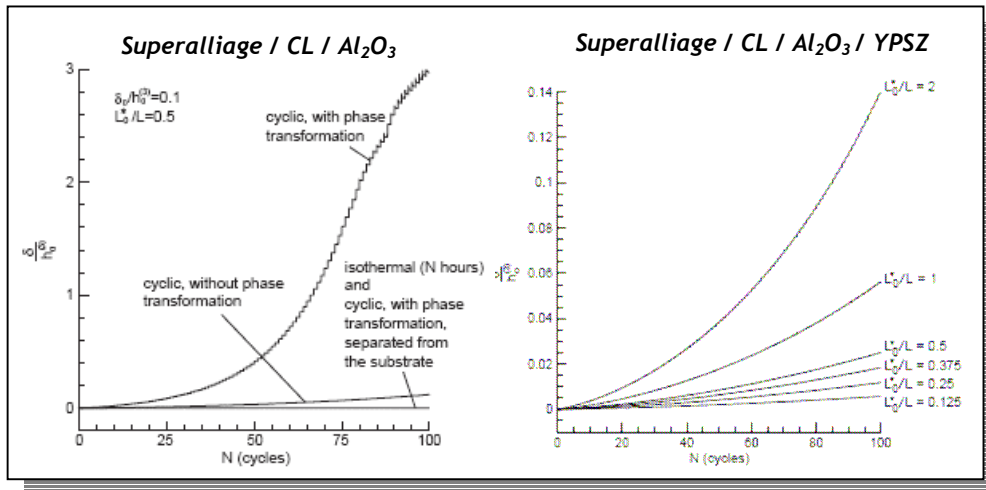


Figure 40 : Exemples de résultat de calculs analytiques de l'évolution de la rugosité interfaciale (d'après [78,81]).

Si le modèle analytique semble efficace à première vue pour décrire et estimer l'évolution de la rugosité interfaciale, celui-ci ne permet pas de prédire la durée de vie du système car aucun critère d'endommagement n'est associé à ce modèle. Par ailleurs, ce modèle ne tient pas compte de l'évolution des propriétés mécaniques du système, en particulier celles de la couche de liaison en fonction de l'histoire thermique, ce qui limite son utilisation et limite la représentativité des résultats énoncés.

1.3.3. L'approche numérique

Les références de travaux menés cette dernière décennie sur le sujet sont nombreuses [82, 83, 84]. Notre choix s'est orienté vers la présentation d'un exemple utilisant ce type d'approche pour en illustrer toutes les possibilités.

L'analyse numérique de calcul par éléments finis de Caliez pour évaluer le champ de contrainte responsable de l'écaillage de la barrière thermique EBPVD pose l'ensemble des bases nécessaires pour une telle approche [85]. Pour son analyse, Caliez utilise un formalisme de loi de comportement elasto-viscoplastique pour décrire le comportement mécanique de la couche de liaison. La vitesse de déformation en fluage $\dot{\epsilon}_p$ de ce formalisme s'écrit :

Équation 12

$$\dot{\epsilon}_p = \left(\frac{\left\| \sigma - \sum_i X_i \right\| - R_0}{K} \right)^n$$

avec σ la contrainte, X_i les écrouissages cinématiques, R_0 la limite d'élasticité, K et n deux paramètres matériaux reliés à la contrainte visqueuse par $\sigma_v = K\epsilon_p^n$.

Dans cette analyse, Caliez choisit de considérer l'écroûssage de la couche de liaison comme étant la somme de deux écroûssages cinématiques non-linéaire - $X_1 = \frac{C_1}{D_1} (1 - e^{(-D_1 \cdot \varepsilon_p)})$ - et linéaire -

$X_2 = C_2 \cdot \varepsilon_p$. Le manque de données du comportement mécanique des alliages (Ni,Pt)Al massifs ou en couche de liaison de barrière thermique, a poussé les auteurs à identifier les paramètres de cette loi (C_1 , D_1 et C_2) à partir de données du comportement d'alliage de fonderie NiAl extraites de la littérature. Ce formalisme correspond à celui que nous avons aussi choisi dans notre étude. De plus, les comportements des deux couches d'oxyde sont supposés isotropes et parfaitement élastiques.

Caliez a couplé à son calcul numérique un modèle de diffusion pour reproduire la croissance de la couche d'alumine interfaciale. Pour cela, une cellule unitaire représentative de la microstructure locale du système barrière thermique est utilisée pour calculer le champ de contraintes à l'interface couche de liaison/alumine et à l'interface zircon/aluimine. Le champ de contraintes dépend de la rugosité initiale de l'interface, du temps d'oxydation et des contraintes de croissance de la couche d'alumine. Le modèle numérique prend en charge un traitement thermique d'oxydation uniforme à 1100°C suivi d'un refroidissement à température ambiante. La **Figure 41** représente le champ de contraintes normales (σ_{11}) et la croissance de la couche d'alumine pour une rugosité interfaciale initiale donnée pour trois temps d'oxydation de 10, 100 et 500 h.

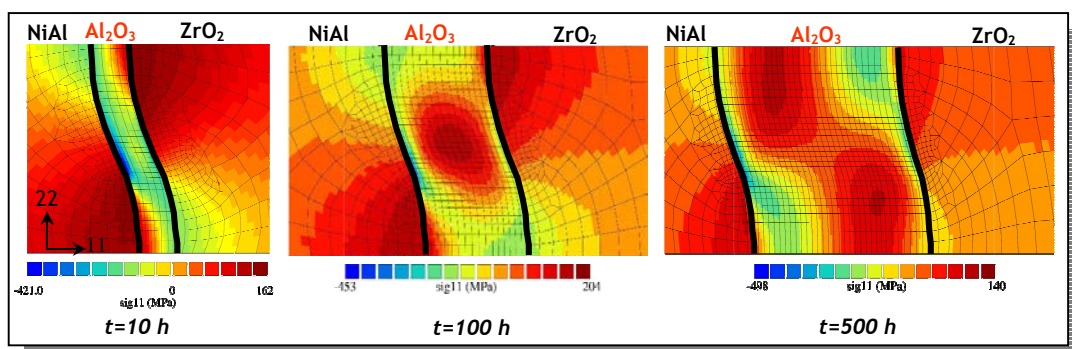


Figure 41 : Champ de contraintes et croissance de la couche d'alumine (d'après [74]).

Il est intéressant de remarquer que les valeurs maximales de la contrainte normale sont obtenues aux sommets de l'interface couche de liaison/alumine et dans les vallées à l'interface zircon/aluimine et reste en accord avec les lieux d'apparition de fissure aux interfaces. L'approche numérique présente l'avantage majeur d'introduire un critère d'endommagement permettant de prédire la durée de vie du système étudié. Dans une étude complémentaire Caliez propose une démarche prenant en compte un tel critère dans son calcul numérique [86]. Ce critère prend en compte l'énergie d'adhérence en mode I (G_{1c}) des couches de liaison et d'alumine, et les composantes normales et tangentielles de la contrainte de traction à cette interface. L'application

de ce modèle complet permet de mettre en évidence l'endommagement du système aux sommets des ondulations de l'interface (*Figure 42*).

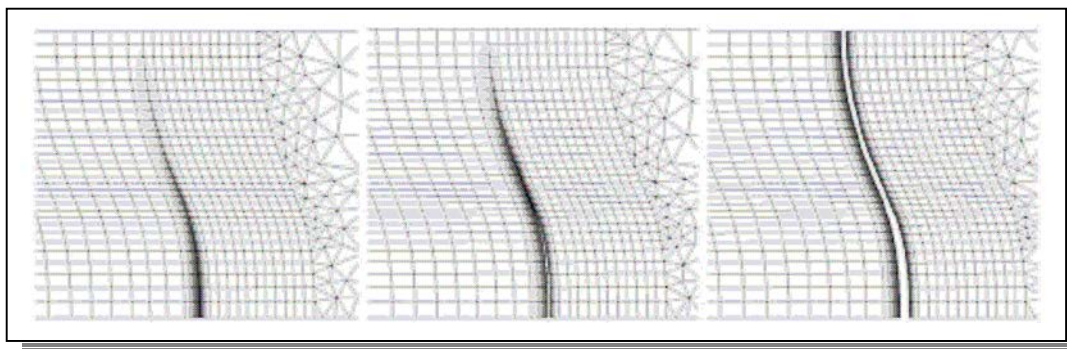


Figure 42 : Prise en compte d'un critère d'endommagement dans l'approche numérique et mise en évidence d'une rupture de l'interface métal/oxyde aux sommets des ondulations (d'après [86]).

Ces études comportent néanmoins quelques limites. La loi de comportement élasto-viscoplastique de la couche de liaison utilisée dans ce modèle numérique a été déduite du comportement en température d'alliages massifs binaires NiAl. Elle ne prend donc pas en compte les évolutions métallurgiques et microstructurales des couches.

Le mérite de ces études est de pouvoir dégager des tendances, identifier des phénomènes mais pour aller plus avant, il est nécessaire d'y introduire des lois de comportement plus complètes et plus représentatives. Des analyses récentes vont dans ce sens avec par exemple la prise en compte du frittage et l'anisotropie de la couche céramique *EBPVD* [87,75].

1.3.4. Conclusion

On notera qu'indépendamment de l'approche employée, toutes ces études s'appuient sur un faible nombre de données pour décrire le comportement mécanique de la couche de liaison et calculer ainsi le champ de contraintes du système barrière thermique. Bien qu'enrichies récemment par de nouvelles données du comportement élasto-viscoplastique de la couche de liaison [76, 77], ces données sont encore trop peu nombreuses et manquent généralement de représentativité vis-à-vis du système réel.

1.4. Propriétés des couches de liaison de barrières thermiques : méthodes utilisées

Il serait fastidieux et onéreux, avec de possibles problèmes de représentativité, de caractériser sous forme d'éprouvettes massives le matériau constitutif de la couche de liaison, étant donné que sa composition et sa microstructure évoluent à haute température. Quelques groupes ont développé des méthodes pour caractériser in situ le comportement mécanique de couches de liaison.

I.4.1. Des moyens d'essais spécifiques aux dimensions du système

Pour caractériser le comportement mécanique en fonction de la température d'une couche de liaison (Ni,Pt)Al du système barrière thermique, seules deux méthodes à notre connaissance ont été mises au point et ont permis d'apporter quelques résultats satisfaisants.

La première consiste à réaliser des essais sur des microéprouvettes de traction prélevées au sein même des couches de liaison avec toutes les difficultés expérimentales inhérentes [76]. Pan *et al.* ont ainsi déterminé la loi de fluage jusqu'à 1150°C pour deux compositions de couches, l'une brute d'élaboration et l'autre, vieillie par cyclage thermique. La préparation de tels échantillons et la réalisation des essais micromécaniques sont très délicates. La **Figure 43** représente une microéprouvette de traction : le défi technologique est d'usiner une éprouvette dont l'épaisseur est de l'ordre de 50 μm , dans un matériau qui peut être fragile, notamment après vieillissement (mélanges de phases β - γ' , phase martensitique). Des tests de traction et de fluage jusqu'à 1150°C sont ensuite réalisés sur ces microéprouvettes pour déterminer l'évolution des propriétés élasto-viscoplastiques de la couche de liaison en fonction de l'histoire thermique de l'échantillon.

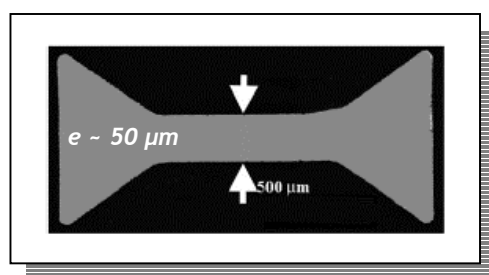


Figure 43 : Observation au microscope optique d'une microéprouvette de traction (d'après [76]).

Plus récemment, Taylor *et al.* [77] ont caractérisé le comportement en fluage d'une couche de liaison (Ni,Pt)Al à partir de la réponse mécanique d'un échantillon multicouche dont un cliché MEB et une vue schématique sont représentés dans la **Figure 44**. Supposant bien connu le comportement en fluage du superalliage, les auteurs ont proposé une méthode de "déconvolution" du comportement en fluage de la couche de liaison à partir de la réponse globale du multicouche. Cette méthode nécessite l'utilisation d'un substrat qui ne soit pas trop résistant, ce qui peut poser un problème de représentativité; en effet la composition et la microstructure diffèrent de celles mises en évidence dans une couche de liaison réelle.

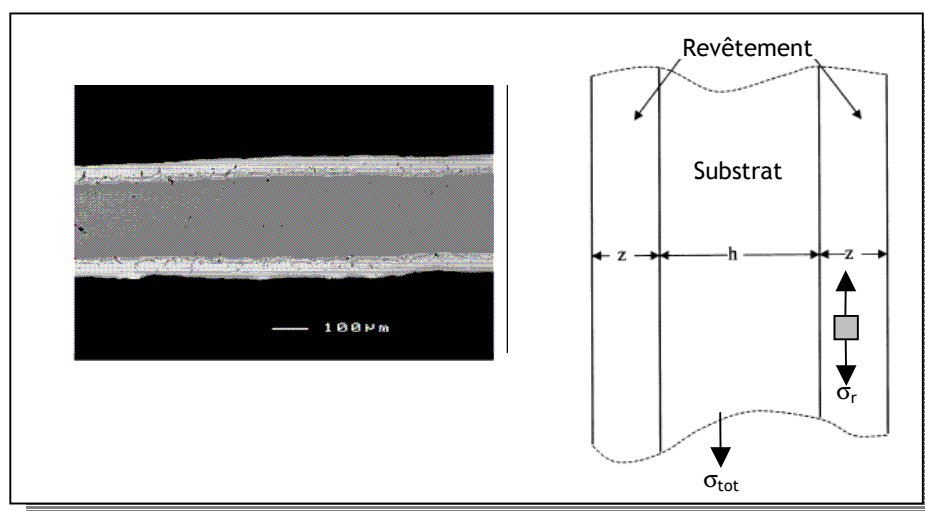


Figure 44 : Cliché MEB (à gauche) et vue schématique (à droite) d'une éprouvette multicouche pour les expériences de fluage (d'après [77]).

Par cette méthode, il est alors possible de caractériser la réponse en fluage de la contrainte exercée sur le revêtement σ_r à partir de la réponse totale :

Équation 13

$$\sigma_r = \frac{1}{2z} \left\{ \sigma_{tot} (h + 2z) - h \left(\frac{\dot{\epsilon}}{Ae^{\left(\frac{-Q}{RT}\right)}} \right) \right\}^{1/n}$$

Une hypothèse forte de cette méthode est que les différentes couches constitutives de l'échantillon restent adhérentes pendant la déformation de l'échantillon, elle-même supposée uniforme (i.e. $\dot{\epsilon}_r = \dot{\epsilon}_s = \dot{\epsilon}_{tot}$).

Ainsi, à une température T de test, il est possible de déterminer les propriétés de fluage du revêtement (l'énergie d'activation Q des phénomènes de fluage et l'exposant de contrainte n), connaissant les caractéristiques géométriques de l'échantillon (épaisseur totale du revêtement ($2z$), celle du substrat (h)), la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$, et la contrainte de traction en fluage σ_{tot} appliquée à l'échantillon. R est la constante des gaz parfait et A une constante d'ajustement.

On peut citer, à titre prospectif, l'usinage de micropiliers de compression (**Figure 45**) par le groupe de Pollock, réalisé au sein même de la couche de liaison. A notre connaissance, Cette technique originale n'a pas encore fait l'objet de publication sur couche de liaison de BT.

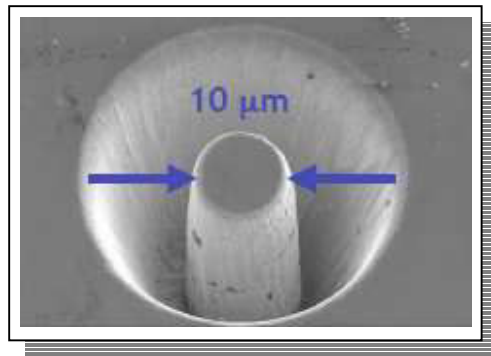


Figure 45 : Micropilier de compression (d'après []).

1.4.2. Propriétés mécaniques des couches de liaison déterminées par ces méthodes

Les méthodes de Pan *et al.* et Taylor *et al.* décrites précédemment sont, à l'heure actuelle, les deux seules méthodes ayant servi à caractériser le comportement élasto-viscoplastique des couches de liaison.

Pan *et al.* ont testé deux types de couche de liaison : la première, brute d'élaboration, a une composition de $(\text{Ni}_{37}\text{Pt}_{12})\text{Al}_{44}$ (+ 7 %at. de Cr, Co, Ta, Re, et W). La deuxième correspond à une couche de liaison vieillie thermiquement dont la composition est $(\text{Ni}_{45}\text{Pt}_8)\text{Al}_{37}$ (+ 10 %at. de Cr, Co, Ta, Re, et W). La *Figure 46* rassemble les résultats de module de Young, de limite d'élasticité et d'exposant de contrainte obtenus par ces auteurs en fonction de la température pour ces deux systèmes.

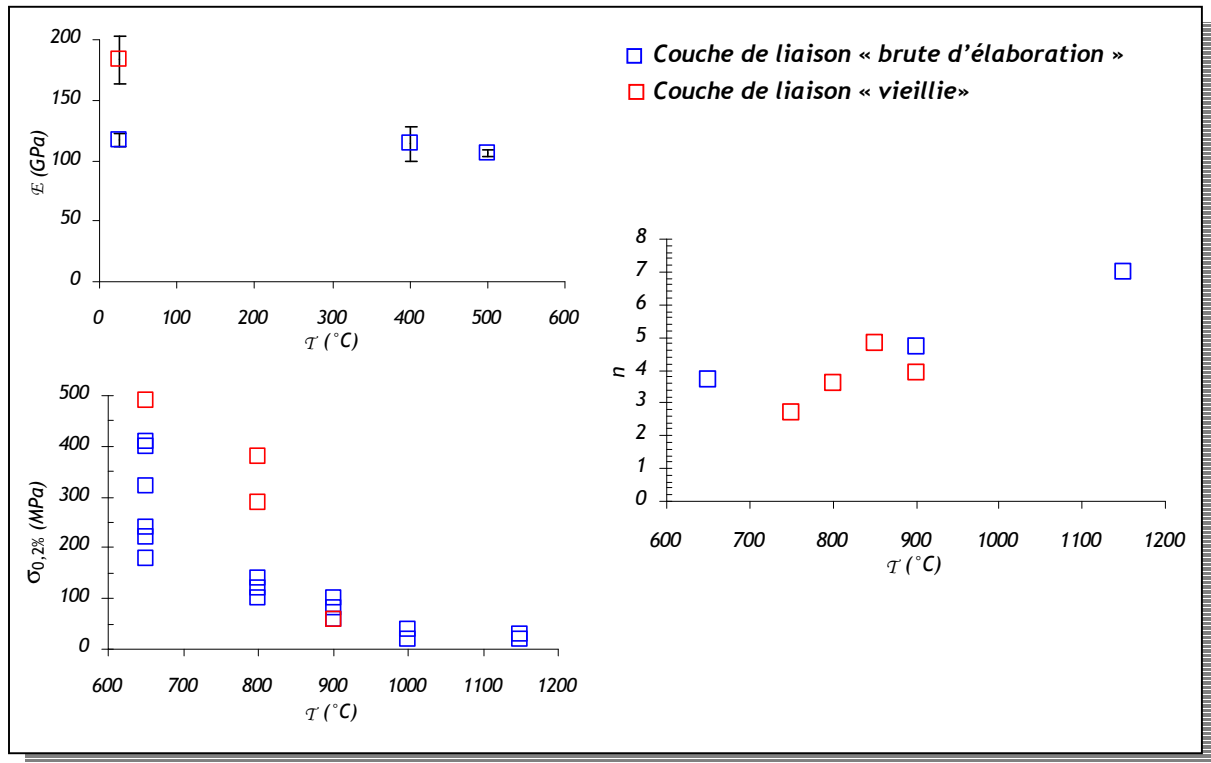


Figure 46 : Evolution du module d'Young E , de la limite d'élasticité $\sigma_{0,2\%}$ et de l'exposant de contrainte n en fonction de la température de deux couches de liaison brute d'élaboration et vieillie (d'après [76]).

Les auteurs décrivent la décroissance du module d'Young de la couche de liaison brute d'élaboration en fonction de la température par la relation suivante :

Equation 14
$$E_{CL}^{brute} \text{ (GPa)} = 118 - 0,024 \cdot T \text{ (}^\circ\text{C)}$$

Au-delà de 600 °C, les auteurs n'ont pas pu déterminer de modules d'élasticité de cette couche car les phénomènes visqueux dominant. Pour la couche de liaison vieillie, dont le module d'Young est plus grand à température ambiante, aucun résultat n'a pu être obtenu en fonction de la température car le matériau est trop fragile. C'est aussi pour cette raison que ces auteurs n'ont pu fournir des résultats de limite d'élasticité qu'à partir de 650 °C, température à laquelle le matériau est plus ductile.

Le point important de leur étude est la caractérisation du comportement en fluage de ces couches de liaison, avec des vitesses de déformation en fluage de chacune des couches données par les relations suivantes :

Pour la couche de liaison brute d'élaboration

Equation 15
$$\dot{\epsilon} = 6,3 \cdot 10^{13} \left(\frac{\sigma}{E} \right)^4 \exp\left(\frac{-125000}{R \cdot T} \right)$$

et pour la couche de liaison vieillie

Équation 16
$$\text{Pour } T < 800^{\circ}\text{C} : \dot{\epsilon} = 7,5 \cdot 10^{20} \left(\frac{\sigma}{E} \right)^{2,7} \exp\left(\frac{-340000}{R \cdot T} \right)$$

Équation 17
$$\text{Pour } T > 800^{\circ}\text{C} : \dot{\epsilon} = 9,1 \cdot 10^{27} \left(\frac{\sigma}{E} \right)^4 \exp\left(\frac{-400000}{R \cdot T} \right)$$

Les propriétés en fluage d'une couche de liaison (Ni,Pt)Al ont aussi été étudiées dans une gamme de température de 800 à 1000°C par Taylor *et al.* On peut d'abord remarquer que la composition du revêtement testé comme couche de liaison ne semble pas homogène. En effet, les auteurs donnent une gamme de compositions pour le revêtement dont ils cherchent à déterminer les propriétés en fluage; celle-ci varie de 35 à 40 %at. en aluminium et de 8 à 11 %at. en platine.

Par ailleurs, la méthode de Taylor, par déconvolution de la réponse en fluage d'un système multicouches, montre que la résistance en fluage des couches de liaison est supérieure à celle observée par Pan *et al.* sur des systèmes similaires. Cette résistance élevée en fluage se traduit par une valeur élevée de l'énergie d'activation (~600 kJ/mol) et de grandes valeurs de l'exposant de contrainte (~6,8 et ~9,4 respectivement à 1 et 9 % de déformation). Ces valeurs élevées ont été attribuées à la formation de phases γ et de précipités α -Cr au sein de la couche de liaison. On notera que le substrat employé par Taylor *et al.* (Haynes 75) n'est pas tout à fait représentatif du système conventionnel barrière thermique. En particulier, celui-ci contient 3,5 %at. de fer (élément normalement absent de la composition chimique des superalliages base nickel). Le Tableau 7, qui rassemble les résultats obtenus par ces deux méthodes, met en évidence leurs disparités.

| Couche de liaison (%at.) | T (°C) | ϵ (%) | n | Q (kJ/mol) | |
|-------------------------------------------------------------------------|------------|----------------|-----|------------|------|
| (Ni ₅₂ Pt ₈)Al ₄₀ | 800 - 1100 | 1 | 6,8 | 616 | [77] |
| | | 3 | 8,9 | 684 | |
| | | 9 | 9,4 | 537 | |
| (Ni ₃₇ Pt ₁₂)Al ₄₄ (+ 7 Cr,Co,...) | 650 - 1150 | - | 4 | 125 | [76] |
| (Ni ₄₅ Pt ₈)Al ₃₇ (+ 10 Cr,Co,...) | < 800 | - | 2,7 | 340 | |
| | > 800 | - | 4 | 400 | |

Tableau 7 : Comparaison des propriétés en fluage des couches de liaison obtenues par Taylor et Pan.

1.4.3. Conclusion

Bien que ces méthodes ont pu apporter quelques éléments d'information concernant le comportement élasto-viscoplastique des couches de liaison brutes d'élaboration et vieilles, elles présentent néanmoins certaines limites : difficultés d'élaboration des échantillons, manque de représentativité comparé au système réel pour l'étude de Taylor et al.. Pour s'en affranchir, nous

avons exploré la microindentation instrumentée à haute température pour étudier le comportement mécanique de ces matériaux.

I.5. La microindentation : un moyen d'essai adapté aux matériaux de l'étude

I.5.1. Intérêt de la microindentation instrumentée

De façon générale, la microindentation instrumentée est maintenant couramment utilisée dans les laboratoires pour déterminer des propriétés mécaniques locales de matériaux. Etant une sonde micromécanique locale, elle permet entre autre de caractériser les revêtements et d'étudier par exemple l'influence du substrat sur les propriétés du film [88]. Elle permet par ailleurs de tester séparément chaque phase d'un matériau multiphasé ou de caractériser les contraintes d'interface fibre/matrice dans les systèmes composites à matrice céramique [89]. Un avantage majeur de cette technique est de pouvoir tester des matériaux nouveaux ou en cours de développement, souvent onéreux, et seulement disponibles en faible quantité.

De plus, cette technique ne nécessite qu'une préparation élémentaire des échantillons à tester : une surface plane d'un échantillon de géométrie simple (parallélépipède) et un polissage métallographique suffisent. Ceci est à comparer par exemple avec l'élaboration délicate des microéprouvettes de traction de Pan *et al* [76].

Dans son principe, la microindentation instrumentée consiste à appliquer à la surface d'un matériau une pointe d'un matériau dur et de mesurer en continu la pénétration de la pointe (communément appelé indenteur) en fonction de la force appliquée pendant un cycle charge - décharge. La géométrie et la nature de la pointe peuvent être très diverses : billes d'aciers, indenteurs pyramidaux en diamant, en alumine ou en carbure, les combinaisons sont nombreuses. La *Figure 47* représente une courbe réponse force-pénétration obtenue à température ambiante sur un échantillon de superalliage *AM1 <001>* avec un indenteur Vickers (pyramide à base carrée) en diamant. On met ainsi en évidence la forme parabolique de la courbe de chargement (caractérisée par sa courbure *C*), la profondeur d'indentation maximale f_{max} atteinte pour $F = F_{max}$, la profondeur d'indentation résiduelle lors du déchargement et les énergies mises en jeu lors de l'essai d'indentation (\mathcal{W}_{tot} l'énergie totale et \mathcal{W}_e l'énergie restituée au déchargement).

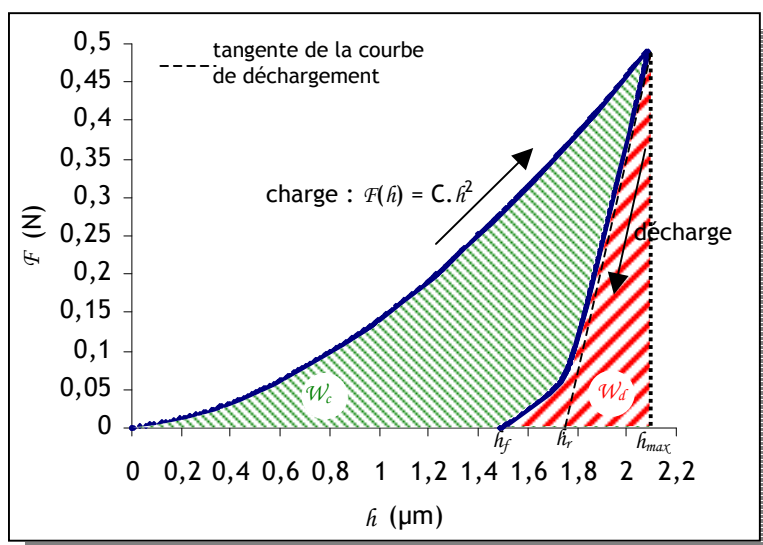


Figure 47 : Courbe réponse force - pénétration d'indentation instrumentée obtenue à température ambiante sur un échantillon de superalliage AM1 <001> avec un indenteur Vickers en diamant.

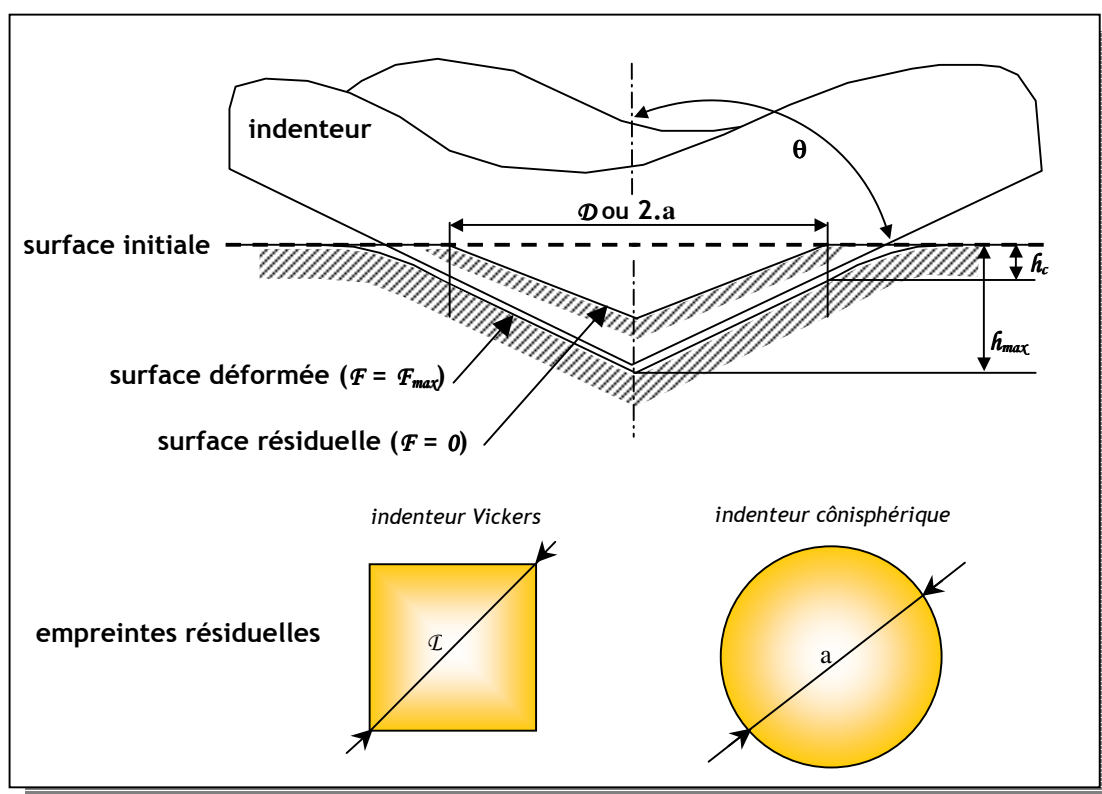


Figure 48 : Représentation schématique d'une vue en coupe du test d'indentation Vickers et représentation d'empreintes résiduelles d'indentation dans le cas d'indenteurs Vickers et conique.

L'analyse du résultat du test de microindentation instrumentée, en particulier de la courbe réponse force - pénétration, mais aussi de l'empreinte résiduelle d'indentation à la surface du matériau

(Figure 48), permet de déterminer plusieurs propriétés mécaniques du matériau testé - dureté, module d'élasticité d'indentation, limite d'élasticité.

1.5.2. Modèle d'analyse des résultats de microindentation instrumentée

1.5.2.1. La dureté

Il existe différentes façons de caractériser la dureté et certaines méthodes ont fait l'objet de normes [90]. Il faut garder présent à l'esprit que la dureté présente un caractère extrinsèque et qu'elle dépend couramment de la géométrie et du matériau de l'indenteur, ainsi que de la force appliquée.

D'une manière générale, un essai de dureté consiste à créer une empreinte sur une pièce par un pénétrateur soumis à une force déterminée. La dureté Martens, ou plus couramment nommée microdureté, se définit comme le rapport de la force F exercée sur le matériau par l'indenteur et de la surface réelle de contact S de l'indenteur sur le matériau.

Équation 18

$$H = \frac{F}{S}$$

Compte tenu des dimensions de ces grandeurs (F en N et S en m^2), la microdureté est homogène à une contrainte et sera exprimée comme tel. La norme ISO préconise cette pratique et propose même d'exprimer les valeurs de microdureté en MPa.

L'aire réelle de contact S est reliée aux dimensions de l'empreinte rémanente et aux dimensions géométriques de l'indenteur.

1.5.2.2. Le module d'élasticité par indentation

Les études de Jonhson du problème d'indentation à température ambiante ont montré que durant le stade initial de déchargement, le comportement du matériau pouvait être considéré en général comme purement élastique - l'aire de contact est supposée restée constante durant la décharge. Dans ce cas, et par cette unique hypothèse, la solution analytique du problème purement élastique de contact sphère/plan déterminée par Hill puis analysée par Sneddon dans le cas de l'indentation Vickers [91] permet de relier le module d'élasticité réduit d'indentation E^* à la pente initiale de la courbe de déchargement.

Équation 19

$$E^* = \frac{\sqrt{\pi} \cdot K_d}{2 \cdot c^* \cdot \sqrt{A_c}}$$

où $\mathcal{K}_d = \left. \frac{\partial \mathcal{F}}{\partial h} \right|_{h=h_{\max}}$ est la pente initiale de la courbe de décharge, \mathcal{A}_c la projection de l'aire de contact sur le plan de la surface initiale du matériau, et c^* un paramètre tenant compte de la géométrie de l'indenteur [92]. De récentes études de Fischer-Cripps rassemblent les différentes valeurs que peut prendre ce facteur [93]. Dans le cas d'un indenteur de type Vickers, il est recommandé de prendre $c^* = 1,2105$.

On peut alors faire le lien entre le module d'élasticité réduit \mathcal{E}^* et le module d'élasticité d'indentation du matériau noté \mathcal{M} :

$$\text{Équation 20} \quad \frac{1}{\mathcal{E}^*} = \frac{(1 - \nu^2)}{\mathcal{M}} + \frac{(1 - \nu_{ind}^2)}{\mathcal{E}_{ind}}$$

où ν_{ind} et \mathcal{E}_{ind} sont respectivement le coefficient de Poisson et le module d'Young de l'indenteur. S'il s'agit d'un indenteur diamant, on pourra alors prendre comme $\nu_{ind} = 0,07$ et $\mathcal{E}_{ind} = 1140$ GPa.

L'essentiel du problème revient maintenant à définir convenablement l'aire de contact projetée et la pente initiale de la courbe de déchargement. Pour un indenteur Vickers, la projection de l'aire de contact s'écrit :

$$\text{Équation 21} \quad \mathcal{A}_c = 24,50 \cdot h_c^2 + \sum_i a_i h_c^{1/i}$$

avec h_c la profondeur de contact indenteur/matériau (les termes $h_c^{1/i}$ peuvent être négligés). De plus, la profondeur de contact est reliée à la profondeur d'indentation maximale h_{\max} par la relation suivante :

$$\text{Équation 22} \quad h_c = h_{\max} - \varpi \cdot (h_{\max} - h_r)$$

avec ϖ un paramètre tenant compte de la géométrie de l'indenteur ($\varpi = 0,75$ dans le cas d'un indenteur Vickers)

Les bases théoriques de la méthode de détermination de la profondeur de contact ont été posées par Oliver et Pharr [94] : h_r est dérivé de la courbe réponse force-pénétration. Cette profondeur est définie comme l'intersection de la tangente de la courbe de déchargement à \mathcal{F}_{\max} et l'axe des abscisses (**Figure 47**).

Deux méthodes sont couramment utilisées pour déterminer h_r . Ces méthodes diffèrent l'une de l'autre par la façon de décrire la courbe de déchargement. En première approximation, on peut supposer que la courbe de décharge est linéaire dans les premiers instants [95]:

Équation 23

$$F_{\text{décharge}} := F(h) = \mathcal{K}_d \cdot h + b$$

En fait, les premières simulations par éléments finis [96] et des études expérimentales [94] ont montré que la surface de contact évolue dès le début de la décharge pour des comportements de matériaux très variés et que la décharge est donc immédiatement non-linéaire. La forme linéaire proposée par Loubet *et al.* et ses variantes proposées par Dorner et Nix [97] sont donc écartés au profit de la deuxième méthode.

Cette deuxième méthode est celle de Oliver et Pharr [94], succédant à Loubet *et al.* [98], pour qui le début de la courbe de décharge n'est pas linéaire mais peut être décrit par une loi puissance du type :

Équation 24

$$F_{\text{décharge}} := F(h) = K \cdot (h + h_f)^m$$

avec h_f la profondeur d'indentation résiduelle ($F = 0$), K et m deux constantes.

La pente initiale de la courbe de décharge est déterminée par dérivation de l'expression d'ajustement (Équation 24) pour $F = F_{\text{max}}$.

1.5.2.3. Caractérisation du comportement plastique par indentation

La dureté, telle qu'elle est définie à température ambiante, est classiquement associée à la déformation plastique du matériau. Historiquement, Tabor fut le premier à mettre en place une relation de proportionnalité empirique entre la dureté et la limite d'élasticité de traction uniaxiale [99, 100]. Cette relation s'écrit :

Équation 25

$$\sigma_y = \frac{H}{3}$$

Cependant cette relation n'est valable que dans le cas de matériaux non écrouissables. Dans le cas plus réaliste des matériaux écrouissables - tel est le cas des aluminiums de nickel de cette étude - Felder reprend une étude de Larson montrant qu'en prenant une loi d'écrouissage de type Hollomon (loi puissance), la limite d'élasticité reste liée à la dureté, mais corrige l'expression de Tabor par la relation suivante [101]:

Équation 26

$$\sigma_y = \frac{H}{2,8 \cdot (1,5)^n}$$

avec n le coefficient d'écrouissage du matériau de l'étude.

Les propriétés élasto-plastiques du matériau peuvent aussi être déterminées en couplant les courbes réponse force - pénétration expérimentales et les résultats obtenus numériquement par simulation de l'essai par éléments finis. Le but est alors de minimiser l'écart entre les courbes expérimentales et celles obtenues numériquement. Cette approche inverse par éléments finis nécessite un grand nombre de simulations essai-erreur et un temps de calcul long.

Des approches ont été proposées récemment pour résoudre le problème inverse d'indentation à température ambiante pour déterminer les paramètres d'une loi de comportement élastoplastique du matériau à partir d'essais d'indentation instrumentée. Dans ces approches la loi de comportement couramment utilisée est une loi à écrouissage isotrope de type Ludwig-Nadai exprimée en fonction de la déformation plastique :

Équation 27

$$\sigma = \sigma_y \left(1 + \frac{E}{\sigma_y} \varepsilon_p \right)^m$$

avec σ_y la limite d'élasticité, E le module d'Young, ε_p la déformation plastique et n le coefficient d'écrouissage. Une représentation de cette loi est donnée à la **Figure 49**, avec $\sigma_y = 150$ MPa, $E = 200$ GPa et $m = 0,3$. Ces paramètres sont ceux de l'alliage binaire $Ni_{50}Al_{50}$ déterminés par Wasilewski *et al.* [49] et reportés par Miracle [24] dans son article de revue. A noter que l'exposant de contrainte varie de 0,3 à température ambiante à 0,15 à 400° C.

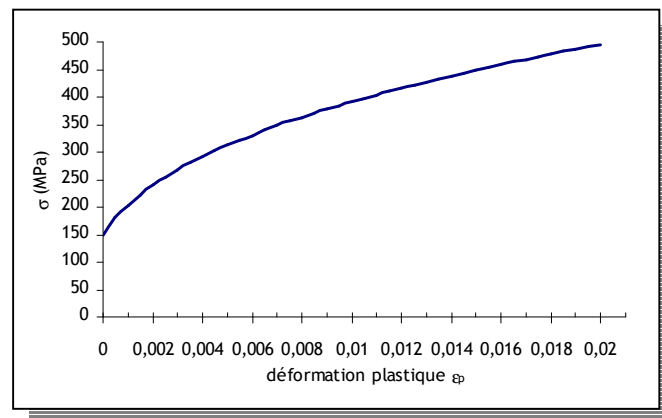


Figure 49 : Représentation du comportement mécanique de l'alliage binaire $Ni_{50}Al_{50}$ par une loi de type Ludwig-Nadai.

L'idée alors avancée par Dao *et al.* [102] dans le cas d'un indenteur pyramidal et plus récemment par Cao *et al.* [103] pour une pointe sphérique a été d'introduire des fonctions issues de l'analyse dimensionnelle (théorème de Π -Buckingham) reliant les caractéristiques géométriques de l'indenteur et les paramètres expérimentaux (C , K_d , F_{max} , \hat{h}_{max} , \hat{h}_r , \mathcal{W}_e et \mathcal{W}_{tot}) à la dureté \mathcal{H} et aux paramètres de cette loi d'écrouissage (E , σ_y , n) caractéristiques des propriétés élasto-plastiques du matériau. Ces relations ont ainsi permis une simplification de l'analyse inverse du problème. Si ces

approches semblent concluantes sur des matériaux faiblement écrouissables tel que l'aluminium, leur efficacité reste encore à démontrer pour des matériaux fortement écrouissables.

Une méthode plus récente mise en place par Sakai [104] permet de déterminer simultanément le module d'indentation et la dureté, reliés respectivement à l'élasticité et à la plasticité du matériau testé. Cette méthode, basée sur une approche analytique du problème d'indentation, permet de s'affranchir des erreurs de détermination de la pente initiale à la courbe de déchargement et de la détermination de la projection de l'aire de contact.

1.5.2.4. L'indentation instrumentée à haute température

a. Caractérisation des propriétés élastiques

Les techniques de microindentation instrumentée ont été généralement développées pour mener des expériences à température ambiante. Mais il peut être intéressant d'explorer par cette technique les propriétés mécaniques locales à haute température.

Il semble toutefois délicat d'estimer le module d'Young à haute température en raison d'effets visqueux qui perturbent l'analyse des essais. Ceci est également vrai pour des essais de microtraction simples [76].

Récemment, la technique de microindentation instrumentée à haute température a été utilisée par plusieurs équipes pour déterminer des modules d'élasticité. On peut citer les mesures de modules d'élasticité jusqu'à 800°C sur un superalliage base nickel (CMSX-4) au moyen d'un microindenteur développé par un groupe japonais [105].

A l'instar de Tagaki *et al.* le module d'élasticité est calculé via la détermination de la souplesse totale du système mécanique, C [105]. Celle-ci peut s'exprimer comme étant la somme de la souplesse du dispositif d'indentation C_m et de la souplesse de contact C_s entre l'indenteur et le matériau. On notera que $C_s = 1/\mathcal{K}_d$. A partir de l'Équation 19, on peut alors écrire :

Équation 28

$$C = C_m + C_s = C_m + \frac{1}{2.c^* \cdot \mathcal{E}^*} \cdot \sqrt{\frac{\pi}{\mathcal{A}_c}}$$

Le module réduit d'indentation \mathcal{E}^* et le module d'élasticité \mathcal{M} du matériau testé sont reliés par l'Équation 20.

On suppose qu'à haute température il n'est pas nécessaire de tenir compte du rayon de courbure lié au défaut de la pointe d'indentation car la profondeur de contact est largement supérieure à ce défaut. Dans ce cas l'expression de la projection de l'aire de contact devient :

Équation 29
$$\mathcal{A}_c = \pi \cdot [h_{\max} - C_m \cdot F_{\max} - \varpi \cdot (C - C_m) F_{\max}]^2 \tan^2 \theta$$

avec θ le demi-angle au sommet de l'indenteur et ϖ un paramètre dépendant de la géométrie de l'indenteur.

En combinant l'Équation 28 à l'Équation 29 et en prenant la relation entre le module réduit et le module d'élasticité d'indentation (Équation 20), on parvient à l'expression du module d'élasticité d'indentation à haute température :

Équation 30
$$\mathcal{M} = \frac{1 - \nu^2}{2 \cdot c \cdot (C - C_m) \cdot [h_{\max} - C_m \cdot F_{\max} - \varpi \cdot (C - C_m) F_{\max}] \tan \theta - \frac{1 - \nu_{ind}^2}{E_{ind}}}$$

Généralement, les méthodes d'analyse inverse du problème d'indentation à haute température s'affranchissent de ce problème en fixant par avance l'évolution du module d'élasticité avec la température en considérant des ajustements empiriques proposés dans la littérature au-delà de 500°C.

b. Caractérisation des propriétés plastiques

Dans les années 70, Yu et Li ont caractérisé avec un poinçon plat la plasticité à haute température de monocristaux de LiF [106] à partir d'essai de dureté. Ces auteurs ont montré que les résultats obtenus étaient équivalents à ceux obtenus par des essais conventionnels.

Peu de références existent quant à la détermination des propriétés plastiques en fonction de la température. Une étude de Jayaraman *et al.* [107] propose l'idée de l'existence d'une équivalence entre l'abatement des propriétés plastiques avec la température et la variation de la dureté Vickers, telle que :

Équation 31
$$\frac{\sigma_{0,2\%}(T)}{\sigma_{0,2\%}(20^\circ C)} = \frac{H(T)}{H(20^\circ C)}$$

c. Le fluage d'indentation

Un essai de fluage d'indentation consiste à réaliser un palier de maintien à charge maximale imposée et à suivre en continu la pénétration de l'indenteur dans le matériau pendant ce palier. Sakai a proposé une méthode basée sur une approche analytique permettant de caractériser la viscoélasticité du matériau indenté [108]. Dans ce travail, nous nous sommes intéressés plus particulièrement à la viscoplasticité des matériaux étudiés.

L'inconvénient d'un essai de fluage par indentation avec les géométries usuelles d'indenteurs est que la contrainte appliquée n'est pas constante pendant le test car la surface de contact évolue au cours du test. Sastry préconise l'utilisation d'un poinçon plat pour conserver une contrainte constante

pendant le test de fluage d'indentation [109]. Des singularités à la périphérie peuvent néanmoins se révéler gênantes avec une telle géométrie.

Les premiers tests de fluage par indentation avec un indenteur hémisphérique ont été effectués dans les années 60 sur des verres pour en déterminer la viscosité [110]. Malheureusement, les résultats obtenus sont peu probants en raison des difficultés techniques de l'époque.

Par ailleurs, la caractérisation du fluage peut se faire par comparaison des empreintes de dureté réalisées pour différents temps de maintien à une charge et à une température données [111, 112]. Ces méthodes sont longues et nécessitent un très grand nombre d'essais pour caractériser le fluage. Cependant, si l'on peut suivre en continu l'évolution du déplacement de l'indenteur en fonction du temps, on peut s'inspirer de l'analyse dimensionnelle du fluage d'indentation proposée par Sargent et Ashby pour traiter leur évolution de dureté en fonction du temps de maintien [113]. Cette analyse sert de base à des analyses du fluage d'indentation plus récentes.

Sargent et Ashby supposent que le fluage d'indentation est un phénomène thermiquement activé et peut être décrit par les mêmes lois empiriques que celles utilisées pour des tests de fluage conventionnel en régime stationnaire pour des matériaux métalliques (loi puissance de type Norton). Dans ce cas la vitesse de déformation en fluage $\dot{\epsilon}$ s'écrit :

Équation 32
$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q}{\mathcal{R} \cdot T}\right) \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^n$$

avec $\dot{\epsilon}_0$ une constante préexponentielle, \mathcal{R} la constante des gaz ($\mathcal{R} = 8,314 \text{ J.mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$), T la température, Q l'énergie d'activation du phénomène de fluage, σ la contrainte appliquée, σ_0 une contrainte représentative et n l'exposant de contrainte.

L'analyse de Sargent et Ashby suppose que, d'une part, la contrainte est proportionnelle au rapport de la force appliquée sur la surface de contact ($\sigma \propto \frac{F}{\mathcal{A}_c}$) ; d'autre part que la surface de contact

est proportionnelle à la profondeur d'indentation ($\mathcal{A}_c \propto h^2$). La vitesse de déformation étant reliée à la profondeur d'indentation par la relation $\dot{\epsilon} \propto \frac{\partial h}{h \cdot \partial t}$, ces auteurs déduisent de l'Équation 32

l'expression de l'aire de contact en fonction du temps, tel que :

Équation 33
$$\mathcal{A}_c(t) = \mathcal{A}_{c,0} + \left(n \cdot \dot{\epsilon}_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q}{\mathcal{R} \cdot T}\right) \right)^{\frac{1}{n}} \cdot \left(\frac{F}{\sigma_0}\right) \cdot t^{\frac{1}{n}}$$

avec \mathcal{A}_{c0} la surface de contact initiale, à la fin de la mise en charge, c'est à dire au tout début du palier de maintien du test de fluage. Il est maintenant possible d'exprimer la dureté $\mathcal{H} = F/\mathcal{A}_c$ en fonction du temps. En supposant que $\mathcal{A}_c \gg \mathcal{A}_{c0}$ l'Équation 33 devient :

Équation 34

$$\mathcal{H}(t) = \frac{\sigma_0}{\left(n \cdot \dot{\epsilon}_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q}{\mathcal{R} \cdot \mathcal{T}}\right) t \right)^{1/n}}$$

Pour différentes conditions de température il est alors possible de déterminer l'exposant de contrainte n et l'énergie d'activation associés aux mécanismes de fluage.

L'instrumentation de l'essai de microdureté à haute température permet d'enregistrer en continu l'évolution de la profondeur d'indentation en fonction du temps de maintien et d'éviter ainsi de réaliser de nombreux essais que nécessitent les méthodes de Henager, Kutty ou Sargent. Les paramètres de fluage peuvent être extraits de l'analyse de la courbe réponse en fluage pénétration temps et l'on peut s'affranchir ainsi des erreurs sur la détermination de la dureté induites en particulier par le calcul de la surface de contact. Takagi *et al.* ont repris et réadapté l'analyse dimensionnelle de Sargent et Ashby afin de travailler non plus avec la surface de contact mais avec la profondeur d'indentation [114]. De cette façon, l'Équation 33 devient :

Équation 35

$$\dot{h} = \dot{h}_0 \left(\frac{F}{E \cdot h^2} \right)^n \cdot \dot{\epsilon}_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q}{\mathcal{R} \cdot \mathcal{T}}\right)$$

Ainsi, à une température \mathcal{T} , l'exposant de contrainte n est donné par :

Équation 36

$$n = \frac{1}{2} \left(1 - \frac{\partial(\ln \dot{h})}{\partial(\ln h)} \right)$$

Et en notant $\dot{\kappa} = \dot{\epsilon}_0 \cdot \exp(-Q/\mathcal{R} \cdot \mathcal{T})$, l'énergie d'activation se déduit alors par la relation :

Équation 37

$$Q = -\mathcal{R} \left(\frac{\partial(\ln \dot{\kappa})}{\partial(1/\mathcal{T})} \right)$$

Dorner *et al.* ont montré récemment sur un aluminium de titane qu'il était possible d'extraire des lois de fluage d'indentation comparables à celles obtenues au moyen de tests uniaxiaux [115]. Cependant ces essais de "fluage d'indentation" restent relativement macroscopiques car les dimensions des indenteurs sont typiquement de l'ordre du mm et sont donc inadaptées pour caractériser des systèmes de faibles dimensions ou pour tester les propriétés locales des matériaux. La thèse de Cseh est un ouvrage très intéressant concernant le fluage par indentation [116]. L'auteur traite le cas des verres, des métaux et des métaux à matrice composite avec des poinçons plat et hémisphérique. Malheureusement peu ou pas d'étude avec un indenteur pointu de type Vickers, et pour des températures n'excédant pas 550°C. Néanmoins on peut retenir une remarque intéressante issue de ses travaux disant que "dans le cas du fluage par indentation, le diamètre usuel de l'indenteur est d'un ou deux ordres plus petit que la longueur usuelle l des échantillons de

traction. Prenant ainsi en compte l'équation $\dot{\epsilon} \propto 1/d$ cela signifie que la vitesse de déformation en fluage conventionnel est plus petite qu'en fluage par indentation sous les mêmes conditions." Par conséquent, pour le même temps de test, on peut caractériser le comportement en fluage à plus haut taux de déformation.



L'essentiel...

La couche de liaison (Ni,Pt)Al du système barrière thermique a un rôle essentiel dans l'adhérence de la céramique réfractaire YPSZ sur le superalliage de l'aube de turbine. En conditions de service, ce système vieillit. Les évolutions de la couche de liaison sont à la fois métallurgiques, microstructurales et morphologiques. La façon dont va réagir le système à ces évolutions va dépendre notamment du comportement mécanique en température de la couche de liaison.

Pour prévoir l'évolution d'un tel système pour une histoire thermique donnée, il est nécessaire de connaître la loi de comportement de cette couche de liaison en décrivant de façon réaliste le champ de contraintes au sein de ce système. Or, le comportement mécanique en température de la couche de liaison est encore mal connu ; en particulier les effets d'éléments d'alliages tels que le platine, le ruthénium et le zirconium sur les propriétés mécaniques sont moins bien référencés. Indépendamment de l'approche de calcul de champ de contrainte employée, ces dernières s'appuient sur un faible nombre de données pour décrire le comportement mécanique de la couche de liaison.

Pour enrichir cette base de données, les techniques conventionnelles de caractérisation mécanique ne semblent pas applicables ; en effet, il serait difficile et onéreux de caractériser sous forme d'éprouvettes massives le matériau constitutif de la couche de liaison car sa composition et sa microstructure évoluent à haute température.

De nouvelles données du comportement élasto-viscoplastique de la couche de liaison ont été apportées très récemment ; mais ces données sont encore trop peu nombreuses et manquent généralement de représentativité vis-à-vis du système réel.

Pour s'en affranchir, nous avons exploré le comportement micromécanique local des alliages pour couche de liaison par microindentation instrumentée à haute température afin d'étudier le comportement mécanique de ces matériaux et comprendre l'influence des éléments d'addition sur les propriétés mécaniques.

II. Description et fiabilisation du moyen d'essai micromécanique

*« C'est une machine un peu particulière, dit l'officier à l'enquêteur itinérant,
et il enveloppa d'un regard plutôt admiratif cette machine qui lui était pourtant bien connue. »*

*A la colonie disciplinaire
Franz KAFKA*

L'objet de cette partie est de présenter les moyens d'essais existants, de microindentation instrumentée à température ambiante et à haute température. Ces deux moyens d'essai ont été intégralement développés à l'Onera par B. Passilly. Leur description permettra de dégager les points forts et les faiblesses de ces dispositifs. On s'attardera sur les efforts et les moyens mis en œuvre dans cette étude pour poursuivre leur amélioration et leur fiabilisation ; cette dernière ayant fait l'objet d'une partie significative du travail de cette étude.

II. Description et fiabilisation du moyen d'essai micromécanique

II.1. Moyen d'essai de microindentation instrumentée à température ambiante

II.1.1. Description du moyen d'essai à température ambiante

II.1.1.1. Aperçu général

Ce moyen d'indentation instrumentée à température ambiante, développé à l'Onera par B. Passilly, est construit sur la base d'un microscope optique (Figure 50 - 8 -). L'avantage majeur d'un tel dispositif est la possibilité de faire pivoter la tourelle du microscope - 3 - pour passer de la position optique (axe Z) à la position d'essai micromécanique (axe Z') sans déplacer l'échantillon.

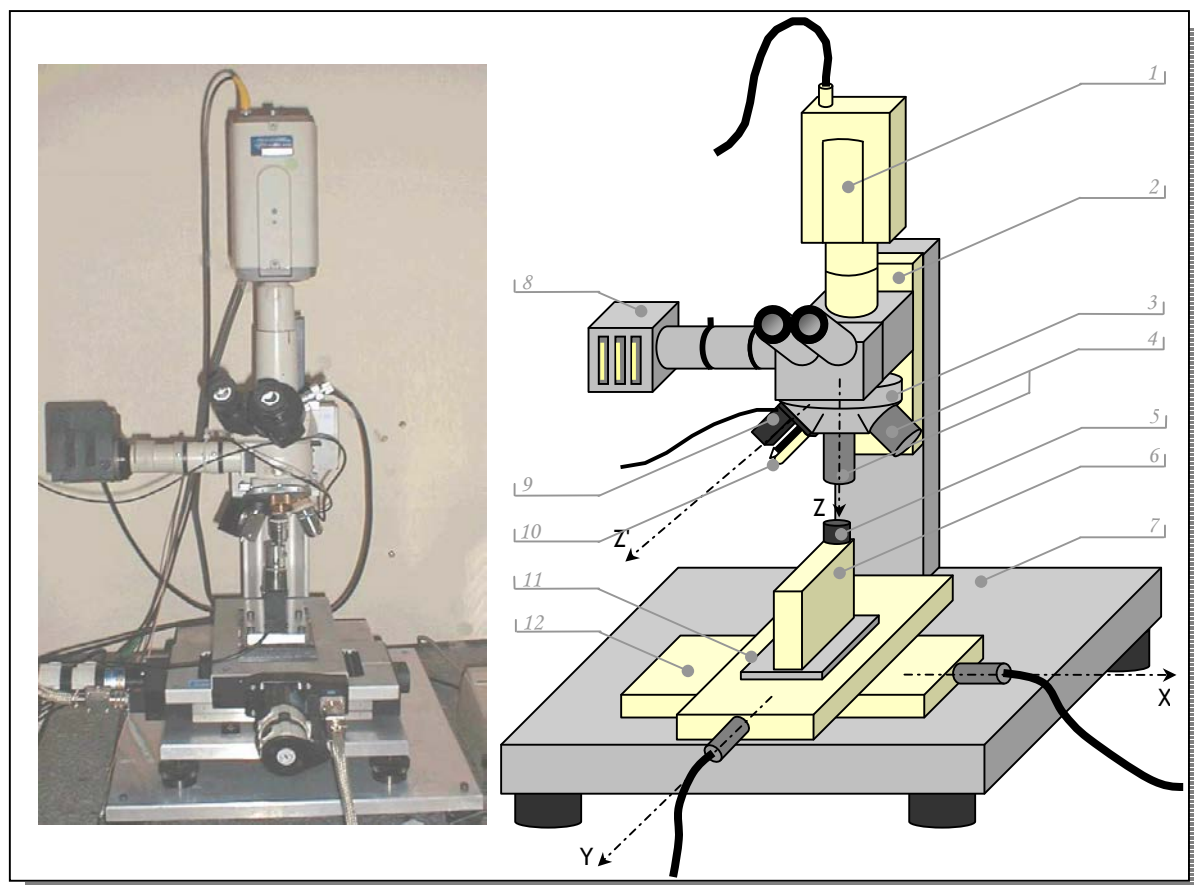


Figure 50 : Photographie et vue schématique du dispositif de microindentation instrumentée à température ambiante.

Dans un premier temps, nous avons rédigé un protocole d'essai de façon à ce que tout utilisateur du dispositif puisse suivre un même protocole expérimental rigoureux et commun tant sur la

préparation du dispositif avant l'essai que sur l'acquisition et l'analyse des données expérimentales. Ce protocole expérimental est reporté en [Annexe 9](#).

II.1.1.2. Positionnement et déplacement de l'échantillon

L'ensemble porte-échantillon et échantillon - 5 -, préparé selon la procédure décrite en [Annexe 1](#), est positionné sur le capteur d'effort - 6 -; ce montage assure l'horizontalité de la surface à analyser pendant l'essai ([Figure 51](#)).

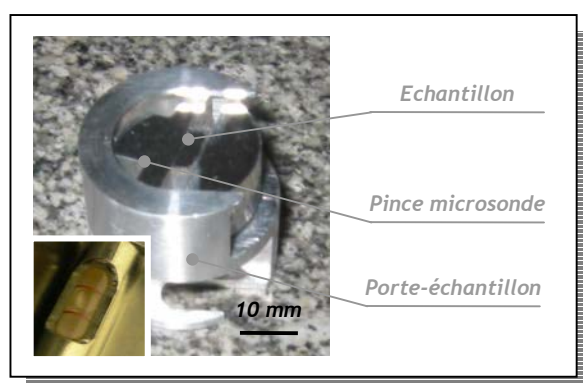


Figure 51 : Echantillon, pince microsonde et porte échantillon du dispositif de microindentation instrumentée à température ambiante.

Le déplacement de l'ensemble constitué de l'échantillon, du porte-échantillon et du capteur d'effort est assuré par deux platines de translation à vis sans fin - 11 et 12 - (axes X et Y) d'une résolution de 0,1 μm (donnée constructeur).

II.1.1.3. Observation de l'échantillon

Un microscope optique équipé d'un objectif x20 ou x100, et d'une caméra permettant de visualiser la surface de l'échantillon pour déterminer avec précision les endroits où les essais seront réalisés et pour observer et mesurer les empreintes effectuées. Ce dispositif d'observation est fixé sur une platine de translation motorisée selon l'axe Z pour réaliser la mise au point sur la surface de l'échantillon. Les coordonnées de chaque zone repérée sont mémorisées afin de réaliser la série d'essais micromécaniques et de retrouver les empreintes après le test.

II.1.1.4. Acquisition des mesures et pilotage

a. Mesure de l'effort

L'effort est mesuré par un capteur à jauge de déformation de type *UNIWEIGH - Schlumberger* ([Figure 52](#)). La gamme de fonctionnement du capteur d'effort est de 1 N, et sa précision est de l'ordre de

10^{-4} N. En raison de la masse du dispositif porte-échantillon, la force maximale applicable pour les tests de microindentation instrumentée est de 0,5 N. Comme représenté sur la **Figure 52**, l'application d'une force F de la gamme de mesure du capteur sur le capteur d'effort assure la déformation élastique ε du pont de jauge. Un pont de Wheatstone relié à la jauge traduit cette déformation en une différence de potentiel (ddp). Un circuit amplificateur transforme cette ddp en une tension 0-10 V qu'il est alors possible de récupérer par une carte d'acquisition et de la relier ainsi à la force appliquée.

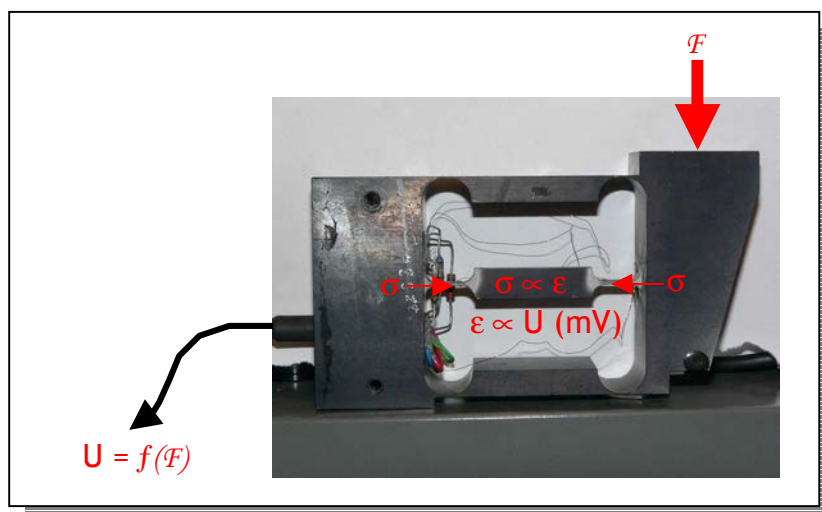


Figure 52 : Capteur d'effort à jauge de déformation de faible étendue de mesure.

b. Mesure du déplacement

La cellule d'indentation - 9 - est constituée d'une unité de translation piézoélectrique sur laquelle est installée un indenteur et un capteur de déplacement capacitif (**Figure 53**).

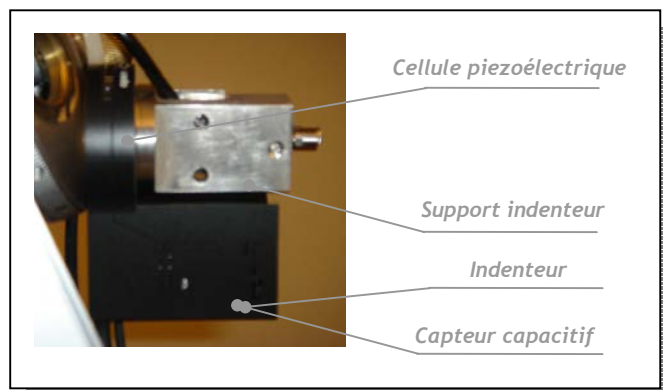


Figure 53 : Eléments constitutifs de la cellule d'indentation (cellule piézoélectrique, indenteur et capteur capacitif).

La cellule piézoélectrique asservie assure donc le déplacement de l'indenteur à la surface du matériau. Cette platine de translation a une gamme de déplacement de l'ordre de 80 μm . Par ailleurs, le déplacement de l'indenteur est déterminé au moyen d'un capteur triaxial - 10 - relié à une chaîne de mesure capacitive. Ce capteur de déplacement capacitif sans contact a une gamme de fonctionnement linéaire de quelques dizaines de micromètres et sa précision est de l'ordre de 5 nm (données constructeur).

Des améliorations très récentes du dispositif de microindentation instrumentée à température ambiante permettent d'interchanger deux cellules d'indentation. Ces deux cellules diffèrent par la géométrie et la nature de l'indenteur : indenteur Vickers diamant, saphir ou rubis, et indenteur conisphérique en saphir. Les principales caractéristiques géométriques et mécaniques de ces deux types d'indenteur sont rassemblées dans le *Tableau 8*.

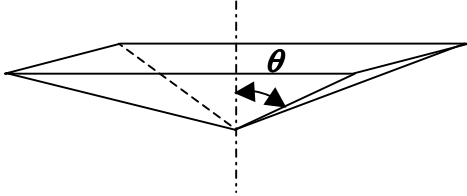
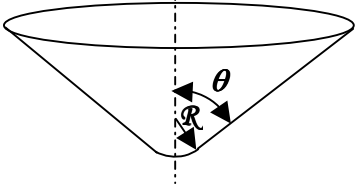
| <i>Indenteur Vickers</i> | | <i>Indenteur conisphérique</i> | |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------|
|  <p>$\theta = 68^\circ$</p> | |  <p>$\theta = 46^\circ$ $R = 19 \mu\text{m}$</p> | |
| diamant | $E = 1140 \text{ GPa}$ $\nu = 0,07$ | saphir | $E = 345 \text{ GPa}$ $\nu = 0,25$ |
| rubis ou saphir | $E = 345 \text{ GPa}$ $\nu = 0,25$ | | |

Tableau 8 : Caractéristiques géométrique et mécanique des indenteurs.

c. Acquisition des mesures

Un ordinateur équipe le moyen d'essai et assure la gestion de chaque instrument. Les platines de translation motorisée (axe X, Y, Z, Z') et le mouvement de translation piézo-électrique sont interfacés par une liaison série alors que les signaux d'effort et de déplacement sont collectés sur une carte d'acquisition commerciale.

L'ensemble du moyen d'essai est placé dans une pièce climatisée à 22°C pour éviter toute dérive thermique de l'instrumentation.



L'essentiel...

L'avantage d'un tel dispositif de microindentation instrumentée à température ambiante est qu'il ne présente pas de difficulté particulière d'utilisation. Ce dispositif se distingue néanmoins des appareils commerciaux par son porte-échantillon qui assure une bonne horizontalité de la surface pour le test d'indentation. Le couplage du microscope à fort grossissement et de tables de positionnement de grande précision permet de choisir la zone à tester de systèmes de très petites dimensions.

d. Détermination du début du test de microindentation instrumentée (h_0)

Une question couramment abordée en indentation instrumentée est la détermination du début du test, information importante car elle va conditionner les résultats ultérieurs de l'étude. En effet, outre le fait que les profondeurs maximale d'indentation h_{max} et résiduelle h_r seront prises en compte dans les modèles d'analyse des données expérimentales, elles nous permettront de s'assurer d'une bonne corrélation des observations aux données instrumentales.

Dans notre cas, ce problème est directement relié au processus d'asservissement en force du dispositif et du programme d'acquisition des données brutes expérimentales. Au début de cette étude, celui-ci n'était prévu que pour acquérir des données si la mesure de la force était égale à trois fois l'écart-type d'une série de mesures réalisées à vide avant test (« bruit de fond durant vingt secondes»). Par conséquent, les positions d'effleurement et les premiers instants du test d'indentation sont occultés. En d'autres termes, les courbes brutes sont tronquées d'une quantité h_0 que l'on doit déterminer.

Il est couramment reconnu et utilisé que la charge est reliée à la profondeur d'indentation par la relation :

Équation 38

$$F = C \cdot h^2$$

avec C une constante homogène à une contrainte.

Ce formalisme a été démontré par analyse dimensionnelle et reste valide quel que soit le comportement élasto-plastique du matériau (sans viscosité ni effet d'échelle) et la géométrie de l'indenteur. L'application de ce formalisme à la courbe de chargement d'indentation instrumentée obtenu sur l'alliage $(Ni_{54,7}Pt_{0,2})Al_{45,1}$ à température ambiante pour $F_{max} = 0,5$ N ne permet pas de reproduire la courbe expérimentale (**Figure 54**). Le paramètre ajustable de cette loi a été déterminé

par régression en appliquant la méthode des moindres carrés. A noter par ailleurs que la courbe expérimentale tient compte d'une première correction de la souplesse du dispositif.

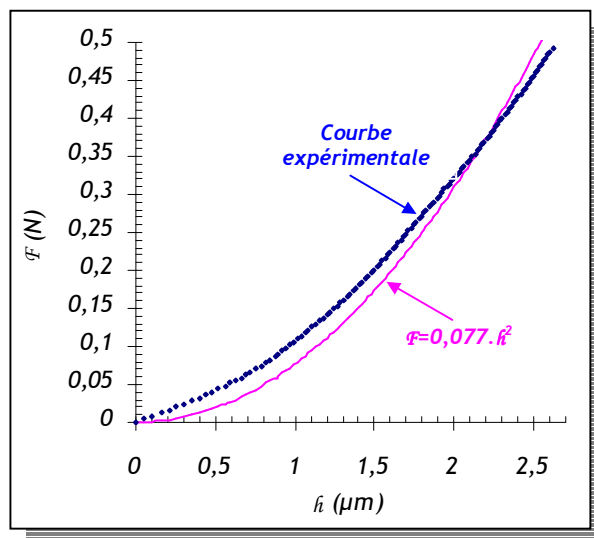


Figure 54 : Mise en évidence de l'écart entre les courbes réponse force-pénétration expérimentale et obtenue par calcul (avec $F=C.h^2$).

Le fait qu'on ne puisse pas reproduire la courbe expérimentale avec l'Équation 38, peut avoir plusieurs origines :

- la relation analytique ne tient pas compte du défaut de pointe de l'indenteur,
- le système d'acquisition des données supprime les points d'effleurement.

En supposant que le défaut de pointe devient d'autant plus négligeable que la pénétration maximale d'indentation est grande, et qu'il suffit d'ajouter une quantité h_0 pour tenir compte des premiers points d'effleurement, l'Équation 38 devient :

Équation 39 $F = C'.(h + h_0)^2$

avec C' une constante dont la dimension est homogène à une contrainte.

L'application de cette nouvelle relation au même cas précédent permet de reproduire fidèlement la courbe expérimentale (Figure 55). Les paramètres ajustables C' et h_0 de cette relation ont été déterminés par régression en appliquant la méthode des moindres carrés. Cette même méthode reste applicable avec la dernière version du programme d'acquisition qui permet dorénavant d'acquérir l'ensemble des données brutes force-pénétration avant le début du test.

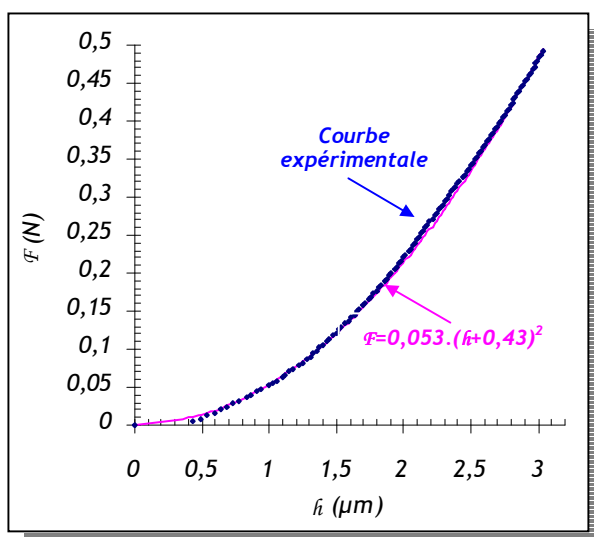


Figure 55 : Exemple de détermination du début du test d'indentation avec $F=C.(h_i+h_0)^2$ et ajustement de cette relation sur la courbe expérimentale.

II.1.2. L'indenteur Vickers à géométrie parfaite existe-t'il?

Un indenteur Vickers supposé parfait (sans défaut d'usinage, ni défaut de pointe dû essentiellement à son vieillissement) n'est autre qu'une pyramide à base carrée, dont le demi-angle d'ouverture est $\theta = 68^\circ$ (Figure 56).

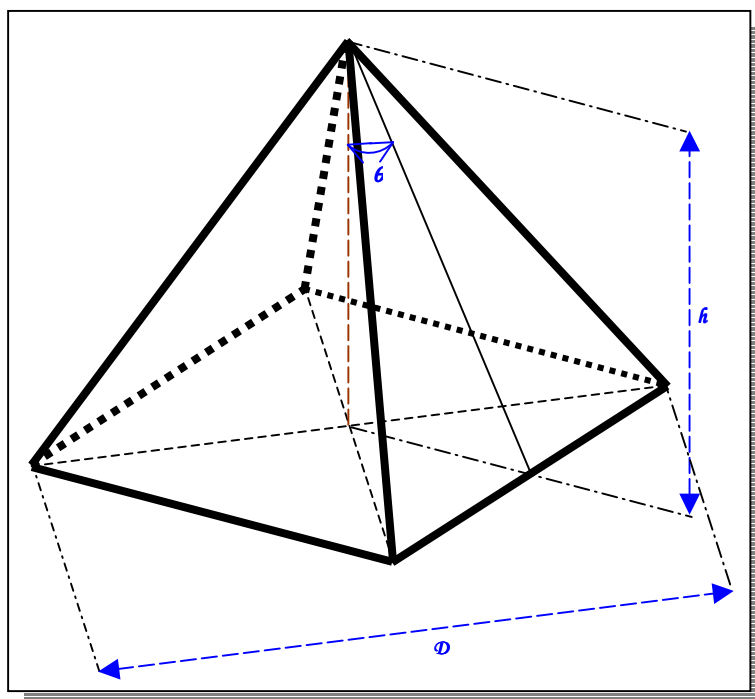


Figure 56 : Vue schématique d'une pointe d'indentation Vickers "parfaite".

Il est alors possible d'exprimer simplement la surface de contact à partir des dimensions mesurées - profondeur de pénétration maximale d'indentation h_{max} et/ou diagonale de l'empreinte rémanente \mathcal{D} . On fait l'hypothèse que le matériau ne subit aucun phénomène de "piling-up" et de "sinking-in" au niveau du contact indenteur/échantillon à la surface. Cette hypothèse reste néanmoins toujours vraie au niveau des arrêtes de l'indenteur (diagonales de l'empreinte d'indentation). Par conséquent le choix du paramètre h_{max} est pertinent car les diagonales sont marquées à la charge maximale. Les relations liant S respectivement à \mathcal{D} et h_{max} sont :

Équation 40
$$S = \frac{\mathcal{D}^2}{2 \cdot \sin(\theta)} = \frac{4 \cdot \sin(\theta) \cdot h_{max}^2}{\cos^2(\theta)}$$

Ces relations permettent ainsi de déterminer la relation entre la \mathcal{D} et h_{max} :

Équation 41
$$\mathcal{D} = 2 \cdot \sqrt{2} \cdot \tan(\theta) \cdot h_{max}$$

avec $\theta = 68^\circ$, $\mathcal{D} \approx 7 \cdot h_{max}$

Cependant, il s'agit là du cas idéal. Nous avons observé par microscopie électronique à balayage que les empreintes rémanentes d'indentation, réalisées avec un indenteur Vickers en diamant, présentaient toutes un défaut, δ (**Figure 57**). Ce défaut a été estimé à $0,83 \mu\text{m}$ pour l'indenteur Vickers diamant utilisé dans cette étude.

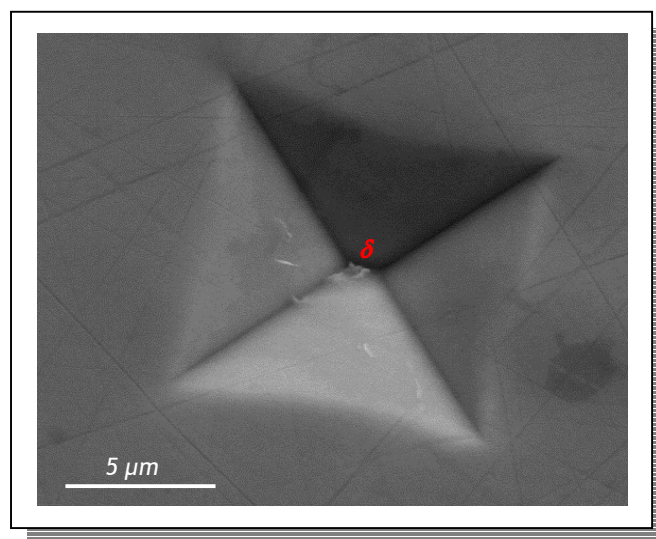


Figure 57 : Observation au MEB d'une empreinte résiduelle d'indentation obtenue sur l'alliage $(\text{Ni}_{49}\text{Pt}_{13})\text{Al}_{38}$ (%at.) et mise en évidence du défaut de pointe δ .

Des observations par MEB d'indenteurs Vickers neufs en diamant et saphir présentent tous ce type de défaut, attribué à un défaut d'usinage (**Figure 58**), et plus particulièrement aux limites techniques de fabrication de ces indenteurs. A noter que ce défaut n'aurait pas lieu avec un indenteur Berkovich - pyramide à base triangulaire. L'indenteur pyramidal à base carrée Vickers ressemble alors à une pyramide base rectangulaire présentant une crête à son sommet.

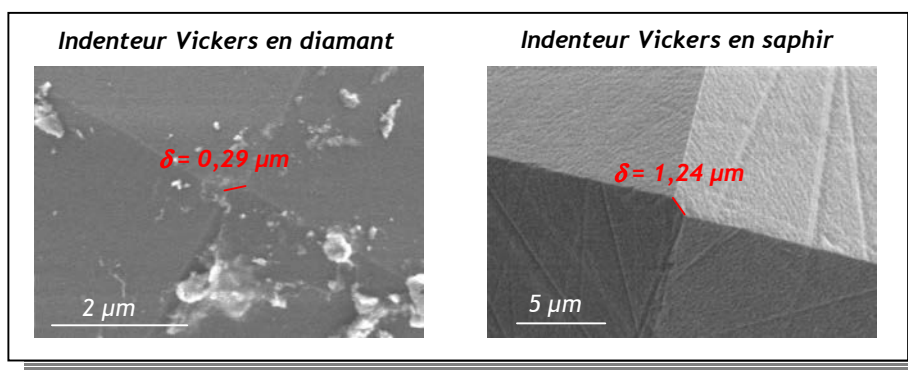


Figure 58 : Observation au MEB d'indenteur Vickers neufs diamant et saphir révélant le défaut de pointe δ .

L'estimation de ce défaut permet alors de corriger, à l'aide de considérations géométriques (Figure 59), l'expression de l'aire réelle de contact en fonction de la diagonale de l'empreinte, telle que :

Équation 42

$$S = \frac{\delta \cdot (\sqrt{2 \cdot D^2 - \delta^2} - \delta)}{2 \cdot \sin(\theta)} + \frac{(\sqrt{2 \cdot D^2 - \delta^2} - \delta)^2}{4 \cdot \sin(\theta)}$$

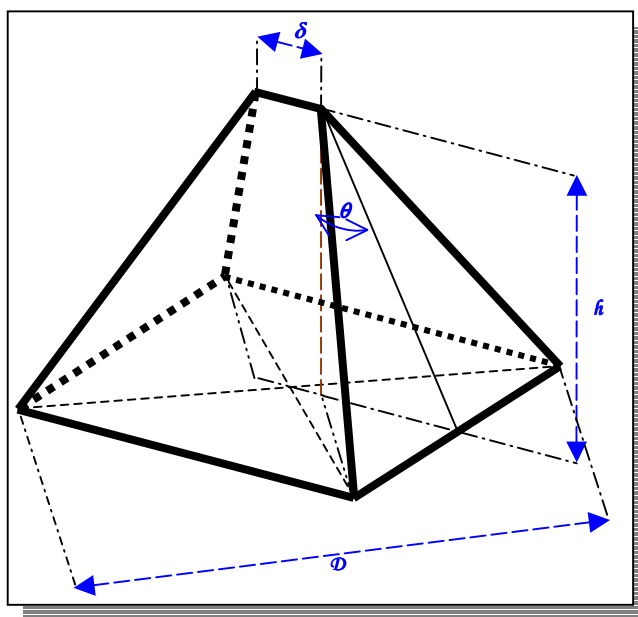


Figure 59 : Vue schématique d'une pointe d'indentation Vickers réelle avec son défaut d'usinage δ .

Par ailleurs, la relation entre la diagonale et la mesure de la profondeur maximale d'indentation devient :

Équation 43

$$h_{\max} = \frac{\sqrt{D^2 - \frac{\delta^2}{2}} - \frac{\sqrt{2}}{2} \cdot \delta}{2 \cdot \sqrt{2} \cdot \tan(\theta)}$$

La **Figure 60** représente l'évolution de la profondeur d'indentation maximale en fonction de la diagonale de l'empreinte rémanente d'indentation pour différentes valeurs de défaut de pointe. On remarque que la profondeur d'indentation maximale diminue d'autant plus que le défaut de la pointe est grand.

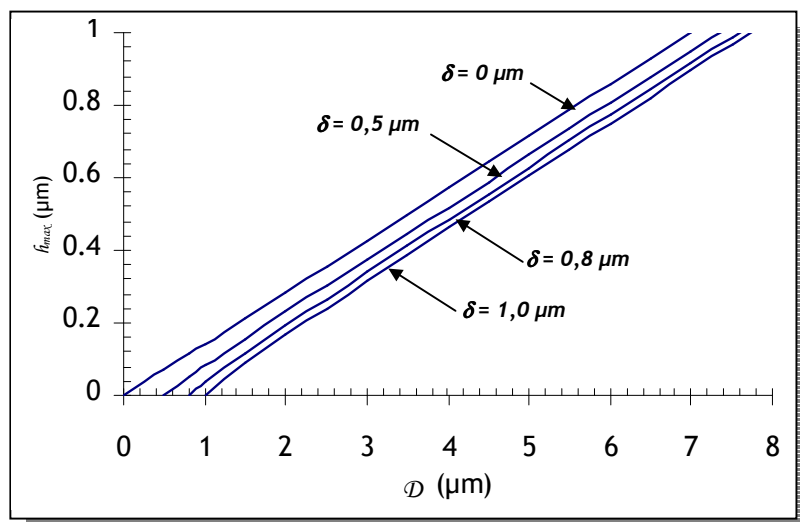


Figure 60 : Evolution de la profondeur d'indentation maximale en fonction de la diagonale d'empreinte d'indentation d'essai Vickers pour différentes valeurs de défaut de pointe.

Ces dernières relations sont nécessaires dans la détermination de la dureté, ainsi que pour valider les concordances entre les mesures expérimentales de D et les mesures instrumentales de f_i . La **Figure 61** représente l'incidence de cette correction de défaut de pointe d'indentation sur les valeurs de dureté. On remarquera que la prise en compte d'un tel défaut pour l'analyse des résultats n'entraîne pas d'écart significatif sur la détermination de la dureté (écarts inférieurs à 0,5%) dans la gamme de dureté explorée dans notre étude.

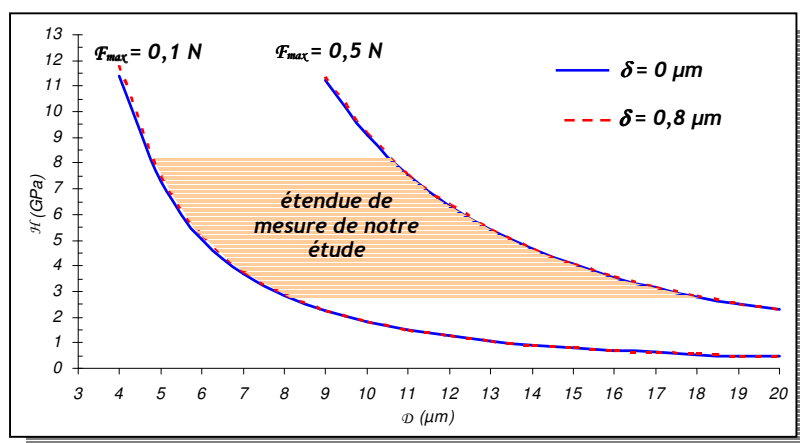


Figure 61 : Evolution de la dureté en fonction de la diagonale de l'empreinte résiduelle d'un essai d'indentation Vickers pour des tests réalisés à 0,1 et 0,5 N pour une pointe Vickers parfaite ($\delta = 0 \mu\text{m}$) et pour un défaut de $0,8 \mu\text{m}$.

Les incertitudes de mesures expérimentales sont principalement associées à la détermination des dimensions de l'empreinte résiduelle en raison des phénomènes de "piling-up" ou de "sinking-in" autour de l'indenteur lors du test d'indentation. Alcalá *et al.* ont mis en évidence ces phénomènes à partir d'essai d'indentation Vickers sur différents matériaux [117] (Figure 62). Ces phénomènes sont d'autant plus exacerbés que la charge maximale d'indentation appliquée est élevée. L'incertitude réside alors dans la détermination du rayon de contact a_c pour chaque cas. A noter que la zircone est un cas intermédiaire.

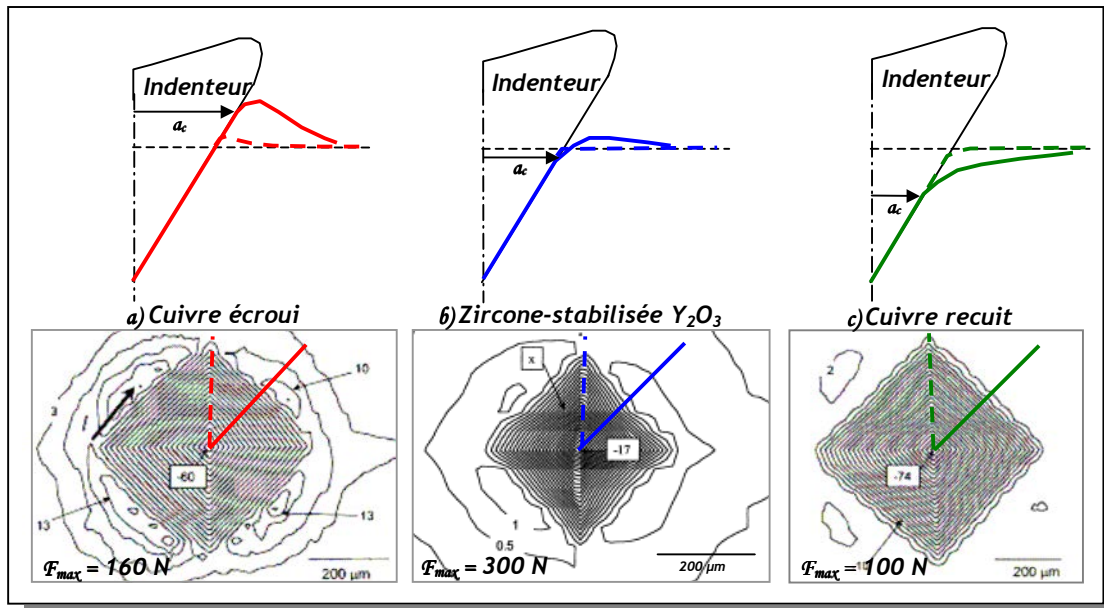


Figure 62 : Mise en évidence expérimentale des phénomènes de "piling-up" (a) et de "sinking-in" (c) de matériaux autour d'un indenteur Vickers (d'après [117]).

En particulier, ces effets sont faibles et négligeables au niveau de la diagonale de l'empreinte. A ce niveau, l'erreur sur la détermination de la diagonale est minimale. On ne prendra alors pas en compte ces phénomènes dans la détermination de la dureté du matériau testé.

II.1.3. Correction d'un défaut de cinématique de l'indenteur à température ambiante.

II.1.3.1. Mise en évidence expérimentale du défaut de cinématique

Une étude antérieure menée par Leroy et Kanouté [118] a permis de mettre en évidence un défaut important du dispositif de microindentation instrumentée à température ambiante. Pour cela, les auteurs ont remarqué que les modèles d'essai d'indentation par éléments finis qu'ils utilisaient (2D axisymétriques, 3D, avec ou sans frottement de l'indenteur sur le matériau, en grandes ou petites déformations) prévoyaient des forces significativement plus faibles que les forces expérimentales pour obtenir une pénétration donnée. Par ailleurs, ils remarquèrent que les réponses force-

pénétration expérimentales présentent systématiquement à la décharge un coude marqué qui n'a pas pu être reproduit par toutes leurs simulations numériques.

Leur analyse s'appuie sur la comparaison de résultats d'indentation réalisés à 4 N sur un alliage d'aluminium 7075-T651 et le résultat obtenu par Dao *et al.* à 10 N [119] sur ce même alliage. Le dispositif expérimental utilisé par Leroy et Kanouté diffère de celui utilisé dans notre étude par un capteur de force d'une plus grande étendue de mesure. Les auteurs ont pu mettre en évidence que (*Figure 63*) :

- les mises en charge ne sont pas identiques dans le domaine commun de charge,
- il y a un « coude » prononcé en fin de décharge dans les expériences Onera uniquement.

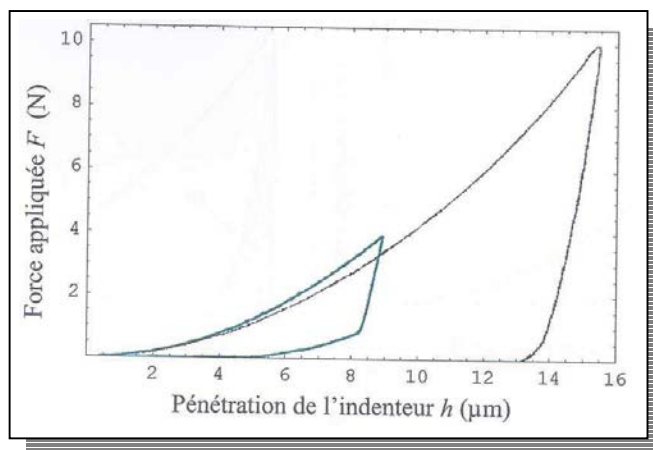


Figure 63 : Comparaison des résultats d'indentation sur l'alliage d'aluminium 7075-T651 réalisés à l'Onera à 4 N et par Dao à 10 N (d'après [118])

Dans un premier temps, la comparaison de la pénétration maximale et de la mesure des diagonales de l'empreinte rémanente avait permis de supprimer l'hypothèse d'une éventuelle erreur de mesure de force ou de déplacement dans les expériences Onera. Par ailleurs un contre étalonnage de la mesure de déplacement avait également été réalisé.

Des modifications ont été apportées au dispositif au tout début de notre étude ; en particulier, le remplacement du capteur d'effort par un capteur de plus faible étendue de mesure (1 N), de la chaîne de mesure capacitive et de la fixation de l'indenteur. Une analyse similaire à celle de Leroy et Kanouté a été réalisée. Des essais de microindentation instrumentée ($F_{max} = 0,5$ N) ont été réalisés sur le même alliage 7075-T651 et sur des échantillons monocristallins de superalliage AM1 <001> et <111>. Les courbes réponses obtenues sur ces alliages montrent clairement l'apparition d'un coude (repéré par le couple $F_{coude}-h_{coude}$) au déchargement (*Figure 64*).

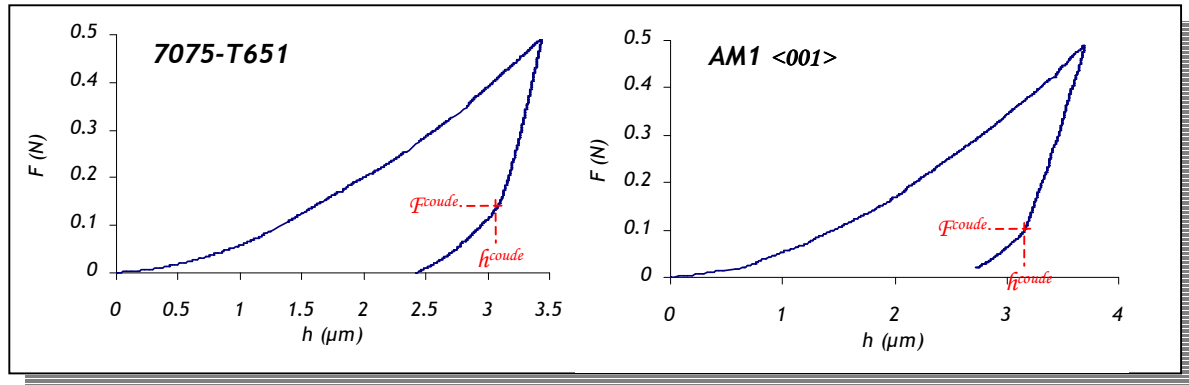


Figure 64 : Mise en évidence expérimentale du coude en fin de déchargement sur les courbes réponse force-pénétration obtenues sur l'alliage 7075-T651 et le superalliage AM1 <001> ($F_{max} = 0,5$ N).

On remarque tout d'abord que le coude en fin de déchargement n'apparaît pas uniquement dans le cas de l'alliage 7075-T651 mais aussi dans le cas des superalliages monocristallins. Ce coude n'est donc pas lié à un mécanisme physique du matériau mais plus vraisemblablement à un problème propre au dispositif d'indentation instrumentée. La comparaison des résultats instrumentaux expérimentaux de microindentation et de la topographie de l'empreinte réalisée par AFM a été réalisée à partir des résultats de microindentation instrumentée double cycle obtenus sur l'échantillon de superalliage AM1 <111> (Figure 65).

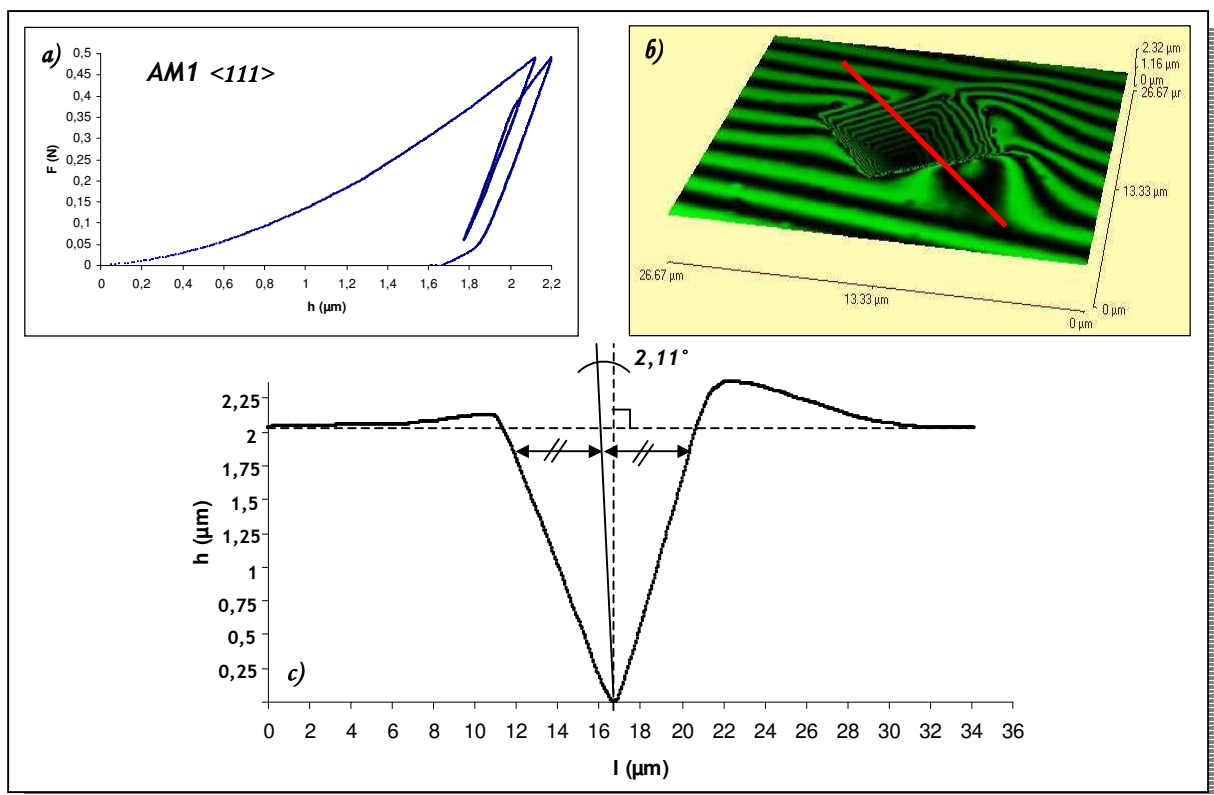


Figure 65 : a) Réponse force -pénétration, b) Topographie AFM de l'empreinte rémanente et c) Profilométrie de surface après un test de microindentation instrumentée obtenu sur un échantillon de superalliage AM1 <111>.

On remarque que la mesure de la pénétration résiduelle d'indentation instrumentée est du même ordre de grandeur que celle obtenue à partir du profil de la surface extrait de la topographie AFM de l'empreinte rémanente. Cependant, l'analyse par AFM de l'empreinte rémanente a permis de révéler sa dissymétrie. Grâce à des considérations géométriques, on détermine l'inclinaison de l'empreinte par rapport à la verticale; celle-ci est relativement faible (de l'ordre de 2°). On retrouve ici la même déviation mise en évidence par Leroy et Kanouté. Ces auteurs ont conclu qu'il ne s'agissait pas d'un problème d'indentation inclinée mais d'une composante de déplacement transverse dans le mouvement de l'indenteur. On notera, par ailleurs, que des simulations 3D d'indentation avec un déplacement transverse de l'indenteur ont été réalisées par Leroy et Kanouté. Il en a résulté que la relation entre la force mesurée et la profondeur de pénétration était peu affectée par la présence de ce déplacement transverse.

Toutefois, aucun effet de souplesse (force de rappel transverse du dispositif d'indentation) n'a été modélisé dans l'étude de Kanouté et Leroy. Or c'est ce rappel élastique transverse du dispositif, expérimentalement induit par la cellule piézoélectrique, qui est pressenti à l'origine du coude en fin de déchargement.

De plus, l'observation des empreintes d'indentation a révélé que cette dissymétrie se répétait sur tous les tests d'indentation. Par ailleurs, le caractère aléatoire de la dissymétrie a été rapidement écarté car celle-ci se reproduit toujours du même côté de l'empreinte résiduelle (**Figure 66**).

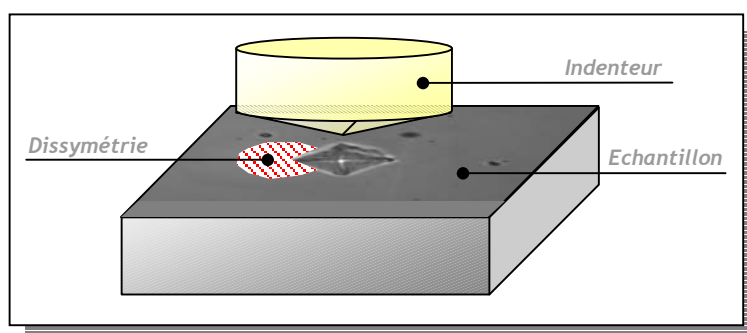


Figure 66 : Mise en évidence du caractère répétitif du défaut de cinématique de l'indenteur.

Afin de s'assurer qu'il ne s'agissait pas d'un problème d'indentation inclinée, une cale d'épaisseur 2 mm a été placée sous le capteur d'effort afin de modifier l'angle d'inclinaison (**Figure 67-a**). L'épaisseur de la cale a été déterminée à partir des dimensions du support du capteur d'effort - unique partie facilement amovible du dispositif. A noter qu'il aurait fallu logiquement agir directement sur l'axe d'indentation. Des essais de microindentation instrumentée simple cycle ($F_{max} = 0,5$ N) ont ensuite été réalisés sur l'échantillon de superalliage AM1 $\langle 111 \rangle$ (**Figure 67-b**). En état incliné, le capteur d'effort n'a pas une cinématique parfaitement verticale. L'étalonnage du capteur d'effort en état incliné a été repris en plaçant des masselottes entre 5 et 50 g et en comparant la valeur donnée par le capteur à la masse apposée. Aucun écart significatif n'a été relevé.

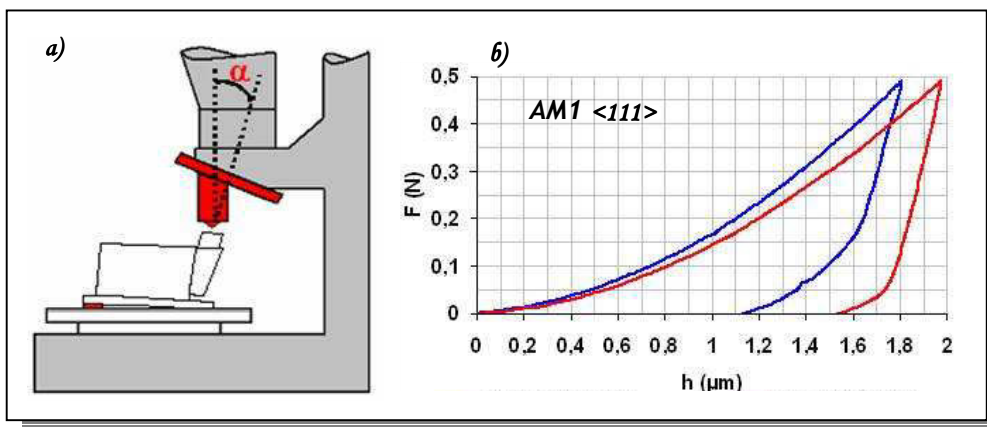


Figure 67 : Adaptation du dispositif expérimental pour lever le doute d'un problème d'indentation inclinée et courbes réponses obtenues sur un échantillon de superalliage AM1 <111> sans cale (—), avec cale (—).

On remarque que la correction apportée au dispositif est néfaste ; en effet, le coude en fin de déchargement est plus marqué et la modification apporte une raideur supplémentaire (effet de charge). A l'instar de Leroy et Kanouté, on conclura qu'il s'agit d'un problème de cinématique de l'indenteur et non d'un problème d'indentation inclinée. Cependant, la question de savoir d'où peut provenir cette composante transverse du déplacement de l'indenteur reste encore en suspens. On pourrait s'orienter vers un problème de guidage de l'indenteur par la cellule piézoélectrique. Mais cet axe n'a pas encore été investi.

II.1.3.2. Prise en compte du défaut de cinématique dans l'analyse des courbes réponse force-pénétration

La question que l'on peut se poser alors est de savoir comment prendre en compte ce défaut de cinématique de l'indenteur dans l'analyse des courbes réponse force-pénétration.

On suivra alors les hypothèses de Leroy à savoir que le déplacement transverse de l'indenteur s'accompagne d'une déformation élastique de la machine qui stocke de l'énergie à la charge et la restitue à la décharge. Cet échange d'énergie affecte la courbe réponse force - pénétration et conduit à l'apparition d'un coude en fin de déchargement (Figure 68). De plus, le matériau est le seul à bloquer de l'énergie sous forme de déformation plastique. La différence de souplesse $\Delta\mathcal{K}$, paramètre propre à chaque matériau, mesurée en fin de charge et en début de décharge n'est donc pas affectée. La comparaison des essais de Dao *et al.* avec ceux de l'Onera a montré un résultat cohérent pour ce paramètre.

Par ailleurs, les énergies fournies à la charge (\mathcal{W}_c) et restituées à la décharge (\mathcal{W}_d) peuvent être interprétées si on prend en compte l'énergie échangée avec le dispositif (Figure 69).

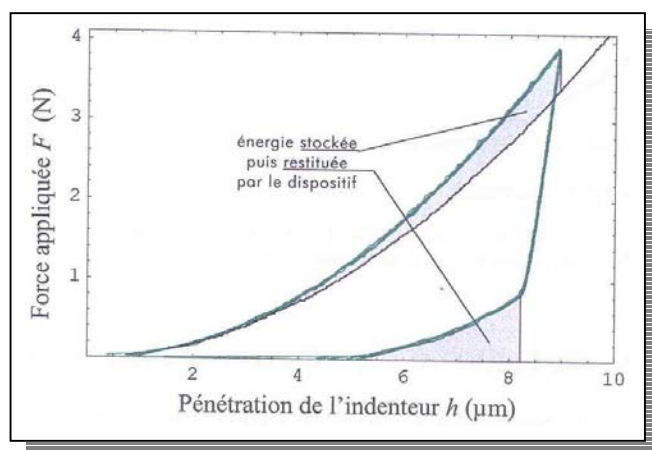


Figure 68 : Echange d'énergie due à la composante transverse du déplacement de l'indenteur (d'après [118]).

Il faut donc savoir quelles informations de la réponse sont perturbées par l'imperfection du dispositif et comment on peut les corriger.

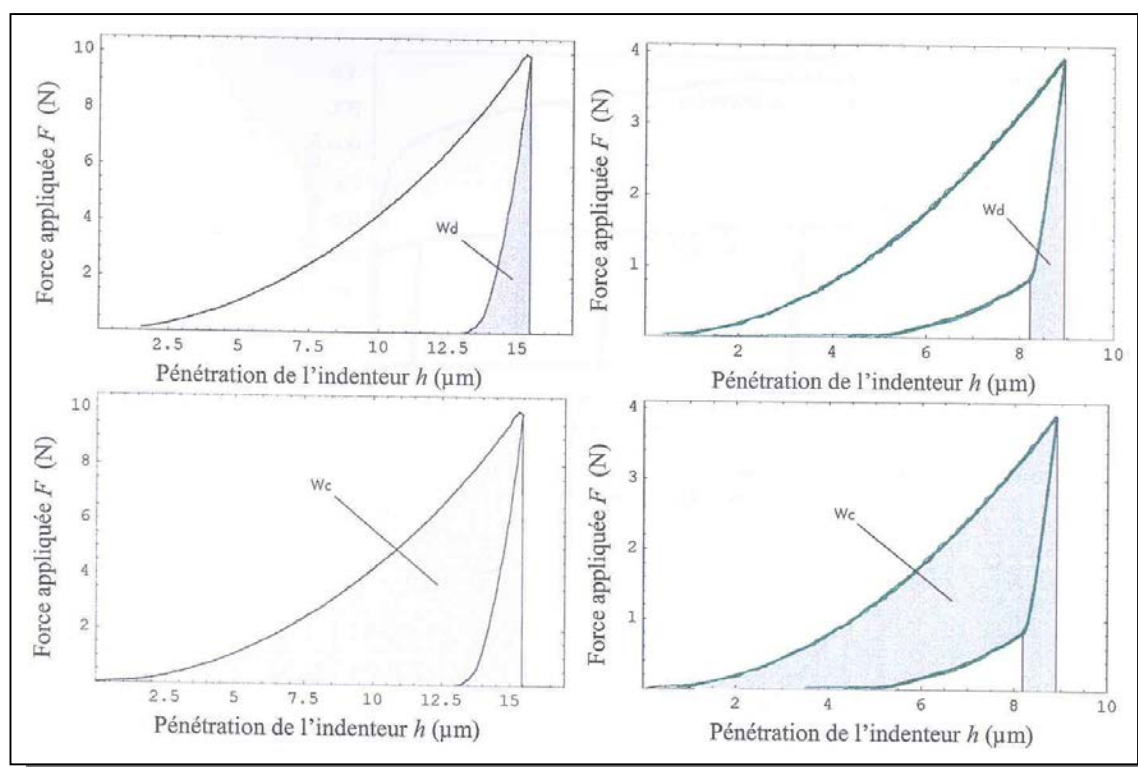


Figure 69 : Colonne de gauche : définition de l'énergie fournie à la charge et restituée à la décharge sur une courbe d'indentation classique. Colonne de droite : correspondance des énergies en prenant en compte les énergies parasites échangées avec le dispositif dans notre cas (d'après [118]).

La méthode de correction mise en place par Leroy et qui n'a pas fait l'objet de publication est décrite pas à pas ci-après, en accord avec l'auteur. Nous l'avons reprise et implémentée à l'aide du

logiciel Labview®, rendant ainsi la procédure de correction automatique pour l'ensemble des tests réalisés dans cette étude.

Chaque étape de cette méthode de correction basée essentiellement sur critère énergétique sera illustrée à partir des résultats de microindentation instrumentée obtenus sur le superalliage AM1 <001>. La courbe expérimentale est donnée en **Figure 70**. \mathcal{W}_c , \mathcal{W}_d et \mathcal{W}_{coude} , correspondant respectivement aux aires sous les courbes de charge, de décharge et du coude, sont déterminées en pratique par la méthode des trapèzes. A noter que la position du coude est déterminée par l'opérateur.

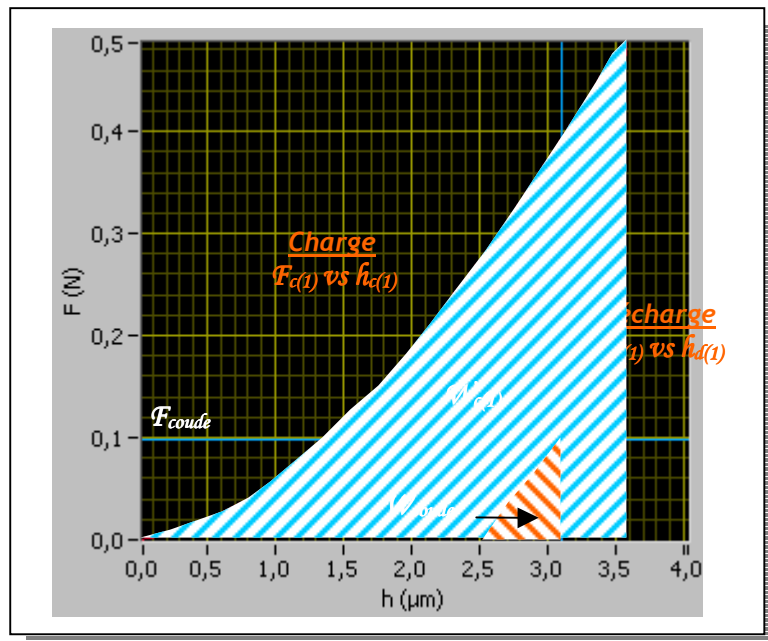


Figure 70 : Courbe réponse expérimentale force - pénétration de l'AM1 (001) et notations utilisées.

La première correction est portée sur la courbe de charge de façon à ce que l'énergie à la charge avant la correction, $\mathcal{W}_{c(1)}$, soit diminuée d'une quantité \mathcal{W}_{coude} , soit :

$$\text{Équation 44} \quad \mathcal{W}_{c(2)} = \mathcal{W}_{c(1)} - \mathcal{W}_{coude}$$

Cela équivaut à retrancher de la charge l'énergie stockée par la machine du fait de sa souplesse transverse.

La première correction à apporter à la courbe de charge $\mathcal{F}_{c(1)}$ s'écrit alors :

$$\text{Équation 45} \quad \mathcal{F}_{c(2)} = \frac{\mathcal{W}_{c(1)} - \mathcal{W}_{coude}}{\mathcal{W}_{c(1)}} \cdot \mathcal{F}_{c(1)} = X \cdot \mathcal{F}_{c(1)}$$

Cette première correction apportée à la courbe réponse force-pénétration est représentée à la **Figure 71**. Il est intéressant de noter que $\mathcal{F}_{c(2)} = \mathcal{F}_{c(1)}$ si aucun coude n'est présent.

Il est bon de préciser ici que $\mathcal{F}_{c(1)}$ représente l'histoire temporelle de force appliquée à la charge que l'on devrait écrire en toute rigueur $\mathcal{F}_{c(1)}(t)$, et plus tard viendra $\hat{h}_{c(1)}$ comme l'histoire temporelle de déplacement. On mettra ces histoires en gras dans les équations pour les différencier des constantes.

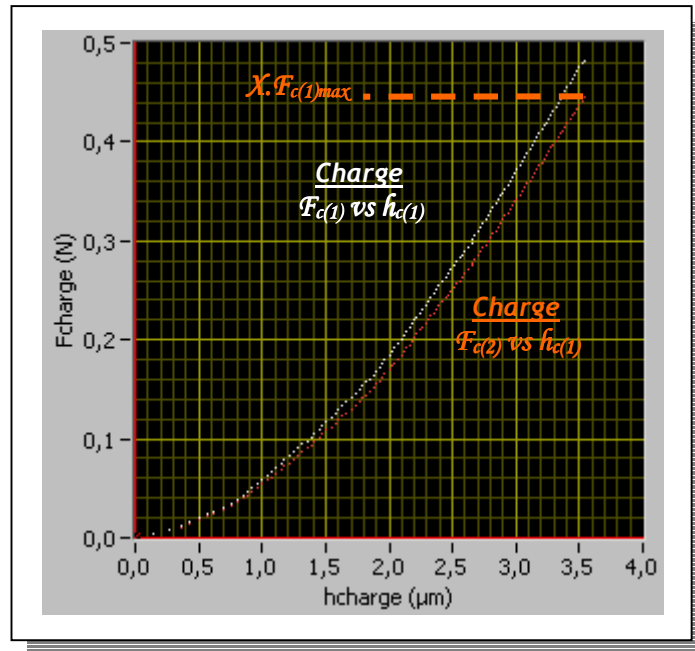


Figure 71 : Correction de la courbe de charge tel que $\mathcal{W}_{d(2)} = \mathcal{W}_{c(1)} - \mathcal{W}_{coudé}$.

La courbe de décharge est alors repositionnée par un abaissement linéaire en force de telle sorte que :

Équation 46

$$\begin{cases} \mathcal{F}_{d(2)\max} = \mathcal{F}_{c(2)\max} \text{ pour } \mathcal{F}_{d(1)} = \mathcal{F}_{d(1)\max} \\ \mathcal{F}_{d(2)} = 0 \text{ pour } \mathcal{F}_{d(1)} = \mathcal{F}_{coudé} \end{cases}$$

On peut écrire :

Équation 47

$$\mathcal{F}_{d(2)} = \frac{\mathcal{F}_{d(1)} - \mathcal{F}_{coudé}}{\mathcal{F}_{d(1)\max} - \mathcal{F}_{coudé}} \cdot \mathcal{X} \cdot \mathcal{F}_{c(1)\max}$$

Le résultat obtenu sur la courbe réponse force-pénétration est alors représenté à la **Figure 72**.

Une des hypothèses fortes de la méthode de correction de Leroy consiste à dire que le matériau indenté est le seul à bloquer de l'énergie sous forme de déformation plastique [120]. Dans ce cas, la différence de souplesse $\Delta\mathcal{K}$ mesurée en fin de charge \mathcal{K}_c et en début de décharge \mathcal{K}_d ne doit pas être affectée par cette correction (**Figure 73**).

Pour cela, une deuxième correction de la courbe de déchargement est portée sur les valeurs de la profondeur de pénétration de façon à conserver l'ouverture des courbes de charge et de décharge, tel que :

Équation 48
$$\hat{h}_{d(2)}(t) = \hat{h}_{d(1)}(t) - (F_{d(2)\max} - F_{d(2)}(t))\zeta$$

avec
$$\zeta = \frac{\mathcal{K}_{d(1)} - \mathcal{K}_{c(1)} + \mathcal{K}_{c(2)}}{\mathcal{K}_{d(1)}}$$

On notera que $\hat{h}_{d(2)\max} = \hat{h}_{d(1)\max}$ pour $F_{d(2)} = F_{d(2)\max}$ et $\zeta = 0$ s'il n'y a pas de coude.

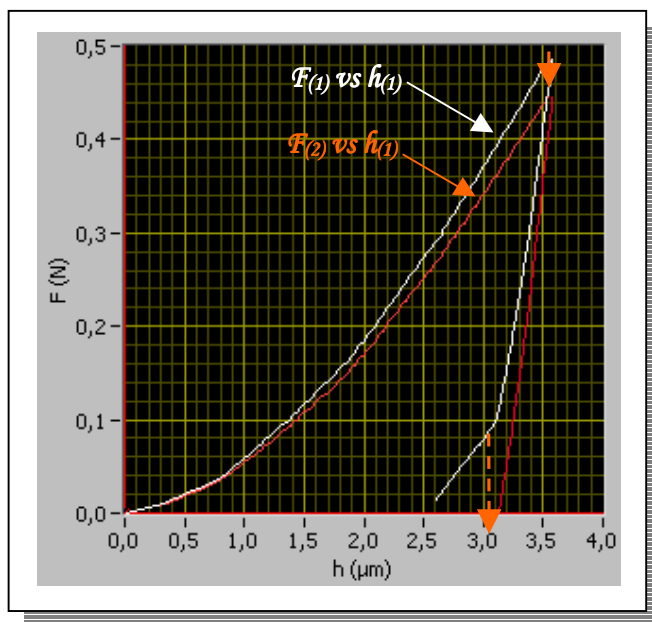


Figure 72 : Correction de la courbe de charge tel que $\mathcal{W}_{(2)} = \mathcal{W}_{(1)} - \mathcal{W}_{\text{coude}}$.

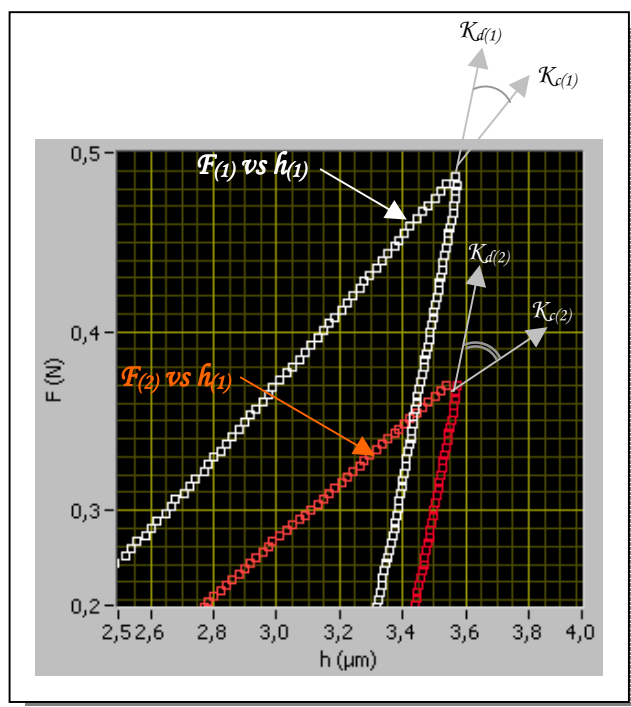


Figure 73 : Visualisation de la différence de pentes ΔK dans le cas corrigé et non corrigé.

La correction finale de la courbe est représentée en *Figure 74*.

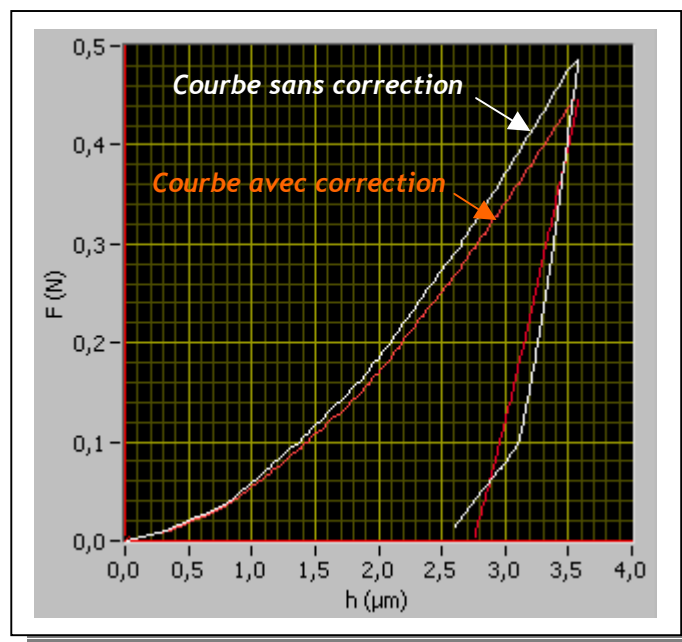


Figure 74 : Résultat de la correction de la courbe réponse force - pénétration dans le cas de l'alliage AM1 <001>.

Nous rappelons que cette correction s'appuie sur l'hypothèse que le déplacement transverse de l'indenteur s'accompagne d'une déformation élastique de la machine qui stocke de l'énergie à la charge et la restitue à la décharge (formation du coude en fin de déchargement). Cette correction

joue sur deux paramètres sensibles de l'analyse des courbes réponse force-pénétration : la pente initiale de la courbe de déchargement \mathcal{K}_d et la profondeur résiduelle d'indentation h_r . La première grandeur entre dans la détermination du module d'élasticité.



L'essentiel ...

La méthode de correction du coude en fin de déchargement des courbes réponse d'indentation à température ambiante proposée par F.-H. Leroy est la plus simple possible ; celle-ci réside en trois étapes linéaires. Par ailleurs, cette méthode a été validée en comparant la courbe corrigée aux résultats d'indentation extraits de la littérature et exempts de ce coude en fin de chargement.

Sur le plan énergétique, l'objectif n° 1 est d'avoir une énergie à la charge diminuée de l'énergie élastique stockée (énergie post-coude), ce qui est obtenu par la première partie de la correction (Équation 45) et qui n'est pas modifié par la suite.

L'objectif n° 2 est d'avoir une énergie à la décharge après correction (Équation 47 et Équation 48) qui soit égale à l'énergie initiale de décharge diminuée de l'énergie élastique restituée (post-coude).

La validation de la méthode de correction repose alors sur un calcul d'énergie des courbes de déchargement avant et après correction pour lesquelles nous devons avoir l'égalité : $\mathcal{W}_d^{(1)} - \mathcal{W}_{\text{coude}} = \mathcal{W}_d^{(2)}$. L'application numérique à l'exemple présenté pour la correction (Figure 74) donne $\mathcal{W}_d^{(1)} - \mathcal{W}_{\text{coude}} = 0,172 \text{ N}\cdot\mu\text{m}$ avant correction et $\mathcal{W}_d^{(2)} = 0,169 \text{ N}\cdot\mu\text{m}$ après correction. A la vue de tels écarts non significatifs, on peut ainsi dire que la méthode de correction du coude, reposant sur des critères énergétiques, est robuste.

II.1.3.3. Application de la méthode de correction à un échantillon étalon de silice vitreuse

La méthode de correction du coude en fin de déchargement des courbes réponse force - pénétration d'indentation à température ambiante a été appliquée sur un échantillon étalon de silice vitreuse afin de s'affranchir d'un effet d'anisotropie. A noter qu'avant correction, le module d'élasticité d'indentation a été déterminé à 61 GPa (avec un écart type sur les valeurs de l'ordre de 6 GPa). Les courbes d'indentation corrigées réalisées sur la silice vitreuse à 0,1, 0,2 et 0,3 N sont reportées sur la *Figure 75*.

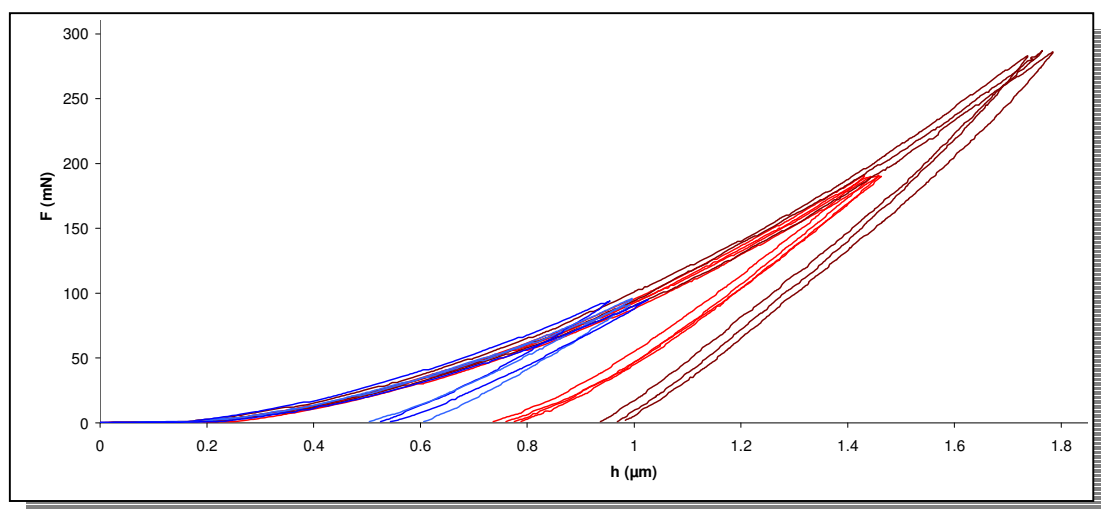


Figure 75 : Courbes réponse force - pénétration d'indentation obtenues sur de la silice vitreuse après correction du coude en fin de déchargement pour différents chargements (0,1 ; 0,2 et 0,3N).

D'une part, il apparaît une très satisfaisante reproductibilité des résultats instrumentaux quelque soit le niveau de chargement appliqué ; d'autre part, on observe une très faible dispersion des courbes réponse force-pénétration, de l'ordre de 50 nm. De plus, les valeurs de module d'indentations sont très satisfaisantes. En effet la valeur moyenne, sur l'ensemble des essais, est de 69 GPa (écart-type de 4 GPa). Ce résultat est à relier avec les valeurs extraites de la littérature de l'ordre de 71 GPa.

II.1.4. Détermination de la souplesse du dispositif de microindentation instrumentée à température ambiante

II.1.4.1. Présentation de la méthode

La détermination de la souplesse du dispositif de microindentation instrumentée à température ambiante est faite à partir d'une analyse dimensionnelle proposée par F.-H. Leroy (cette méthode n'a pas été publiée).

Cette méthode repose sur l'hypothèse que la souplesse en déchargement est la somme de la souplesse de l'échantillon et de la souplesse du système de mesure C_m :

$$\text{Équation 49} \quad \forall F_{\max}, \frac{1}{\mathcal{K}_d^*(F_{\max})} = \frac{1}{\mathcal{K}_d(F_{\max})} + C_m \Rightarrow \frac{\sqrt{F_{\max}}}{\mathcal{K}_d^*(F_{\max})} = \frac{\sqrt{F_{\max}}}{\mathcal{K}_d(F_{\max})} + C_m \cdot \sqrt{F_{\max}}$$

avec \mathcal{K}_d^* la raideur apparente en déchargement et \mathcal{K}_d la souplesse de l'échantillon.

Or, l'analyse dimensionnelle montre que $\frac{\sqrt{F_{\max}}}{\mathcal{K}_d(F_{\max})}$ est une constante.

Donc, il suffit de réaliser plusieurs tests de microindentation instrumentée à différentes charges maximales sur un matériau choisi, de déterminer la souplesse apparente pour chaque test et de

tracer $\frac{\sqrt{F_{\max}}}{K_d^*(F_{\max})}$ en fonction de $\sqrt{F_{\max}}$. La pente de la droite de régression nous donne directement la souplesse du dispositif C_m . Celle-ci s'exprime en $\mu\text{m}/\text{N}$.

D'autres méthodes utilisent généralement les valeurs de pénétration d'indentation maximale et résiduelle afin d'estimer la souplesse du moyen d'essai. L'intérêt de la méthode mise en place par F.-H. Leroy est qu'il est préférable de travailler avec la charge maximale appliquée (indépendante de l'instrumentation et des méthodes de correction du début du test et du coude en fin de déchargement) plutôt qu'avec les profondeurs de pénétration d'indentation.

II.1.4.2. Application

Cette méthode de détermination de la souplesse du dispositif de microindentation instrumentée à température ambiante a été appliquée sur un alliage monocristallin $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50} \langle 001 \rangle$ afin de s'affranchir d'effets d'orientations cristallines et de taille de grain sur la réponse d'indentation. Cette méthode a aussi été appliquée sur un alliage polycristallin d'aluminium (7075-T651).

Cet alliage d'aluminium présente l'avantage d'être très peu anisotrope. En effet, cet alliage (à symétrie cubique) a pour constantes d'élasticité $C_{11} = 107$ GPa, $C_{12} = 60,8$ GPa et $C_{44} = 28,3$ GPa. Ces valeurs nous permettent par ailleurs de calculer les modules d'Young des directions principales du monocristal, tels que $E_{\langle 001 \rangle} = 63$ GPa, $E_{\langle 011 \rangle} = 72$ GPa et $E_{\langle 111 \rangle} = 75$ GPa (les relations utilisées sont rappelées en [Annexe 6](#)). Les écarts entre ces valeurs sont faibles pour la méthode d'indentation ; on peut considérer que l'alliage d'aluminium est isotrope élastiquement.

Sur ces deux matériaux des tests de microindentation instrumentée de 0,1, 0,3 et 0,5 N ont été réalisés avec la cellule d'indentation comportant un indenteur Vickers en diamant. Pour chaque charge maximale, 5 tests ont été réalisés pour obtenir une bonne reproductibilité. La **Figure 76** représente les résultats obtenus sur ces deux matériaux pour la détermination de la souplesse du dispositif.

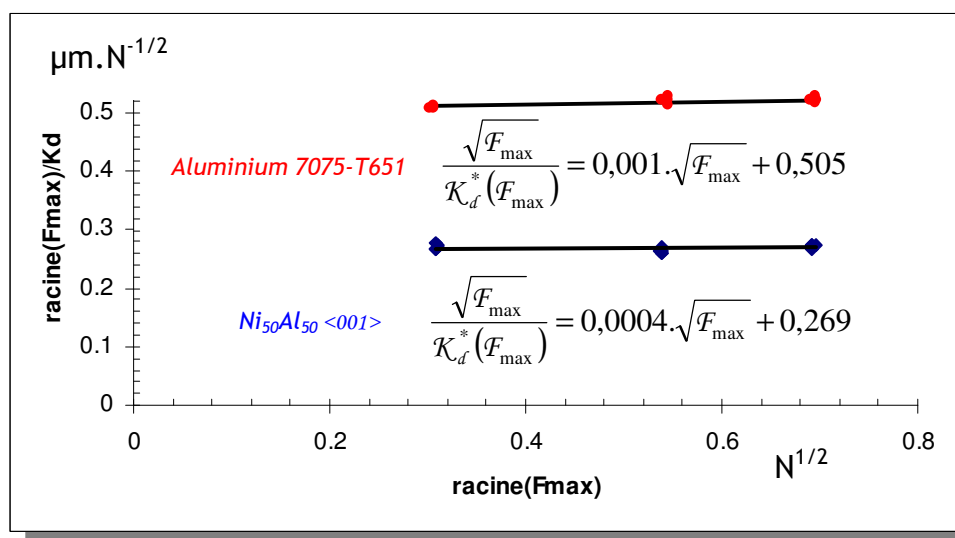


Figure 76 : $\frac{\sqrt{F_{max}}}{K_d^*(F_{max})}$ en fonction de $\sqrt{F_{max}}$ pour l'aluminium Al_{7015} et $NiAl <001>$.

On remarque que la souplesse du dispositif ($C_m = 0,001 \mu\text{m}/\text{N}$ dans le cas de l'alliage d'aluminium et $C_m = 0,0004 \mu\text{m}/\text{N}$ dans le cas de l'alliage monocristallin NiAl) est négligeable sur la réponse mécanique du matériau. La différence entre ces deux valeurs provient vraisemblablement du montage de l'échantillon dans le dispositif d'indentation. Cette différence n'est pas significative aux vues des incertitudes de régression.

II.1.5. L'effet de taille en indentation ?

L'Effet de Taille en Indentation (ETI) ("Indentation Size Effect"), encore appelé Effet d'Echelle ou existence d'une longueur interne, est un problème connu et fréquemment rencontré en indentation et notamment dans les versions micro et nano, pour lesquels les profondeurs maximales d'indentation n'excèdent pas le μm . On appelle Effet d'Echelle la diminution des propriétés mécaniques, en particulier la dureté ou le module d'élasticité d'indentation, quand la profondeur d'indentation maximale augmente. La **Figure 77** représente un effet d'échelle mis en évidence par micro dureté Vickers sur un aluminium monocristallin pur.

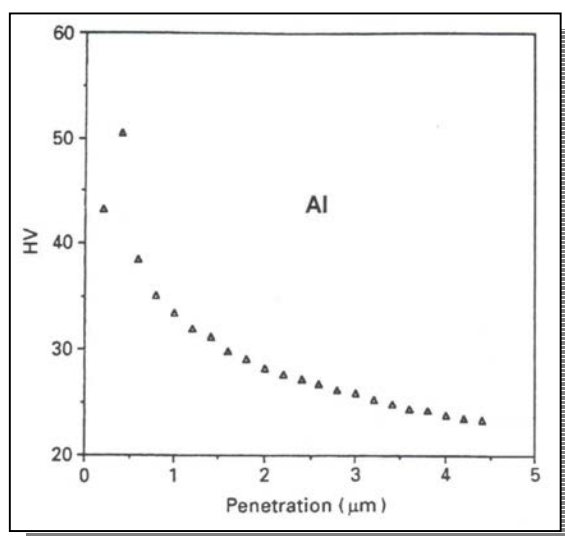


Figure 77 : Effet d'échelle observé en mesure de microdureté Vickers sur un aluminium monocristallin pur à 99,995% par Oliver et Pharr (d'après [142]).

Les hypothèses pour expliquer l'existence d'un ETI sont nombreuses :

- frottement du matériau avec les facettes de l'indenteur [126],
- recouvrement élastique du matériau après indentation [121],
- force critique pour initier l'écoulement plastique, et l'écroutissage du matériau [122],
- énergie requise pour nucléer des dislocations [126],
- statistique de l'erreur de mesure [123],
- Gradient de déformation plastique [124],

Mais aucune de ces hypothèses n'a été jusqu'à ce jour démontrée expérimentalement comme étant plus fortes que les autres.

Regardons ce qu'il en est pour notre dispositif de microindentation instrumentée à température ambiante. La question est de savoir s'il existe un tel effet d'échelle entre les charges appliquées (0,1 ; 0,3 et 0,5 N) et les chargements macroscopiques pour lesquels le matériau peut alors être vu comme homogène sans longueur interne. Pour cela, suivons une analyse de l'essai d'indentation menée par F.-H. Leroy sur le sujet :

Il est communément accepté dans la littérature que la force de chargement soit reliée à la pénétration d'indentation par une loi carrée donnée par l'analyse dimensionnelle et valide quelque soit le comportement élasto-plastique du matériau :

Équation 50

$$F^{charge} = a.h^2$$

En s'appuyant sur les travaux de Pharr [94], la courbe de décharge peut être décrite par une loi en puissance du type :

$$\text{Équation 51} \quad F_{\text{décharge}} := F(h) = K \cdot (h - h_p)^m$$

Avec h_p est la profondeur d'indentation résiduelle ($F = 0$), K et m deux constantes.

Le critère choisi pour révéler un éventuel effet d'échelle porte sur la plasticité du matériau, (en particulier sur la différence de pente instantanée à la charge et à la décharge pour $h = h_{\max}$). Cette grandeur est d'autant plus faible que le matériau a un comportement élastique. La différence de souplesse $\Delta\mathcal{K}$ mesurée en fin de charge et début de décharge est donc une constante du matériau s'il n'y a pas d'Effet de Taille en Indentation.

Le critère s'exprime alors de la façon suivante :

$$\text{Équation 52} \quad \Delta\mathcal{K} = \left. \frac{\partial F}{\partial h} \right|_{h=h_{\max}}^{\text{ch arg e}} - \left. \frac{\partial F}{\partial h} \right|_{h=h_{\max}}^{\text{déch arg e}} \propto h_{\max}$$

Il est alors facile de montrer par analyse dimensionnelle que $\Delta\mathcal{K}$ est proportionnel à h_{\max} . A noter que $\Delta\mathcal{K}$ est nul si le matériau a un comportement purement élastique. De plus, $\Delta\mathcal{K}$ a l'avantage d'être indépendant de la correction liée à la souplesse du système de mesure.

Expérimentalement, le système est asservi en force donc on a directement accès à \mathcal{F} - données à partir desquelles il est préférable de travailler. Dans ce cas, en s'appuyant sur les mêmes hypothèses que précédemment, on pourrait écrire :

$$\text{Équation 53} \quad h^{\text{ch arg e}} = b \cdot \sqrt{\mathcal{F}}$$

Cette même relation peut être aussi utilisée pour le déchargement. Le critère n'est alors plus appliqué sur les rigidités mais sur les souplesses et s'exprime alors :

$$\text{Équation 54} \quad \Delta\mathcal{S} = \left. \frac{\partial h}{\partial \mathcal{F}} \right|_{h=h_{\max}}^{\text{ch arg e}} - \left. \frac{\partial h}{\partial \mathcal{F}} \right|_{h=h_{\max}}^{\text{déch arg e}} \propto \frac{1}{\sqrt{\mathcal{F}_{\max}}}$$

L'analyse dimensionnelle montre alors que $\Delta\mathcal{S}$ est inversement proportionnel à la racine carrée de la force maximale appliquée. Par ailleurs, on notera que $\Delta\mathcal{S}$ conserve les propriétés de $\Delta\mathcal{K}$ et a l'avantage de ne pas être affecté par certaines incertitudes relatives à la mesure de pénétration (définition du zéro de mesure du déplacement).

Appliquons cette méthode à l'alliage d'aluminium 7075-T651. Le choix de cet alliage n'est pas innocent. En effet, sur cet alliage des résultats de microindentation instrumentée à température ambiante sont disponibles dans la littérature à une charge de 10 N [102] et dans l'étude de Leroy et

Kanouté [118] à des charges de 0,5, 2 et 4 N. Des modifications apportées au dispositif de microindentation, en particulier du capteur de force, ont permis de compléter l'étude précédente par la réalisation d'essais à plus faible charge (0,1 et 0,3 N). Les résultats obtenus dans cette étude sont comparés aux résultats extraits de ces deux références (*Figure 78*).

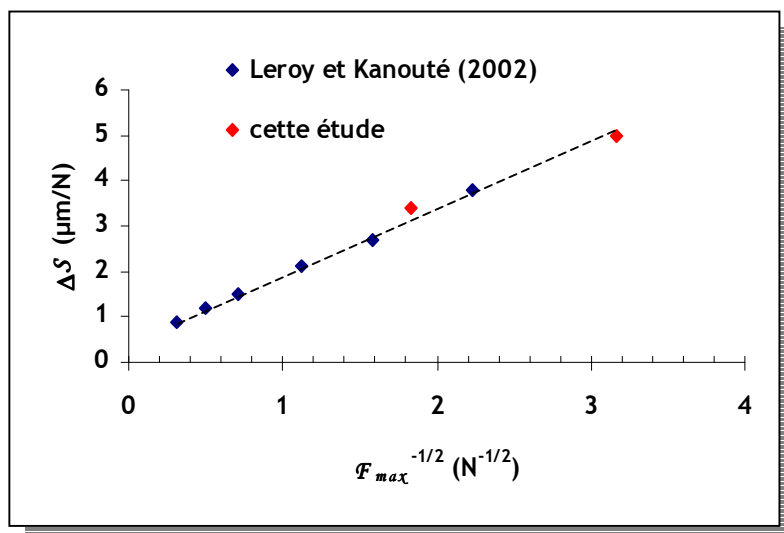


Figure 78 : ΔS en fonction de $\frac{1}{\sqrt{F_{max}}}$ pour l'aluminium Al₇₀₁₅.

On remarque qu'expérimentalement ΔS est proportionnelle à l'inverse de la racine carrée de la charge maximale d'indentation. Par conséquent, l'essai de microindentation instrumentée dans notre cas est exempt d'Effet d'Echelle.



L'essentiel ...

Un point important a été montré ici ; l'essai de microindentation instrumentée exempt d'effet d'échelle, permet de justifier l'introduction du comportement macroscopique de ce matériau dans les simulations d'indentation. En conséquence, le comportement que l'on souhaite identifier par des essais à 0,5 N est représentatif du comportement du matériau massif.

En regard de la planche de calibration des dispositifs d'indentation instrumentée à température ambiante (*Figure 79*), on remarquera que le dispositif utilisé pour cette étude est d'une part bien calibré, puisque la gamme définie par les déplacements mesurés et les duretés calculées sont conformes à la gamme de force imposée; d'autre part ce dispositif est bien adapté aux matériaux de l'étude.

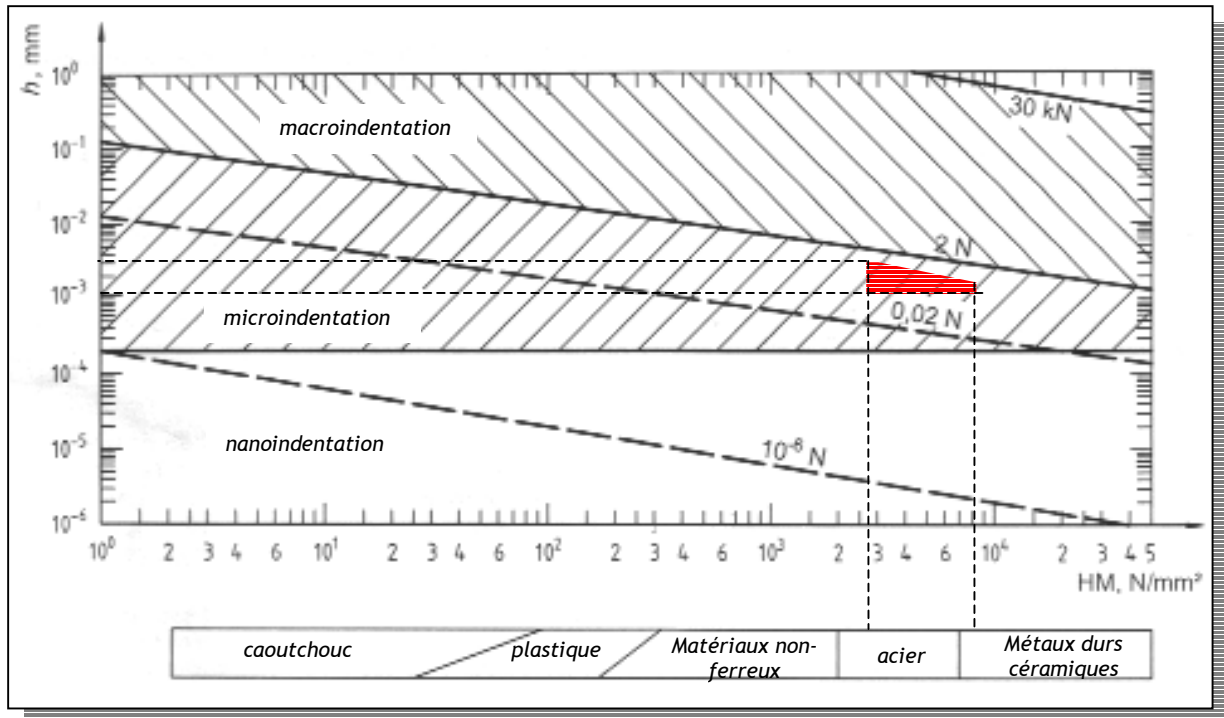
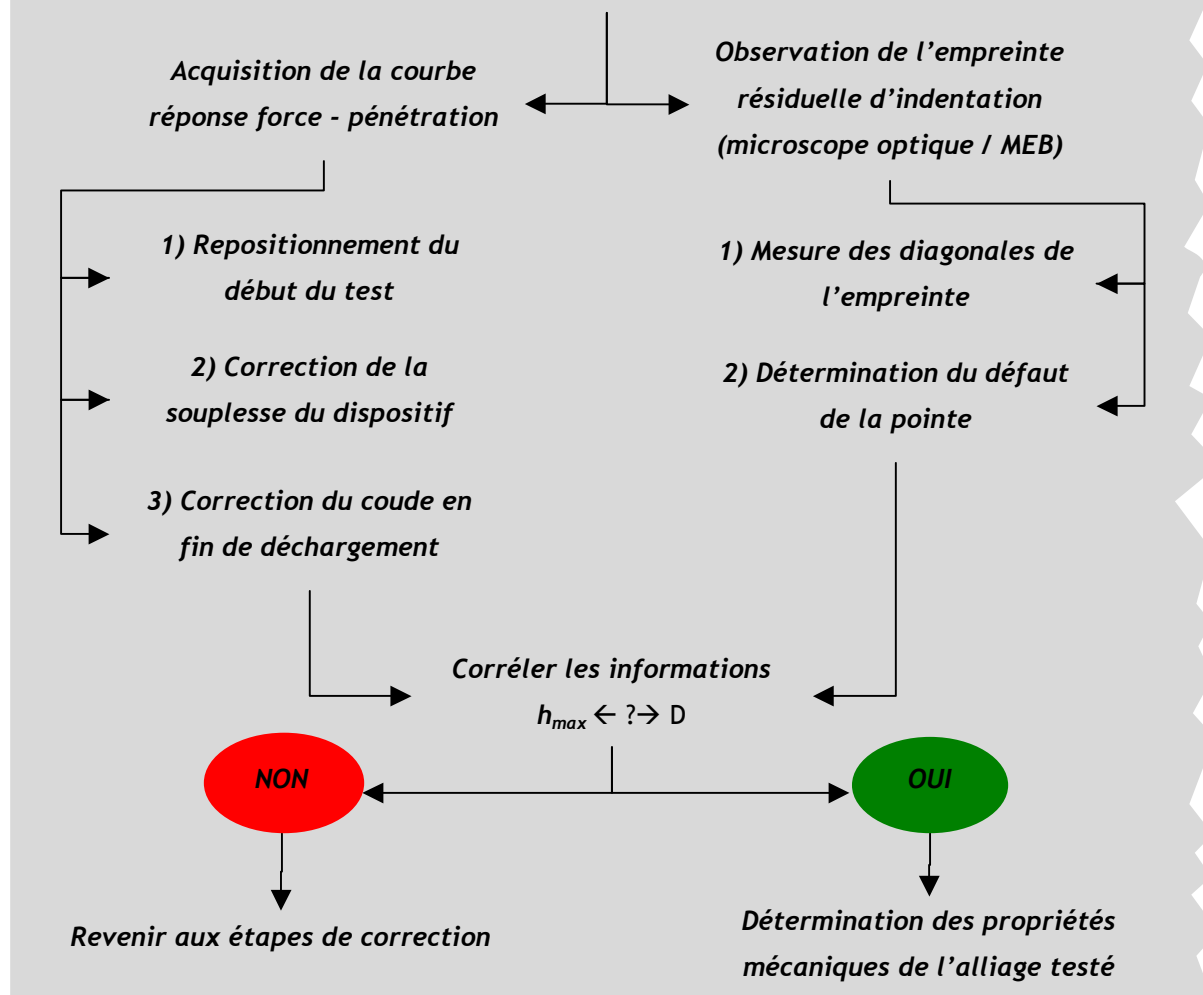


Figure 79 : Planche de calibration des dispositifs d'indentation instrumentée extraite de la norme ISO 14577-1 (d'après [90]) et positionnement de l'étendue de mesure du dispositif de microindentation instrumentée à température ambiante de l'Onera.



L'essentiel ...

Dressons en quelques points la liste des étapes importantes pour traiter un essai d'indentation à température ambiante.



II.2. Dispositif de microindentation instrumentée à haute température

II.2.1. État de l'art de la microindentation instrumentée à haute température

Le *Tableau 9*, extrait d'une publication récente de Schuh *et al.* [125], regroupe les études et les moyens d'essai de micro- et nanoindentation relatifs à des travaux menés à haute température.

Nombre de ces moyens d'essai ne sont que des duromètres à haute température, non-instrumentés et pour lesquels il n'est pas possible d'observer les empreintes résiduelles en surface à la température du test.

| Year | Authors | T_{max} (°C) | Instrument | Material |
|----------------------------|-----------------------|----------------|--------------------------------|-------------------------------------------------|
| Micro-scale studies | | | | |
| 1995 | Lucas and Oliver | 75 | Similar to MTS Nanoindenter II | In |
| 1998 | Farber et al. | 786 | Custom Apparatus | ZrO ₂ -Y ₂ O ₃ |
| 1998 | Farber et al. | 396 | Custom Apparatus | Ge |
| 1998 | Lucas and Oliver | 75 | Similar to MTS Nanoindenter II | In |
| 2001 | Fujiwara and Otsuka | 210 | Custom Apparatus | Sn, Pb-Sn |
| 2003 | Takagi et al. | 500 | ULVAC-RIKO Custom Apparatus | Al-5.3Mg |
| 2004 | Watanabe et al. | 1137 | Custom Apparatus | Thermal barrier oxides |
| 2004 | Takagi et al. | 800 | ULVAC-RIKO Custom Apparatus | CMSX-4 Ni alloy |
| Nano-scale studies | | | | |
| 1996 | Suzuki and Ohmura | 600 | Custom Apparatus | Si |
| 1997 | Syed-Asif and Pethica | 50 | Custom Apparatus | W, GaAs, In |
| 1999 | Bahr et al. | 106 | Custom Apparatus | Fe-3Si |
| 2000 | Smith and Zheng | 200 | MicroMaterials NanoTest | Au, Si, soda-lime glass |
| 2001 | Wolf et al. | 120 | Hysitron | Y-Mg-Zn |
| 2001 | Kramer et al. | 75 | Hysitron Triboscope | W, Fe-3Si |
| 2001 | Kraft et al. | 100 | MTS Nanoindenter XP | Al, Al foam |
| 2002 | Beake and Smith | 400 | MicroMaterials NanoTest | Au, fused silica, soda-lime glass, polyimide |
| 2003 | Beake et al. | 500 | MicroMaterials NanoTest | Various |
| 2003 | Xia et al. | 400 | MicroMaterials NanoTest | Fe-40Al |
| 2004 | Volinsky et al. | 130 | MTS Nanoindenter II | Au, Pt/Cu |
| 2004 | Hinz et al. | 130 | AFM tip, Veeco Dimension 3100 | PMMA |
| 2004 | Schuh et al. | 200 | Hysitron Triboindenter | Pd- and Mg-based metallic glass |
| 2004 | Lund et al. | 200 | Hysitron Triboindenter | Pt |
| 2004 | Nieh et al. | 450 | MicroMaterials NanoTest | Zr-based metallic glass |
| 2005 | Ma and Komvopoulos | 78 | Hysitron Triboindenter | NiTi |
| 2005 | Schuh et al. | 200 | Hysitron Triboindenter | Pt |
| 2005 | Zhang et al. | 200 | MicroMaterials NanoTest | NiTi |
| 2006 | Present study | 405 | Hysitron Triboindenter | Fused silica |

Tableau 9 : Récapitulatif des études et des moyens d'essai de micro- et nanoindentation existant à haute température (d'après [125]).

Du fait que la technique de microindentation instrumentée à haute température est une technologie toute récente, les dispositifs expérimentaux et les publications sur le sujet sont peu nombreux. De la liste précédemment exposée, on peut retenir le moyen d'essai micromécanique d'un groupe japonais ; ces auteurs sont néanmoins contraints de corriger leurs résultats en raison d'une dérive thermique des capteurs de mesure et du fait qu'ils appliquent un indenteur "froid" à la surface d'un matériau "chaud" [105]. Ce dispositif leur a néanmoins permis de déterminer des valeurs probantes de modules d'élasticité jusqu'à 800 °C sur un superalliage base nickel (CMSX-4).

On peut citer par ailleurs, un modèle de microduromètre commercial à haute température (Model QM, Nikon, Tokyo - Japon) qui permet de réaliser des essais de microdureté jusqu'à 1000 °C dans une enceinte sous vide. Ce dispositif a déjà permis de caractériser des couches de liaison [126]. Cependant ce moyen d'essai ne permet pas de mesurer en continu le déplacement de l'indenteur dans la matière.

A une échelle plus fine, nanométrique, on peut citer le dispositif expérimental de Schuh *et al.* qui a permis d'atteindre des températures de l'ordre de 400 °C, mais avec des problèmes de dérive thermique du fait qu'ils appliquent un indenteur froid sur un matériau chaud [125].

La microindentation instrumentée à haute température (jusqu'à 1000 °C) développée à l'Onera présente cet intérêt de pouvoir mesurer directement le déplacement de l'indenteur pendant l'essai d'indentation. Quelques prototypes dans le monde peuvent effectuer des essais similaires, mais

aucun ne fonctionne à aussi haute température et aussi faible charge. Par exemple, Cseh [116] a utilisé un duromètre permettant d'appliquer des charges de 20 à 200 N jusqu'à 800°C. Regardons de plus près les caractéristiques du moyen d'essai Onera qui font toute son originalité.

II.2.2. Description de la technique originale de microindentation instrumentée à haute température développée à l'Onera

Dans ses grandes lignes, la technique de microindentation instrumentée à haute température développée à l'Onera permet de réaliser, dans sa version actuelle des essais instrumentés :

- jusqu'à 1000°C,
- à des forces maximales relativement faibles (< 1 N),
- sous atmosphère contrôlée (d'argon ou mélange réducteur d'argon hydrogène).

Ce dispositif de microindentation a été mis au point pour une étude des propriétés des alliages (Ni,Pt)Al [127], et son principe a fait par ailleurs l'objet d'une publication le décrivant [128]. La Figure 80 représente une photographie et un schéma de principe du dispositif à haute température dans sa configuration actuelle.

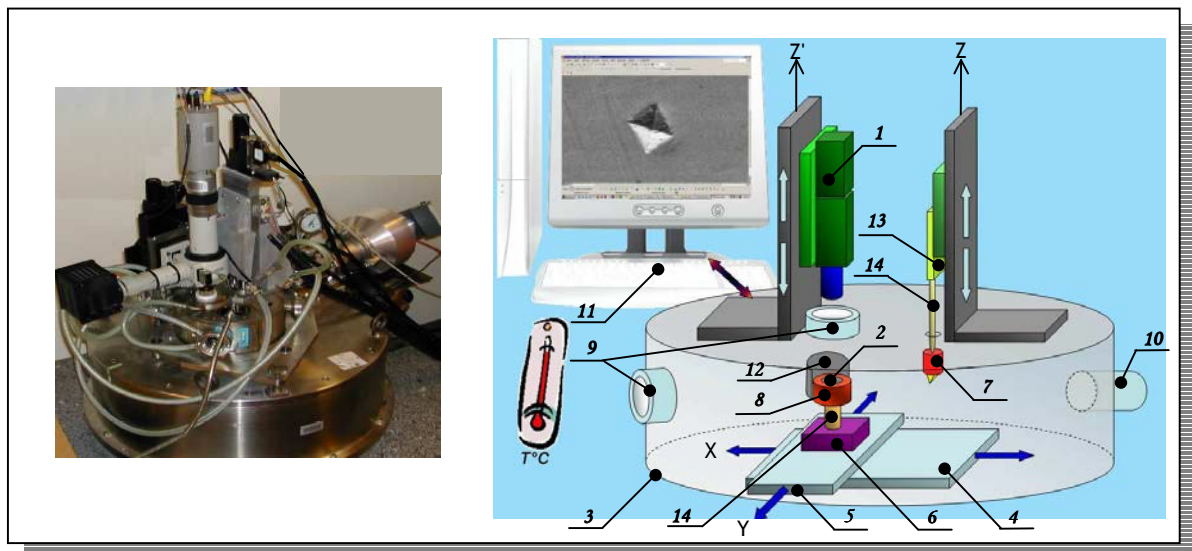


Figure 80 : Photographie et schéma de principe et photographie du dispositif de microindentation instrumentée à haute température.

II.2.2.1. Une conception revue et corrigée!

a. Eléments constitutifs du dispositif

Le dispositif haute température n'est pas comme celui à température ambiante, construit sur les bases d'un microscope optique. Toute la conception et les technologies employées ont été

repensées. Pour les applications à haute température, il est nécessaire de travailler sous atmosphère contrôlée dans une enceinte hermétique (*Figure 80 - 3 -*).

Dans l'enceinte, ont été placés les tables de déplacement (X et Y) respectivement - 4 et 5 -, le capteur d'effort - 6 - et les fours résistifs de l'indenteur et de l'échantillon respectivement - 7 et 8 -. Les deux platines de translations à vis sans fin d'une résolution inférieure au micromètre peuvent déplacer l'ensemble constitué du capteur d'effort, du four échantillon et de l'échantillon sous l'indenteur ou bien sous le microscope - 1 -.

L'enceinte, les hublots - 9 -, les tables de translation, les capteurs sont refroidis par circulation d'eau.

L'enceinte est dotée de deux pompes, primaire et turbomoléculaire, montées en série - 10 - pour réaliser un vide primaire puis secondaire (10^{-5} Pa). Il est possible par la suite de rétablir une pression partielle d'argon ou un mélange réducteur argon/hydrogène.

Pour ce dispositif, l'axe mécanique d'indentation (Z) a été séparé de l'axe optique (Z'). Cet axe optique est constitué d'une caméra et de filtres permettant l'observation de la surface de l'échantillon - 2 - avant et après le test et surtout la possibilité de choisir la zone de test.

b. Pilotage du dispositif

Un ordinateur assure les liaisons et l'interfaçage des différents éléments constitutifs du moyen d'essai. Le test de microindentation instrumentée à haute température est piloté en force. Par ailleurs, l'utilisation d'un indenteur Vickers nécessite de respecter le principe d'autosimilarité induit par cette géométrie. Le principe d'autosimilarité postule que la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_{ind}$ du matériau doit être constante lors d'un essai d'indentation avec un indenteur pointu (cône, Berkovich, Cube Corner, Knoop, et Vickers).

A température ambiante, la vitesse de chargement n'influence pas les résultats d'indentation ; dans le cas des matériaux métalliques, le principe d'autosimilarité est toujours respecté. Il n'en est pas de même à haute température. La conservation de ce critère pendant le test de microindentation est rendue difficile par les phénomènes visqueux du matériau à haute température.

La méthode permettant de conserver le principe d'autosimilarité de l'indenteur (vitesse de déformation constante durant le test) peut être déduite à partir de la dureté du matériau :

Équation 55
$$\mathcal{H} = \frac{F}{A_c} \propto \frac{F}{h^2}$$

relation qui peut aussi s'écrire sous la forme :

Équation 56
$$F \propto h^2 \cdot \mathcal{H}$$

En dérivant l'*Équation 56* par rapport au temps, on obtient :

Équation 57

$$\dot{F} \propto 2.\dot{h}.\dot{h}.\mathcal{H} + \dot{h}^2.\dot{\mathcal{H}}$$

expression pouvant se ramener à :

Équation 58

$$\dot{h} \propto \frac{\dot{F}}{2.\dot{h}.\mathcal{H}} - \frac{\dot{h}^2.\dot{\mathcal{H}}}{2.\dot{h}.\mathcal{H}}$$

En regroupant l'Équation 55 et l'Équation 58 on obtient finalement:

Équation 59

$$\frac{\dot{h}}{\dot{h}} \propto \frac{1}{2} \left(\frac{\dot{F}}{F} - \frac{\dot{\mathcal{H}}}{\mathcal{H}} \right) \equiv \dot{\epsilon}_{ind}$$

Expérimentalement le seul paramètre de contrôle est la charge appliquée. Dans l'hypothèse de l'étude d'un matériau homogène, l'Équation 59 nous propose ainsi un moyen de conserver une vitesse de déformation en indentation $\dot{\epsilon}_{ind}$ constante. Pour cela, le rapport de la vitesse de chargement et de la charge doit être constant. Le profil de chargement en fonction du temps est donc de la forme:

Équation 60

$$F^{charge}(t) = A.\exp(t)$$

avec A une constante et t le temps.

Les expériences à haute température ont donc été menées en appliquant ce principe. Les profils de charge appliquée sont représentés sur la **Figure 81**. Deux rapports \dot{F}/F ont été choisis de façon à ce qu'un des chargements soit 5 fois plus rapide que l'autre. Dans les deux cas, un palier de maintien de l'ordre de 3500 s est réalisé à chargement maximal. Le déchargement est effectué rapidement de façon à pouvoir capter un maximum d'information du comportement élastique à haute température tout en négligeant les effets de viscosité.

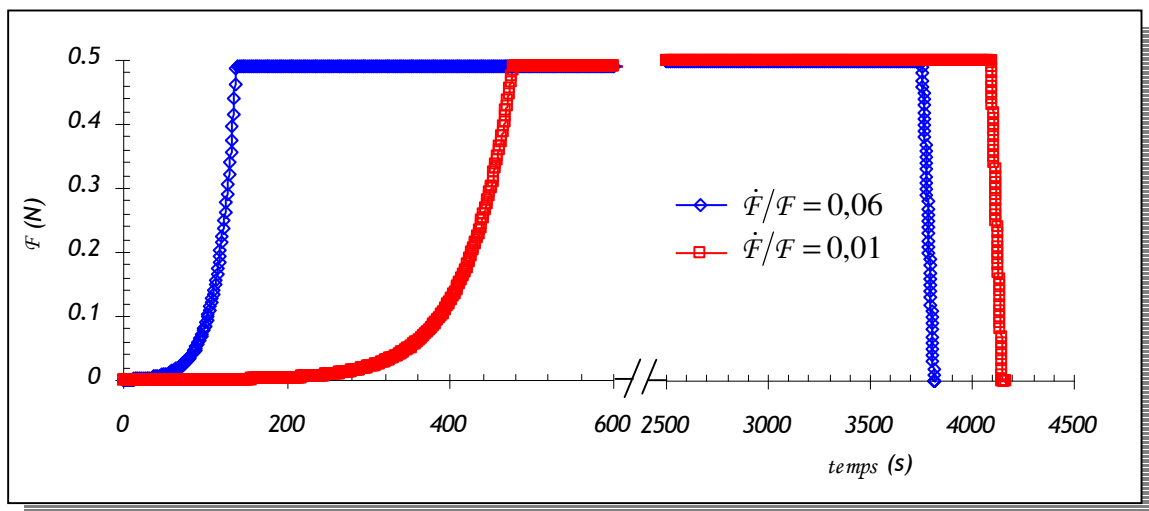


Figure 81 : Profils de chargement satisfaisant la condition $\dot{F}/F = C^{ste} (s^{-1})$.

II.2.2.2. Le système de chauffage

a. Four de chauffage, mesure et régulation de la température

Le système de chauffage du dispositif de microindentation instrumentée à haute température se compose de deux fours résistifs : un four pour l'indenteur et un autre pour l'échantillon (**Figure 82**).

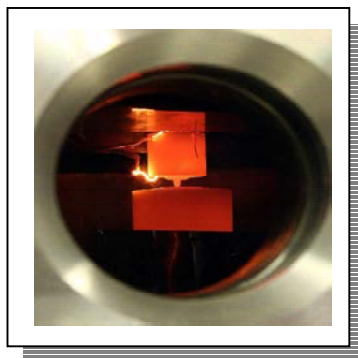


Figure 82 : Observation à 800°C par le hublot de l'enceinte de la mise en vis-à-vis des fours indenteur et échantillon.

Chaque four se compose d'un fourreau d'alumine dans lequel est placé un fil de platine servant de résistance (le diamètre du fil de platine est de l'ordre de 0,5 mm). Ce dispositif permet d'atteindre une température maximale de 1000°C environ à la surface de l'échantillon.

Au sein de chaque four, entre le fourreau d'alumine et le fil de platine, est placé un thermocouple. Le four échantillon utilise un thermocouple standard de type K (alumel/chromel); ce thermocouple permet une mesure dans une gamme de température large (-270 à 1370°C). Par ailleurs le four indenteur utilise un thermocouple de type S (platine/platine rhodié 10 %); ce thermocouple permet une mesure dans une gamme de température allant de 0 à 1600°C.

Ces deux thermocouples sont utilisés directement pour contrôler la régulation de température. Par ailleurs, un troisième thermocouple (type K) placé en dessous de l'échantillon, permet d'une part de contrôler si la température de l'échantillon correspond bien à la température de consigne ; d'autre part renseigne sur la température de l'échantillon pendant le test d'indentation.

La régulation de température pendant le test est assurée automatiquement par une cellule EUROTHERM, cerveau pilote de la régulation en température (**Figure 83**). Celle-ci prend l'information en température du thermocouple associé. Elle assure le maintien de la température par impulsions électriques fournies au résistor de platine (qui s'échauffe par effet Joule); la régulation se fait à l'aide d'une boucle P.I.D. (Proportionnel - Intégrale - Dérivée).

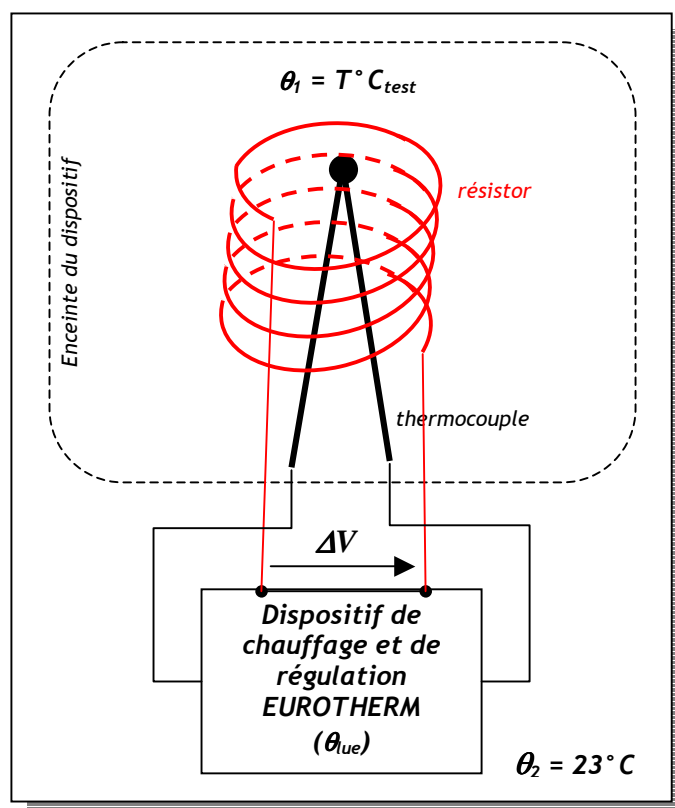


Figure 83 : Schéma de principe de la boucle de régulation de température.

b. Problèmes liés à la température

Une étude antérieure à ce travail, menée par B. Passilly, a permis d'estimer la dilatation thermique du dispositif d'indentation lors d'un essai à haute température. Cette dernière, de $1 \mu\text{m}/^\circ\text{C}$, reste une valeur élevée vis-à-vis de la gamme de déplacement mesurée (de l'ordre de quelques micromètres).

Les tables de positionnement utilisées sont équipées de moteurs pas à pas avec encodeur intégré. Cet équipement permet d'obtenir une précision expérimentale de positionnement de l'ordre d'une dizaine de micromètres (donnée constructeur : précision de positionnement $1 \mu\text{m}$). La mise en place d'écrans thermiques (Figure 80 - 12 -) en titane autour de la zone de chauffage a permis de réduire significativement le rayonnement des fours sur les pièces sensibles du dispositif et d'éviter ainsi tout dysfonctionnement des tables de positionnement. De plus, la réalisation d'un axe mécanique entièrement en zircone a permis de minimiser la conduction thermique vers les instruments de mesure (Figure 80 - 14 -).

Les capteurs doivent être maintenus à température constante car ils sont très sensibles aux fluctuations de température. De nombreux efforts ont porté avant le début de cette étude pour améliorer le refroidissement des pièces mécaniques et ainsi éviter toute dérive des capteurs de mesure, et des tables de déplacement avec la température.

La cellule de déplacements micrométriques (unité piézoélectrique) qui assure le déplacement de l'indenteur pendant l'essai micromécanique ((Figure 80 - 13 -)) a été sortie de l'enceinte. La pièce étant climatisée, les variations de température pour ce capteur sont négligeables. Les déplacements sont mesurés en utilisant la technologie capacitive différentielle.

Nous avons relevé la température en sortie du circuit d'eau de refroidissement en fonction du temps et de la température de test (dans le cas d'essai à 300, 500, 700 et 800 °C). Les résultats obtenus ont été reportés sur la Figure 84. Entre chaque température, un temps suffisamment long est attendu afin de s'assurer de l'équilibre thermique des éléments chauffants et du capteur.

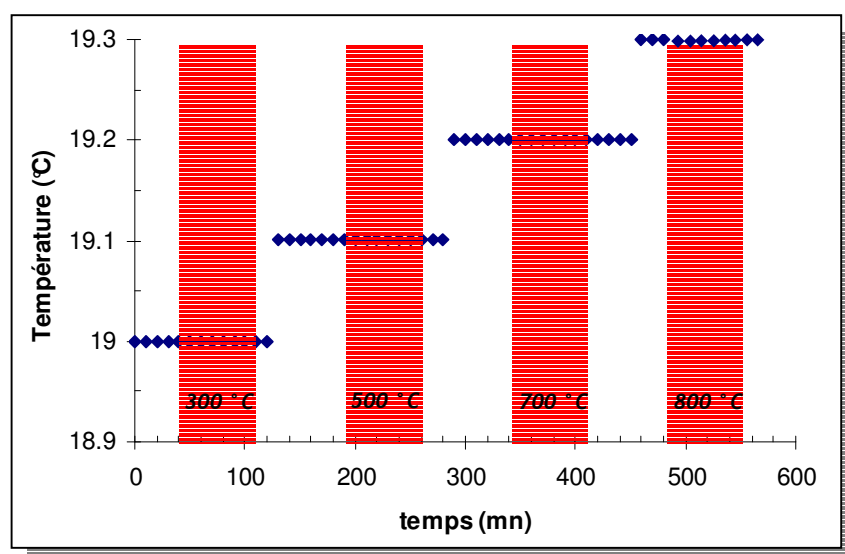


Figure 84 : Evolution de la température du capteur d'effort en fonction du temps et de la température du test de microindentation.

On remarque que la température du capteur de force est stable pendant toute la durée des essais de microindentation instrumentée. Les prises de mesure de température ont été effectuées avec un thermomètre dont la précision est de 0,1 °C. Par conséquent, il se peut que la dérive thermique du capteur d'effort soit inférieure à 0,05 °C et qu'elle ne soit pas visible sur ces mesures. A partir des données constructeur du capteur d'effort, on peut estimer les variations induites sur la mesure de la force et sur celle du déplacement. En effet, la sensibilité de mesure du capteur (donnée constructeur) est de $10^{-2} \text{ N}/^\circ\text{C}$ a maxima. Pour une variation de 0,05 °C, la variation induite sur la mesure de la force est de $5 \cdot 10^{-4} \text{ N}$. Par ailleurs, la raideur du capteur est de $1,25 \cdot 10^4 \text{ N/m}$ soit une souplesse de 40 $\mu\text{m}/\text{N}$ a maxima. Ceci induit **une variation sur la mesure de déplacement de l'ordre de 20 nm**. Ce résultat nous montre que la dérive thermique du capteur d'effort est suffisamment faible pour être négligée.

Le système de chauffage et de régulation de température de ce dispositif a fait l'objet d'un brevet [129].

II.2.2.3. Stabilité en température du dispositif de microindentation instrumentée en température

a. Stabilité de la régulation en température

Une grande partie de cette étude a été consacrée à quantifier la stabilité de la température lors de l'essai de microindentation instrumentée et de regarder les conséquences des variations de température sur les résultats de l'essai. La méthode retenue consiste à récupérer les tensions brutes à l'entrée des cellules EUROTHERM de chaque système chauffant en dérivant les tensions vers un voltmètre et un enregistreur (Figure 85). Les appareils de mesure (voltmètre et enregistreur) sont dérivés du thermocouple par des câbles de compensation qui permettent de mesurer la ddp des thermocouples.

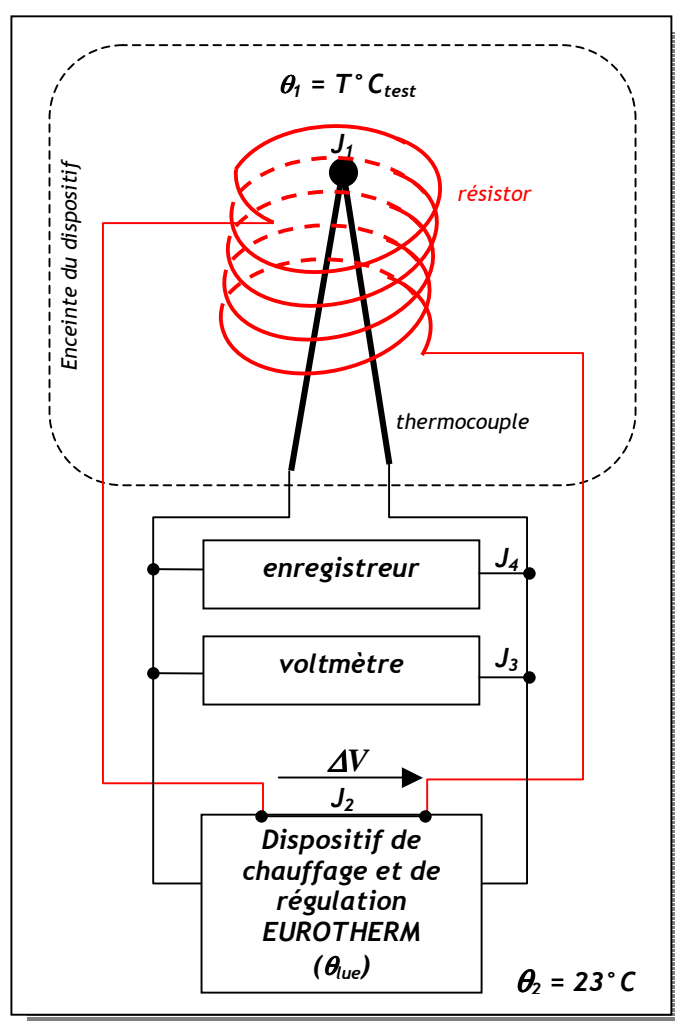


Figure 85 : Schéma de principe du dispositif de mesure de la force électromotrice aux bornes de chaque thermocouple.

La substitution fils de couple / fils de compensation implique deux points importants :

- respecter les polarités aux jonctions
- connecter les jonctions J_3 et J_4 à la même température » [130]

L'enregistreur a permis de suivre l'évolution de la tension en fonction du temps et le voltmètre d'obtenir une précision de la tension de l'ordre du microvolt (précision que n'a pas l'enregistreur). A partir des tables de conversion tension-température de chaque thermocouple et après correction de soudure froide, on peut ainsi remonter aux valeurs de la température.

Sur le plan expérimental, nous avons placé les fours indenteur et porte-échantillon en vis-à-vis (séparés d'une distance de 4 mm) et maintenu la température d'étude. La différence de potentiel est enregistrée tout au long de l'essai. Pour ce travail, le dispositif fonctionne sous air. La température est limitée à 500°C pour éviter toute dégradation supplémentaire de la pointe d'indentation en diamant et d'oxydation de la surface du matériau.

La **Figure 86** représente l'évolution de la température de régulation du four porte-échantillon déterminée à partir de l'évolution de la tension délivrée par le thermocouple et la table de correspondance tension/température de chaque thermocouple. Le temps $t = 0$ correspond à l'arrivée de la cellule EUROTHERM à la température de consigne (500°C dans notre cas). Aucun relevé n'a été effectué avant 75 s car les variations de tension étaient trop rapides pour être captées. Une étude statistique a été réalisée sur les valeurs de température lorsque le régime stationnaire a été atteint ($t = 250$ s).

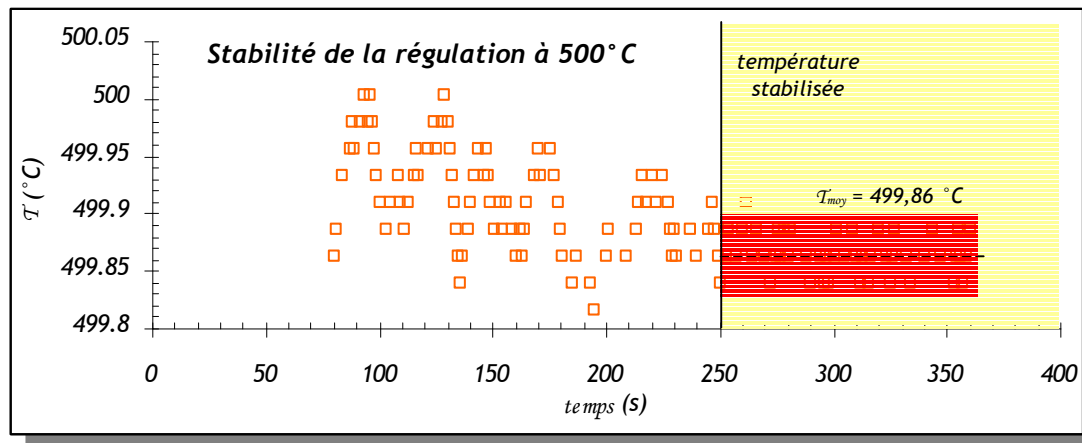


Figure 86 : Température de régulation du four porte-échantillon (thermocouple de type K).

Cette étude statistique a permis de déterminer une température moyenne de régulation du four porte-échantillon de l'ordre de $499,86 \pm 0,03^\circ\text{C}$. Cet écart de température de régulation est satisfaisant puisqu'il ne conduirait qu'à des dilatations du dispositif d'indentation de l'ordre de 35 nm (valeur proche du bruit de mesure expérimental).

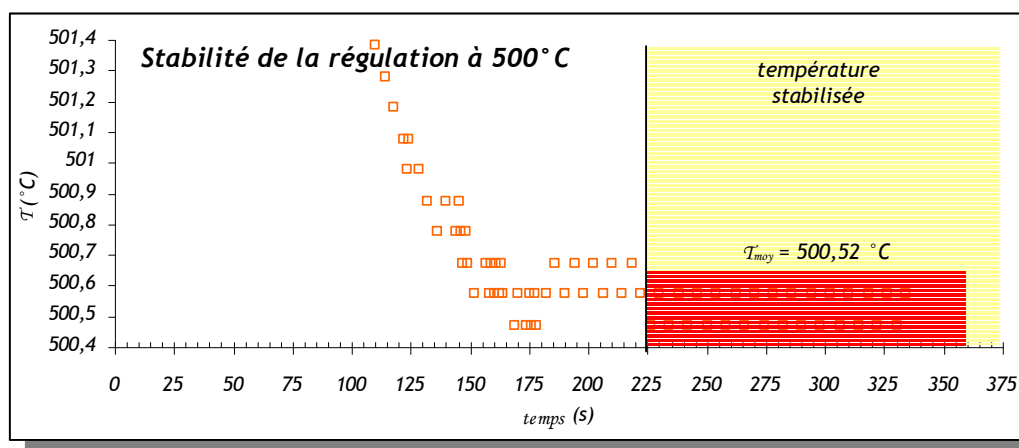


Figure 87 : Température de régulation du four indenteur (thermocouple de type S).

La même méthode a été appliquée à partir des mesures de régulation de température du four indenteur (**Figure 87**). On remarque pour ce four que l'équilibre thermique est atteint plus vite que le four porte-échantillon ($t = 225$ s) - la masse thermique du four indenteur étant plus faible que la masse thermique du four porte-échantillon. La température moyenne de régulation est de l'ordre de $500,52 \pm 0,02 \text{ } ^\circ\text{C}$. Cet écart de température de régulation est tout aussi satisfaisant que le précédent car il ne conduirait qu'à des dilatations du dispositif d'indentation de l'ordre de 20 nm. A noter par ailleurs une très bonne régulation de température autour de la valeur de consigne.

Les variations de température de régulations sont inférieures à la précision des thermocouples de mesure (de type K et S). Ceci nous mène à dire que le dispositif de chauffage conduit à une très bonne régulation de température autour de la valeur de consigne pour les fours indenteur et porte-échantillon.

b. Intérêt d'un double système chauffant

L'intérêt d'avoir deux systèmes chauffants (four porte-échantillon et four indenteur) va être démontré ici par deux exemples. Pour le premier exemple, les deux fours ont été placés en vis-à-vis (séparés d'une distance approximative de 2 mm). L'unité Eurotherm de régulation du four indenteur a été éteinte. L'évolution de la température au niveau de l'indenteur est suivie, lorsque le four porte-échantillon est porté à $700 \text{ } ^\circ\text{C}$ (**Figure 88**), en utilisant alors le thermocouple du four indenteur comme un thermocouple de prise de mesure.

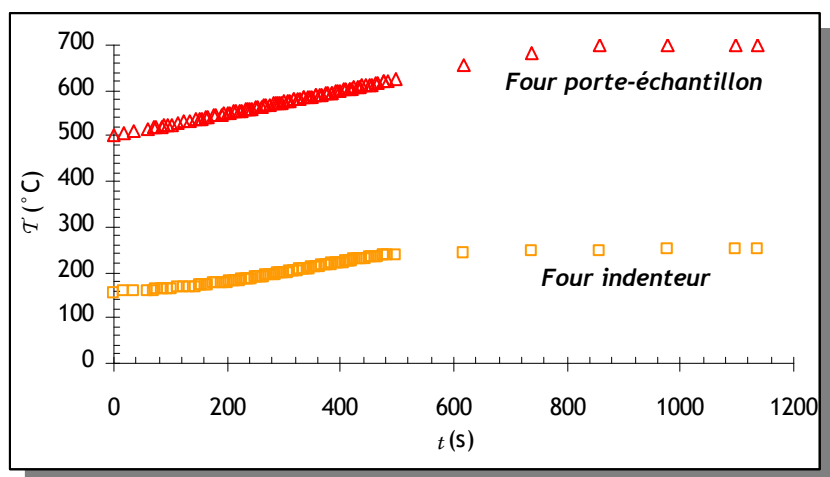


Figure 88 : Evolution de la température du four indenteur lorsque le four porte-échantillon est porté à 700°C.

On remarque que l'équilibre thermique du four indenteur ne permet pas d'atteindre (en particulier par rayonnement) la température de consigne de 700°C du four porte échantillon. L'équilibre thermique du four indenteur s'établit péniblement aux alentours de 250°C. Cette différence de température génèrerait obligatoirement une dérive sur la mesure du déplacement lors de l'essai instrumenté de microindentation, dérive qu'il est difficile de corriger après coup.

Le deuxième exemple propose de regarder l'évolution de la température de régulation du four porte échantillon si le four indenteur placé en vis-à-vis est éteint. La température de consigne de régulation est alors fixée à 500°C (Figure 89).

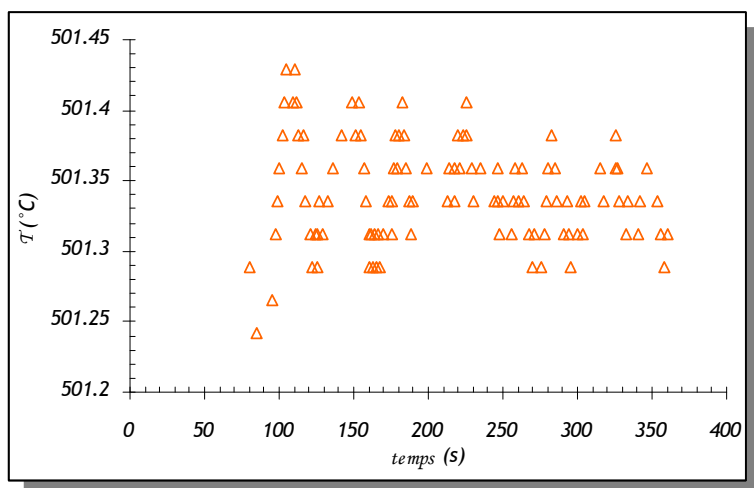


Figure 89 : Evolution de la température de régulation du four porte-échantillon en fonction du temps.

On remarque dans ce cas qu'il est difficile d'obtenir une bonne régulation et une stabilisation rapide de la température. En effet, celle-ci est de l'ordre $501,34 \pm 0,06^\circ\text{C}$. On constate alors que la régulation est moins satisfaisante que dans le cas des deux fours chauffants placés en vis-à-vis.

c. Stabilité en température de l'échantillon pendant le test micromécanique

Nous venons de voir que la régulation de la température était stable et permettait d'atteindre une régulation largement inférieure au degré (de l'ordre de $0,02^{\circ}\text{C}$). On peut alors se demander si la température au niveau de la zone de test est stable pendant le test micromécanique. Pour cela, des modifications ont été apportées au dispositif de microindentation (*Figure 90*) ; un thermocouple de type K a été placé sous l'échantillon de façon à pouvoir relever la température de ce dernier en continu pendant l'essai micromécanique (soit environ pendant 3500 s). Une analyse statistique est ensuite réalisée sur ces données. La *Figure 91* représente les répartitions statistiques de la température de l'échantillon à 750, 800 et 850°C . A chaque température, deux à trois essais ont été réalisés afin d'obtenir une reproductibilité de la mesure de température.

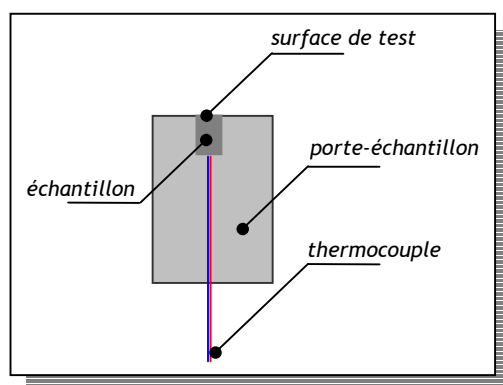


Figure 90 : Schéma de mise en place du thermocouple de vérification de la température au niveau de l'échantillon.

On remarque dans tous les cas étudiés que la température présente une répartition bimodale. Cette répartition est due à la régulation de température. Les valeurs de température mesurées sont d'une part proches de la température de consigne de régulation ; d'autre part, il s'agit là de mesures de température instantanées dont certaines variations brutales n'ont peut-être qu'un très faible sens physique. En effet, le thermocouple placé sous l'échantillon n'est pas parfaitement en contact avec l'échantillon. De plus, pour ce type de mesure, le thermocouple est logé dans une cavité considérée comme un corps noir parfait. Cette hypothèse est peut-être à revoir dans l'analyse des résultats. Par ailleurs, le thermocouple donne une valeur de température sous l'échantillon, à l'opposé de la surface de test. L'équilibre thermique à la position du thermocouple est sans doute plus difficile à atteindre. En effet, chaque graphique de la *Figure 91*, montre des températures oscillantes à $\pm 1^{\circ}\text{C}$. Au niveau de la surface de test de l'échantillon ces variations sont amoindries par les phénomènes de rayonnement intense du four indenteur, améliorant l'équilibre thermique du système.

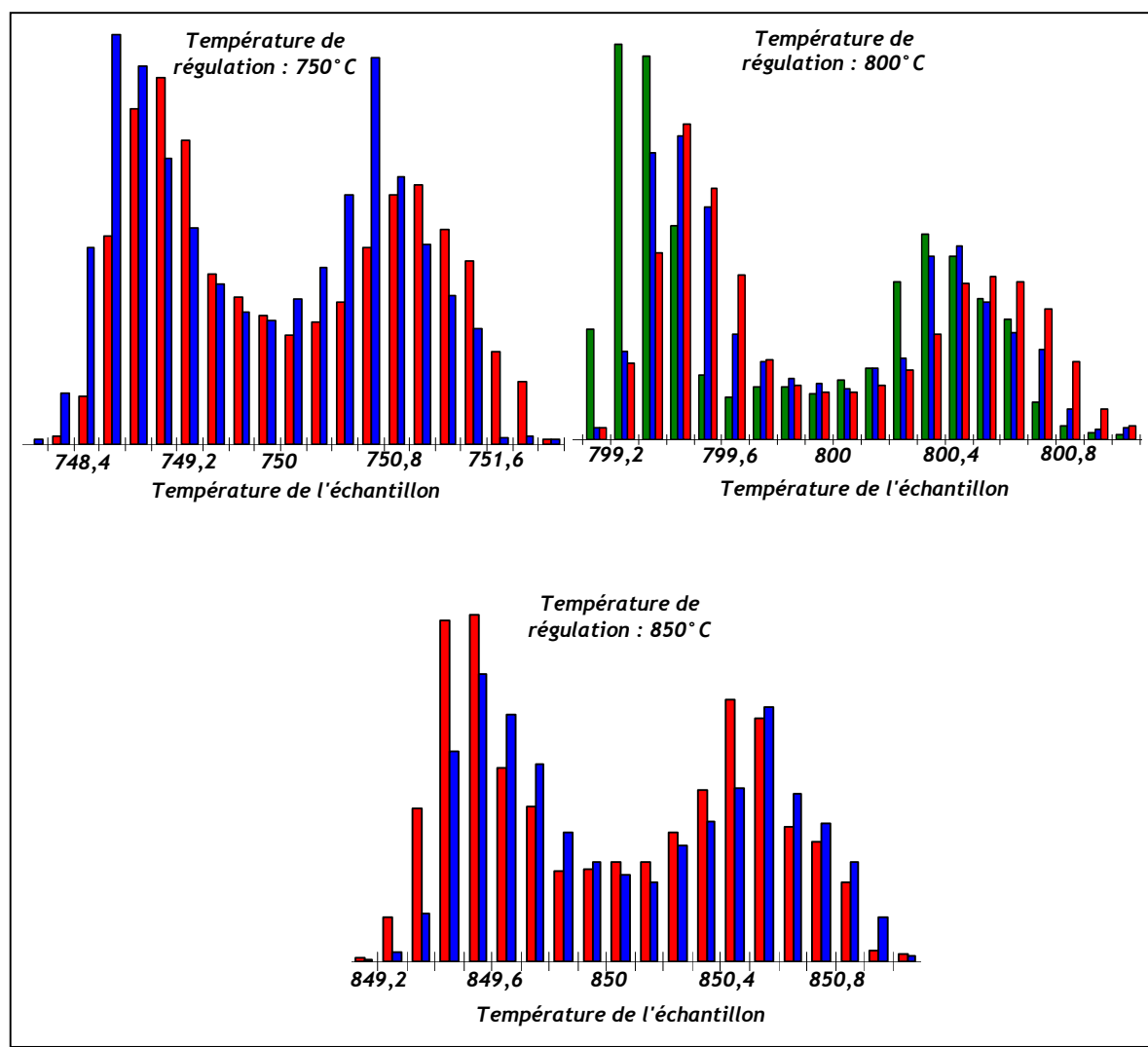


Figure 91 : Evolution de la température de l'échantillon pendant les essais d'indentation à 750, 800 et 850°C.

Pour compléter l'étude, un calcul de thermique quelque peu simplifié a été réalisé au moyen du logiciel FlexPDE. Ce calcul a été mené en axisymétrie, en conduction pure, avec une géométrie de l'axe mécanique la plus réelle possible afin d'estimer les variations de température au sein de l'échantillon au niveau du thermocouple de mesure en appliquant les conditions aux limites expérimentales. Les contacts entre les différentes parties du système ont été supposés parfaits. La température du fil de platine (considérée constante à $T = 770^{\circ}\text{C}$) a été déterminée de façon à obtenir une température de 700°C au cœur de l'échantillon). Les pièces froides du système (refroidissement forcé par eau) ont été prises à la température de 20°C . Les coefficients de conduction, k , utilisés sont regroupés dans le *Tableau 10*.

| à 700 °C... | k (W.m ⁻¹ .K ⁻¹) |
|-------------------------------------------------------|-----------------------------------------|
| NiAl (échantillon) | 65 |
| acier (porte-échantillon, enceinte et refroidisseurs) | 36 |
| alumine (fours) | 4 |
| platine (résistances thermiques) | 70 |
| diamant (indenteur) | 150 |

Tableau 10 : Conductivité des matériaux de l'axe mécanique d'indentation.

La **Figure 92** représente le profil de température obtenu par ce calcul en conduction pure. Deux points importants sont à noter :

- la température au niveau de l'échantillon (considéré ici comme un échantillon de NiAl) varie peu ($\sim 2^\circ\text{C}$, donc de très faibles gradients d'un point de vue local à l'échelle de la microindentation). De plus, le transfert de chaleur dû au rayonnement du four indenteur minimise ces gradients.
- Le fil de platine doit être à une température bien supérieure à celle requise lors du test d'indentation. Ceci explique aussi le fait que le fil de platine se rompt facilement pour des températures de consigne de test supérieures à 1000°C (la température du fil étant à sa limite de la température de fusion de l'ordre de 1600°C).

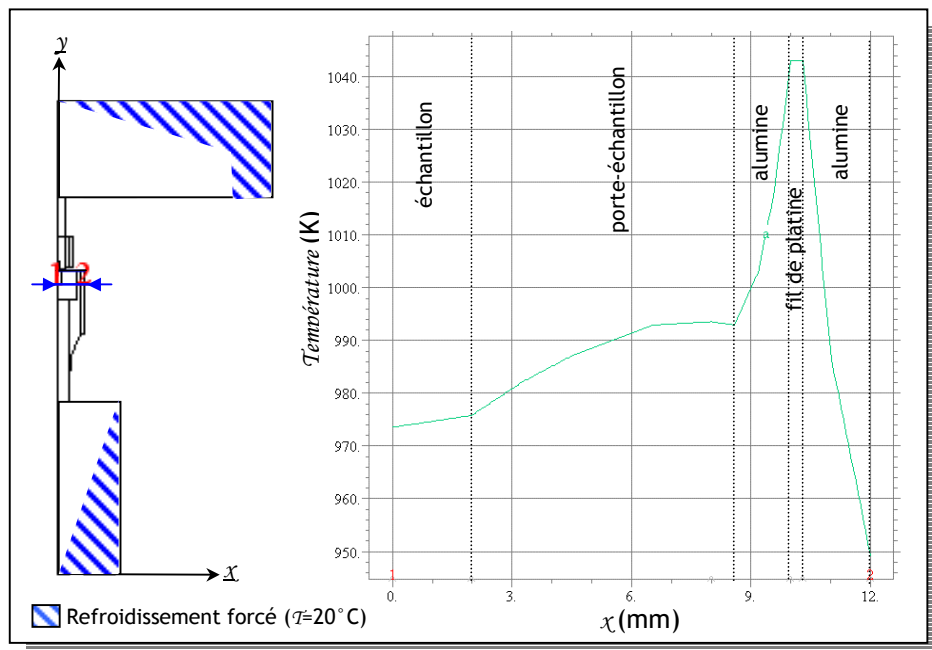


Figure 92 : Profil de température obtenu par un calcul en conduction au niveau du thermocouple de mesure, sous l'échantillon.

d. Dissipation thermique lors de l'essai d'indentation

La déformation du matériau sous l'indenteur, lorsque celui-ci est sollicité en contrainte, donne lieu à un échauffement. Les sources d'évolution de la température sont multiples : thermoélasticité,

dissipation due à la présence de mécanismes irréversibles (thermoplasticit ), la conduction internes et les  changes avec l'ext rieur. L' l vation de la temp rature de l' chantillon en cours d'essai de microindentation instrument e est difficilement mesurable. On a cherch     valuer un ordre de grandeur de ces variations afin de v rifier si la mesure  tait perturb e par un tel  chauffement.

L' nergie interne du mat riau ΔU peut s' crire sous la forme :

$$\text{ quation 61} \quad \Delta U = \rho \cdot C_p \cdot \Delta T \cdot V_0$$

avec ρ la masse volumique ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$), C_p la chaleur sp cifique ($\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$), ΔT la variation de temp rature d'un  l ment de volume V_0 .

Pendant une dur e Δt , l' nergie interne ΔU , apport e au mat riau par l'indentation, est de l'ordre de $\mathcal{P} \cdot \Delta V$ (avec \mathcal{P} la pression appliqu e et ΔV la variation de volume associ ). Pour un indenteur Vickers suppos  parfait (pyramide   base carr e sans d faut de pointe), cette variation de volume peut s'exprimer en fonction de la profondeur d'indentation h :

$$\text{ quation 62} \quad \Delta V = 4 \cdot \tan^2(\theta) \cdot h^2 \cdot \Delta h$$

La pression consid r e est la pression moyenne de contact exerc e sous l'indenteur lorsqu'une force \mathcal{F} est appliqu e.

$$\text{ quation 63} \quad \mathcal{P} = \frac{\mathcal{F}}{S} = \frac{\cos^2(\theta) \cdot \mathcal{F}}{4 \cdot \sin(\theta) \cdot h^2}$$

On peut alors assimiler le volume V_0 affect  par cet apport de chaleur   une demi-sph re de rayon Δr , tel que $\Delta r = \sqrt{\alpha \cdot \Delta t}$, o  α est la diffusivit  thermique du mat riau test .

$$\text{ quation 64} \quad V_0 = \frac{2}{3} \pi (\sqrt{\alpha \cdot \Delta t})^3$$

Par cons quent l' l vation de la temp rature a pour expression :

$$\text{ quation 65} \quad \Delta T = \frac{3 \cdot \sin(\theta) \cdot \mathcal{F} \cdot \Delta h}{2 \cdot \rho \cdot C_p \cdot \pi \cdot (\sqrt{\alpha \cdot \Delta t})^3}$$

L' l vation de la temp rature pour un test d'indentation   $\mathcal{F} = 1 \text{ N}$ ($\Delta h = 1 \text{ } \mu\text{m}$, $\Delta t = 1 \text{ s}$, $\theta = 68^\circ$) a  t  estim e sur un alliage $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}$ ($\rho = 6000 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$, $C_p = 600 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, $\alpha = 1,4 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$). L'application num rique de l' quation 65 donne $\Delta T = 2 \cdot 10^{-6} \text{ K}$.

Il est int ressant de noter que l'application num rique a  t  faite pour une vitesse d'indentation tr s sup rieure   celle classiquement pratiqu e exp rimentalement et pour un niveau de chargement plus  lev . De plus, on a n glig  le transfert de chaleur dans l'indenteur et les fuites de chaleur en

surface du matériau par convection). On constate alors que les ordres de grandeur de ces perturbations sont très faibles et elles seront ainsi négligées dans la suite de l'étude.

e. Stabilité de la mesure du déplacement à haute température

La stabilité de la mesure du déplacement à haute température est un point important du dispositif à chaud de microindentation instrumentée, puisque tous les résultats qui découleront de cette analyse se basent sur des mesures de pénétration de l'indenteur dans le matériau. La détermination de la stabilité de la mesure de déplacement en fonction de la température a permis de déterminer les précisions du dispositif.

Pour cette étude, deux cas ont été traités : à 750 et 800 °C (Figure 93). Une analyse statistique des résultats a été effectuée.

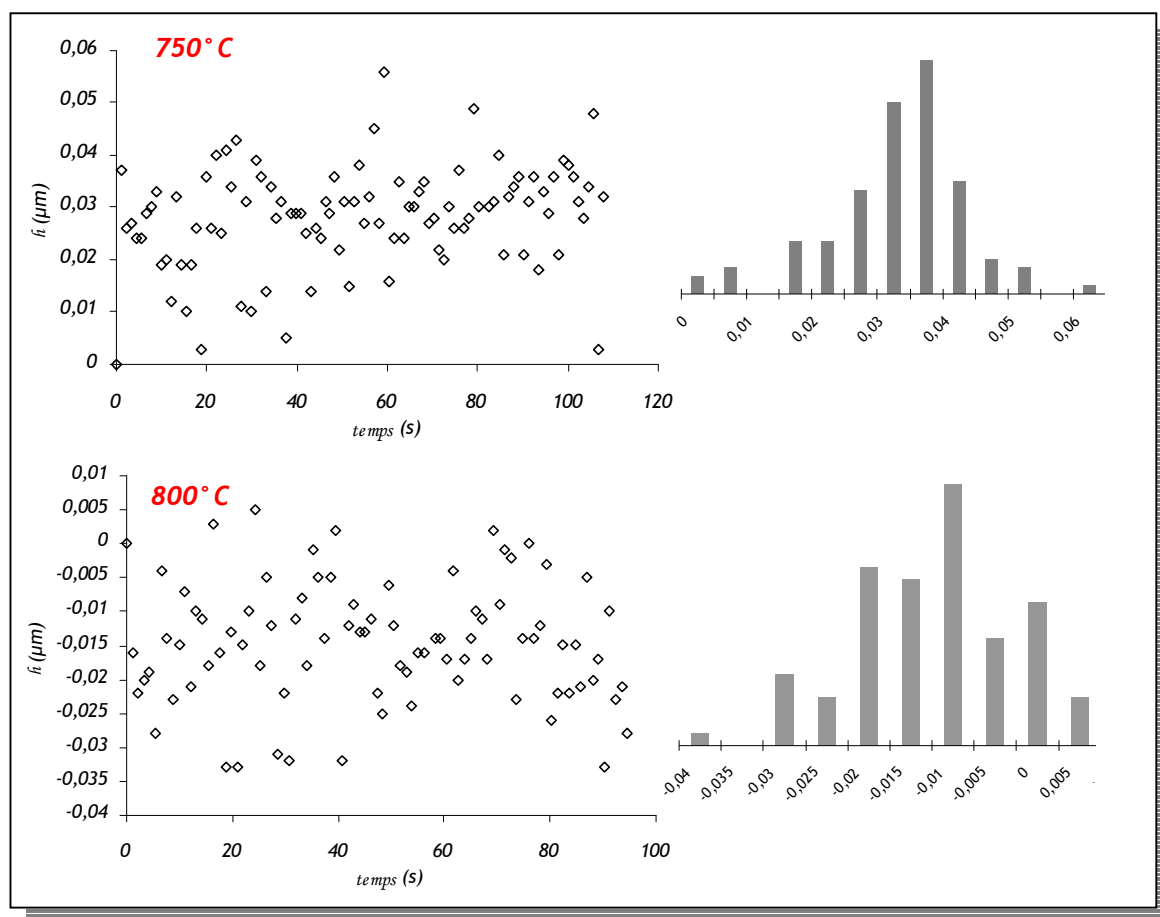


Figure 93 : Stabilité de la mesure de déplacement en fonction du temps à 750 et 800 °C.

La mesure du déplacement total est la somme de la pénétration de l'indenteur dans le matériau (déplacement assuré par l'unité piézoélectrique), de la déformation du capteur d'effort et

d'éventuelles dilatations de l'axe mécanique à haute température. La déformation du capteur d'effort est directement prise en compte dans le calcul du déplacement vrai d'indentation car la réponse du capteur d'effort vis-à-vis de la charge appliquée est connue et fournie par le constructeur. Chaque point de mesure du déplacement est moyenné à une fréquence d'échantillonnage correspondant à la fréquence d'acquisition de la carte (1000 Hz).

On remarque que, pour les deux exemples présentés, les distributions de la mesure de déplacement sont peu dispersées. Pour ces deux températures, après équilibre thermique du dispositif de microindentation, la précision sur la mesure de déplacement est de l'ordre de 0,02 μm .

L'équilibre thermique est requis durant le test d'indentation, en particulier pour minimiser l'erreur sur la mesure due à la dilatation du dispositif lorsque la température varie. Comme il a été montré précédemment, l'équilibre thermique est assuré par une bonne régulation et un contrôle de la température pendant le test, sans dérive des capteurs de mesure.

f. Stabilité de la mesure de la force à haute température

Le même travail a été mené sur la stabilité de la force à haute température. Deux exemples ont été traités : à 750 et 800°C (**Figure 94**). Une analyse statistique des données a été réalisée. Comme pour la mesure du déplacement, chaque point de mesure de la force est moyenné à une fréquence d'échantillonnage correspondant à la fréquence d'acquisition de la carte (1000 Hz).

Pour ces deux températures, après équilibre thermique du dispositif de microindentation, et analyse des données récupérées, on notera que les valeurs de force mesurées ne présentent pas une grande dispersion. La précision sur la mesure de force a été déterminée à 4.10^{-5} N dans cette gamme de température.

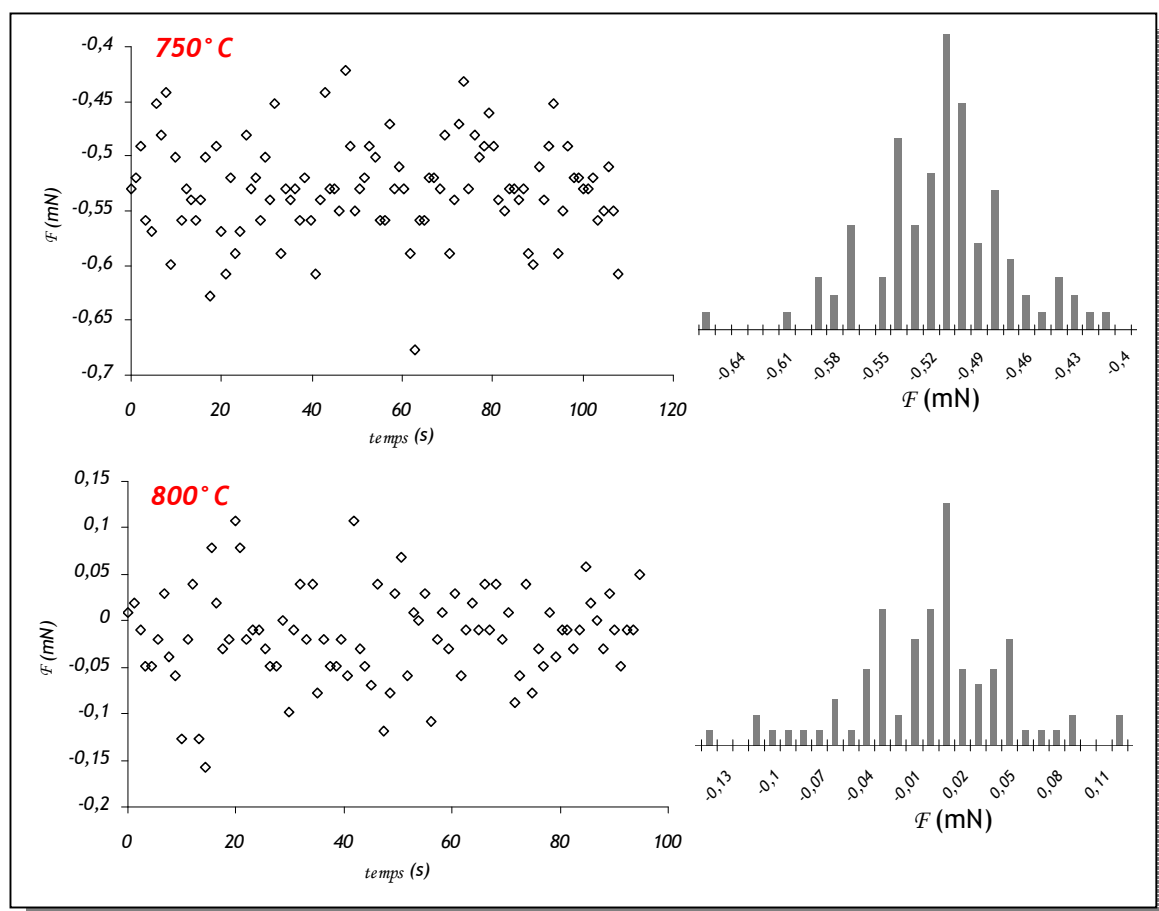


Figure 94 : Stabilité de la mesure de la force en fonction du temps à 750 et 800 °C.



L'essentiel ...

Ainsi, les paragraphes précédents ont montré que l'on dispose d'un essai de microindentation instrumentée à chaud dont la régulation en température et la température de l'échantillon sont stables pendant l'essai, que les capteurs de mesure sont suffisamment sensibles à la mesure de faibles charges et petits déplacements.

II.2.2.4. Souplesse du dispositif de microindentation instrumentée à haute température

La souplesse du dispositif de microindentation instrumentée à haute température a été déterminée en fonction de la température en suivant la même méthode définie à température ambiante (§ II.1.3.). Des essais à 300, 500, 700 et 800 °C (3 tests à 0,3 et 0,5 N pour chaque température), ont été réalisés sur un échantillon de l'alliage massif monocristallin de $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}$ <001>. Les résultats obtenus sont présentés en Figure 95.

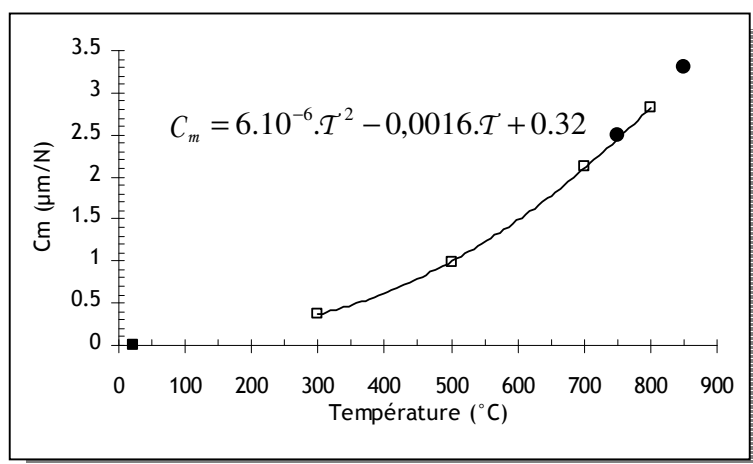


Figure 95 : Evolution de la souplesse du dispositif de microindentation instrumentée à chaud en fonction de la température (◻ points expérimentaux, • points d'interpolation).

On remarque clairement que la souplesse C_m du dispositif de microindentation instrumentée à chaud évolue de manière quadratique avec la température entre 300 et 800 $^{\circ}\text{C}$.

Équation 66

$$C_m = 6.10^{-6}.T^2 - 0,0016.T + 0.32$$

avec C_m en $\mu\text{m/N}$ et T en $^{\circ}\text{C}$.

On fait alors l'hypothèse que la souplesse suit cette même variation quadratique hors de cette gamme de température - en particulier $C_m = 3,24 \mu\text{m/N}$ à 850 $^{\circ}\text{C}$, valeur extrapolée à partir de l'Équation 66.

II.2.2.5. Réduction de l'oxydation des surfaces des échantillons

L'oxydation des surfaces des échantillons métalliques pendant les essais de microindentation instrumentée à haute température a été un véritable problème à résoudre. D'une part, l'oxydation de l'échantillon génère une fine couche d'oxyde à sa surface ; d'autre part l'oxydation de l'échantillon conduit à une évolution de sa composition chimique pendant le test. Ces deux conséquences ont un effet néfaste sur la qualité et la représentativité des résultats de l'essai.

a. Mise en évidence expérimentale de l'oxydation des surfaces

Des observations réalisées au microscope électronique en balayage ont révélé la formation d'une couche d'oxyde d'alumine à la surface des échantillons de (Ni,Al)Pt (Figure 96 - (a)). Cette couche est facilement reconnaissable par la formation de whiskers d'alumine. Malheureusement, cette couche d'alumine est suffisamment épaisse ($\sim 2 \mu\text{m}$) pour engendrer un biais sur les résultats du test.

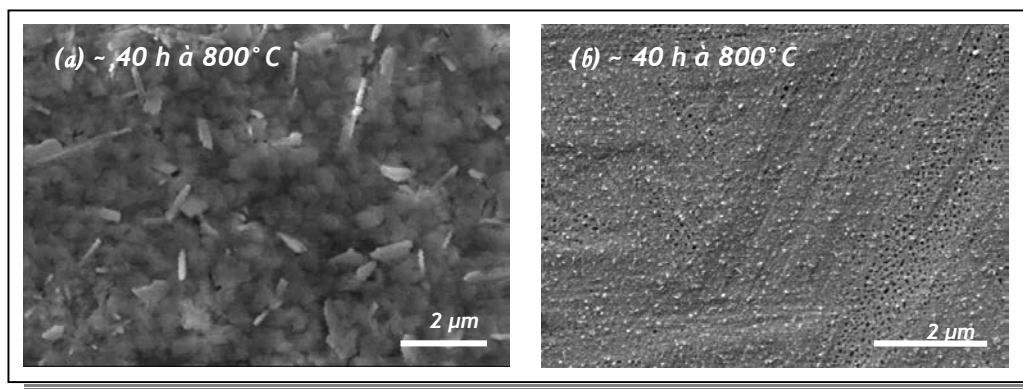


Figure 96 : Mise en évidence de la formation d'oxyde à la surface d'un échantillon $(Ni_{40}Pt_{10})Al_{50}$ (a) ou de trous à la surfaces d'un échantillon $(Ni_{40}Ru_{10})Al_{50}$ (b) après une quarantaine d'heures à $800^{\circ}C$.

Une première estimation de ce biais a été faite sur la détermination du module d'élasticité à haute température d'un système bicouche film/substrat à partir d'une relation de type « loi des mélange » :

$$\text{Équation 67} \quad \frac{1}{E_{eff}} = \frac{1}{E_{Al_2O_3}} \cdot \frac{e_{Al_2O_3}}{e_{tot}} + \frac{1}{E_{mat}} \cdot \frac{h_{indéenti}}{e_{tot}}$$

avec $E_{Al_2O_3}$, E_{mat} et E_{eff} les modules d'élasticité respectifs de l'alumine, du matériau indenté et du module effectif d'indentation tenant compte de la variation induite par la couche d'oxyde en surface. $e_{Al_2O_3}$ et $h_{indéenti}$ représentent respectivement l'épaisseur de la couche d'oxyde et l'épaisseur du matériau (on supposera ici que l'épaisseur n'est autre que celle affectée par l'indentation et plus restrictivement la profondeur d'indentation). On note $e_{tot} = e_{Al_2O_3} + h_{indéenti}$. L'Équation 67 vérifie $E_{eff} = E_{mat}$ s'il n'y a aucune oxydation.

Un exemple d'application numérique a été pris pour un bicouche $(Al_2O_3/NiAl)$ à $800^{\circ}C$. La Figure 97 représente l'évolution du module d'élasticité effectif obtenue à partir de l'Équation 67. Pour cette application, $E_{mat} = 130$ GPa, $h_{indéenti} = 15$ µm et $E_{Al_2O_3} = 300$ GPa (ce dernier dépend de la phase de l'alumine ; nous avons choisi ici le module d'une alumine de transition comme c'est certainement le cas expérimentalement).

On remarque que le module d'élasticité effectif est peu perturbé par la présence d'une fine couche d'oxyde à la surface du matériau (variation de l'ordre de 8 % pour une épaisseur de couche d'oxyde de 2µm). On pourra alors négliger la présence de cette fine couche d'oxyde dans l'analyse des résultats de microindentation instrumentée à haute température.

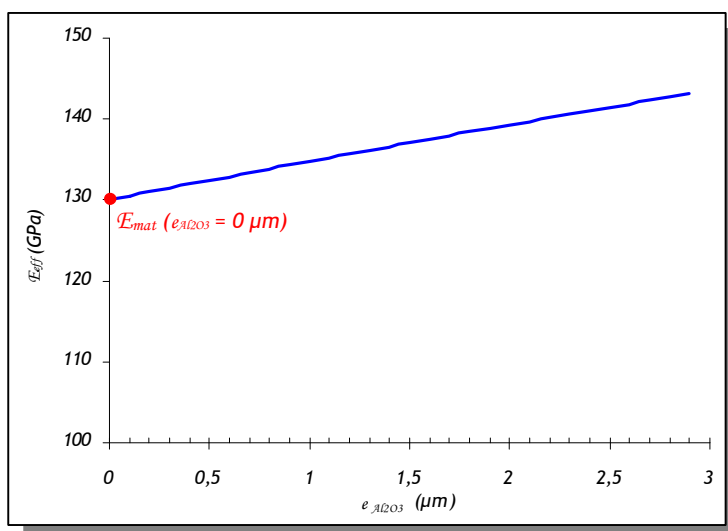


Figure 97 : Evolution du module effectif d'un bicouche $Al_2O_3/NiAl$ à $800^\circ C$ en fonction de l'épaisseur de la couche d'oxyde.

Cependant le modèle choisi précédemment ne permet pas de tenir compte des caractéristiques de l'essai de microindentation instrumentée, en particulier si la réponse micromécanique, du fait des faibles profondeurs de pénétration mesurées, est influencée par la présence de la couche d'oxyde à la surface du matériau testé. Pour cela, la relation établie par Le Bourhis permet de prendre directement en compte la profondeur d'indentation en relation avec l'épaisseur de la couche d'oxyde et d'un paramètre \wp prenant en compte la viscosité relative du film et du substrat ($\wp = 1$ (film mou sur substrat dur) ou $\wp = 2$ (film dur sur substrat mou)) [131].

Équation 68

$$\frac{1}{E_{eff}^*} = \frac{1}{E_{Al_2O_3}^*} - \left(\frac{1}{E_{Al_2O_3}^*} - \frac{1}{E_{mat}^*} \right) \cdot \exp \left(- \left(\frac{e_{Al_2O_3}}{h_{indété}} \right)^{\wp} \right)$$

avec E^* les modules d'élasticité réduits tel que $E^* = \frac{E}{(1-\nu^2)}$ - E module d'élasticité et ν coefficient de Poisson et $\wp = 2$ dans notre cas.

L'application numérique a été faite à partir des paramètres matériau énoncés pour le premier exemple et pour deux épaisseurs de couche d'oxyde (0,2 et 2 μm) correspondant aux épaisseurs minimale et maximale observées expérimentalement (Figure 97).

On remarque que le module effectif est d'autant plus sensible que l'épaisseur de la couche d'oxyde est grande et/ou que la profondeur d'indentation est faible. Les barres d'erreur correspondent à l'incertitude de mesure sur le module d'élasticité que l'on a expérimentalement à $800^\circ C$. On remarque qu'à partir de 3 μm de profondeur d'indentation l'influence de la couche d'oxyde sur la réponse mécanique est négligeable.

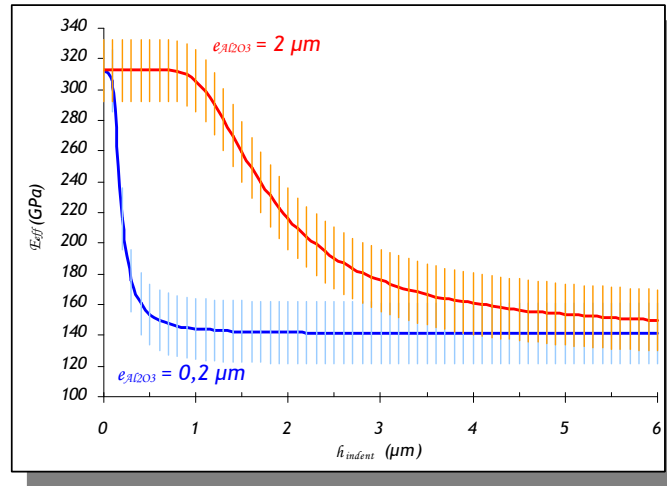


Figure 98 : Evolution du module réduit effectif d'indentation d'un bicouche $Al_2O_3/NiAl$ à $800^\circ C$ en fonction de l'épaisseur de la profondeur d'indentation pour deux épaisseurs de couche d'oxyde (0,2 et $2 \mu\text{m}$).

De plus, pour les alliages (Ni,Ru)Al, outre le fait que l'on peut former de l'alumine par oxydation de l'aluminium, on peut aussi former un oxyde volatile de ruthénium (RuO_2) laissant alors apparaître de fins trous à la surface de l'échantillon (Figure 96 - (b)). On observe qualitativement que, dans le cas des alliages contenant du ruthénium, la couche d'oxyde d'alumine est quasi inexistante à la surface de l'échantillon. Cependant, la formation d'oxyde volatile RuO_2 a pour effet de modifier la composition de l'alliage testé, et par conséquent pose des problèmes de représentativité des résultats (gradient de concentration en volume).

b. Estimation de l'épaisseur d'oxyde formé à la surface des échantillons

Dans un premier temps, l'épaisseur de la couche d'oxyde sur une surface NiAl a été estimée par calcul.

L'argon utilisé pour réaliser les essais à haute température sous atmosphère neutre, contient environ 3 ppm d'oxygène. L'argon, introduit dans l'enceinte (100 L), est maintenu sous une pression légèrement supérieure à la pression atmosphérique à la température T du test. A partir de la théorie cinétique [132], de l'équation d'équilibre des gaz et en faisant l'hypothèse d'une distribution maxwellienne des vitesses, on détermine le flux d'oxygène Φ_{O_2} (nombre de molécule d' O_2 par m^2 et par seconde) à la surface de l'échantillon par :

$$\text{Equation 69} \quad \Phi_{O_2} = \frac{\bar{p}}{\sqrt{2 \cdot \pi \cdot m \cdot k_B \cdot T}}$$

avec \bar{p} la pression partielle d' O_2 , k_B la constante de Boltzmann ($-1,38 \cdot 10^{-23} \text{ m}^2 \cdot \text{kg} \cdot \text{s}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$) et m la

masse d' O_2 , telle que $m = \frac{M_{O_2}}{N_{Av}}$ ($N_{Av} = 6,02 \cdot 10^{23}$, le nombre d'Avogadro).

On suppose aussi que cette expression, classiquement valide pour les gaz monoatomiques reste valable pour des molécules d'oxygène. La **Figure 99** représente l'évolution du flux d'oxygène en fonction de la pression partielle du gaz pour les températures de 200 et 700 °C.

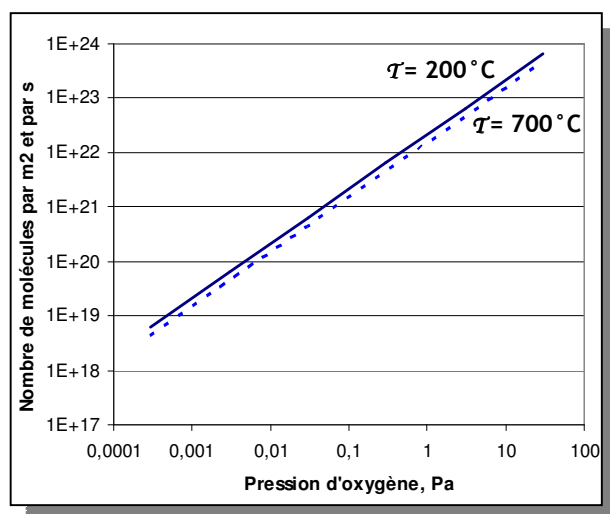


Figure 99 : Evolution du flux d'oxygène en fonction de la pression partielle d'oxygène, pour deux températures (200 et 700 °C).

On remarque que le flux dépend principalement de la pression partielle d'oxygène. A titre indicatif, pour une teneur résiduelle de l'ordre de 3 ppm d'oxygène (valeur typique pour l'argon utilisé expérimentalement), le flux d'oxygène à la surface de l'échantillon est de $6,5 \cdot 10^{21}$ molécules d'O₂ m².s⁻¹.

On peut se demander alors si ce flux est suffisant pour former une couche d'alumine, dont la cinétique est contrôlée par la diffusion de l'oxygène dans l'alumine, à la surface des échantillons NiAl. Cette cinétique est caractérisée par une variation de masse surfacique $\Delta m/S$ de la forme :

Équation 70
$$\frac{\Delta m}{S} = \sqrt{k_p \cdot t}$$

avec t le temps et k_p la constante parabolique.

La variation de masse surfacique peut être convertie en variation d'épaisseur e de la couche d'oxyde, connaissant la composition (Al₂O₃) et la masse volumique ρ de l'oxyde formé.

Équation 71
$$e = \sqrt{k_e \cdot t} \text{ avec } k_e = \left(\frac{1}{\rho} \cdot \frac{2 \cdot M_{Al} + 3 \cdot M_O}{3 \cdot M_O} \right)^2 \cdot k_p$$

Dans notre cas, les températures des essais n'excèdent pas 900 °C. A cette température, l'alumine formée est une alumine de transition du type γ ou θ . Ces formes transitoires ne deviennent stables qu'à partir de 1050 °C. Les masses volumiques des aluminés γ et θ sont respectivement 3,20 et 3,56 g/cm³ [133] ($M_{Al} = 27$ g/mol et $M_O = 16$ g/mol).

Le flux d'oxygène Φ_{O_2} nécessaire à la formation de cette couche d'alumine d'épaisseur e est donné par la relation :

Équation 72
$$\Phi_{O_2} = N_{Av} \cdot \rho \cdot \left(\frac{3 \cdot M_O}{2 \cdot M_{Al} + 3 \cdot M_O} \right) \cdot \frac{de}{dt}$$

avec N_{Av} le nombre d'Avogadro tel que $N_{Av} = 6,02 \cdot 10^{23}$ /mol.

Expérimentalement, on a observé une couche d'alumine de l'ordre de 2 μm à la surface des échantillons à analyser, après 40 h à 800°C. L'application de l'Équation 72, en supposant la formation d'alumine γ ou d'alumine θ , donne respectivement $\Phi_{O_2}^\gamma = 1,26 \cdot 10^{19} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ et $\Phi_{O_2}^\theta = 1,40 \cdot 10^{19} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Expérimentalement, le flux d'oxygène dans l'enceinte de microindentation instrumentée à haute température est largement supérieur à celui calculé. Cette comparaison permet de dire que l'oxydation des échantillons est cinétiquement possible lors des essais d'indentation, malgré une pression partielle d'oxygène très faible dans l'enceinte du dispositif.

c. Modifications du dispositif expérimental

Pour pallier le problème d'oxydation des surfaces à analyser, ou tout du moins pour diminuer l'oxygène dans l'enceinte et limiter les cinétiques d'oxydation de l'échantillon, le dispositif expérimental de microindentation instrumentée à haute température a fait l'objet de plusieurs modifications et améliorations.

Dans un premier temps des travaux ont été entrepris pour isoler la ligne de gaz reliant la réserve d'argon au dispositif, afin d'éviter d'utiliser un réseau de canalisation commun à tout le laboratoire et ainsi éviter des sources multiples de pollution (canalisation polluée, vannes non-hermétiques par exemple).

Dans un second temps, un argon plus pur (type U, contenant moins de 1 ppm d'oxygène) est employé. Un cordon chauffant a été installé autour du dispositif pour effectuer le dégazage de l'enceinte. Enfin, un getter d'oxygène en titane-zirconium est systématiquement placé à proximité de la surface de l'échantillon à l'intérieur même du dispositif d'indentation. Ces derniers sont remplacés pour chaque nouvel échantillon. Une dernière amélioration apportée au dispositif consiste à réaliser les tests de microindentation instrumentée à haute température sous atmosphère réductrice d'argon-hydrogène. L'hydrogène permettant de piéger les traces d'oxygène et d'eau présentes au sein de l'enceinte.

Par ailleurs, la mise en place d'un protocole expérimental rigoureux de préparation du dispositif à la réalisation d'essais haute température a permis d'augmenter la qualité des résultats. Ce protocole

expérimental est consigné à l'[Annexe 10](#) ; chaque opérateur suit ainsi un protocole méthodique pour préparer au mieux le dispositif par des cycles répétés de pompage et nettoyage de l'enceinte par flux d'argon. Cette partie du travail a été motivée par le souhait du laboratoire de suivre une « démarche qualité » pour ce moyen d'essai.

d. Efficacité des modifications ?

Ces améliorations apportées ont permis de réduire significativement la pression partielle d'oxygène (< 1 ppm) et les temps d'essai à haute température. Suite à ces modifications, un échantillon $(\text{Ni}_{42}\text{Pt}_{15})\text{Al}_{43}$, dont l'histoire thermique est rappelée à la [Figure 100](#), nous a permis de déterminer l'épaisseur de la couche d'oxyde formée en surface. La méthode de détermination de l'épaisseur de la couche d'oxyde est présentée à l'[Annexe 3](#).

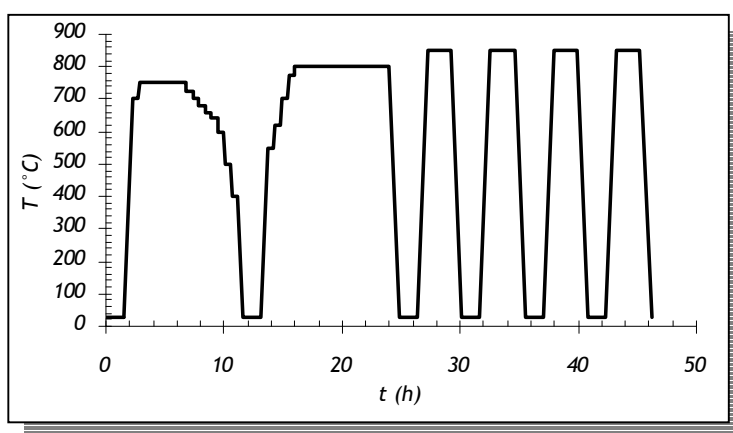


Figure 100 : Histoire thermique de l'échantillon $(\text{Ni}_{42}\text{Pt}_{15})\text{Al}_{43}$ lors des essais de microindentation instrumentée à haute température.

On remarque d'une part que les modifications apportées au dispositif et la mise en place d'un protocole de test rigoureux ont permis de diminuer quasiment de moitié le temps nécessaire à la réalisation des essais à haute température. En effet, on peut voir sur l'histoire thermique de l'échantillon ([Figure 100](#)), que ce dernier n'aura passé qu'une vingtaine d'heure à 800°C au lieu des 40 heures requises avant les modifications.

D'autre part, l'analyse EDX (méthode Strata) a révélé une diminution significative de l'épaisseur de la couche d'alumine en surface du matériau à analyser. En effet, celle-ci est de l'ordre de 400 nm ; en application de l'[Équation 68](#), on peut alors dire que les résultats d'indentation ne seront affectés par cette épaisseur d'oxyde que sur le premier micron d'indentation. A la vue des profondeurs d'indentation maximales à haute température (> 10 μm), on peut négliger cet effet sur les résultats.

II.2.2.6. Dégradation de l'indenteur en diamant

La dégradation de la pointe en diamant est un problème récurrent en indentation instrumentée à haute température. La **Figure 101** met en évidence cette dégradation en comparant un indenteur Vickers en diamant neuf et le même indenteur après avoir subi de nombreux tests (environ 80 h d'essai) dans une gamme de température entre 750 et 850°C, sous atmosphère contrôlée d'argon : la dimension du défaut est de l'ordre de 32 µm sur l'indenteur usé.

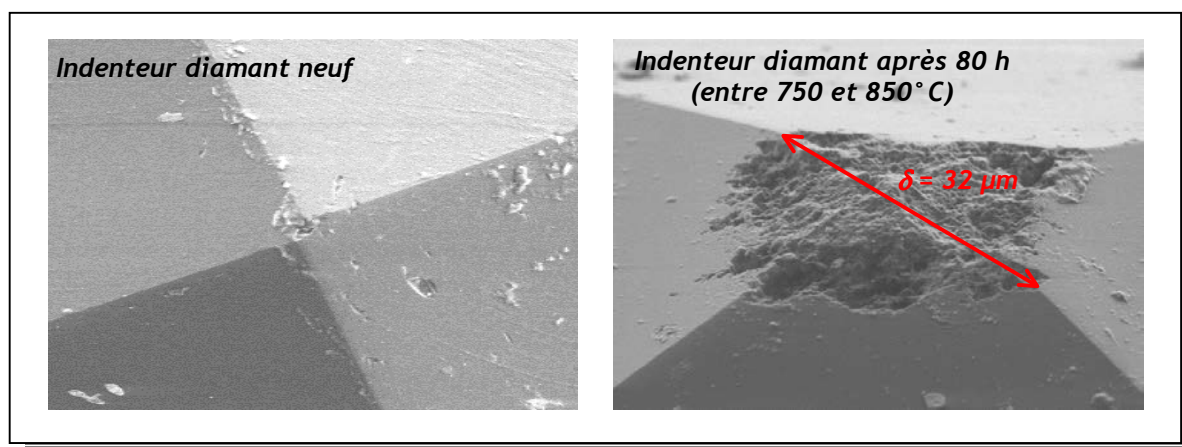


Figure 101 : Mise en évidence de la dégradation de la pointe d'indentation Vickers en diamant lors des essais de microindentation instrumentée à haute température.

Ces dégradations peuvent avoir trois origines possibles :

- oxydation du diamant à haute température,
- graphitisation du diamant sous contrainte, à haute température,
- réaction chimique entre le diamant et le matériau testé.

L'oxydation et la graphitisation du diamant ont été mis expérimentalement en évidence sous vide entre 430 et 1230°C [134], ainsi que sous atmosphère contrôlée d'argon dès 800°C [135].

Par ailleurs, nous avons reporté sur la **Figure 102** l'évolution de la pression moyenne d'indentation (microdureté) en fonction de la température, en début et en fin de palier de maintien, pour deux alliages massifs (Ni,Ru)Al - *RU2* et *RU4*, dans le diagramme d'équilibre pression/température du carbone. Les tests de microindentation instrumentée sur ces alliages ont été réalisés pendant le stage de fin d'étude de M. Kollannur [136].

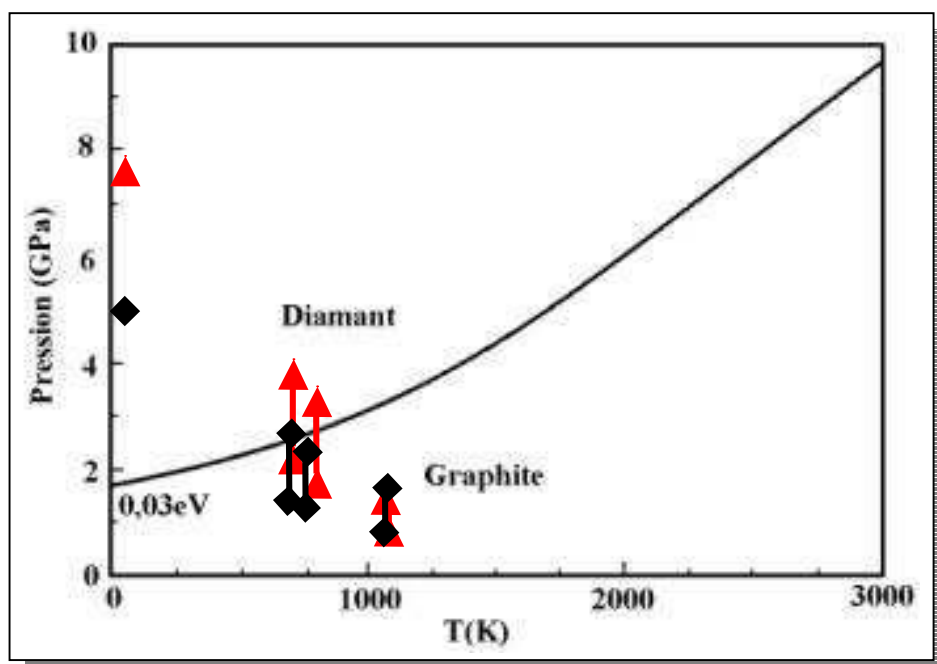


Figure 102 : Diagramme d'équilibre diamant-graphite ; pressions moyennes sous l'indenteur (microdureté) en fonction de la température obtenues sur l'alliage massif RU2 (◆) et celles obtenues sur RU4 (▲).

On remarque qu'il est thermodynamiquement possible de graphitiser le diamant de l'indenteur dans la gamme de pressions appliquées pendant les tests d'indentation instrumentée à haute température. Cette graphitisation dégrade la pointe d'indentation qui s'émousse, comme nous l'avons mis en évidence précédemment par des observations par MEB (Figure 101).

La prise en compte de ce défaut d'usure dans l'analyse des résultats de microindentation instrumentée est difficile. En première approximation, on supposera que l'usure de l'indenteur est uniforme (pyramide tronquée à son sommet) (Figure 108). L'estimation de ce défaut δ permet alors de corriger, à l'aide de considérations géométriques, l'expression de l'aire réelle de contact S en fonction de la diagonale de l'empreinte \mathcal{D} , telle que :

Équation 73

$$S = \frac{(\delta + \mathcal{D}) \left(\mathcal{D} - \frac{\delta}{\tan(\theta)} \right)}{2 \cdot \sin(\theta)} + \frac{\delta^2}{8}$$

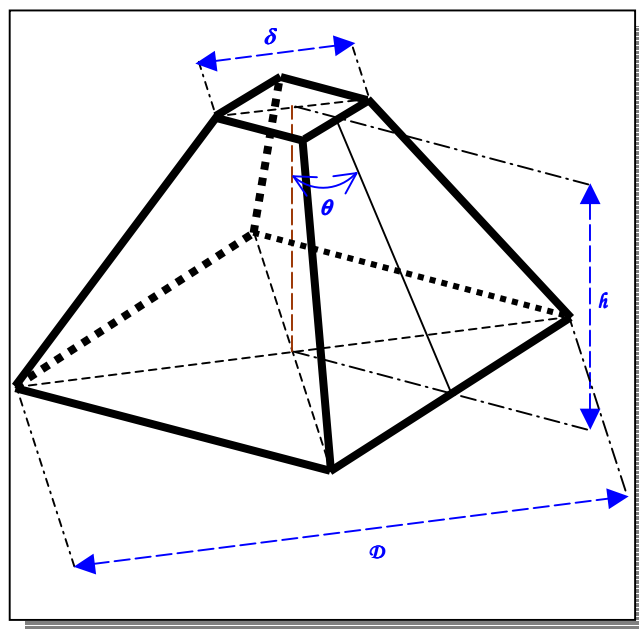


Figure 103 : Vue schématique d'une pointe d'indentation Vickers réelle avec son défaut d'usinage δ .

Par ailleurs, la relation entre la diagonale de l'empreinte rémanente et la mesure de la profondeur résiduelle d'indentation devient :

Équation 74
$$h_{\max} = \frac{(\mathcal{D} - \delta)}{2 \cdot \sqrt{2} \cdot \tan(\theta)}$$

Ces dernières relations sont nécessaires pour valider en particulier les bonnes concordances entre les mesures expérimentales de \mathcal{D} et les mesures instrumentales de h_{\max} .

Il est évident que ces relations ne doivent être prises en considération que pour dans le cas de défauts d'indenteur minimes. Plusieurs solutions ont été proposées pour éviter ce problème.

La première réside dans le choix du matériau de l'indenteur. En effet, pour éviter toute oxydation à haute température, un indenteur Vickers en saphir sera préféré au diamant. Ce type d'indenteur est actuellement mis en place sur le dispositif à haute température d'indentation instrumentée.

Par ailleurs, pour diminuer les contraintes au niveau de la pointe d'indentation, l'approvisionnement d'un indenteur conisphérique en rubis a été effectué. La mise en place de cet indenteur demande encore quelques modifications du dispositif.

La dégradation de la pointe d'indentation est limitée par l'utilisation d'une atmosphère réductrice induite par le mélange argon/hydrogène (l'hydrogène permettant d'enlever les traces d'oxygène et d'eau dans l'enceinte).

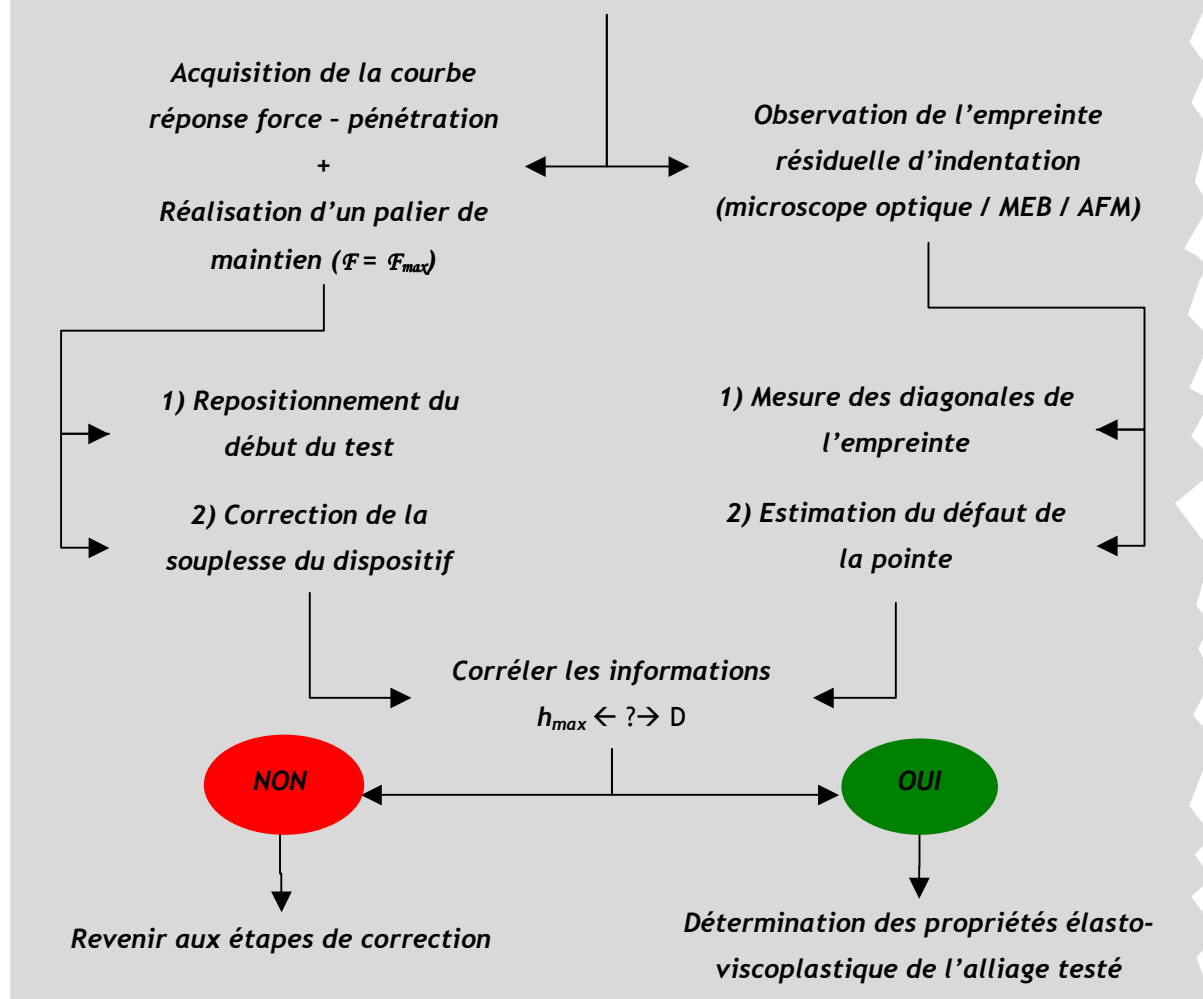
De plus, pour limiter la dégradation de la pointe d'indentation et l'oxydation de la surface des matériaux testés, on choisira de limiter la température maximale des essais de microindentation

instrumentée $T_{max} = 900^{\circ}\text{C}$. Cette température maximale d'essai est considérée comme suffisante pour cette étude. En effet, au-delà de cette température le comportement de l'alliage NiAl est peu sensible aux variations de composition et de température.



L'essentiel ...

Dressons en quelques points la liste des étapes importantes pour traiter un essai d'indentation à température ambiante.



II.3. Présentation des protocoles expérimentaux

Ce chapitre concerne la description des matériaux utilisés durant cette étude ; l'approvisionnement de systèmes barrière thermique, l'élaboration de matériaux massifs d'alliages représentatifs des couches de liaisons brutes d'élaboration et vieilles, ainsi que la réalisation des couples de diffusion.

II.3.1. Les matériaux de l'étude

II.3.1.1. Couche de liaison de barrière thermique

Dans le cadre de cette étude, nous avons choisi de caractériser les couches de liaison de barrière thermique de deux systèmes :

- AM1 / (Ni,Pt)Al / YPSZ
- AM1 / NiAl(Zr) / YPSZ

Ces systèmes, bruts d'élaboration et cyclés thermiquement, ont été élaborés lors des travaux de thèse de P.-Y. Théry [12]. Les couches de liaison β -(Ni,Pt)Al et β -NiAl(Zr), déposées en surface du superalliage AM1 ont été élaborées à l'Onera par des procédés thermochimiques.

a. Elaboration des couches de liaison β -(Ni,Pt)Al et β -NiAl(Zr)

Pour l'élaboration de la couche de liaison β -(Ni,Pt)Al, une couche de platine de 5 à 7 μm est déposée par voie électrolytique, après sablage de la surface de dépôt en milieu humide. Un traitement de diffusion de 1 h à 1100°C sous vide est ensuite réalisé. L'aluminium est ensuite apporté par voie thermochimique, sous forme d'halogénure produit par la réaction entre un activateur halogéné et un ciment donneur à base d'aluminium et de chrome dans un four porté à 1100°C pendant 4 h sous argon. L'élaboration se conclut par un traitement thermique de diffusion de 1 h à 1100°C.

L'élaboration de la couche de liaison β -NiAl(Zr), selon un procédé breveté par l'Onera et la société Snecma [137], comporte moins d'étapes. Le zirconium est apporté par voie thermochimique durant l'aluminisation réalisée à 1100°C pendant 5 h sous H_2 . L'activateur halogéné $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ sert à transporter l'aluminium du ciment et le zirconium qu'il renferme. L'élaboration se conclut aussi par un traitement thermique de diffusion et d'homogénéisation de 1 h 1100°C, afin que les deux couches aient connu la même histoire thermique avant les essais d'oxydation cyclique.

Sur chacune de ces deux couches de liaison, une couche de zircone yttrée (7%mass. Y_2O_3 - ZrO_2), d'une épaisseur d'environ 135 μm a été déposée par EB-PVD (par le Ceramic Coating Center) à une température comprise entre 1000 et 1050°C, après un préchauffage du système à 900°C.

b. Caractérisation des couches de liaison brute d'élaboration

Les différentes couches constitutives du système barrière thermique ont pu être mises en évidence par des observations réalisées au microscope optique (**Figure 104**) ; on remarque que les parties externes des deux couches de liaison ainsi élaborées sont monophasées et présentent la même épaisseur d'environ 25 μm . On peut aussi remarquer que les couches de liaison comportent de nombreux précipités que l'analyse EDS-MEB déterminera.

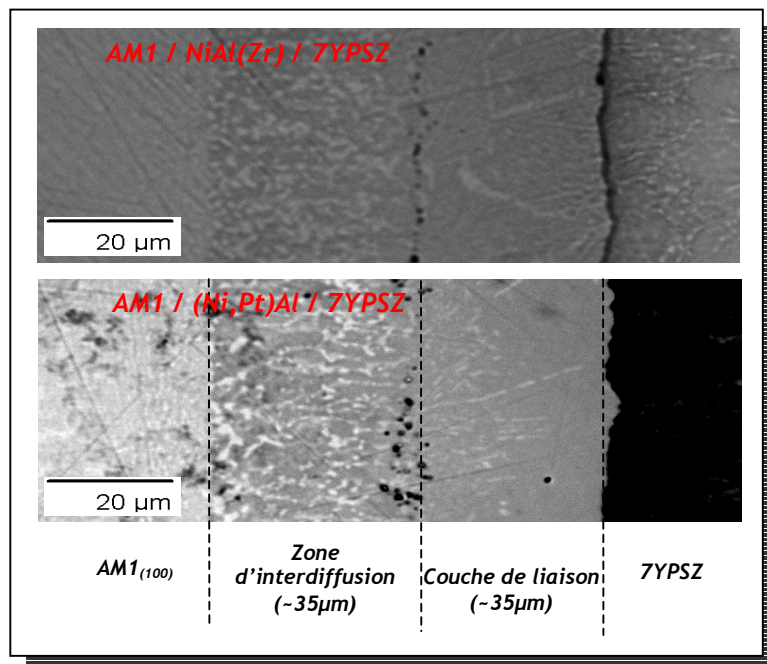


Figure 104 : Observation au microscope optique de la surface de l'échantillon. Mise en évidence des différentes couches constitutives du système brut d'élaboration.

Par ailleurs, la morphologie des grains de ces couches de liaison a été observée en coupe par une attaque chimique d'une dizaine de seconde au réactif de Keller (95 %vol. H₂O, 2,5 %vol. HNO₃, 1,5 %vol. HCl, 1%vol. HF). Cette analyse a montré que la taille de grains est comprise typiquement entre 20 et 50 μm environ, de telle sorte qu'il n'y a qu'un seul grain dans l'épaisseur de la couche de liaison.

Les analyse EDS-MEB ont été réalisées lors des travaux de thèse de Théry [12] en particulier sur les zones externes des couches de liaison (*Figure 105*), d'une part pour s'affranchir au maximum de l'influence de ces phases précipitées sur les résultats de microindentation instrumentée ; d'autre part, cette zone est intéressante d'un point de vue mécanique car elle assure l'interface entre le métal et l'oxyde.

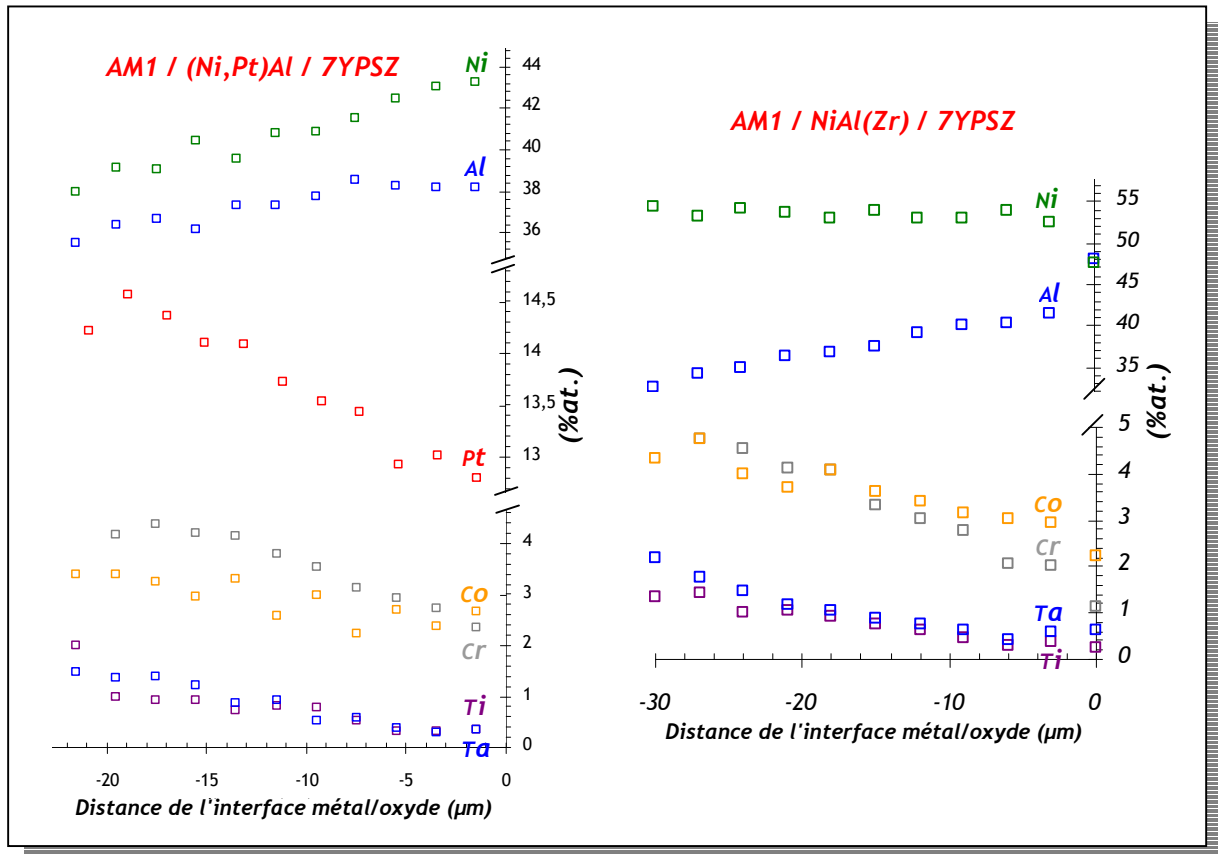


Figure 105 : Compositions chimiques des zones externes des couches de liaison des deux systèmes AM1 / (Ni,Pt)Al / 7YPSZ et AM1 / NiAl(Zr) / 7YPSZ.

Ces analyses révèlent la présence de chrome, de cobalt, de tantale et de titane au sein des couches de liaison. Ces éléments ségrègent préférentiellement aux joints de grains. La petite taille des précipités dans la zone externe ne permet pas de déterminer précisément leur composition mais seulement de mettre en évidence leur enrichissement en titane, cobalt, chrome et tantale.

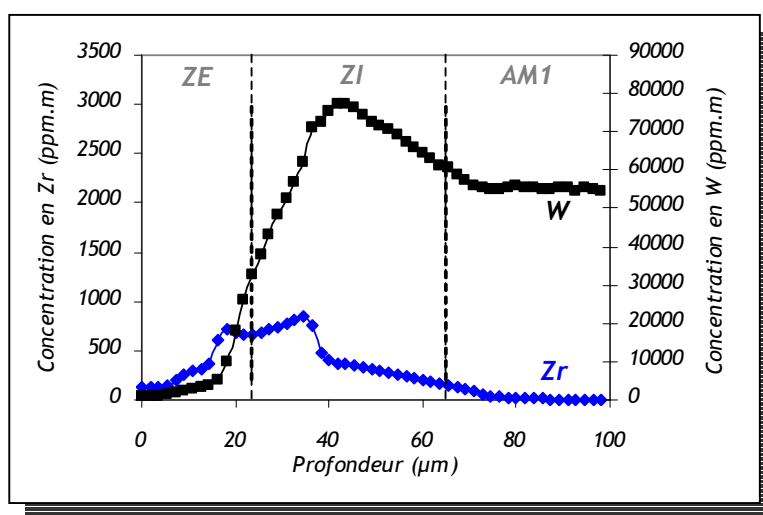
On notera, pour la couche de liaison β -(Ni,Pt)Al un gradient de composition du platine (entre 12,8 et 14,5 %at.) et de l'aluminium (entre 38,4 et 35,8 %at.) dans la zone analysée de la couche de liaison. Pour la couche de liaison β -NiAl(Zr) on observe un gradient de composition de l'aluminium (entre 41,5 et 32,6 %at.) plus important que dans le cas précédent. Ces gradients de concentration peuvent avoir une influence sur le comportement mécanique de la couche et sur la réponse mécanique du test de microindentation instrumentée.

Les compositions initiales des zones externes des couches de liaison (purement β -B2) des systèmes bruts d'élaboration sont rassemblées dans le *Tableau 11*.

| Ref. échantillon | Composition (%at.) | Ni | Al | Pt | Zr | Cr | Co | Ti | Ta | W |
|------------------|--------------------|------|------|------|------|-----|-----|-----|-----|-----|
| PT17E6_brut | β -(Ni,Pt)Al | 43,2 | 38,4 | 12,7 | - | 2,4 | 2,6 | 0,4 | 0,4 | 0,4 |
| ZR17E20_brut | β -NiAl(Zr) | 52,5 | 41,5 | - | 0,02 | 2,0 | 2,8 | 0,4 | 0,5 | 0,3 |

Tableau 11 : Compositions initiales des zones externes des couches de liaison β -(Ni,Pt)Al et β -NiAl(Zr).

La très faible valeur en Zr dans la couche de liaison ne permet pas sa détection par analyse EDS-MEB. Pour la couche de liaison β -NiAl(Zr), le profil de concentration en Zr a été obtenu par analyse GDMS (Figure 106).

Figure 106 : Profil de concentration en Zr dans la couche de liaison β -NiAl(Zr) brute d'aluminisation (d'après [12]).

La teneur équivalente moyenne en Zr, calculée sur la zone externe de la couche de liaison est de l'ordre de 0,02 %at (soit 400 ppm). Comme le chrome, le cobalt, le titane et le tantale, on peut supposer que le zirconium diffuse aux joints de grains [138].

Le tungstène, issu initialement du superalliage et présent en grande quantité dans la zone d'interdiffusion sous forme de précipités est supposé diffuser lentement. La teneur en tungstène dans la zone externe de la couche de liaison β -NiAl(Zr) est difficilement négligeable car elle est proche de celle du zirconium.

Des essais d'oxydation cyclique à 1100°C sous air, de façon à simuler le vieillissement en condition de service des systèmes étudiés, ont été réalisés à l'Onera dans des fours tubulaires. Les cycles d'oxydation comprennent une montée en température de 8 minutes, un maintien de 60 minutes à la température de cyclage et un refroidissement forcé (ventilateurs en sortie du four) de 5 minutes. Dans le cadre de cette étude, seul le système AM1 / β -(Ni,Pt)Al / YPSZ a subi 200 cycles thermiques d'une heure à 1100°C.

Après ce vieillissement thermique, la morphologie et les compositions des différentes phases constitutives du système barrière thermique étudié ont évolué (*Figure 107*).

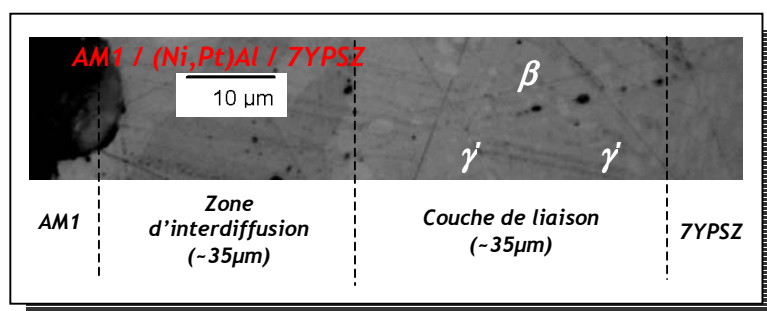


Figure 107 : Observation au microscope optique de la surface de l'échantillon vieilli 200 cycles d'une heure à 1100°C. Mise en évidence de la structure biphasée de la couche de liaison.

On remarque que la zone externe de la couche de liaison du système AM1 / β -(Ni,Pt)Al / YPSZ vieilli est maintenant biphasée. En effet, l'appauvrissement en aluminium de la couche de liaison en oxydation entraîne rapidement la transformation $\beta \rightarrow \gamma'$ - cette transformation pouvant se produire d'abord aux joints de grains. L'évolution de la composition de cette couche a été déterminée par analyse EDS-MEB quantitative avec échantillon témoin (*Tableau 12*) [12].

| Réf. échantillon | Composition (%at.) | Ni | Al | Pt | Cr | Co | Ti | Ta | W |
|------------------|------------------------------------|------|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| PT18E13_200 | β -(Ni,Pt)Al | 46,5 | 33,8 | 8,7 | 5,8 | 3,5 | 0,9 | 0,8 | 0,0 |
| | γ' -(Ni,Pt) ₃ Al | 57,9 | 20,2 | 7,2 | 4,7 | 4,5 | 1,6 | 3,6 | 0,3 |

Tableau 12 : Compositions des phases β et γ' présentes dans le système après vieillissement thermique de 200 cycles d'une heure à 1100°C.

La teneur en aluminium au sein de la phase β se stabilise à environ 33 %at. L'appauvrissement en aluminium des couches de liaison se manifeste ensuite par l'augmentation de la proportion de phase γ' [12]. Ces mêmes observations ont été effectuées sur un système similaire par Larnicol *et al.* [3]. En comparant les analyses réalisées sur les systèmes brut d'élaboration et vieilli thermiquement, on remarque que seul le platine diffuse significativement de la zone externe de la couche de liaison vers le superalliage.

L'étude des couches de liaison est délicate du fait de leur faible épaisseur. En effet, une des plus grandes difficultés est de positionner l'indentation à chaud dans la couche de liaison de façon reproductible car la précision requise est de l'ordre de 10 μ m.

De plus, nous avons mis en évidence que les couches de liaison comportaient beaucoup d'éléments d'alliages autre que l'aluminium, le nickel, le platine ou le zirconium. Il sera difficile de regarder

l'influence distincte de ces éléments d'alliages sur les propriétés mécaniques de la couche de liaison.

Le système vieilli, multiphasé, entraîne des problèmes de représentativité des résultats expérimentaux de microindentation instrumentée notamment aux hautes températures pour lesquelles les dimensions de la zone indentée correspondent à celles de la couche de liaison. A noter qu'il ne s'agit là que d'un problème de charge appliquée qui est trop forte. L'application d'un chargement plus faible reste possible mais est plus difficilement exploitable en raison du bruit de mesure. Par ailleurs, tout effet mécanique d'environnement est possible (proximité d'une surface libre, de la zircone ou du superalliage AM1, précipités de la zone d'interdiffusion, mélange de phases β - γ').

Il est donc plus aisé de travailler avec un échantillon « massif ». Pour rendre compte en particulier des effets de la composition et de la température, l'étude s'est orientée vers des matériaux modèles d'alliages massifs binaires et ternaires NiAl, NiAl(Pt), NiAl(Ru) et NiAl(Zr) mono- et polycristallins. Des comparaisons seront faites ponctuellement entre résultats sur couches de liaison et résultats sur matériaux massifs.

II.3.1.2. Matériaux massifs et couples de diffusion

a. Les alliages massifs monocristallins

La liste des alliages monocristallins caractérisés dans cette étude est reportée dans le **Tableau 13**. Les échantillons contenant du Pt sont issus des travaux de thèse de Y. Cadoret [22].

| Alliages (%at.) | Orientation cristallographique $\langle hkl \rangle$ |
|-------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|
| Ni ₅₀ Al ₅₀ | $\langle 001 \rangle$ |
| (Ni ₄₀ ,Pt ₁₀)Al ₅₀ | $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ |
| AM1 | $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ |

Tableau 13 : Alliages monocristallins caractérisés dans cette étude.

Ces échantillons sont issus de barreaux monocristallins de 8 mm de diamètre élaborés par solidification dirigée à partir d'un germe (vitesse de tirage : 16 cm/heure). La direction de solidification est proche de (100). Après avoir subi un traitement thermique d'homogénéisation de 25 heures à 1300°C, les barreaux ont été orientés par la méthode de Laue ([Annexe 4](#)). Le cliché de Laue, dont des exemples obtenus sur ces matériaux sont présentés en annexe, permet de calculer les angles de basculement et de rotation de la tête goniométrique sur laquelle sont fixés les barreaux pour obtenir l'orientation cristallographique souhaitée. Les échantillons sont alors usinés par électroérosion.

Ces échantillons permettront de savoir entre autre si la microindentation instrumentée, sonde micromécanique locale, est sensible à l'anisotropie du matériau testé.

b. Les alliages massifs polycristallins

Des alliages massifs polycristallins de trois systèmes ternaires (Ni-Al-Pt, Ni-Al-Ru et Ni-Al-Zr) ont été élaborés pour étudier l'influence de la composition de l'alliage sur les propriétés mécaniques par microindentation instrumentée.

Les différents alliages massifs ont été élaborés sous forme de « savonnettes » (~12 cm³) dans un four à fusion par arc électrique à partir de poudres pures de nickel, d'aluminium et de platine, sous atmosphère contrôlée d'argon ultra pur et en utilisant un getter de titane. Par ce procédé d'élaboration, les savonnettes sont refondues cinq fois au minimum pour éviter la présence d'infondus au sein de l'alliage. Le mode opératoire est décrit en détail en [Annexe 1](#).

Les savonnettes de tous ces alliages subissent ensuite un traitement d'homogénéisation de 25 h à 1300°C. Le but de ce traitement est d'assurer l'homogénéité de la composition chimique de l'alliage. L'homogénéité des alliages et leur composition chimique ont été vérifiées par analyse EDS-MEB dont le principe est rappelé à l'[Annexe 3](#).

b.1. Le ternaire Ni-Al-Pt

Les compositions nominales des alliages massifs Ni-Al-Pt élaborés sont regroupées dans le [Tableau 14](#). Les compositions de ces alliages sont reportées sur la section isotherme à 1100°C proposée par Hayashi *et al.* [56] ([Figure 108](#)).

| Référence échantillon | | Composition nominale (%at.) |
|-----------------------|---|---------------------------------------------------------|
| PT1 | ◇ | (Ni ₄₀ Pt ₁₅)Al ₄₅ |
| PT3 | ▲ | (Ni ₆₀ Pt ₅)Al ₃₅ |
| PT4 | ◇ | (Ni ₄₇ Pt ₀)Al ₅₃ |
| PT10 | ● | (Ni ₄₄ Pt ₁₀)Al ₄₆ |
| PT11 | ▼ | (Ni ₄₃ Pt ₁₅)Al ₄₂ |
| PT12 | ■ | (Ni ₅₀ Pt ₁₀)Al ₄₀ |
| PT13 | □ | (Ni _{57,5} Pt ₁₀)Al ₅₀ |
| PT14 | ● | (Ni _{48,5} Pt _{2,5})Al ₄₉ |
| PT17 | □ | (Ni ₄₃ Pt ₂₀)Al ₃₇ |
| PT19 | ● | (Ni ₃₁ Pt ₂₀)Al ₄₉ |
| PT20 | ▼ | (Ni ₂₇ Pt ₂₈)Al ₄₅ |
| PT22 | ■ | (Ni ₄₂ Pt ₉)Al ₄₉ |

Tableau 14 : Compositions nominales des alliages (Ni,Pt)Al élaborés pour cette étude.

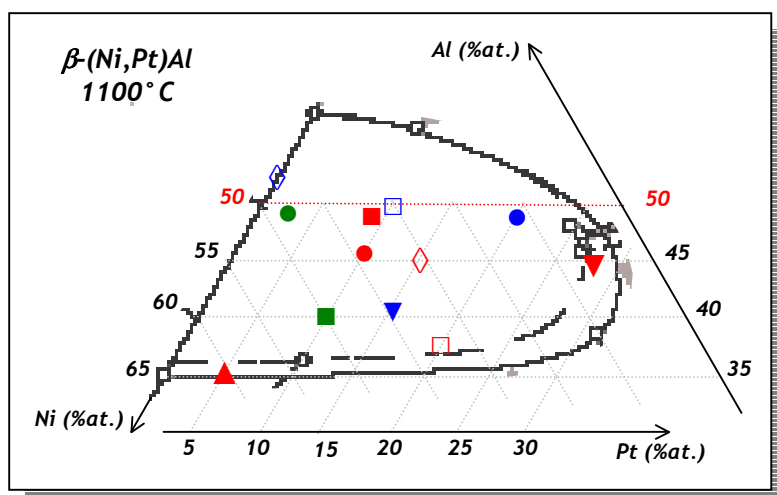


Figure 108 : Les alliages massifs (Ni,Pt)Al replacés dans le diagramme de phase du ternaire Ni-Al-Pt à 1100°C.

Une attaque chimique au réactif de Keller (95 %vol. H₂O, 2,5 %vol. HNO₃, 1,5 %vol. HCl, 1%vol. HF) effectuée sur les échantillons PT10 et PT14 révèle en particulier la morphologie des grains (Figure 109) et des tailles de grains relativement grandes (> 500 μm).



Figure 109 : Mise en évidence de la morphologie des grains des alliages massifs (Ni,Pt)Al.

b.2. Le ternaire Ni-Al-Ru

Les compositions nominales des alliages massifs Ni-Al-Ru élaborés sont regroupées dans le *Tableau 15*. Les compositions de ces alliages sont reportées sur la section isotherme à 1000°C proposée par Chakravorty et West [139] (Figure 110).

| Référence échantillon | | Composition nominale (%at.) |
|-----------------------|---|----------------------------------------------------------|
| RU1 | ● | (Ni _{47,5} ,Ru _{2,5})Al ₅₀ |
| RU2 | ▼ | (Ni ₆₀ ,Ru _{2,5})Al _{37,5} |
| RU3 | ■ | (Ni ₄₀ ,Ru ₁₀)Al ₅₀ |
| RU4 | ▲ | (Ni ₅₀ ,Ru ₁₀)Al ₄₀ |

Tableau 15 : Compositions nominales des alliages (Ni,Ru)Al élaborés pour cette étude.

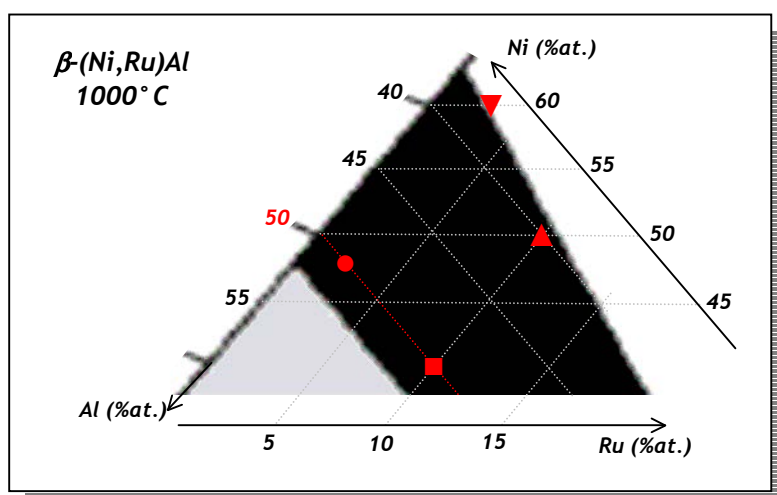


Figure 110 : Les alliages massifs (Ni,Ru)Al replacés dans le diagramme de phase du ternaire Ni-Al-Pt à 1100°C.

Après observation au MEB et analyse par EDS des échantillons élaborés, il s'est avéré que ceux dont les compositions sont proches de 50 %at. d'aluminium n'étaient pas bien homogènes. La **Figure 111** compare, à partir d'images MEB (en électrons rétrodiffusés), l'échantillon *RU2* homogène et l'échantillon *RU3* non-homogène. La teneur en ruthénium de l'alliage *RU2* est constante, de l'ordre de 3 %at. tandis que celle de l'alliage *RU3* varie entre 8,4 et 13,5 %at. respectivement entre les zones sombres et claires.

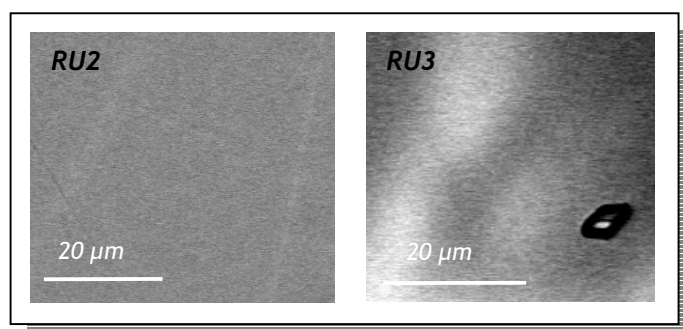


Figure 111 : Mise en évidence d'un défaut d'homogénéisation après le premier traitement thermique de 25 h à 1300°C.

Une telle observation était prévisible. En effet, l'homogénéisation de l'échantillon, régie par la diffusion des atomes, est d'autant plus facile que le nombre de défauts dans le matériau est grand. Proche de la composition stœchiométrique, le nombre de défauts de structure est minimal ; par conséquent la vitesse de diffusion des atomes est minimale.

Pour améliorer l'homogénéisation des alliages *RU1* et *RU3*, un second traitement thermique de 20 h à 1500°C a été réalisé. Les conditions de traitement thermique d'homogénéisation particulières à chaque échantillon sont regroupées dans l'annexe 1.

b.3. Le ternaire Ni-Al-Zr

Les compositions nominales des alliages massifs Ni-Al-Zr élaborés sont regroupées dans le *Tableau 16*. Les compositions de ces alliages sont reportées sur la section isotherme à 1100°C proposée par Ghosh [62] (*Figure 112*).

| Référence échantillon | | Composition nominale (%at.) |
|-----------------------|---|-------------------------------------------------------------|
| ZR1 | ● | Ni ₅₀ Al ₅₀ (Zr ₈₀₀ ppm.m) |
| ZR3 | ▼ | Ni ₆₃ Al ₃₇ (Zr ₈₀₀ ppm.m) |

Tableau 16 : Compositions nominales des alliages NiAl(Zr) élaborés pour cette étude.

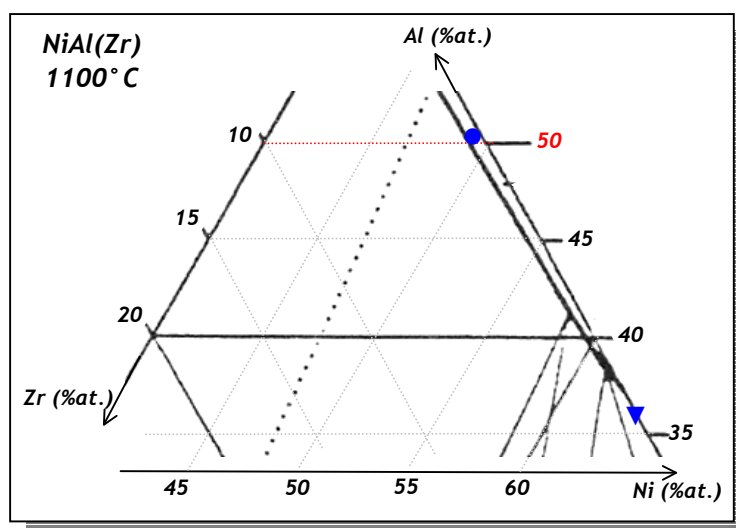


Figure 112 : Les alliages massifs NiAl(Zr) replacés dans le diagramme de phase du ternaire Ni-Al-Zr à 1100°C.

Pour ces alliages, l'analyse EDS-MEB est inefficace pour la détection du zirconium en raison de sa très faible teneur. Une des techniques couramment utilisées pour la détermination des faibles concentrations d'éléments dans les échantillons est l'ICP (*Inductively Coupled Plasma*). Cette technique utilise un plasma comme source thermique pour dissocier les atomes de l'échantillon en atomes libres. Les atomes ionisés sont ensuite analysés pour en déterminer leur concentration dans l'alliage. L'analyse ICP des alliages ZR1 et ZR3 a donné les résultats suivants (*Tableau 17*) :

| Référence échantillon | Ni (%at.) | Al (%at.) | Zr (ppmm) |
|-----------------------|-----------|-----------|--------------------|
| ZR1 | 49,6 | 50,4 | 760 |
| ZR3 | 63,4 | 36,6 | <i>non détecté</i> |

Tableau 17 : Analyse ICP des alliages ZR1 et ZR3.

Si l'analyse ICP donne des teneurs en nickel, aluminium et zirconium proches de la composition nominale pour l'alliage ZR1, on notera que l'alliage ZR3, en limite de la phase β-NiAl(Zr), ne contient

pas de zirconium comme requis lors de l'élaboration. Cet alliage servira de référence comme alliage binaire NiAl.

c. Les couples de diffusion d'alliages massifs

A partir des savonnettes d'alliages, des disques d'épaisseur 2 mm ont été découpés par microtrouçonnage - une découpe lente (vitesse d'approche et vitesse de rotation de la lame faibles) est requise pour éviter de détériorer les alliages fragiles (proches de la composition stoechiométrique en aluminium) et minimise ainsi l'écrouissage de surface du disque usiné. Les faces des disques sont ensuite préparées par polissage afin d'obtenir des faces planes pour réaliser des couples de diffusion.

La méthode de réalisation des couples de diffusion a été mise au point par R. Bouchet lors de ses travaux de thèse [6]. Le principe consiste d'accoler deux faces planes d'alliages de différentes compositions et de réaliser un traitement thermique de diffusion. Les conditions d'élaboration et de traitement thermique sont décrites en [Annexe 2](#). Généralement, un traitement thermique de diffusion de 100 h à 1100°C permet d'obtenir un profil de diffusion satisfaisant pour cette étude.

L'intérêt de cette technique permet d'obtenir à partir d'un seul échantillon un large éventail de compositions (des profils de compositions variables en nickel, aluminium et éléments ternaires) avec un minimum de matière.

c.1. Les couples de diffusion du ternaire Ni-Al-Pt

Les couples de diffusion des alliages massifs Ni-Al-Pt élaborés sont regroupés dans la [Figure 113](#).

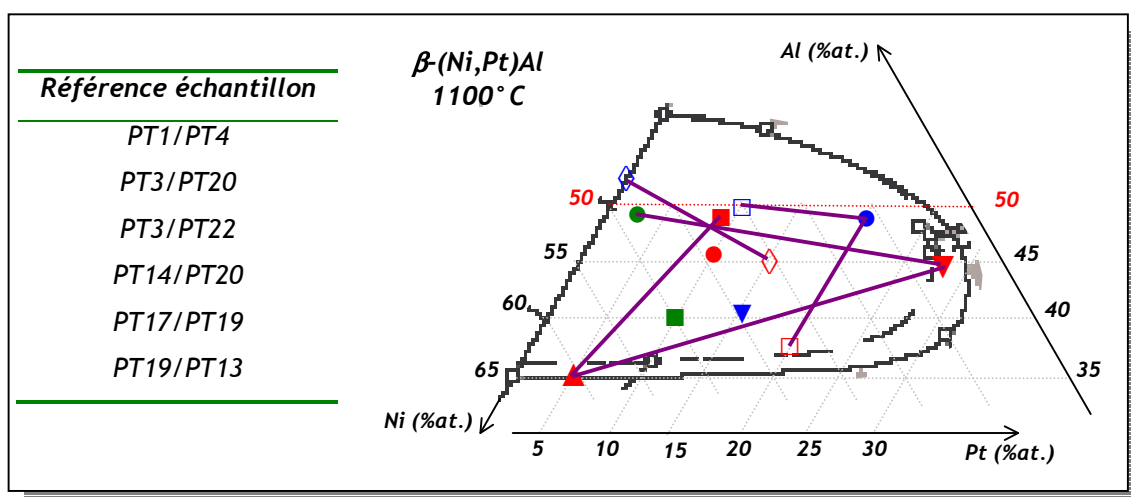


Figure 113 : Les couples de diffusion élaborés et replacés dans la section isotherme du diagramme de phase à 1100°C du ternaire Ni-Al-Pt.

La **Figure 114** représente un exemple de profil de diffusion obtenu pour le couple *PT1/PT4*. Ce profil a été établi par analyse EDS-MEB de la zone d'interdiffusion après un second traitement thermique de diffusion de 100 h à 1200°C. Ce second traitement thermique a notamment permis d'élargir la zone d'interdiffusion. Sur ce même profil, ont été mis en évidence les compositions testées mécaniquement par microindentation instrumentée.

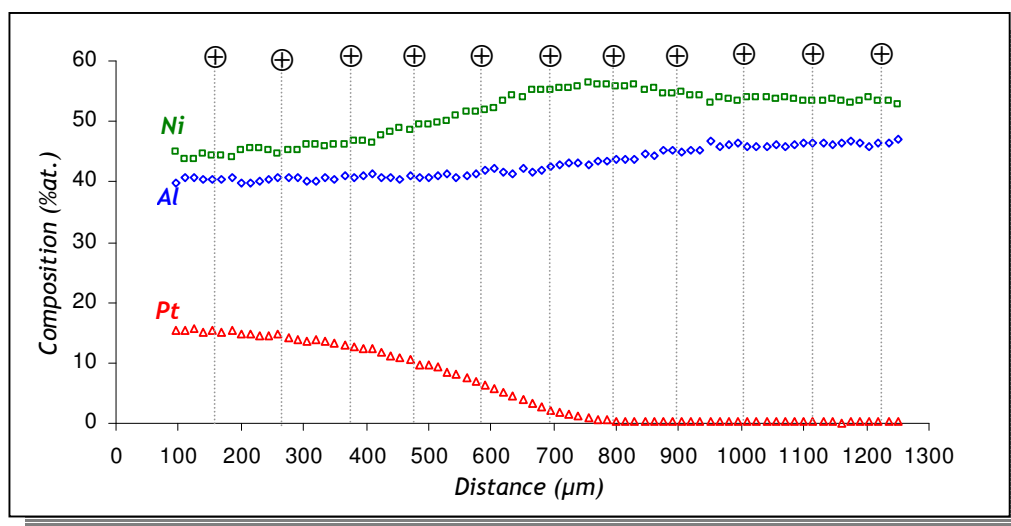


Figure 114 : Exemple de profil de diffusion obtenu pour le couple *PT1/PT4* et mise en évidence des compositions testées par microindentation instrumentée (⊕).

Les traitements thermiques de diffusion réalisés ont généralement permis, sauf cas particuliers, d'obtenir des distances d'interdiffusion supérieures à 600 µm. Dans le cas du couple *PT1/PT4*, cette distance d'interdiffusion assure une variation de concentration en platine dans la zone testée inférieure à 0,2 %at. Cette variation est inférieure à la sensibilité de mesure des concentrations par EDS-MEB. Ce faible gradient de concentration sera donc négligé dans l'analyse des résultats d'indentation.

c.2. Les couples de diffusion du ternaire Ni-Al-Ru

Les couples de diffusion des alliages massifs Ni-Al-Ru élaborés sont regroupés dans la **Figure 115**.

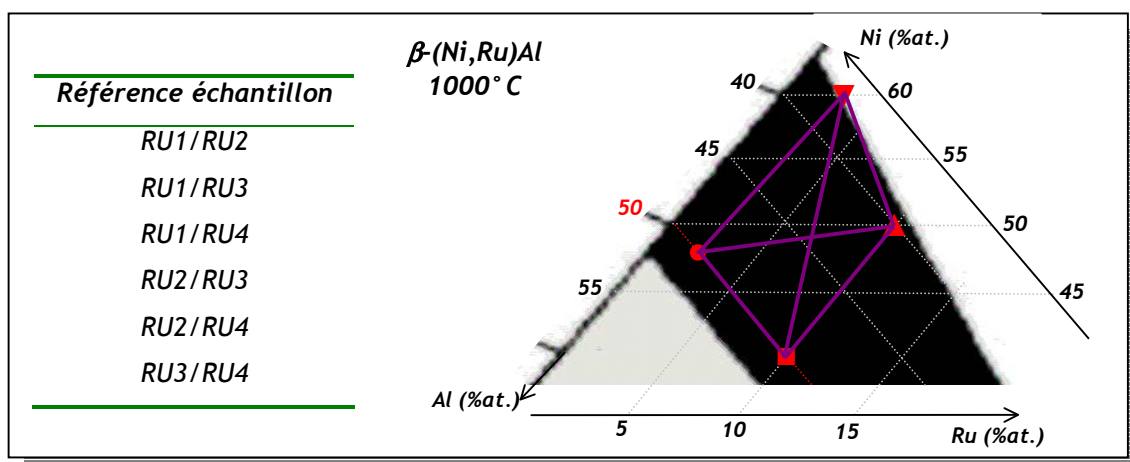


Figure 115 : Les couples de diffusion élaborés et replacés dans la section isotherme du diagramme de phase à 1000°C du ternaire Ni-Al-Ru.

c.3. Le couple de diffusion du ternaire Ni-Al-Zr

Le couple de diffusion des alliages massifs Ni-Al-Zr élaboré est représenté en Figure 116.

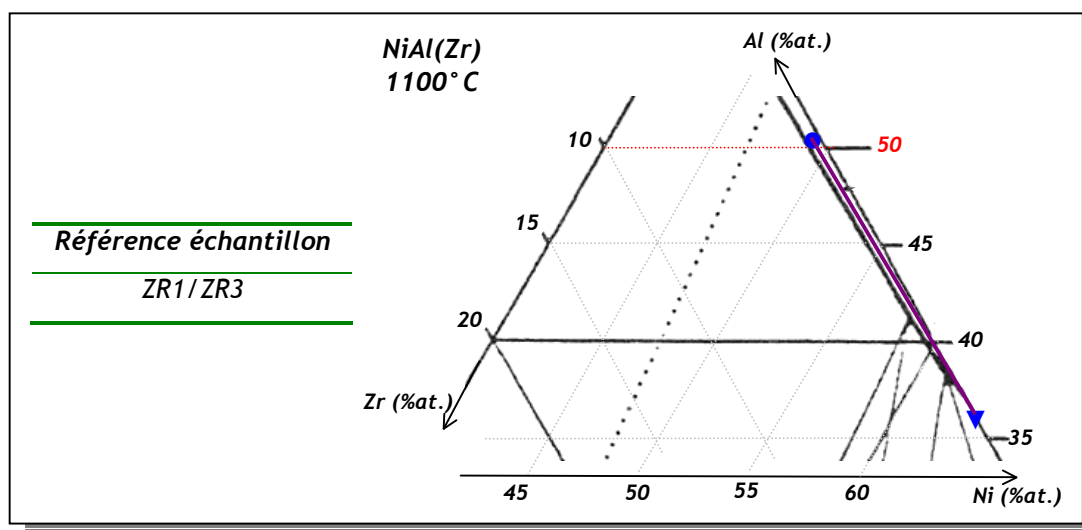


Figure 116 : Le couple de diffusion élaboré et replacé dans le diagramme de phase du ternaire Ni-Al-Zr à 1100°C.

Beaucoup de précautions ont été prises lors de l'usinage et de la préparation des échantillons dont la composition peut présenter une température de transformation martensitique proche de la température ambiante. Pour ces échantillons, un découpage lent et un polissage doux permettent de minimiser les contraintes. Le nettoyage final des échantillons à l'alcool doit être délicat avec un temps de séchage relativement court. A noter que l'étuvage de ces échantillons est proscrit car la

température de l'étuve peut s'avérer être du même ordre de grandeur que la température de transformation martensitique de cet alliage.

II.3.2. La démarche expérimentale

La démarche expérimentale se décompose autour de trois mots-clefs : "réalisation, observations et analyses".

II.3.2.1. Conditions expérimentales de réalisation des essais d'indentation

Les échantillons ont été testés par microindentation instrumentée à température ambiante et à haute température. Typiquement trois types d'essais sont réalisés avec les dispositifs de microindentation instrumentée employés dans cette étude :

- des essais de dureté (à température ambiante) :
 - o force maximale $F_{max} = 0,1, 0,3$ et $0,5$ N.
- des essais d'indentation instrumentée classiques (courbes réponse force-pénétration) en fonction de la température,
 - o température $T = 25, 300, 500, 700, 750, 800$ et 850°C
 - o force maximale $F_{max} = 0,3$ et $0,5$ N pour assurer une bonne continuité entre les deux moyens d'essais de microindentation instrumentée
 - o vitesse de chargement $v = 0,6$ et $2,4$ mN/s
- des essais de fluage d'indentation (courbes de maintien à charge maximale imposée).
 - o temps de maintien $t_{fluage} = 3500$ s

Il serait lourd et fastidieux de dresser ici la liste des conditions expérimentales particulières à chaque échantillon. Celles-ci seront reprises tout au long de l'étude si besoin est pour une bonne compréhension de l'étude.

Les empreintes sont espacées de $100\ \mu\text{m}$ à température ambiante et $500\ \mu\text{m}$ à haute température de façon à éviter que les zones d'influence de deux empreintes voisines ne se recouvrent.

II.3.2.2. Observations des empreintes d'indentation

Systematiquement, les empreintes d'indentation sont ensuite mesurées à l'aide d'un logiciel de traitement d'image. Ces mesures, validées au microscope électronique à balayage (MEB DSM 962 - [Annexe 3](#)), nous permettent de nous assurer de la bonne concordance entre les observations et les résultats instrumentaux.

Ces analyses sont complétées par des observations sur un microscope optique métallographique Reichert-Jung type MeF 3 pour observer les microstructures du matériau. Les morphologies des

empreintes rémanentes d'indentation ont été observées par microscopie à force atomique ([Annexe 5](#)).

II.3.2.3. Analyse des échantillons

Pour l'étude des couples de diffusion, les compositions testées sont déterminées au niveau de chaque empreinte d'indentation par EDS-MEB ([Annexe 3](#)).

L'orientation cristallographique en surface des monocristaux et la détermination des phases en présence dans l'échantillon ont été effectuées par diffraction de rayons X ([Annexe 4](#)). L'orientation cristallographique en surface des grains des échantillons massifs et des couches de liaison a été réalisée par EBSD ([Annexe 3](#)).

Les conditions expérimentales de chaque moyen d'analyse et d'observation sont décrites dans les annexes respectives.

L'analyse des résultats instrumentaux de microindentation instrumentée permet quant à elle de déterminer les propriétés mécaniques de l'alliage testé.

III. Mise en place d'une méthode d'analyse inverse systématique des résultats de microindentation instrumentée

« Chaque solution mène à un problème plus compliqué. »

Extrait de John Peers, Henry Kissinger, Krishnamurti, Stephen J. Gould

Cette partie concerne la mise en place d'une méthode d'analyse inverse systématique, rigoureuse et robuste des résultats de microindentation instrumentée à température ambiante et à haute température. Cette méthode passe par la vérification de la reproductibilité des résultats expérimentaux (courbes réponse force-pénétration).

III. Mise en place d'une méthode d'analyse inverse systématique des résultats de microindentation instrumentée

III. 1. Validité des résultats de microindentation instrumentée

La première étape de la mise en place de la méthode d'analyse inverse des résultats de microindentation instrumentée à température ambiante et à haute température a consisté à valider les résultats obtenus en regardant leur reproductibilité et en corrélant les observations des empreintes et les résultats expérimentaux (courbe réponse force-pénétration).

III.1.1. Reproductibilité des résultats

III.1.1.1. Reproductibilité des résultats à température ambiante

La reproductibilité des résultats instrumentaux à température ambiante a été regardée sur l'échantillon étalon de silice vitreuse pour s'affranchir d'une éventuelle influence de l'orientation cristallographique et de taille de grain sur la réponse mécanique du matériau. 3 séries de tests de microindentation instrumentée (indenteur Vickers en saphir) à 0,1, 0,2 et 0,3 N ont été réalisées afin de s'assurer d'une bonne reproductibilité des résultats à ces trois niveaux de chargement.

La **Figure 117** regroupe les courbes réponse force - pénétration obtenues à température ambiante sur cet échantillon. Les résultats présentés ici tiennent compte de la correction de la souplesse du dispositif, du coude en fin de déchargement et de la détermination du début du test (h_0).

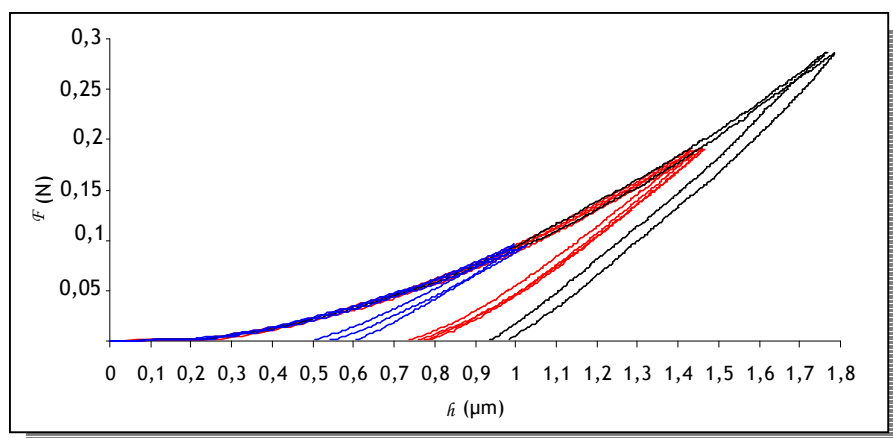


Figure 117 : Superposition des courbes d'indentation à température ambiante obtenues à 0,1, 0,2 et 0,3 N sur un échantillon de silice vitreuse.

On notera une très satisfaisante reproductibilité des résultats instrumentaux quel que soit le niveau de chargement appliqué. Les courbes d'indentation réalisées avec un indenteur Vickers suivent une même homothétie à la charge quel que soit le niveau de charge. On notera à partir de ces résultats une très faible dispersion des courbes réponse force - pénétration, de l'ordre de 50 nm.

III.1.1.2. Influence de la température et de la vitesse de chargement sur la reproductibilité du résultat de microindentation instrumentée à haute température

L'échantillon de silice vitreuse ne pouvant pas être utilisé aux températures que nous permet d'atteindre le dispositif de microindentation instrumentée, la reproductibilité des essais micromécanique à haute température à été mise en évidence à partir des résultats obtenus sur un échantillon de l'alliage massif PT11 à partir d'essai de microindentation instrumentée réalisés à 750, 800 et 850°C selon les deux profils de chargement définis précédemment, tel que $\dot{F}/F = 0,01$ noté PAS1 et $\dot{F}/F = 0,06$ noté PAS2. Le plan d'expériences suivi pour tester cet échantillon est décrit dans le **Tableau 18**.

Tous ces essais ont été réalisés avec un indenteur Vickers en diamant et une charge maximale de $F_{max} = 0,5$ N. Cette charge maximale a été maintenue pendant 3500 s.

Les résultats présentés ici tiennent compte de la correction de la souplesse du dispositif en fonction de la température et de la détermination du début du test (h_0).

| T °C | vitesse | Qté. | Effet recherché | Influence de la température sur la réponse mécanique ? |
|------|--------------------|------|------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------|
| 750 | $\dot{F}/F = 0,01$ | 1 | Influence de la vitesse de chargement à 750 ? | |
| | $\dot{F}/F = 0,06$ | 1 | | |
| 800 | $\dot{F}/F = 0,01$ | 1 | Influence de la vitesse de chargement à 800 ? | |
| | $\dot{F}/F = 0,06$ | 2 | Reproductibilité de la réponse mécanique pour $\dot{F}/F = 0,06$? | |
| 850 | $\dot{F}/F = 0,01$ | 2 | Influence de la vitesse de chargement à 800 ? | |
| | $\dot{F}/F = 0,06$ | 2 | Reproductibilité de la réponse mécanique pour $\dot{F}/F = 0,01$ et $\dot{F}/F = 0,06$? | |

Tableau 18 : Plan d'expérience réalisé sur un échantillon de l'alliage PT11 afin de mettre en évidence la reproductibilité des résultats instrumentaux en fonction de diverses conditions d'essais.

a. Reproductibilité des réponses mécaniques lors du chargement

La **Figure 118** compare les courbes réponse force-pénétration en charge des essais réalisés sur cet échantillon.

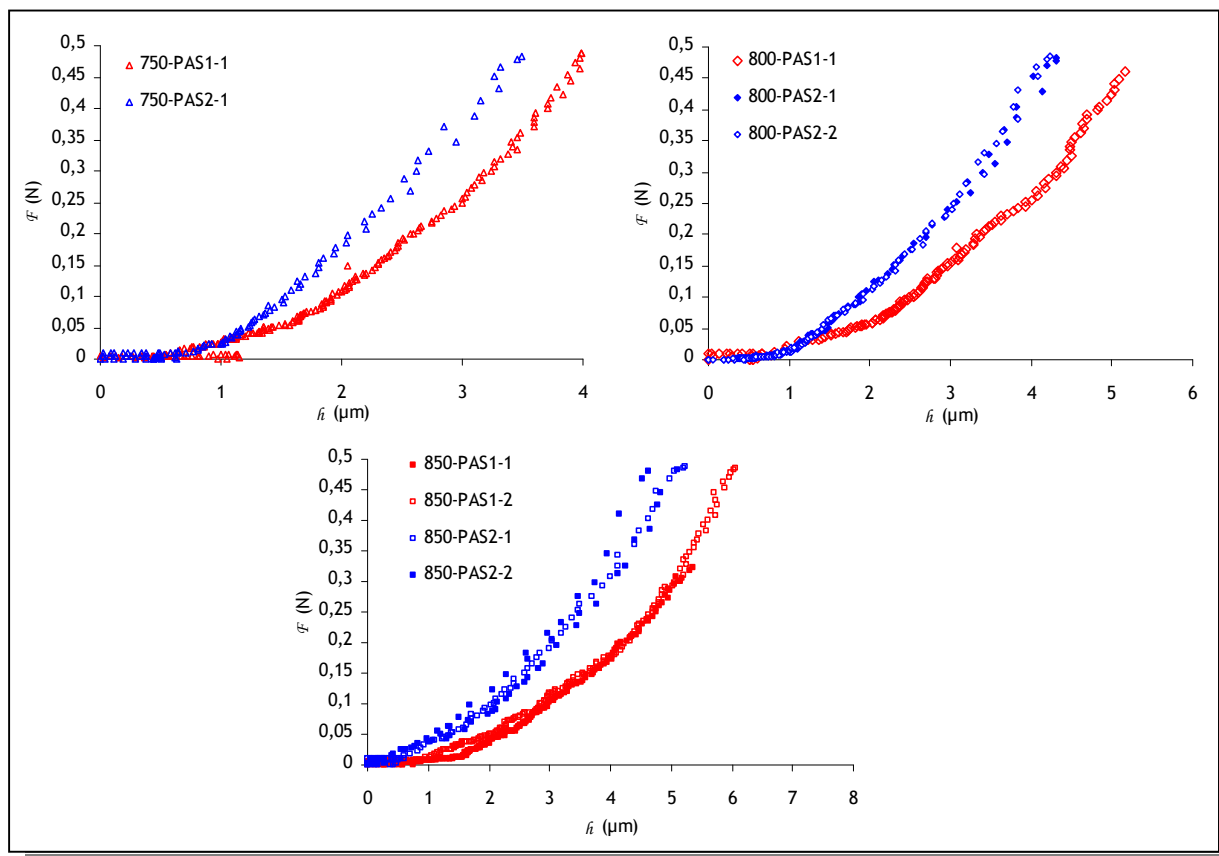


Figure 118 : Courbes réponse force-pénétration en charge des essais de microindentation instrumentée en fonction de la température et des profils de chargement réalisés sur l'échantillon de l'alliage PT11- $(\text{Ni}_{43}\text{Pt}_{15})\text{Al}_{42}$.

Pour chaque vitesse de chargement, la profondeur d'indentation maximale d'indentation en fin de chargement est d'autant plus grande que la température est élevée. Par ailleurs, à chaque température, la profondeur d'indentation maximale en fin de chargement est d'autant plus grande que la vitesse de chargement est faible ; le matériau ayant plus de temps pour s'écouler.

On remarquera pour finir une reproductibilité très satisfaisante des tests dupliqués à 800 et 850°C sur cet échantillon.

b. Reproductibilité de la réponse en fluage

La reproductibilité de la réponse en fluage a aussi été regardée à partir des résultats d'indentation obtenus sur ce même échantillon (PT11). La **Figure 119** représente les différentes réponses mécaniques en fluage d'indentation obtenues sur cet alliage à 750, 800 et 850°C, durant le palier de maintien d'environ 3500 s à charge maximale ($F_{\max} = 0,5 \text{ N}$).

En effet, la profondeur de pénétration à la fin du palier de maintien est d'autant plus grande que la température du test est élevée. Le matériau flue d'autant plus que la température augmente, et cet effet de la température est observable dès 750°C.

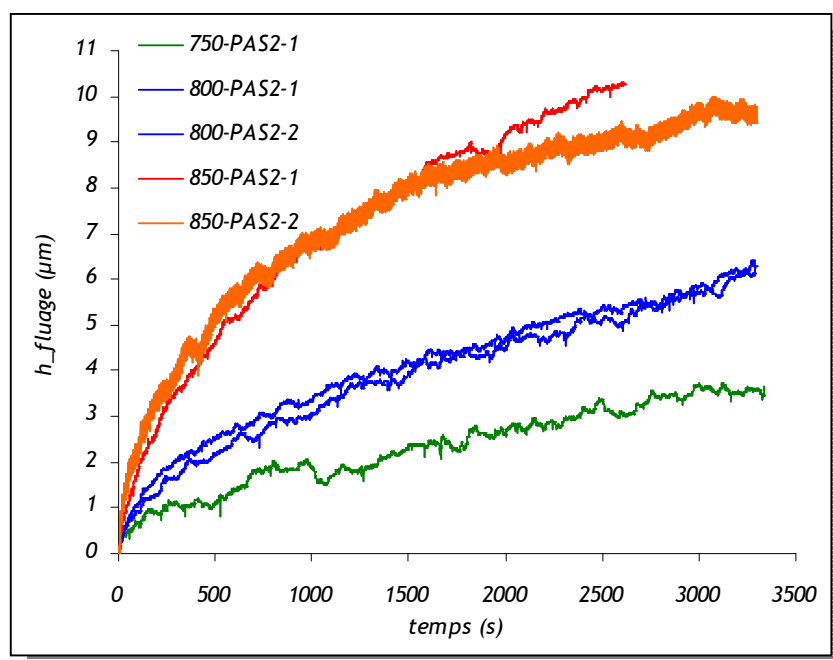


Figure 119 : Courbes réponse pénétration-temps de fluage d'indentation en fonction de la température : essais réalisés sur l'échantillon de l'alliage PT11, $F_{\max} = 0,5 \text{ N}$ et $\dot{F}/F = 0,06$.

Profitons-en ici pour souligner le caractère reproductible des réponses en fluage d'indentation. La réponse bruitée de l'essai référencé 850-PAS2-2 est due à un problème instrumental qui a été identifié (vibration du moteur de la table de translation de l'axe mécanique Z) et aussitôt corrigé. Ce problème ne nous permet pas d'analyser quantitativement par la méthode analytique le résultat du test par la suite. On exploitera néanmoins les valeurs de pénétration maximale en début et en fin de palier de maintien de fluage pour l'analyse numérique de l'essai d'indentation.

III.1.2. Corrélation des observations visuelles et résultats instrumentaux (courbe réponse force - pénétration)

III.1.2.1. Corrélation à température ambiante

Ce travail a consisté à corrélérer les résultats de microindentation instrumentée (courbe réponse force - pénétration en charge / décharge) avec les observations de l'empreinte rémanente à la surface du matériau. Les résultats obtenus sur le superalliage AM1 (111) à partir d'un essai de microindentation instrumentée (indenteur Vickers en diamant, $F_{max} = 0,5$ N) serviront d'exemple de corrélation (Figure 120). L'acquisition de profils de la surface du matériau par microscopie à force atomique permet d'obtenir une image 3D de l'empreinte résiduelle - Le principe et le fonctionnement de la microscopie à force atomique (AFM) sont rappelés en Annexe 5. Il est alors possible d'extraire de cette acquisition des profils particuliers de la topologie de la surface. Ainsi peut-on corrélérer la profondeur d'indentation résiduelle h_r extraite du profil avec celle donnée par lecture de la courbe réponse force - pénétration après correction de la souplesse du dispositif, de la correction du coude en fin de déchargement et de la détermination du début du test (h_0).

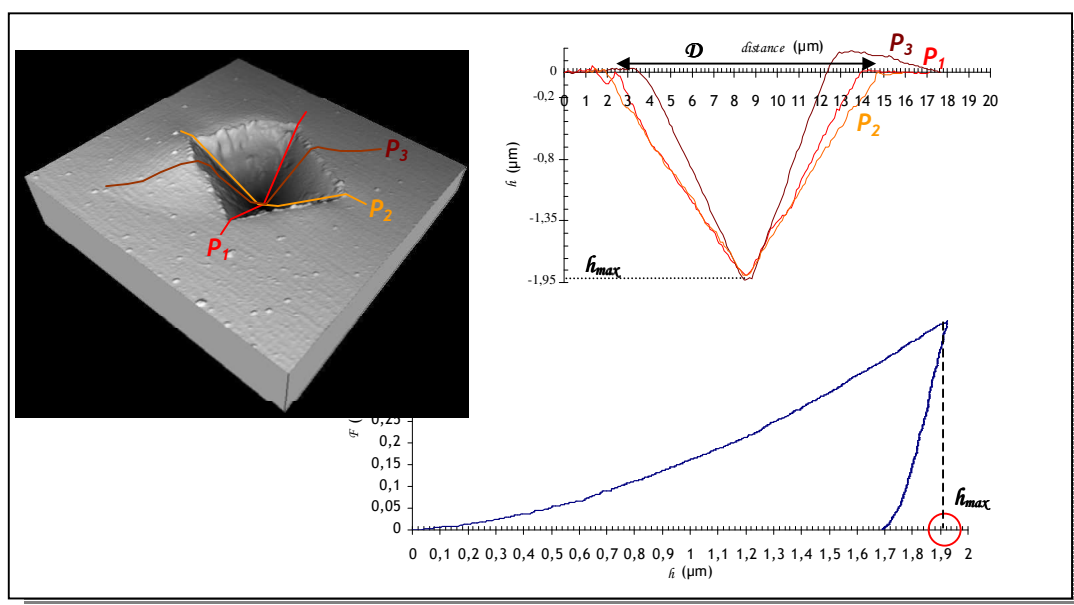


Figure 120 : Corrélation des résultats instrumentaux (courbe $F-h$) et des observations acquises par AFM de test de microindentation instrumentée réalisé sur un échantillon de superalliage base nickel AM1 (111) à température ambiante.

On notera une très satisfaisante concordance pour la profondeur d'indentation résiduelle entre les résultats instrumentaux et les observations par AFM de l'empreinte résiduelle. On remarquera par ailleurs que le bourrelet plastique autour de l'empreinte est minimal au niveau des diagonales ce qui en facilite leur mesure. La diagonale mesurée par AFM, de l'ordre de $12,5 \mu\text{m}$, est en accord

avec l'estimation faite à partir de l'Équation 43, soit $h_{\max} = \frac{\sqrt{D^2 - \frac{\delta^2}{2}} - \frac{\sqrt{2}}{2}\delta}{2\sqrt{2}\tan(\theta)}$, reliant la profondeur résiduelle d'indentation à la diagonale de l'empreinte et au défaut de la pointe d'indentation ($\delta = 0,83 \mu\text{m}$).

III.1.2.2. Corrélation à haute température

Le même travail de corrélation a été entrepris à haute température à partir des résultats obtenus sur l'alliage massif (PT11)-(Ni₄₃Pt₁₅)Al₄₂ pour un essai de microindentation instrumentée Vickers (en diamant) réalisé à 750 °C ($F_{\max} = 0,5 \text{ N}$, vitesse de chargement ~ 2,4 mN/s, temps de maintien 3200 s à F_{\max}).

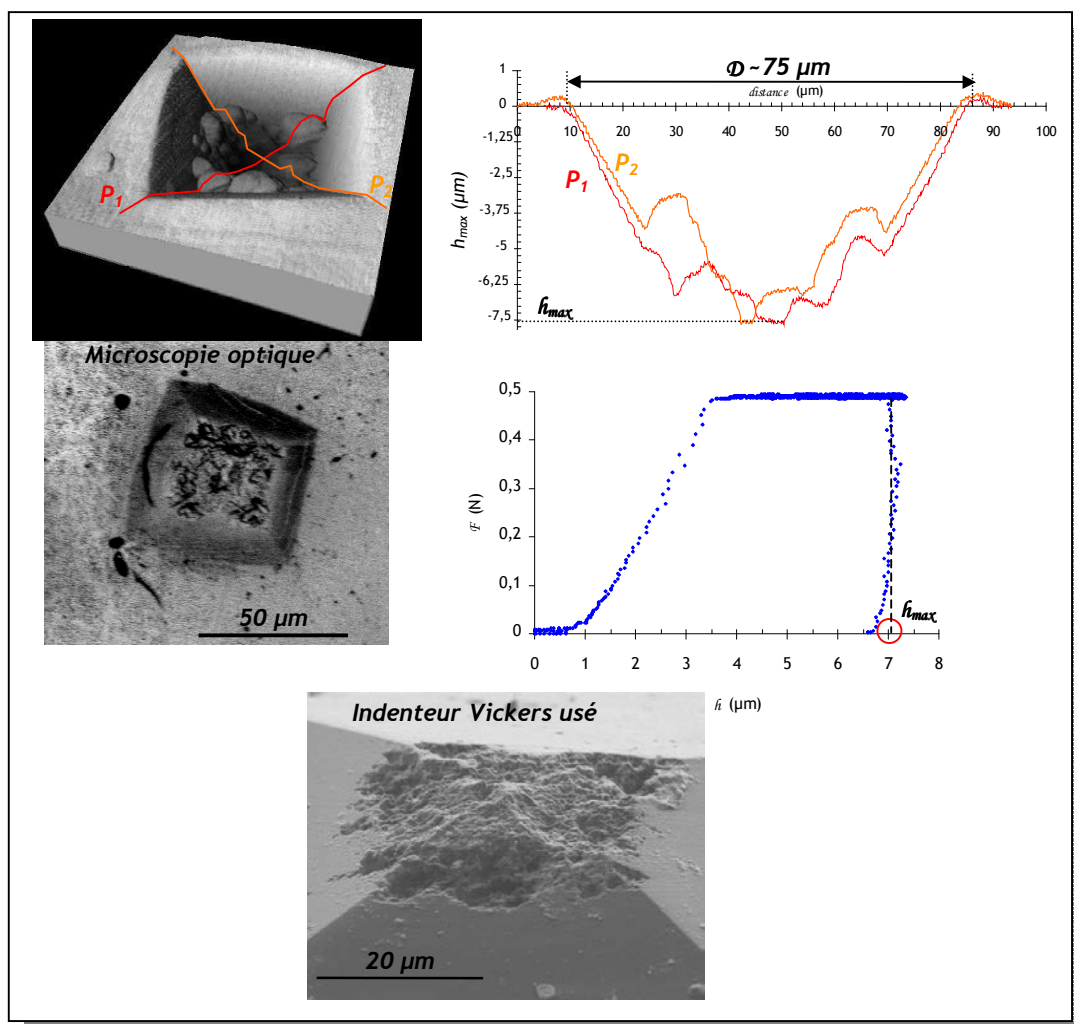


Figure 121 : Corrélation des résultats instrumentaux (courbe $F \sim h_i$) et des observations acquises par AFM, MEB et microscopie optique, de test de microindentation instrumentée réalisée à 750 °C sur un échantillon d'alliage massif PT11.

La *Figure 121* représente l'image AFM de l'empreinte résiduelle et les profils de la topographie de surface au niveau des diagonales de l'empreinte. A partir de ces profils, on remarque que les dimensions des diagonales concordent d'une part avec celles mesurées à partir de l'observation par microscopie optique, et d'autre part avec l'estimation de la diagonale faite à partir de l'*Équation 74*, tel que
$$h_{\max} = \frac{(D - \delta)}{2 \cdot \sqrt{2} \cdot \tan(\theta)}$$
, tenant compte d'un défaut de pointe de l'indenteur de l'ordre de

28 μm ($D^{\text{est}} \approx 78 \mu\text{m}$). Ceci conforte le fait que la profondeur d'indentation résiduelle concorde assez bien entre les différents moyens d'analyse. Un plat en fond d'empreinte, observable sur les profils, indique que l'on se situe en limite d'utilisation de l'AFM. Par ailleurs, les profils très perturbés ont été associés à un état très détérioré de la pointe d'indentation ; comme le montre l'image par MEB, la pointe est très endommagée. Cette pointe a été bien sûr remplacée.

III. 1. 3. Validation du gradient de composition sous l'indenteur à température ambiante

III.1.3.1. Détermination des compositions chimiques testées

Après chaque série d'essais de microindentation instrumentée, les échantillons sont analysés par MEB d'une part pour observer les empreintes résiduelles d'indentation ; d'autre part pour déterminer par EDS les compositions chimiques des alliages testés. La question est alors de savoir si les compositions chimiques sont homogènes autour de l'empreinte. Pour répondre à cette question, deux tests de microindentation instrumentée réalisés à température ambiante sur deux alliages massifs (*PT10* et *PT11*) ont été choisis. Pour chaque test, 4 analyses EDS ont été effectuées autour de l'empreinte. La *Figure 122* rassemble les résultats obtenus pour les deux tests.

On remarque une très faible dispersion des mesures des compositions chimiques des alliages testés par EDS-MEB. Cette dispersion est de l'ordre d'1 % pour les trois éléments analysés (aluminium, platine et nickel). On notera une plus grande dispersion dans le cas de l'alliage *PT10*, principalement due à des inhomogénéités chimiques au sein de l'échantillon (alternance de zones sombres et claires). Néanmoins, si le matériau est homogène (cas du *PT11*) l'analyse EDS est un moyen efficace et suffisamment précis pour déterminer les compositions chimiques des alliages testés.

Il est à noter que la composition du matériau testé à haute température peut être légèrement affecté par les éventuels phénomènes d'oxydation (de l'aluminium est consommé pour former la couche d'oxyde). Dans la mesure à les couches d'oxyde sont très fines (devant les profondeurs de pénétration) on a négligé ce phénomène. En toute rigueur, il faudrait tenir compte dans l'analyse EDS de l'influence éventuelle de la couche d'oxyde (ce qui est possible - mais long - avec une

méthode de type Strata). Par ailleurs, le nettoyage de la surface semble délicat et le polissage est proscrit pour ne pas endommager les empreintes résiduelles d'indentation.

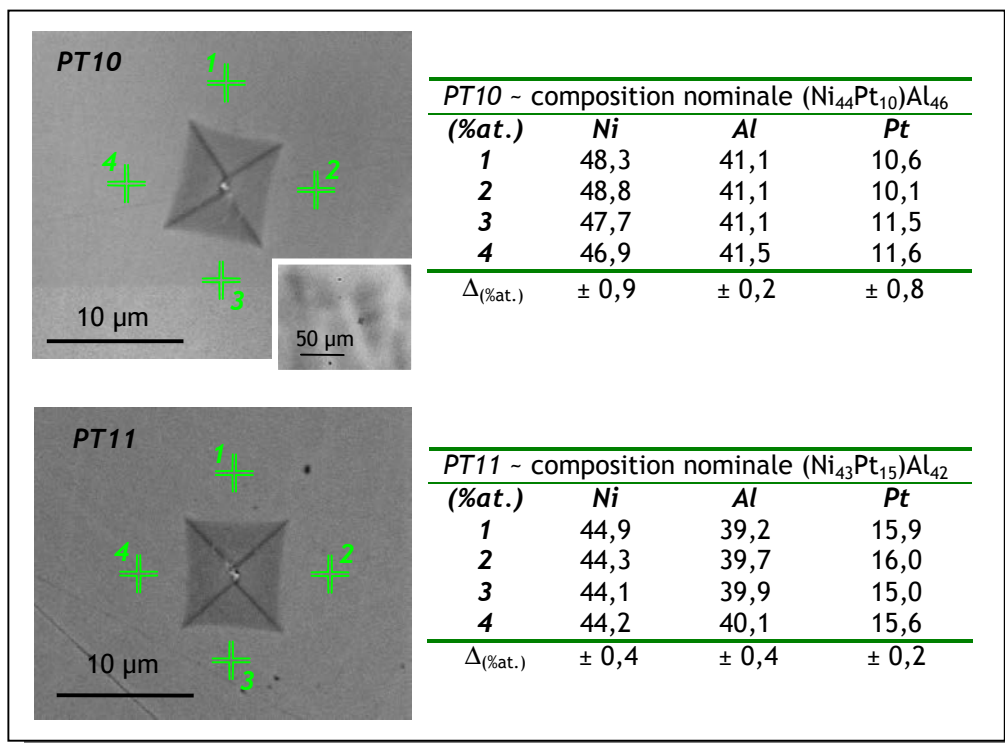


Figure 122 : Analyse EDS autour d'empreintes de microindentation instrumentée sur alliage massif.

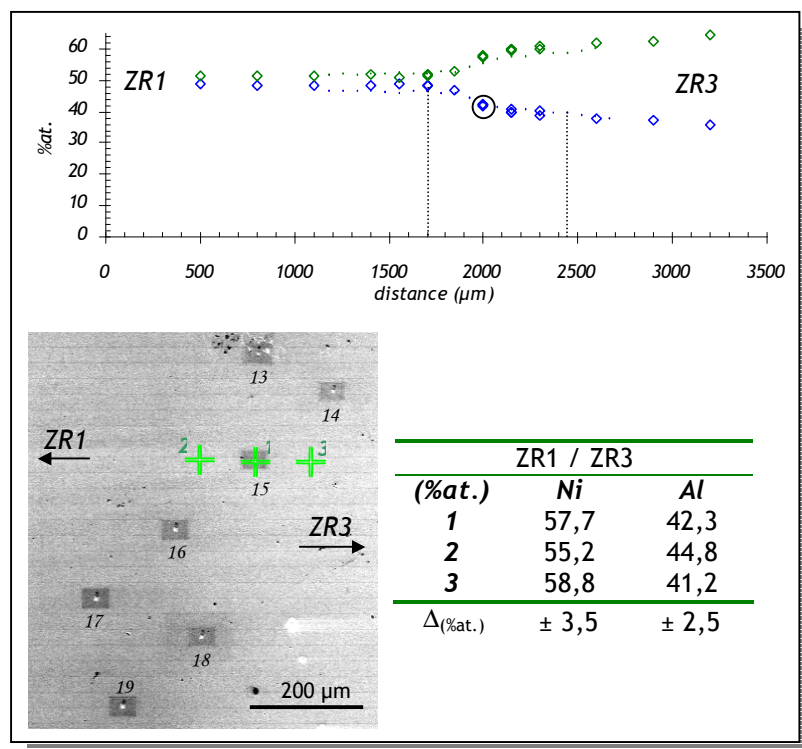


Figure 123 : Gradient de concentration autour d'une empreinte de microindentation d'un couple de diffusion.

Ce même travail a été entrepris sur le couple de diffusion ZR1/ZR3 pour déterminer le gradient de concentration dans la zone affectée par l'indentation. Nous nous sommes intéressés en particulier à une empreinte d'indentation réalisée dans la zone d'interdiffusion de ce couple (*Figure 123*). La composition chimique a été déterminée au niveau de l'empreinte et à 100 μm de part et d'autre de l'empreinte.

On remarque dans ce cas que le gradient de composition est plus grand. Or, si on considère que la zone affectée par l'indentation est trois fois la dimension de la diagonale de l'empreinte ($D = 8 \mu\text{m}$ dans le cas présent), le gradient de concentration revient dans ce cas à 0,6 %at., ce qui est proche de l'incertitude de mesure de l'analyse par EDS. L'utilisation de couples de diffusion pour la microindentation instrumentée à température ambiante n'est alors possible que sous la condition d'avoir une zone d'interdiffusion suffisamment large pour minimiser le gradient de concentration dans la zone affectée par l'indentation.

On peut néanmoins se demander ce qu'il advient à haute température. Nous avons vu à la *Figure 121* que la diagonale d'une empreinte d'indentation Vickers ($F_{max} = 0,5 \text{ N}$) réalisée à 750°C sur un alliage (Ni,Pt)Al pouvait atteindre 75 μm de diagonale ; la zone affectée par l'indentation est dans ce cas de l'ordre de 250 μm ce qui correspond à un gradient de concentration de l'ordre de 3 %at. L'utilisation des couples de diffusion à haute température devient alors délicate.

On pourrait pour minimiser cet effet, diminuer la force maximale d'indentation, diminuer le temps du palier de maintien de l'essai de fluage d'indentation, ou réaliser un traitement thermique de diffusion supplémentaire pour élargir la zone d'interdiffusion. Une autre solution a été privilégiée pour les tests d'indentation instrumentée à haute température, celle de n'utiliser que des alliages massifs monophasés pour s'affranchir de ces problèmes dans la détermination du comportement mécanique à chaud des alliages constitutifs des couches de liaison de barrière thermique.

L'utilisation de couples de diffusion pour déterminer des lois de comportement à haute température par microindentation instrumentée semble alors difficile. Il faudrait pouvoir considérer un effet de composition chimique moyenne sur la réponse mécanique alors obtenue. Pour s'affranchir de ce problème quelques pistes sont peut-être à explorer :

- réaliser un traitement thermique de diffusion pour élargir les profils de diffusion des couples déjà élaborés et ainsi diminuer le gradient de concentration dans la zone indentée à haute température,
- et/ou réaliser des essais de microindentation instrumentée à haute température avec une force de chargement inférieure à celle déjà appliquée pour diminuer la zone d'indentation,
- et/ou, en lien avec la remarque précédente, pouvoir instrumenter des essais d'indentation à haute température à une échelle plus fine (nanoscopique).

III. 2. Adaptation des méthodes analytiques

III.2.1. Le module d'élasticité d'indentation

Les expressions du module d'élasticité d'indentation couramment employées reposent sur la modélisation élastique du contact indenteur/matière en début de déchargement. Leroy a proposé une alternative en tenant compte du comportement élastoplastique du matériau [140]. L'utilisation du principe de similitude et de l'analyse dimensionnelle lui a permis d'écrire :

$$\text{Équation 75} \quad \mathcal{E}^* = \frac{\mathcal{K}_d}{\beta \cdot \sqrt{\mathcal{A}_c}}$$

avec \mathcal{E}^* le module réduit d'indentation, \mathcal{K}_d la raideur apparente à la décharge (pente initiale de la courbe de déchargement), \mathcal{A}_c la surface projetée de contact indenteur/matière et β une constante dépendante du comportement élastique du matériau.

L'analyse des travaux de Giannakopoulos *et al.* [141] qui ont réalisé des simulations numériques tridimensionnelles en élasticité a permis à Leroy de proposer une nouvelle expression de β :

$$\text{Équation 76} \quad \beta(v) = \frac{1 - 0,1655 \cdot v - 0,1737 \cdot v^2 - 0,1862 \cdot v^3}{0,7561}$$

Cette expression est préférée pour sa précision à celle couramment employée, issue de modélisations analytiques ($\beta = 2/\sqrt{\pi}$) [91].

III.2.1.1. Estimation de la projection de l'aire de contact

Un des problèmes majeurs dans l'estimation du module d'élasticité par indentation est la détermination avec précision de l'aire de contact. Celle-ci dépend du type de déformation élastoplastique du matériau à la fin du chargement. L'expression de la projection de l'aire de contact proposée par Oliver et Pharr [142] ne permet pas de rendre compte d'un éventuel effet de « piling-up ». Leroy *et al.* [143] ont eu recours à la simulation numérique de l'essai d'indentation Vickers pour proposer une expression de la surface de contact projetée afin de prendre en compte un effet de piling-up :

$$\text{Équation 77} \quad \mathcal{A}_c = \left(2 \cdot \tan(68^\circ) \cdot 1,13 \cdot \left(h_{\max} - \frac{F_{\max}}{\mathcal{K}_d} \right) \right)^2$$

F_{\max} et h_{\max} étant respectivement la force maximale d'indentation et la profondeur d'indentation maximale.

III.2.1.2. Estimation de la raideur apparente à la décharge K_d

La grandeur K_d est difficile à déterminer directement de la réponse expérimentale en raison du bruit de mesure. Comme nous l'avons exposé, il est classiquement procédé à l'ajustement de la réponse mécanique à la décharge par une forme analytique dérivée formellement pour $F = F_{\max}$, tel que $F_{décharge} := F(\hat{h}) = K_d \cdot (\hat{h} + \hat{h}_p)^m$ (Équation 24). Cette méthode s'avère efficace pour déterminer K_d mais n'est pas pertinente sur le plan mécanique. Leroy propose une méthode plus « mécanique » permettant d'estimer K_d à partir de l'énergie restituée à la décharge W_d [144]. Il remarque en premier lieu que, lors de la mise en charge, chaque incrément de déplacement δu peut se décomposer en deux parties (Figure 124):

- δu_e : correspondant à l'évolution des déformations élastiques obtenu en bloquant l'évolution des déformations plastiques et qui se déduit donc de la pente à la décharge élastique K_d ,
- δu_p : correspondant à l'évolution des déformations plastiques associées à un travail $\delta W_p = F \cdot \delta u_p$.

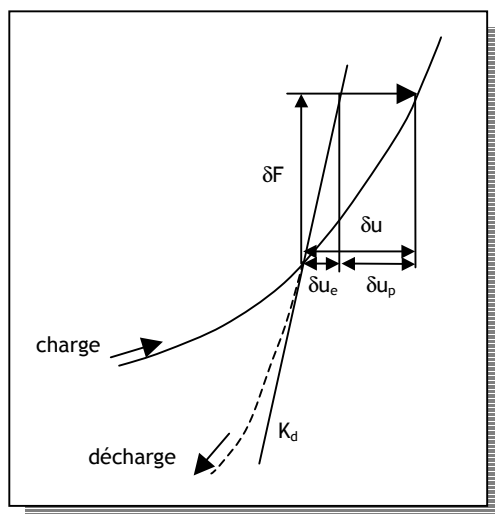


Figure 124 : Décomposition d'un incrément de déplacement à la charge.

Leroy observe alors que :

Équation 78
$$\delta u_p = \delta u - \frac{\delta F}{K_d} = \zeta \cdot \delta u$$

avec

Équation 79
$$\zeta = 1 - \frac{1}{K_d} \cdot \frac{\partial F_c}{\partial u}$$

L'analyse dimensionnelle indique que ζ est une constante indépendante de F . On peut donc déduire par intégration que W_p est proportionnelle à l'énergie fournie à la charge W_c au travers du facteur ζ . L'unique hypothèse de cette analyse est que W_p est égale à l'énergie bloquée au cours d'un cycle complet d'indentation (charge-décharge). Ceci est équivalent à considérer que la décharge permet de relaxer complètement les déformations élastiques (approximation mineure) et qu'il n'y a pas d'évolution des déformations plastiques durant la décharge, ce que montrent diverses simulations numériques existantes [145]. Il en résulte donc :

$$\text{Équation 80} \quad W_p \approx W_c - W_d = \zeta \cdot W_c$$

L'expression peut donc se reformuler de façon à faire intervenir l'énergie fournie à la charge. On s'appuie pour cela sur la forme parabolique de la charge donnée par l'analyse dimensionnelle [146] et on exprime l'Équation 79 pour $F = F_{\max}$. On obtient la formulation suivante :

$$\text{Équation 81} \quad \zeta = 1 - \frac{1}{K_d} \cdot \left(\frac{2}{3} \cdot \frac{F_{\max}^2}{W_c} \right)$$

La combinaison de l'Équation 80 avec l'Équation 81 conduit au résultat recherché :

$$\text{Équation 82} \quad K_d = \frac{2}{3} \cdot \frac{F_{\max}^2}{W_d}$$

Cette formulation présente l'intérêt, en plus de sa justification mécanique, d'être robuste : elle permet d'une part de s'affranchir d'une représentation parabolique de la courbe de déchargement ; et d'autre part de remplacer la dérivation de la réponse mécanique à la décharge par son intégration.

III.2.2. Fluage d'indentation

III.2.2.1. Limites des méthodes couramment employées.

Les paramètres de fluage (l'exposant de contrainte n et l'énergie d'activation Q) peuvent être déterminés en suivant l'évolution de la dureté du matériau en fonction du temps pour une charge et une température donnée [113]. Cette approche nécessite cependant autant d'essais que de conditions expérimentales à tester et une bonne estimation de l'aire de contact indenteur/matière. Il est plus aisé, avec un essai instrumenté, de suivre en continu l'évolution de la profondeur d'indentation en fonction du temps.

Takagi *et al.* ont déjà proposé une méthode d'analyse des courbes instrumentées de fluage d'indentation [105]. A partir de l'analyse dimensionnelle de l'essai de fluage d'indentation proposée

par Sargent et Ashby [113], ces auteurs déduisent l'évolution de la vitesse de pénétration de l'indenteur en fonction de l'exposant de contrainte n et de l'énergie d'activation Q . Nous rappelons ici ces expressions :

Équation 83
$$\dot{h} = \dot{h}_0 \left(\frac{F}{E \cdot h^2} \right)^n \cdot \exp\left(-\frac{Q}{\mathcal{R} \cdot \mathcal{T}}\right)$$

Ainsi, à une température \mathcal{T} , l'exposant de contrainte n est donné par :

Équation 84
$$n = \frac{1}{2} \left(1 - \frac{\partial(\ln \dot{h})}{\partial(\ln h)} \right)$$

Par ailleurs, en notant $\dot{\kappa} = \dot{h}_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q}{\mathcal{R} \cdot \mathcal{T}}\right)$, l'énergie d'activation se déduit alors par la relation :

Équation 85
$$Q = -\mathcal{R} \left(\frac{\partial(\ln \dot{\kappa})}{\partial(1/\mathcal{T})} \right)$$

Mais en raison du bruit de mesure, il est parfois délicat de déduire ces paramètres n et Q ; en effet, une variation négative de la profondeur d'indentation entraîne des indéterminations des valeurs logarithmiques pour traiter les expressions de n et Q . Pour pallier ce problème, il est nécessaire d'effectuer une première opération de lissage des courbes de fluage d'indentation. Or, cette opération de lissage entraîne une incertitude supplémentaire sur les résultats d'analyse qu'il est difficile d'estimer. Pour pallier ce problème, nous proposons une nouvelle approche a été proposée dans notre étude.

III.2.2.2. Une nouvelle approche d'analyse des courbes de fluage d'indentation

A l'instar de Sargent et Ashby, ainsi que de Takagi, notre première hypothèse repose sur le fait qu'un régime stationnaire la vitesse de déformation en fluage $\dot{\epsilon}$, traduit un processus thermiquement activé et obéit à une loi puissance analogue à celle du fluage uniaxial ; cette loi, de type Norton, relie la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ à la contrainte appliquée σ .

Équation 86
$$\dot{\epsilon} = C \cdot \left(\frac{\sigma}{E} \right)^n \cdot \left(\frac{b}{d} \right)^q \cdot \exp\left(-\frac{Q}{\mathcal{R} \cdot \mathcal{T}}\right)$$

On retrouve dans cette expression les paramètres de fluage recherchés (l'exposant de contrainte n et l'énergie d'activation Q du phénomène de fluage), le module d'Young E pris à la température \mathcal{T}

du test de fluage, les paramètres structuraux du matériau testé (la taille des grains d et le vecteur de Burgers b) ; \mathcal{R} est la constante des gaz ($8,314 \text{ kJ.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$) et C et q deux constantes.

Cette première hypothèse est forte car on sait que la contrainte σ évolue pendant l'essai de fluage d'indentation.

Notre deuxième hypothèse est que la déformation induite lors de l'essai de fluage d'indentation s'effectue sur une microstructure stationnaire. Dans ce cas on peut considérer que le terme b/d est constant. Cette hypothèse suppose en particulier qu'aucune transformation de phase n'ait lieu pendant l'essai de fluage d'indentation. L'Équation 86 devient alors :

$$\text{Équation 87} \quad \dot{\epsilon} = C^{(1)} \cdot \left(\frac{\sigma}{E} \right)^n \cdot \exp\left(-\frac{Q}{\mathcal{R} \cdot T} \right)$$

où $C^{(1)}$ est une constante. A noter que l'on retrouve ici l'expression de la vitesse de déformation en fluage employée dans l'analyse dimensionnelle de Sargent et Ashby.

De plus, dans le cas d'un indenteur auto-similaire, par exemple de type Vickers, la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$, en tout point r du champ de déformation peut s'écrire comme une fonction du déplacement de l'indenteur \dot{h} , tel que :

$$\text{Équation 88} \quad \dot{\epsilon} := \dot{\epsilon}\left(\frac{r}{h}, \dot{h}\right) = C^{(2)} \cdot \frac{\dot{h}}{h}$$

avec $C^{(2)}$ une constante dépendant uniquement de la position r sous l'indenteur.

L'Équation 87 devient :

$$\text{Équation 89} \quad \frac{\dot{h}}{h} = C^{(3)} \cdot \left(\frac{\sigma}{E} \right)^n \cdot \exp\left(-\frac{Q}{\mathcal{R} \cdot T} \right)$$

avec $C^{(3)}$ une constante.

On suppose pour continuer que la contrainte appliquée peut être approchée par la contrainte moyenne d'indentation, pendant le palier de maintien à $F = F_{\max}$:

$$\text{Équation 90} \quad \sigma = \frac{F_{\max}}{S}$$

avec S la surface de contact indenteur / matière. Celle-ci étant proportionnelle à h^2 , l'Équation 107 devient :

Équation 91
$$\frac{\dot{h}}{h} = C^{(4)} \cdot \frac{1}{h^{2n}} \cdot \left(\frac{F_{\max}}{E} \right)^n \cdot \exp\left(-\frac{Q}{R \cdot T} \right)$$

Nous proposons alors d'exploiter cette expression de façon à obtenir une relation entre la profondeur d'indentation en fluage et le temps. L'Équation 91 peut aussi s'écrire :

Équation 92
$$h^{2n-1} \cdot \partial h = C^{(4)} \cdot \left(\frac{F_{\max}}{E} \right)^n \cdot \exp\left(-\frac{Q}{R \cdot T} \right) \cdot \partial t$$

Ce qui donne par intégration :

Équation 93
$$\int_{h_0}^h h^{2n-1} \cdot \partial h = \int_{t_0}^t C^{(4)} \cdot \left(\frac{F_{\max}}{E} \right)^n \cdot \exp\left(-\frac{Q}{R \cdot T} \right) \cdot \partial t$$

Cette formulation présente l'intérêt d'être plus robuste que celle de Takagi [105] car elle permet de remplacer la dérivation de la réponse mécanique en fluage par son intégration.

A noter que les bornes d'intégration dépendent du couple $(t_0; h_0)$, début du stade de fluage secondaire. Le choix est laissé arbitraire pour l'utilisateur ; aucun critère automatique n'a été défini pour la détermination de ce couple. Ceci donne après intégration :

Équation 94
$$h(t) := \left[h_0^{2n} + \left(\frac{F_{\max}}{E} \right)^n \cdot B_0 \cdot (t - t_0) \right]^{1/2n}$$

avec $B_0 = C^{(4)} \cdot \exp\left(-\frac{Q}{R \cdot T} \right)$.

Les paramètres n et B_0 sont déterminés par régression par la méthode des moindres carrés.

Pratiquement, on réalise sur un même matériau des essais de fluage d'indentation à différentes températures. On suppose par ailleurs que l'exposant de contrainte n est constant dans la gamme de température étudiée (700 - 900 °C).

La détermination de l'énergie d'activation Q est alors possible par la relation :

Équation 95
$$\ln(B_0) := -\frac{Q}{R} \cdot \frac{1}{T} + \ln(C^{(4)})$$

III.2.3. Incertitude sur les paramètres mécaniques

Les incertitudes des paramètres mécaniques sont principalement dues aux erreurs et incertitudes de détermination des paramètres expérimentaux.

III.2.3.1. Incertitude sur la microdureté

Les erreurs sur la microdureté proviennent principalement des mesures de la force maximale et des diagonales de l'empreinte résiduelle, ainsi que de la prise en compte du défaut de la pointe d'indentation. Nous avons déjà vu que l'effet de ce dernier était négligeable sur la valeur de microdureté. A partir de l'Équation 18 et de l'Équation 40, le calcul d'erreur sur la microdureté est :

$$\text{Équation 96} \quad \frac{\Delta \mathcal{H}}{\mathcal{H}} = \frac{\Delta \mathcal{F}}{F_{\max}} + 2 \cdot \frac{\Delta \mathcal{D}}{\mathcal{D}}$$

avec $\Delta \mathcal{F} = 10^{-4}$ N, la précision de la mesure de la force.

La mesure de la diagonale de l'empreinte résiduelle constitue la source principale d'erreur. Pour des essais de microdureté à 0,5 N, nous avons remarqué que la mesure par microscopie optique de la diagonale (précision de l'ordre de 0,5 μm) entraînait une erreur de l'ordre de 6 % sur les valeurs de microdureté ; alors que la mesure de la diagonale par MEB (précision de l'ordre de 0,1 μm) entraîne une erreur de l'ordre de 1 %.

III.2.3.2. Incertitude sur le module d'élasticité

A température ambiante, l'incertitude sur la détermination du module d'élasticité est principalement reliée à la raideur apparente (pente initiale notée \mathcal{K}_d) de la courbe de déchargement. Or l'incertitude sur \mathcal{K}_d est directement liée à la correction du coude en fin de déchargement. Nous avons déjà mis en évidence que cette incertitude était de l'ordre de 0,15 N/ μm . A partir de l'Équation 19, et en supposant que la projection de l'aire de contact n'est reliée qu'à la profondeur d'indentation, le calcul d'erreur sur le module d'élasticité d'indentation à température ambiante est :

$$\text{Équation 97} \quad \frac{\Delta \mathcal{M}}{\mathcal{M}} = \frac{\Delta \mathcal{K}_d}{\mathcal{K}_d} + \frac{\Delta \hat{h}}{\hat{h}_{\max}}$$

avec $\Delta \hat{h} = 10^{-2}$ μm , la précision de la mesure de la profondeur d'indentation.

Pour des essais de microindentation instrumentée à 0,5 N, nous avons remarqué que l'erreur commise à température ambiante sur les valeurs de module d'élasticité d'indentation était de l'ordre de 10 %.

A haute température, le calcul de l'incertitude du module d'élasticité devient plus délicat. Etant donné l'Équation 30, on peut supposer que l'erreur commise sur les valeurs de module d'élasticité à haute température est principalement due à la détermination de la pente initiale de la courbe de déchargement. En raison du bruit expérimental, l'incertitude sur l'estimation de K_d est de l'ordre de 1,3 N/ μm , soit pratiquement dix fois plus élevée qu'à température ambiante. Ceci entraîne une erreur sur le module d'élasticité de l'ordre de 25 %. En raison de cette valeur élevée d'incertitude, les résultats énoncés à haute température ne devront être considérés qu'avec un certain recul.

III.2.3.3. Incertitude sur les paramètres de fluage n et Q

Il est difficile de déterminer l'incertitude sur les paramètres de fluage n et Q . L'existence de perturbations sur la mesure introduit une incertitude sur la détermination des paramètres de régression. Nous avons plus particulièrement regardé la sensibilité de la méthode mise en place dans notre étude sur la détermination de ces paramètres, à partir des résultats en fluage d'indentation obtenus sur l'alliage PT11 - $(\text{Ni}_{43}\text{Pt}_{15})\text{Al}_{42}$.

La **Figure 125** représente les courbes expérimentales de fluage d'indentation obtenues à 750, 800 et 850°C sur cet alliage avec les courbes calculées pour le meilleur jeu de paramètres (**Figure 125 - a**), pour $n + 5\%$, en conservant les mêmes valeurs de B_0 (**Figure 125 - b**), et pour $B_0 + 10\%$, en conservant la même valeur de n (**Figure 125 - c**).

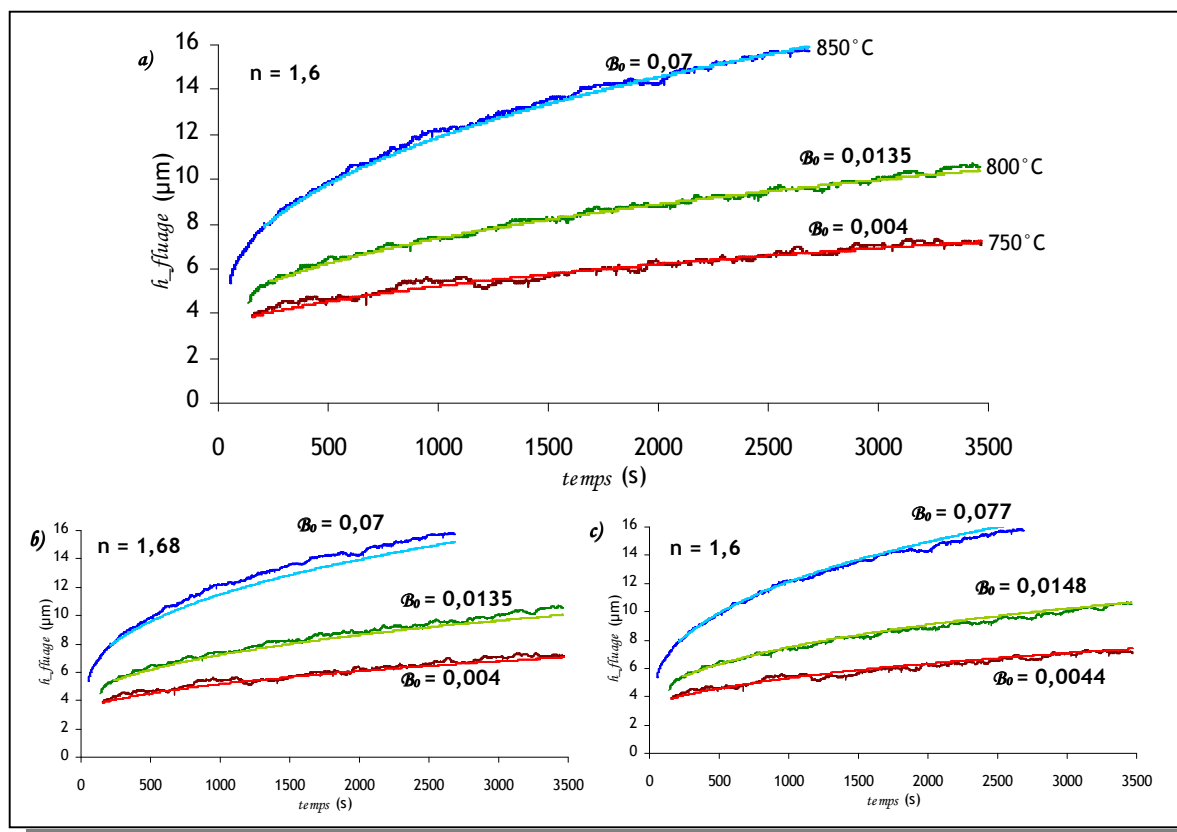


Figure 125 : Sensibilité de la méthode de détermination des paramètres de fluage n et B_0 .

On remarque que la méthode mise en place pour la détermination des paramètres de fluage est très sensible aux valeurs de n et B_0 ; ceci constitue un résultat intéressant dans le sens où l'incertitude sur la détermination de l'énergie d'activation du phénomène de fluage sera par conséquent minimale. La méthode d'analyse mise en place dans cette étude est donc une méthode robuste, et simple à mettre en œuvre.

III.3. Mise en place d'une méthode d'analyse numérique par éléments finis

Si les méthodes de détermination des propriétés élastiques et de fluage que nous avons utilisées sont maintenant bien posées, une approche numérique par simulation de l'essai d'indentation instrumentée avec la méthode des éléments finis permet d'extraire la loi de comportement du matériau indenté, en particulier les propriétés viscoplastiques. Les travaux antérieurs de Kanouté et Leroy sur le développement et la mise au point d'une méthode de détermination du comportement mécanique de matériaux à partir de sa réponse en microindentation instrumentée à température ambiante et à haute température ont servi de références à notre travail.

La mise en place d'une méthode d'analyse numérique par éléments finis pour résoudre ce problème inverse requiert le choix d'une méthode de calcul numérique, d'une loi de comportement, et d'un maillage optimal pour le calcul par éléments finis.

III.3.1. Choix d'une méthode de calcul numérique

Deux approches numériques inverses ont retenu notre intérêt : l'optimisation itérative et les réseaux de neurones.

III.3.1.1. Méthode de simulation numérique par optimisation itérative

L'algorithme de l'optimisation itérative qui est couramment utilisée pour résoudre le problème inverse, est représenté à la *Figure 126*.

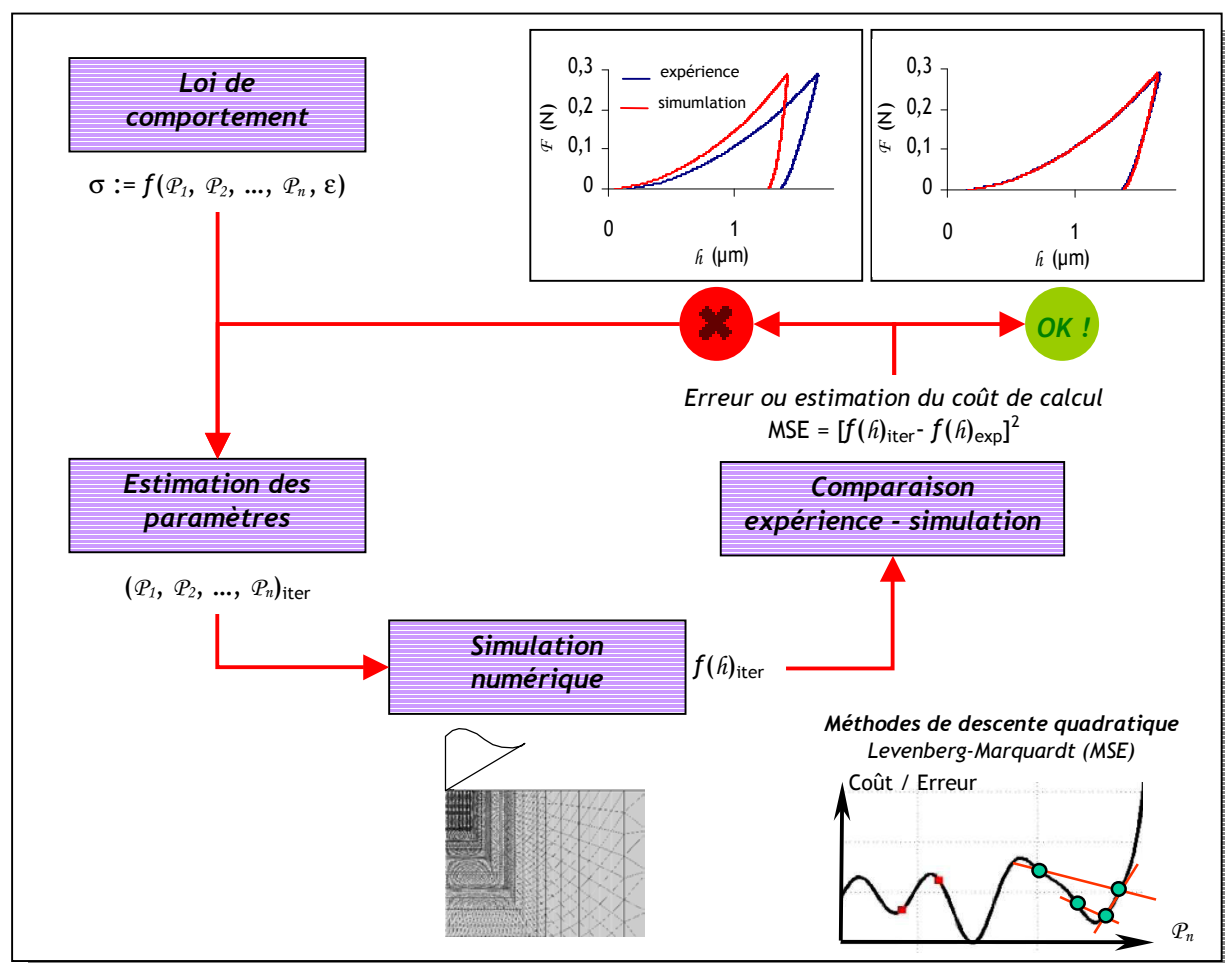


Figure 126 : Algorithme de la méthode numérique par optimisation itérative.

Pour un premier jeu de paramètres de la loi de comportement choisie, on simule numériquement l'essai de microindentation. Le résultat numérique est ensuite comparé au résultat expérimental.

Une méthode de descente quadratique de type Levenberg-Marquardt est utilisée pour déterminer un meilleur jeu de paramètres qui minimise l'erreur entre la courbe d'indentation simulée et la courbe expérimentale. L'algorithme de Levenberg-Marquardt ainsi que la fonction objectif (calcul du coût) sont décrits en [Annexe 7](#). A noter que l'optimisation est réalisée sans contrainte sur tous les points de la courbe force-pénétration, ces points étant affectés d'un même poids dans la fonction objectif.

Cette méthode numérique reste simple de mise en œuvre et d'utilisation. Mais elle présente quelques inconvénients. En effet, plusieurs optimisations sont nécessaires pour éviter de déterminer un jeu de paramètres mécaniques correspondant à un minimum local et ceci peut conduire à réaliser un grand nombre de simulations numériques. Par ailleurs, il est difficile d'analyser la sensibilité et l'influence de la dispersion expérimentale sur les paramètres mécaniques de la loi de comportement déterminés par cette méthode.

III.3.1.2. Méthode de simulation numérique par réseau de neurones

La deuxième méthode envisagée pour la résolution du problème inverse consiste en l'utilisation d'un « réseau de neurones » artificiel, dont l'algorithme est représenté à la *Figure 127*. De manière générale, un réseau de neurones est composé d'éléments simples fonctionnant en parallèle. Ce fonctionnement est fortement influencé par la connexion des éléments entre eux - chaque connexion est pondérée en fonction de la tâche spécifique du réseau. L'apprentissage du réseau de neurones est effectué de sorte que pour une entrée particulière présentée au réseau corresponde une cible spécifique. L'ajustement des poids d'interconnexion se fait par comparaison entre la réponse de sortie du réseau et la cible, jusqu'à ce que la sortie corresponde au mieux à la cible. L'apprentissage nécessite un nombre conséquent de paires d'entrée/sortie.

Un tel réseau est en cours de développement à l'Onera par F.-H. Leroy. Une *base d'apprentissage* pour ce réseau a déjà été créée en considérant toute la diversité de lois de comportement que l'on peut rencontrer, pour plusieurs jeux de paramètres mécaniques. La simulation numérique par éléments finis d'un essai d'indentation sphérique a été réalisée pour chaque cas. Ceci a permis d'obtenir les courbes réponse d'indentation force-pénétration pour chaque comportement mécanique considéré. Pour chaque jeu de paramètres matériaux, les caractéristiques des courbes réponses force-pénétration ont servi de base d'apprentissage au réseau de neurones. Celui-ci a ainsi appris à associer les paramètres du comportement mécanique du matériau à la réponse force-pénétration correspondante. Mais cette méthode est plus difficile à mettre en œuvre que la méthode d'identification par optimisation itérative ; en effet, la courbe réponse force - pénétration expérimentale doit être décomposée sur une base modale afin de pouvoir être traitée par le réseau de neurones.

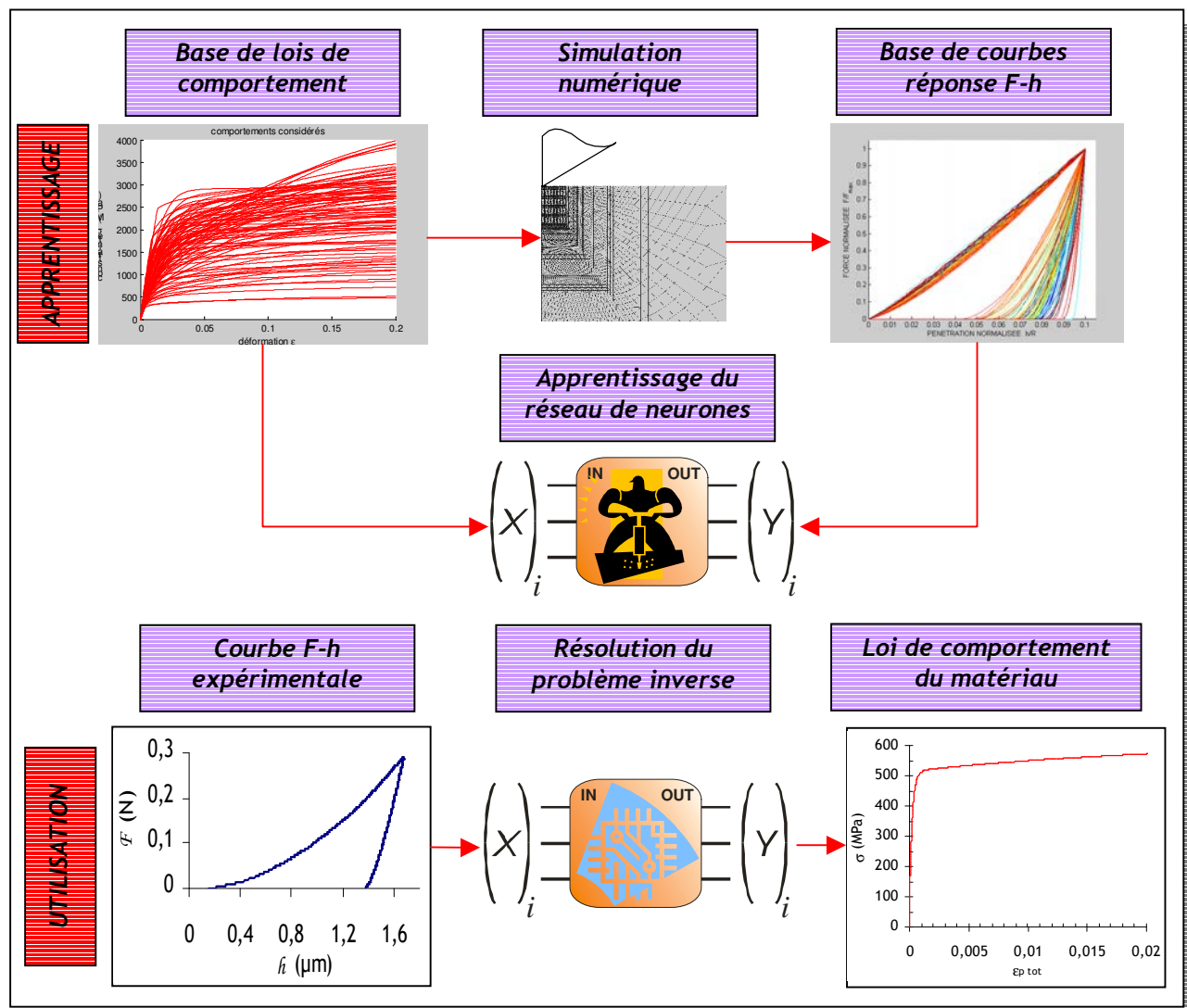


Figure 127 : Algorithme de la méthode numérique par apprentissage d'un réseau de neurones.

En raison de sa simplicité de mise en œuvre et sa facilité d'utilisation, nous avons choisi l'approche numérique par optimisation itérative. Les simulations numériques par la méthode des éléments finis du test de microindentation instrumentée ont été réalisées avec le code *Zebulon* développé par l'Onera en collaboration avec l'Ecole des Mines de Paris.

III.3.2. Choix d'un formalisme de loi de comportement

III.3.2.1. Modèle de viscoplasticité « unifié »

Le choix est varié quant au type de loi de comportement à introduire dans le modèle. La loi de comportement retenue dans notre étude pour décrire le comportement mécanique des alliages testés est issue du formalisme de viscoplasticité unifié développé à l'Onera et établi par Chaboche et Rousselier [147, 148].

Ce formalisme de lois de comportement permet de décrire communément la plasticité, l'écrouissage, le fluage, la relaxation de contrainte, et une variété d'autres effets mécaniques tel que l'effet Bauschinger, et les effets de recouvrement du temps. Celui-ci utilise le principe de superposition de plusieurs variables d'écrouissage cinématique. Chacune de ces variables satisfait une équation d'évolution qui prend en compte la déformation plastique. Ces relations sont listées dans le **Tableau 19**.

| | |
|--------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Loi de partition | $\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_p$ |
| Loi de comportement ...élastique (Hooke) | $\sigma = E \cdot \varepsilon_e$ |
| ...plasticité (Chaboche et al.) | $\sigma = R_0 + \sum_{i=1}^j X_i$ avec $X_i = \frac{C_i}{D_i} (1 - e^{(-D_i \cdot \varepsilon_p)})$ |
| Critère de plasticité ...Critère de Von Mises | $f = J(\sigma - X) - R - R_0$ $J = \left[\frac{3}{2} (\sigma'_{ij} - X'_{ij})(\sigma'_{ij} - X'_{ij}) \right]^{1/2}$ |
| Ecoulement viscoplastique | $\dot{\varepsilon}_p = \frac{3}{2} \cdot \dot{p} \cdot \frac{\sigma' - X'}{\ \sigma - X\ }$ $\dot{p} = \left\langle \frac{f}{K} \right\rangle^n *$ |

Tableau 19 : Formalisme de viscoplasticité unifié établi par Chaboche et al. (d'après [147]).

Couramment utilisé, ce type de loi de comportement, macroscopique et phénoménologique, suppose :

- une décomposition additive de la déformation en $\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_p$; ε , ε_e et ε_p sont respectivement les déformations totale, élastique et viscoplastique,
- un domaine élastique pour tous nos matériaux ; celui-ci est décrit par une loi classique de Hooke,
- l'existence d'une fonction de charge f définie pour un matériau de Von Mises supposé isotrope ; $f \leq 0$ implique que le comportement reste élastique. R_0 désigne la limite d'élasticité vraie et R l'écrouissage isotrope. La variable tensorielle X désigne l'écrouissage cinématique et la norme J le critère de Von Mises.
- une loi en puissance de la vitesse déformation plastique pour décrire l'écoulement viscoplastique ; L'exposant n joue le même rôle que l'exposant de contrainte d'une loi de fluage classique de type Norton et σ_v est la contrainte visqueuse qui s'écrit :

* $\langle \chi \rangle$ désigne le symbole de Mc Cauley tel que $\langle \chi \rangle = 0$ si $\chi \leq 0$ et $\langle \chi \rangle = \chi$ si $\chi > 0$

Équation 98

$$\sigma_v = K \cdot \dot{\epsilon}_p^{(1/n)}$$

avec $\dot{\epsilon}_p$ la vitesse de déformation plastique, n l'exposant de contrainte et K un paramètre de viscosité.

A noter que σ' et X' désignent les déviateurs de σ et X . \dot{p} représente le module de la vitesse de déformation plastique. Ce module se définit par l'expression suivante :

Équation 99

$$\dot{p} = \|\dot{\epsilon}_p\| = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\epsilon}_p : \dot{\epsilon}_p}$$

Dans une étude menée par Kanouté *et al.*, il s'est avéré nécessaire pour l'identification de considérer deux écrouissages cinématiques non-linéaires de vitesses différentes et un écrouissage cinématique linéaire [149].

Dans cette étude, nous nous sommes limités à 3 écrouissages cinématiques non-linéaires de vitesses D_i différentes car cela nous apparaissait suffisant pour décrire une large gamme de réponse contrainte - déformation, pour une large plage de déformation. Dans ce cas, l'écrouissage isotrope est supposé négligeable - on discutera par la suite de la validité de cette hypothèse. Les paramètres matériaux du formalisme de loi de comportement alors retenus sont $\{\mathcal{E}, \nu, R_0, D_1, C_1, D_2, C_2, D_3, C_3, n, K\}$.

Il est communément admis que l'essai d'indentation Vickers semble particulièrement pertinent pour caractériser la déformation du matériau autour de 7-8% [99]. Il apparaît néanmoins une indétermination sur le comportement plastique, ce qui affecte l'hypothèse sur la nature de l'écrouissage (isotrope ou cinématique).

III.3.2.2. Stratégie numérique à température ambiante

A température ambiante, les paramètres de viscosité n et K peuvent être fixés arbitrairement de façon à pouvoir négliger tout effet visqueux. On choisit à température ambiante $n = 10$ et $K = 20$ MPa, ce qui entraîne une contrainte visqueuse $\sigma_v = 10$ MPa. De plus, nous avons considéré que le module d'élasticité d'indentation \mathcal{M} déterminé à partir de l'analyse de la courbe réponse force - pénétration au déchargement correspond au module de Young \mathcal{E} du matériau testé. Par ailleurs, nous avons considéré constante la valeur du coefficient de Poisson, quelque soit la composition de l'alliage testé, et égale à celui de l'alliage $\text{Ni}_{49,4}\text{Al}_{50,6}$ dont la variation en fonction de la température est rappelée ci-après :

Équation 100

$$\nu_{\text{Ni}_{49,4}\text{Al}_{50,6}} = 0,3129 - 2,15 \cdot 10^{-5} \cdot T(^{\circ}\text{C})$$

soit, $\nu_{\text{NiAl}} = 0,31$ à température ambiante.

Nous avons choisi arbitrairement 3 vitesses d'écroissages cinématiques du même ordre de grandeur que celles déterminées par Kanouté *et al.* [149]. Ces trois vitesses permettent de reproduire un grand nombre de réponses mécaniques contrainte - déformation jusqu'à une déformation d'environ 20 %. Ainsi les identifications menées dans notre étude ont été réalisées avec $D_1 = 8500$, $D_2 = 150$ et $D_3 = 10$. A noter que ce dernier est quasi similaire à un écroissage cinématique linéaire. Ainsi à température ambiante, l'optimisation conduit à identifier seulement 4 paramètres $\{R_0, C_1, C_2, C_3\}$.

Une question récurrente dès qu'il s'agit de la résolution du problème inverse en indentation Vickers est de savoir si le jeu de paramètres mécaniques ainsi déterminé conduit à une solution unique. En effet, Kanouté *et al.* [150] ont montré que différentes lois de comportement avec écroissage non-linéaire uniquement cinématique ou uniquement isotrope* peuvent conduire à un ajustement de qualité comparable de la réponse force-pénétration expérimentale (Figure 128).

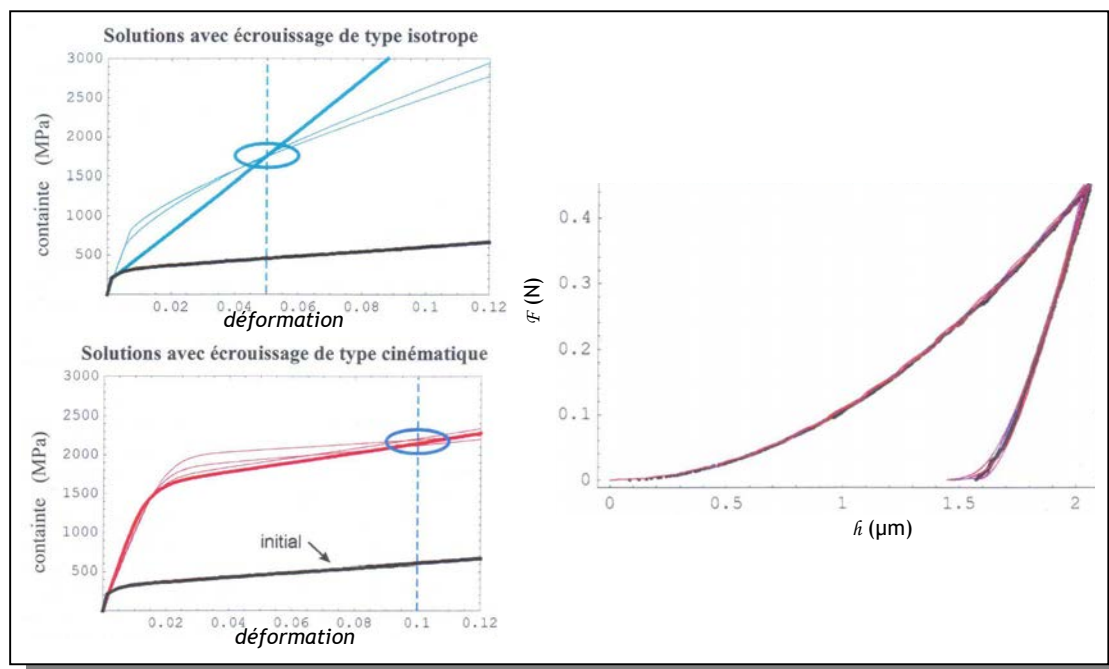


Figure 128 : Deux types d'écroissage (isotrope-cinématique), pour plusieurs jeux de paramètres (amplitudes) peuvent conduire à un ajustement de qualité comparable de la réponse force-pénétration (d'après [150]).

On remarque par ailleurs qu'il apparaît une déformation caractéristique qui dépend du type d'écroissage : 5 % pour un écroissage isotrope et 9,5 % pour un écroissage cinématique.

* La loi de comportement à écroissage non-linéaire uniquement isotrope est une loi du type Ramberg-Osgood, tel que $\sigma = \sigma_y \left(1 + \frac{E}{\sigma_y} \varepsilon_p \right)^m$. Cette loi simple à trois paramètres est classiquement utilisée pour résoudre le problème inverse en indentation.

Pour lever l'indétermination sur la loi de comportement pour les faibles déformations plastiques, en particulier pour départager l'hypothèse d'un écrouissage non-linéaire uniquement isotrope ou uniquement cinématique, des simulations numériques d'indentation comportant un double cycle charge-décharge ont été réalisées.

Lors de la première décharge, le matériau passe localement d'une sollicitation de compression à une traction et il est possible de provoquer une nouvelle évolution de l'état de déformation plastique. La présence d'un écrouissage cinématique non-linéaire permet de reproduire cet effet d'hystérésis, dit effet Bauschinger, contrairement à une loi de type Ramberg-Osgood (écrouissage non-linéaire uniquement isotrope). Une deuxième mise en charge permet d'estimer cet effet. Plus la réponse force-pénétration à la deuxième charge s'éloigne de la première décharge, plus cela révèle un effet important d'hystérésis (*Figure 129*).

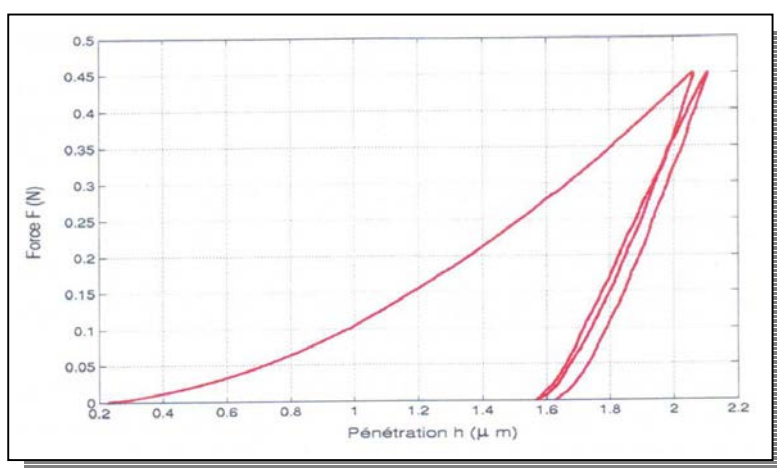


Figure 129 : Mise en évidence expérimentale de la restitution de l'effet d'hystérésis (plasticité à la décharge) observé expérimentalement avec deux cycles charge-décharge d'indentation sur un alliage (Ni,Pt)Al à température ambiante (d'après [150])

L'effet d'hystérésis observé expérimentalement permet d'éliminer l'hypothèse d'écrouissage purement isotrope ; car aucun effet de plastification à la décharge n'a pu être mis en évidence par simulation avec un comportement à écrouissage isotrope d'amplitude quelconque (*Figure 130*).

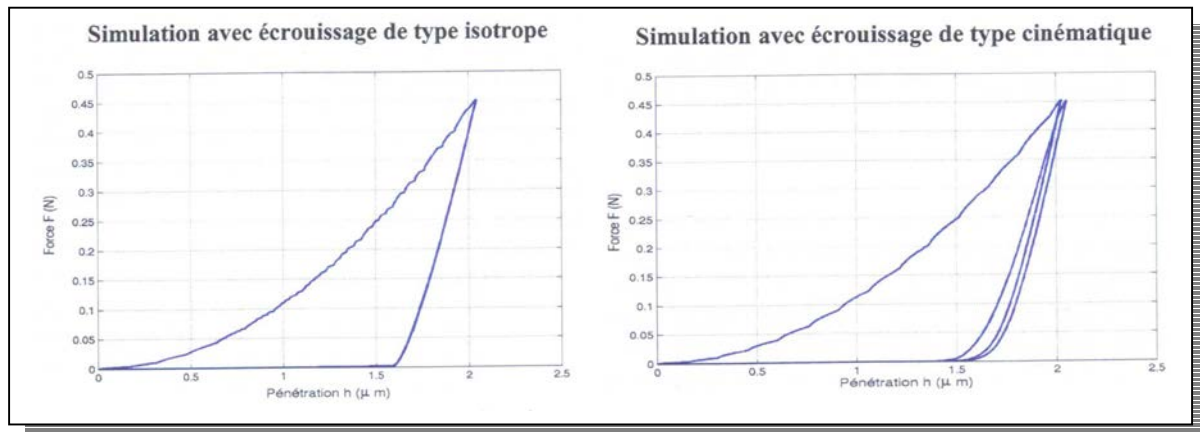


Figure 130 : Comparaison des hypothèses d'écrouissage concernant la restitution de l'effet d'hystérésis.

L'hypothèse d'écrouissage cinématique permet de reproduire le résultat expérimental. Ce type de loi de comportement a donc été retenu dans cette étude pour l'identification des paramètres mécaniques en fonction de la composition et de la température de l'alliage. La méthodologie présentée permet l'identification des paramètres en ajustant la réponse simulée à la réponse expérimentale.

Cette hystérésis n'est pas la conséquence d'un artefact de mesure. La **Figure 131** représente les courbes réponse force - pénétration obtenues expérimentalement sur un alliage d'aluminium 7075, sur un superalliage AM1, sur un alliage β -B2 (Ni,Pt)Al et sur un alliage (Ni,Pt)Al martensitique. On remarque que l'hystérésis est plus ou moins marquée selon la nature du matériau. Nous exposerons ultérieurement que tout effet de frottement indenteur - matière a été écarté.

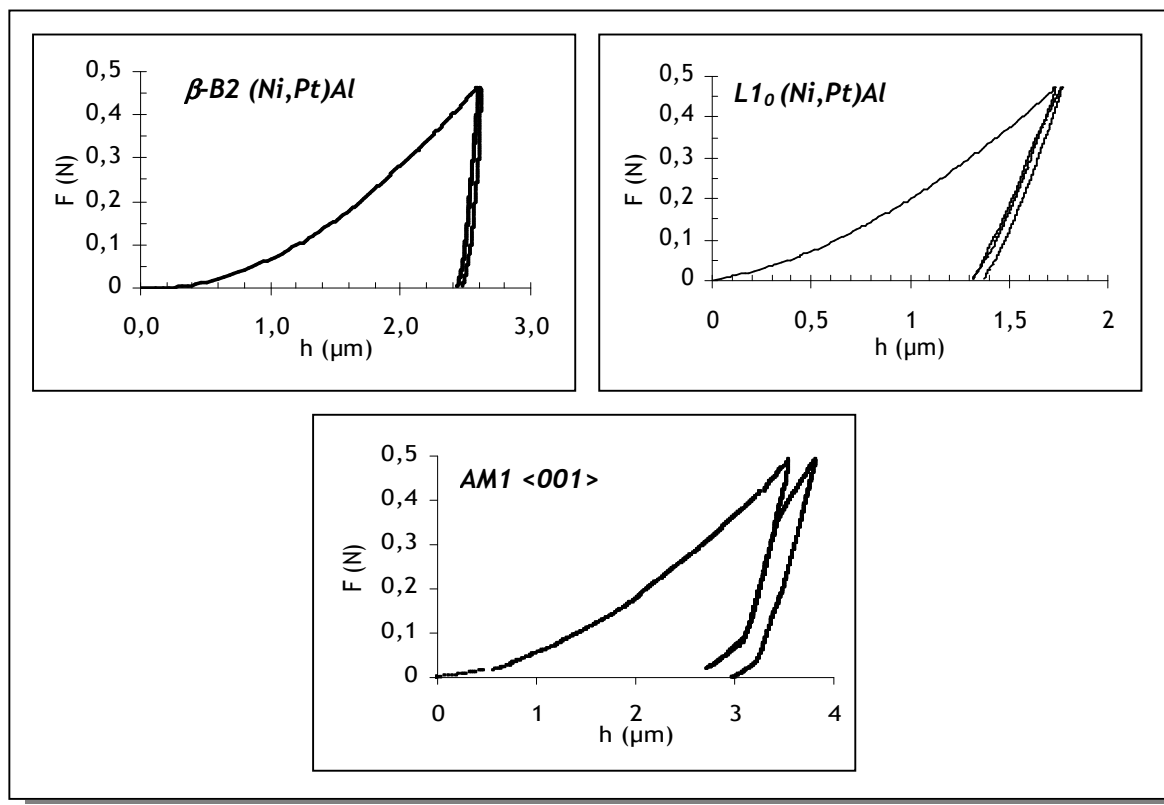


Figure 131 : Mise en évidence de l'effet d'hystérésis sur différents matériaux par microindentation instrumentée Vickers à température ambiante.

III.3.2.3. Méthodologie à haute température

On suppose dans un premier temps que les vitesses d'écoulement cinématiques définies à température ambiante sont constantes en fonction de la température. Le coefficient de Poisson est estimé à partir de l'Équation 100.

Dans leur étude, Kanouté *et al.* [149] avaient fixé par avance l'évolution du module d'Young en température en considérant des ajustements empiriques proposés dans la littérature pour des alliages similaires à ceux de notre étude [23, 76]. Comme à température ambiante, nous avons considéré dans notre étude que les valeurs de module d'élasticité d'indentation \mathcal{M} déterminées expérimentalement en fonction de la température peuvent être utilisées dans les simulations numériques tout en gardant à l'esprit qu'il est très délicat d'estimer le module d'élasticité à haute température du fait de la présence d'effets visqueux qui peuvent perturber l'analyse des essais.

Néanmoins, l'incertitude associée à l'utilisation d'ajustements empiriques extraits de la littérature ou des modules d'élasticité d'indentation a des conséquences négligeables sur l'estimation du comportement plastique ; en effet, celui-ci évolue d'autant plus fortement que la température est

élevée car les déformations plastiques deviennent prépondérantes par rapport aux déformations élastiques.

A l'instar de Kanouté *et al.*, on suppose pour assurer la robustesse de la démarche que les paramètres de plasticité, en particulier les paramètres d'amplitude C_1 , C_2 et C_3 ainsi que R_0 sont affectés par un même facteur dépendant de la température, noté $a(T)$.

$$\text{Équation 101} \quad \{R_0, C_1, C_2, C_3\}_{T^\circ C} = a(T) \times \{R_0, C_1, C_2, C_3\}_{T_{amb}^\circ C}$$

Les paramètres de comportement s'entendent pour la vitesse de chargement considérée de 2,4 mN/s soit $\dot{\epsilon}$ de l'ordre de 10^{-4} s^{-1} .

Le problème se réduit alors à estimer $a(T)$. A partir des travaux de Jayaraman *et al.* [151] basés sur des simulations par éléments finis avec une loi d'érouissage plus simple (loi puissance de type Ramberg-Osgood), ces auteurs ont mis en évidence que :

$$\text{Équation 102} \quad \frac{\sigma_{7\%}^{800^\circ C} - \sigma_y^{800^\circ C}}{\sigma_{7\%}^{20^\circ C} - \sigma_y^{20^\circ C}} = \left(\frac{E^{800^\circ C}}{E^{20^\circ C}} \right)^{-0,08} \cdot \left(\frac{H^{800^\circ C}}{H^{20^\circ C}} \right)^{\frac{1}{0,92}}$$

où $\sigma_{7\%}$ est la contrainte à 7 % de déformation plastique, σ_y la limite d'élasticité, H la dureté et E le module de Young. Kanouté *et al.* [149] ont réalisé une analyse complémentaire par simulation numérique par éléments finis avec une loi intégrant une superposition d'érouissages cinématiques.

Leur analyse suggère que la faible évolution du module de Young peut être négligée. Par ailleurs, il ressort que sans faire d'hypothèse sur le comportement, on peut estimer l'abattement des propriétés plastiques $a(T)$ avec une bonne précision par :

$$\text{Équation 103} \quad a(T) = \left(\frac{H^{T^\circ C}}{H^{20^\circ C}} \right)$$

En se rappelant la définition de la dureté telle que $H = F_{\max}/S$ (avec $S \propto h_{\max}^2$) et afin de nous affranchir des problèmes inhérents liés à la détermination de la surface de contact S , nous avons préféré dans notre étude estimer l'abattement des propriétés plastiques en employant les profondeurs d'indentation maximales en fin de chargement (pour des tests d'indentation réalisés à la même force maximale). Dans ce cas l'Équation 103 devient :

$$\text{Équation 104} \quad a(T) = \left(\frac{h_{\max}^{20^\circ C}}{h_{\max}^{T^\circ C}} \right)^2$$

Ainsi à haute température, l'optimisation conduit à identifier seulement 2 paramètres $\{a(T), K\}$. Mais cette identification reste difficile et délicate. En effet, à haute température, on ne peut plus définir arbitrairement les paramètres n et K liés à la viscosité du matériau. Le coefficient n peut être comparé à l'exposant de contrainte défini par l'exploitation analytique des courbes

expérimentales de fluage d'indentation (§ III.2.2.2.). Par ailleurs l'Équation 104 permet d'avoir une bonne estimation du paramètre $a(\mathcal{T})$.

Pour chaque température étudiée, l'ajustement est réalisé ensuite en considérant les résultats expérimentaux obtenus à deux vitesses de chargement. On s'intéresse en particulier à la pénétration maximale en fin de chargement pour optimiser $a(\mathcal{T})$ et K . Ensuite ces deux paramètres sont validés sur la réponse en fluage d'indentation.

III.3.3. Construction et validation d'un modèle de calcul par éléments finis de simulation numérique de l'essai d'indentation Vickers

Pour simuler numériquement l'essai de microindentation instrumentée, nous avons besoin d'un modèle numérique par éléments finis. Ce modèle nécessite :

- la construction du maillage représentatif du cas réel à simuler,
- la validation de ce maillage sur des critères d'acceptation élastiques et élastoplastique,
- la recherche du maillage optimal afin d'obtenir des résultats de la simulation numérique de bonne qualité pour un temps de calcul convenable.

III.3.3.1 Construction du maillage et du modèle numérique par éléments finis

a. Construction du maillage

Pour cette étude, nous avons 7 maillages axisymétriques indenteur/matière. Les principales caractéristiques de ces maillages sont rassemblées dans le *Tableau 20*.

| Nombre d'éléments | 2869 | 3587 | 3988 | 5173 | 6000 | 7145 | 9298 |
|-----------------------------------------------------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| Taille du plus petit élément (μm) | 68,00 | 56,67 | 70,77 | 45,33 | 57,50 | 44,44 | 43,81 |
| Taille du maillage matériau (μm^2) | 510x255 | 510x255 | 690x345 | 510x255 | 690x345 | 600x300 | 690x345 |

Tableau 20 : Caractéristiques de différents maillages utilisés dans notre étude pour la détermination d'un maillage optimal

Pour chaque maillage du matériau, l'épaisseur et la largeur ont été choisies suffisamment grandes pour donner des résultats équivalents à un matériau semi-infini. En effet, le rapport

Hauteur/Largeur doit être suffisamment grand ($H/L > 2$) pour valider les conditions aux limites imposées sur la surface basse de l'échantillon - surface fixe [141].

Les maillages ont été définis de façon à respecter une invariance par changement d'échelle du problème d'indentation. Les éléments ont ainsi des dimensions proportionnelles à leur éloignement du point d'indentation. Tous les éléments de ces maillages sont triangulaires à 6 nœuds de Gauss (nœuds d'intégration).

L'indenteur Vickers a également été considéré comme semi-infini à l'échelle de la pénétration dans le matériau. Dans un modèle axisymétrique, il est courant de modéliser l'indenteur Vickers (pyramide à base carrée, de demi-angle d'ouverture $\theta = 68^\circ$) par son cône équivalent ($\theta = 70,3^\circ$), tel que les rapports \mathcal{A}_c/h_{max} (respectivement \mathcal{A}_c la projection de l'aire de contact et h_{max} la profondeur d'indentation maximale) de l'indenteur conique du modèle de simulation et de l'indenteur Vickers réel soient identiques. La pointe d'indentation a été considérée comme parfaite. L'indenteur a été considéré comme purement élastique avec les caractéristiques élastiques du diamant ou du saphir selon le cas expérimental. La **Figure 132** présente un exemple de maillage axisymétrique utilisé dans notre étude. Cette figure permet en outre de mettre en évidence l'indenteur parfaitement pointu et déformable, le matériau considéré comme semi-infini ainsi que les conditions aux limites imposées.

Le chargement a été réalisé à force imposée de façon à respecter le type d'asservissement du dispositif expérimental.

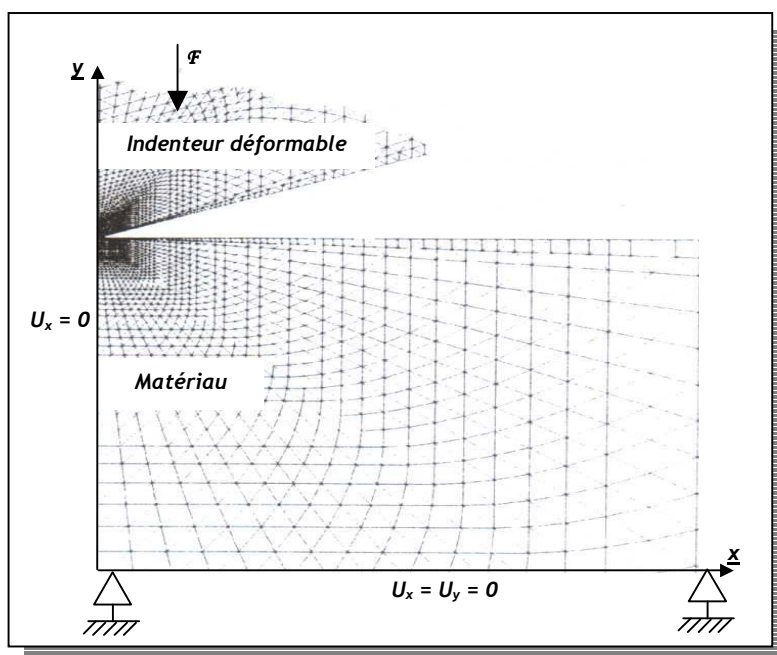


Figure 132 : Exemple de maillage axisymétrique invariant par changement d'échelle et conditions aux limites imposées.

b. Méthode de résolution

La résolution a été menée en petites déformations / grands déplacements (« *small deformation updated* »), indispensable pour le traitement de la mise en contact progressive indenteur/matériau, tout en gardant à l'esprit que l'indentation Vickers permet d'atteindre des niveaux de déformation de l'ordre de 7 à 8 %. Néanmoins, Leroy *et al.* [143] ont montré que la résolution du problème d'indentation en petites déformations / grands déplacements était une approximation tout à fait négligeable vis-à-vis d'une résolution en grandes déformations (**Figure 133**).

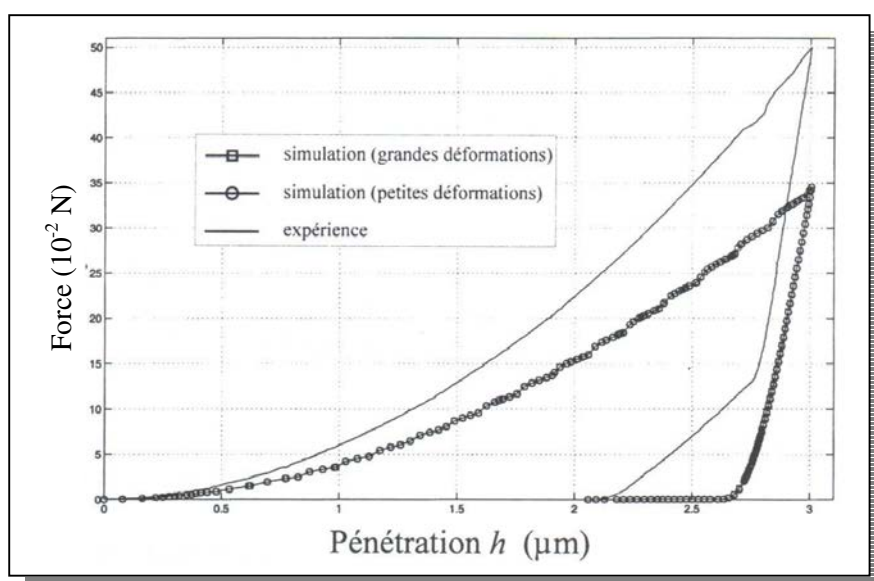


Figure 133 : Comparaison de simulations numériques réalisées respectivement en petites déformations / grands déplacements et grandes déformations.

c. La gestion du contact indenteur/matière

Le contact indenteur/matériau est traité de façon rigoureuse, c'est-à-dire sans pénalité d'interpénétration. Bien qu'il soit courant de lire dans la littérature que les frottements indenteur/matière sont négligeables, l'influence du coefficient de frottement μ (frottement de type Coulomb) a été regardée dans notre étude. Celui-ci a été choisi dans une large gamme de valeurs allant de 0 à 0,7. Cette dernière valeur est suffisamment élevée pour considérer un contact sans glissement. Les résultats de courbes réponse force - pénétration obtenues pour les différentes valeurs de coefficient de frottement sont présentés à la **Figure 134**. Les résultats présentés ici ont été obtenus avec un maillage à 7145 éléments.

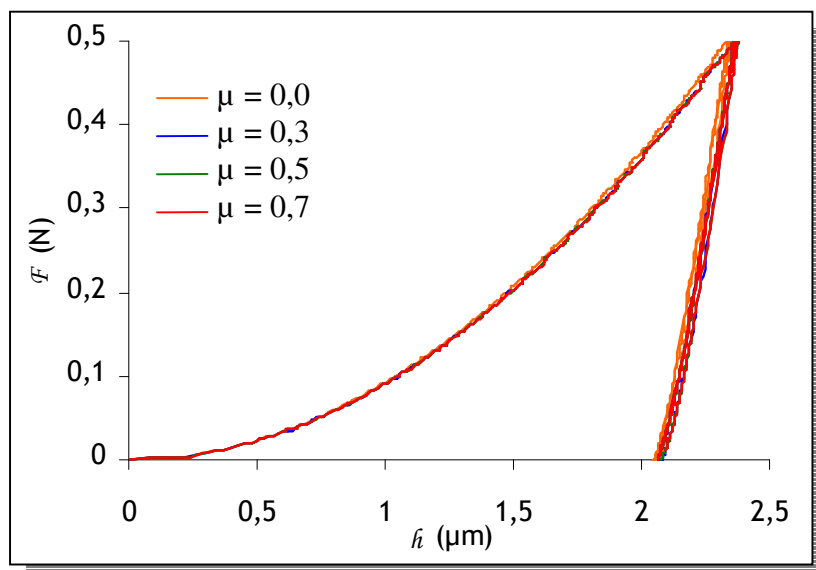


Figure 134 : Comparaison des courbes réponses force - pénétration obtenues par simulation pour différentes valeurs de coefficient de frottement μ .

On peut alors légitimement supposer que les frottements indenteur/matière sont négligeables sur les résultats de simulation numérique de microindentation instrumentée à température ambiante.

Leroy *et al.* [143] avaient obtenu un résultat similaire par simulation numérique 3D pour une valeur de coefficient de frottement $\mu = 0,8$. Par ailleurs, ces mêmes auteurs ont montré que la prise en compte des contraintes résiduelles d'origine thermique en simulation numérique est possible mais nécessite en toute rigueur une approche numérique 3D, coûteuse en temps de calcul. La prise en compte de ces contraintes n'influe pas de façon significative sur la réponse mécanique simulée (Figure 135).

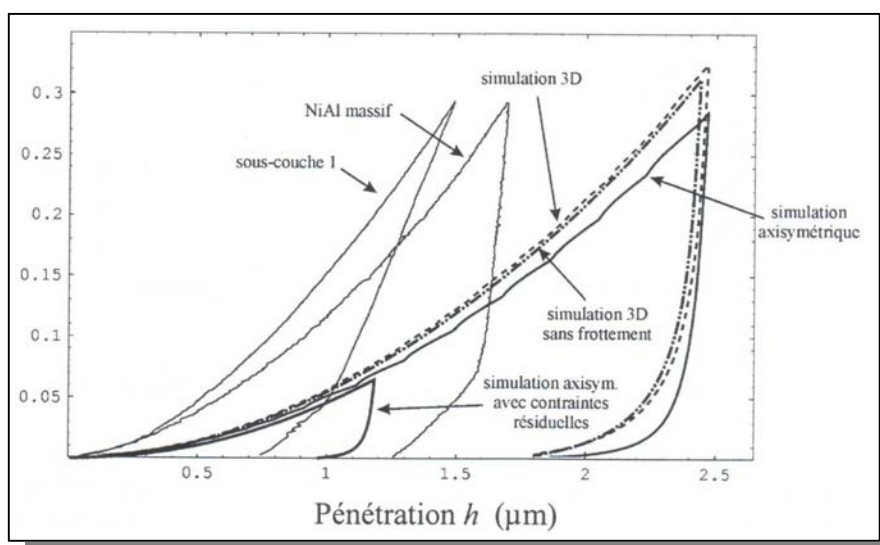


Figure 135 : Comparaison de résultats de simulations numériques pour une même loi de comportement pour différents cas de figure (d'après [143]).

III.3.3.2. Validation des maillages

a) ... sur critères élastiques

Dans un premier temps, nous avons considéré le cas purement élastique du problème d'indentation Vickers. Pour cela, nous avons retenu un comportement élastique linéaire et isotrope pour le matériau indenté et l'indenteur Vickers en diamant. Les propriétés élastiques considérées pour le matériau et l'indenteur sont respectivement $E_{\text{mat}} = 200 \text{ GPa}$, $\nu_{\text{mat}} = 0,31$ et $E_{\text{ind}} = 1140 \text{ GPa}$, $\nu_{\text{ind}} = 0,07$.

Le premier critère utilisé pour valider les différents maillages construits pour cette étude est le rapport, noté γ , de la pénétration maximale d'indentation h_{max} et de la profondeur de contact h_c (**Figure 136**) :

Équation 105

$$\gamma = \frac{h_{\text{max}}}{h_c}$$

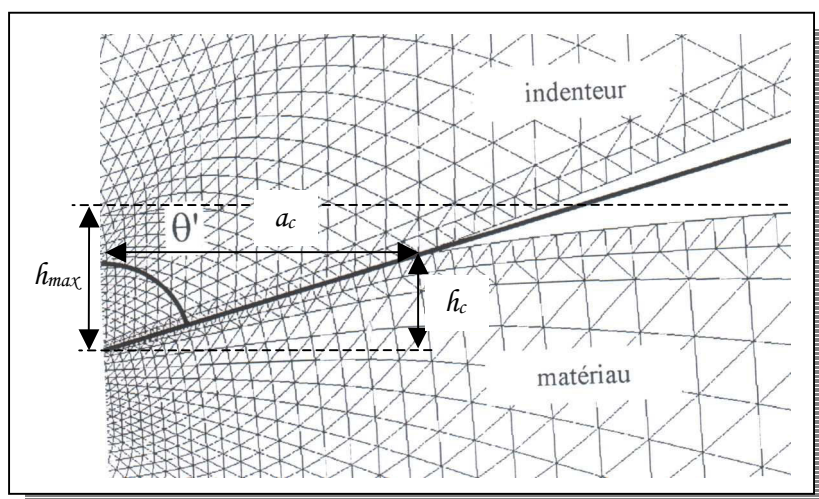


Figure 136 : Simulation numérique (cas purement élastique) de l'essai de microindentation instrumentée et représentation graphique des grandeurs h_{max} , h_c et a_c le rayon de contact.

En élasticité parfaite et dans le cas d'un indenteur conique, ce rapport est théoriquement égal à $\pi/2$ [91] et reste constant quelque soit les propriétés élastiques E et ν du matériau testé. Ce résultat a été étendu par Sakai *et al.* [152] au cas des matériaux élastoplastiques à écrouissage isotrope linéaire à partir d'analyses numériques par éléments finis du problème d'indentation conique. La **Figure 137** représente l'évolution du paramètre γ en fonction du nombre d'éléments du maillage.

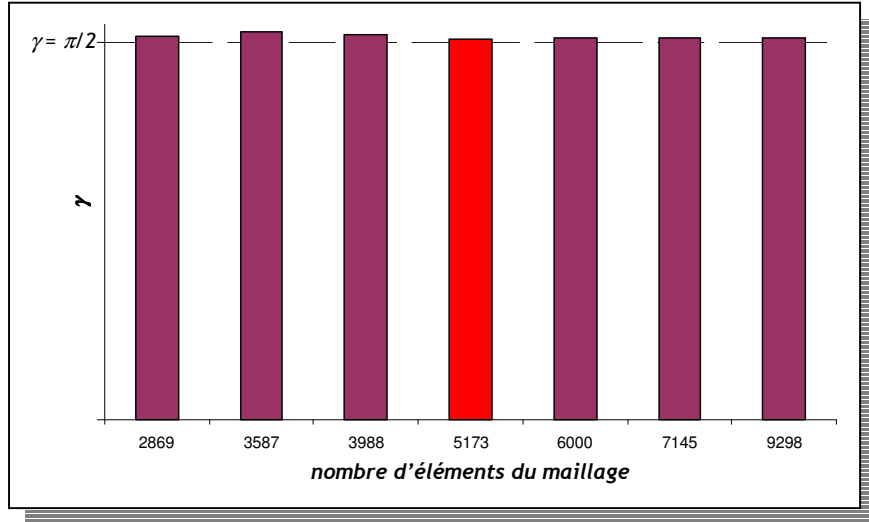


Figure 137 : Evolution du paramètre γ en fonction du nombre d'éléments du maillage.

On remarque que tous les maillages à notre disposition présentent une bonne concordance entre le résultat théorique et la simulation numérique pour ce critère avec une meilleure concordance pour le maillage à 5173 éléments.

Le deuxième critère élastique exploité pour valider les différents maillages sont les expressions analytiques des profils de pression $\mathcal{P}(x)$ sous l'indenteur (Équation 106) et de la déformation de la surface du matériau (Équation 107) à charge maximale. Ces données sont respectivement :

Équation 106

$$\mathcal{P}(X) = \frac{\mathcal{E} \cdot \cot\left(\frac{a_c}{2}\right)}{2(1-\nu^2)} \cdot \arccos\left(\frac{a_c}{x}\right)$$

avec \mathcal{E} le module de Young et ν le coefficient de Poisson du matériau testé, a_c le rayon de contact indenteur-matériau et x la distance par rapport à la pointe de l'indenteur. Dans notre cas, nous assimilerons \mathcal{E} au module d'élasticité d'indentation \mathcal{M} du matériau.

Équation 107

$$\left[u_y^{z=0}(x) \right]_{y < a_c} = a_c \cdot \cot\left(\frac{a_c}{2}\right) \cdot \left(\frac{\pi}{2} - \frac{x}{a_c} \right)$$

$$\left[u_y^{z=0}(x) \right]_{y > a_c} = a_c \cdot \cot\left(\frac{a_c}{2}\right) \cdot \left\{ \arcsin\left(\frac{x}{a_c}\right) + \sqrt{\left(\frac{x}{a_c}\right)^2 - 1} - \frac{x}{a_c} \right\}$$

avec a_c le rayon de contact indenteur-matériau et x la distance par rapport à la pointe de l'indenteur.

Ces expressions, connues depuis les travaux analytiques de Hill et Sneddon, ont été reprises dans les travaux de thèse de Le Houérou [153] et corrigées. Les calculs numériques ont été effectués, dans le cas purement élastique, pour un matériau dont les caractéristiques élastiques sont $\mathcal{M} = 194$ GPa et $\nu = 0,31$ et pour une charge maximale d'indentation $\mathcal{F}_{\max} = 0,5$ N. Par ailleurs, le calcul numérique nous donne un rayon de contact $a_c = 1,87$ μm . Les résultats issus de la simulation numérique ont été

ensuite confrontés aux modèles analytiques, pour ce même jeu de paramètres. La **Figure 138** et la **Figure 139** représentent respectivement les profils analytique et numérique de pression sous l'indenteur et de la surface de l'échantillon pour $F = F_{max}$ pour un maillage à 9298 éléments.

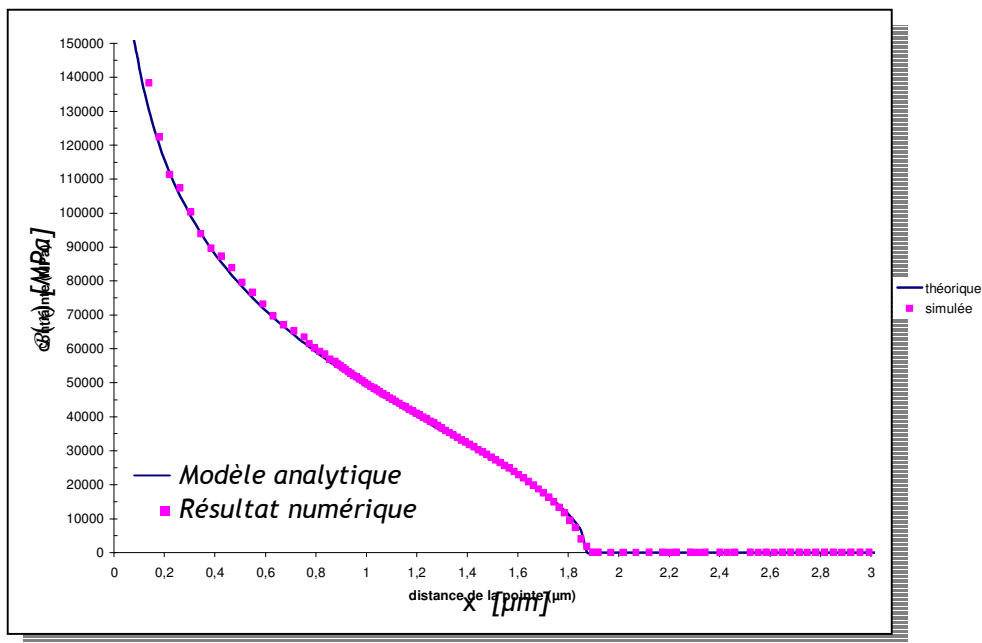


Figure 138 : Superposition des profils de pression numérique et analytique sous l'indenteur ($a_c = 1,87 \mu\text{m}$, $\mathcal{M} = 194 \text{ GPa}$, $\nu = 0,307$ et $F_{max} = 0,5 \text{ N}$).

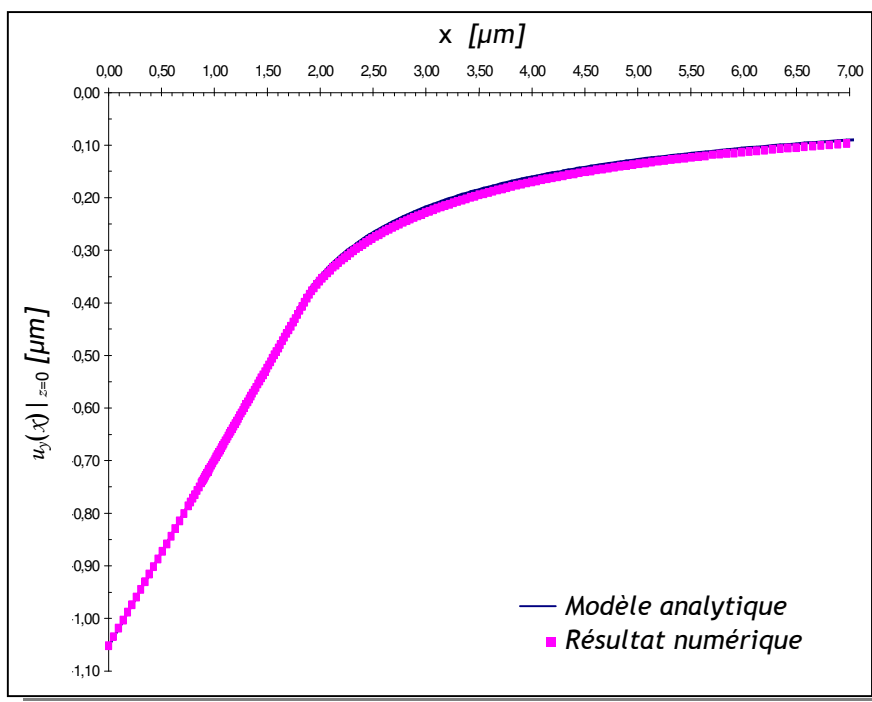


Figure 139 : Superposition des profils analytique et numérique de la surface de l'échantillon ($a_c = 1,87 \mu\text{m}$, $\mathcal{M} = 194 \text{ GPa}$, $\nu = 0,307$ et $F_{max} = 0,5 \text{ N}$).

On remarque une très bonne concordance entre les résultats analytique et numérique. Pour ces critères élastiques, les maillages possédant plus de 5000 éléments sont ceux donnant une meilleure concordance.

La validation des maillages à partir des critères élastiques complète l'étude menée par Leroy *et al.* [143]. Cependant les critères élastiques restent des critères d'analyse surfacique (profil de pression, profil de surface). L'indentation est un test mécanique « volumique », pour lequel la déformation du matériau sous charge n'est pas purement élastique mais élasto-plastique à température ambiante. Pour cela, de nouveaux critères de validation sont nécessaires pour définir le maillage optimal.

b) ... sur critères élasto-plastiques

La loi de comportement retenue pour cette partie de l'étude est une loi élasto-plastique comme définie précédemment. Les paramètres mécaniques définis ici arbitrairement sont rassemblés dans le **Tableau 21**.

| M (MPa) | ν | n | K (MPa) | R_0 (MPa) | $D_1 = 8500$ C_1 (MPa) | $D_2 = 150$ C_2 (MPa) | $D_3 = 10$ C_3 (MPa) |
|---------|-------|----|---------|-------------|-----------------------------|----------------------------|---------------------------|
| 200000 | 0,31 | 10 | 20 | 185 | 8503320 | 51035 | 13731 |

Tableau 21 : Paramètres mécaniques pour l'étude de convergence en élasto-plastique.

La **Figure 140** rassemble les courbes réponse force-pénétration obtenues pour les 7 maillages.

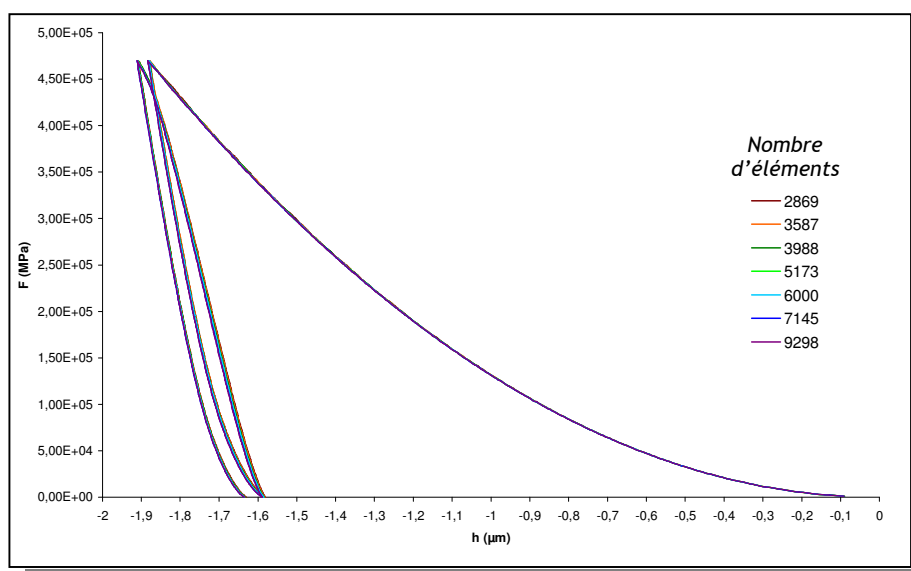


Figure 140 : Superposition des courbes réponse force - pénétration obtenues par simulation numérique pour les 7 maillages pour une loi élastoplastique.

On remarquera peu ou pas de différence entre les courbes réponse force - pénétration obtenues pour les différents maillages et pour une loi de comportement élasto-plastique. Il est à noter que les maillages les plus grossiers ne comportent aucun décrochement sur la courbe d'indentation. De plus, on peut regarder la concordance au niveau du maillage, en particulier sur la forme en volume des isovaleurs de la déformation plastique cumulée. Comme rapporté par Johnson [154], en raison de la nature autosimilaire de l'indenteur Vickers, ces isovaleurs définissent des sphères concentriques. La **Figure 141** représente ces lignes d'isovaleurs obtenues dans le cas du maillage à 5173 éléments pour un essai d'indentation à $F_{max} = 0,5$ N et la loi de comportement élasto-plastique définie précédemment.

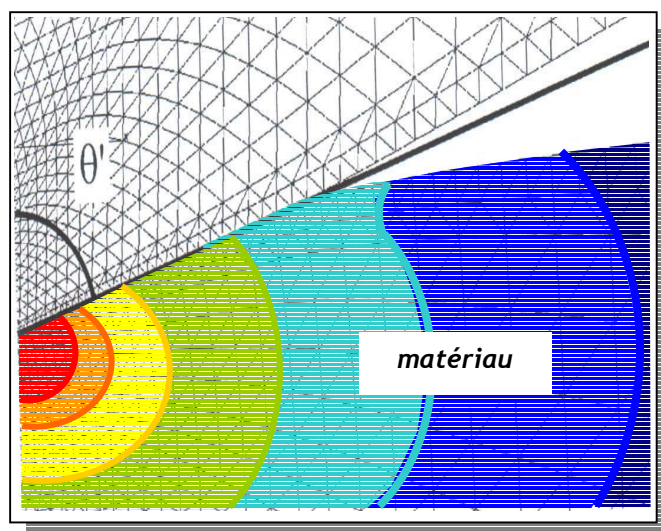


Figure 141 : Lignes isovaleurs de la déformation plastique cumulée sous charge (cas élasto-plastique).

On remarque une très bonne concordance du maillage en ce sens qu'il n'y a pas de décrochement des lignes d'isovaleurs de la déformation plastique cumulée sous chargement.

Par ailleurs, une simulation d'indentation sur l'alliage d'aluminium 7075-T651 a été réalisée par Leroy et Kanouté [118] en élasto-plasticité avec le code ZeBuLon dans les mêmes conditions que Dao *et al.* sur ce même alliage [102] - gestion du contact indenteur/matière sans frottement et formalisme des déformations. Le comportement macroscopique du 7075-T651 a été identifié à partir des résultats en compression sur pions cylindriques obtenus par Dao *et al.* Les résultats de simulation de Leroy et Kanouté sont comparés avec ceux de Dao *et al.* à la **Figure 142**.

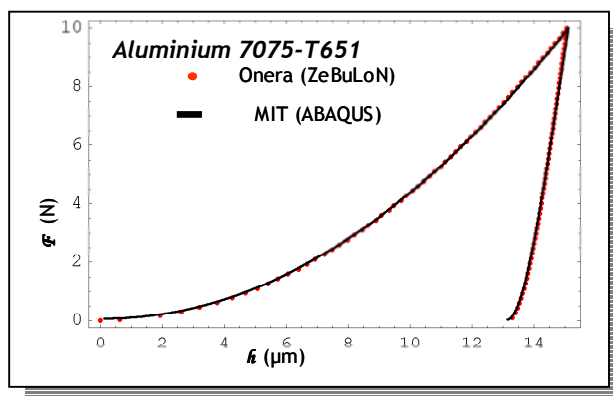


Figure 142 : Comparaison des simulations numériques d'indentation sur 7075-T651 réalisées par Dao et al. sous ABAQUS [102] ainsi que par Leroy et Kanouté sous ZeBuLon [118].

On remarque que les deux simulations sont quasi-identiques malgré les différences de maillage et de code de calcul. Ceci conforte la confiance accordée au traitement numérique réalisé sous ZeBuLon du modèle d'indentation retenu.

III.3.3.3. Choix du maillage optimal

Nous venons de voir que l'ensemble des maillages construits précédemment peut nous donner complète satisfaction, en particulier pour les maillages avec plus de 5000 éléments. Il nous faut donc définir un maillage optimal, c'est à dire un maillage donnant une bonne qualité des résultats de simulation numérique pour un temps de calcul convenable.

La **Figure 143** représente l'évolution de la profondeur de pénétration maximale en fonction du temps de calcul selon le maillage utilisé. Il est rappelé aussi sur cette figure la taille des plus petits éléments des maillages.

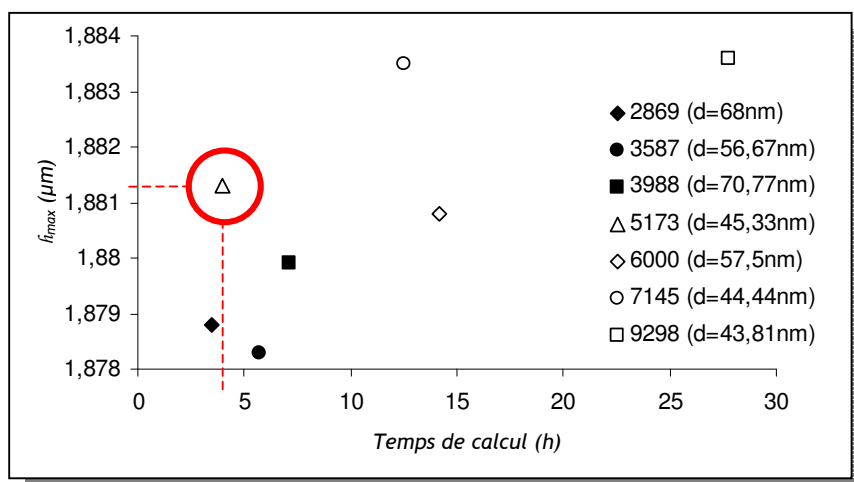


Figure 143 : Evolution la profondeur de pénétration maximale en fonction du temps de calcul selon le maillage utilisé.

On notera que l'écart de profondeur maximale de pénétration obtenue pour chaque maillage est peu significatif (de l'ordre de 5 nm) - le critère de distinction de ces différents maillages peut alors être le temps de calcul pour mener à bien la simulation numérique : un maillage à 5173 éléments (dont la taille de la plus petite cellule sous l'indenteur est de l'ordre de 45 nm) permet d'obtenir une valeur de \hat{h}_{max} proche de la valeur obtenue pour les maillages à 7145 et 9298 éléments ($\hat{h}_{max} = 1,8835 \mu\text{m}$) mais pour un temps de calcul plus raisonnable (4 h).

III.3.4. Sensibilité de la méthode sur la détermination de la limite d'élasticité

La sensibilité à la limite d'élasticité et à l'érouissage a été étudiée par Leroy *et al.* [143]. Ces auteurs ont utilisé un maillage 2D axisymétrique de l'indentation Vickers identique à ceux adoptés dans notre travail. Le formalisme de loi de comportement mécanique utilisé est aussi identique. Pour ces deux calculs, la limite d'élasticité diffère de 10 %. Le test est piloté en déplacement et est arrêté lorsque la pénétration de consigne est atteinte. Les courbes d'indentation simulées sont représentées à la *Figure 144*.

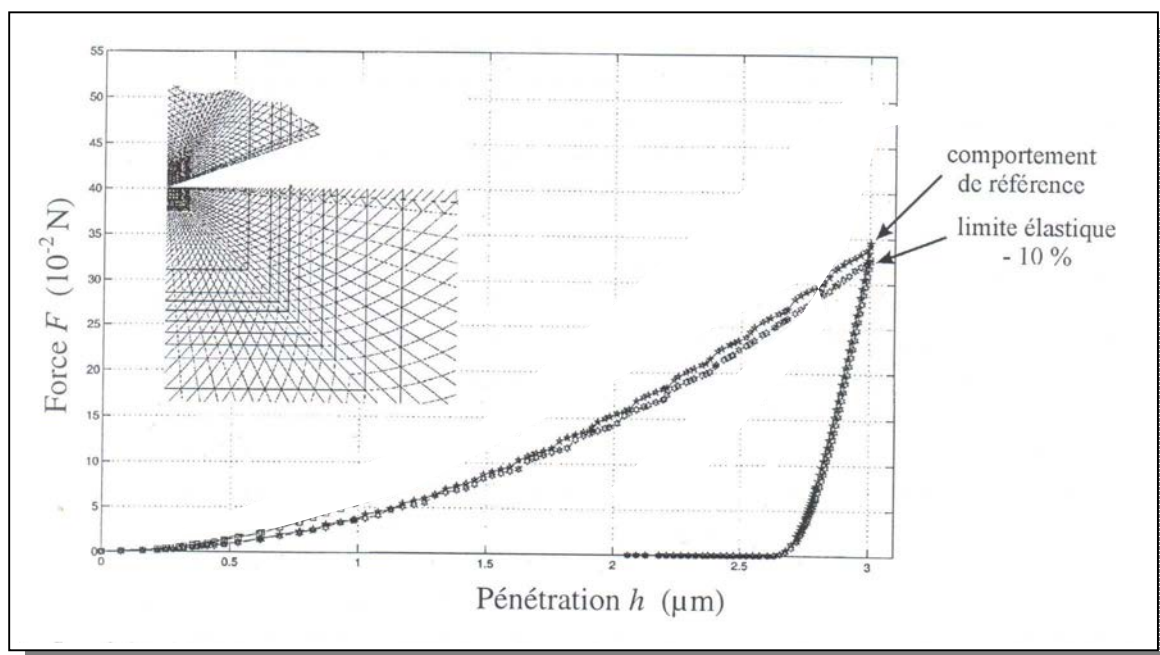


Figure 144 : Sensibilité à la limite d'élasticité des réponses simulées pour un indenteur Vickers (Al7010) (d'après [143]).

Les courbes réponse force-pénétration obtenues suite à une baisse de 10 % de la limite d'élasticité ont été comparées. On peut constater que la sensibilité à la limite d'élasticité des réponses simulées pour un indenteur Vickers est très faible, voire non significative.



L'essentiel ...

Cette méthodologie nous permet de construire et valider un maillage optimal et un modèle numérique afin d'estimer le comportement mécanique d'alliages NiAl(X) (X = Pt, Ru, Zr) à partir d'essai de microindentation instrumentée à haute température, en particulier :

- ***le module d'élasticité d'indentation,***
 - ***le comportement viscoplastique,***
 - ***le comportement en fluage (exposant de contrainte et énergie d'activation),***
- en fonction de la composition de l'alliage et de la température.***

IV. Résultats et discussions

« Que la stratégie soit belle est un fait, mais n'oubliez pas de regarder le résultat. »

Sir Winston Leonard Spencer Churchill

Cette partie présente les propriétés mécaniques des aluminures déterminées par microindentation instrumentée en fonction de la microstructure de l'alliage, de sa composition et de la température.

Un premier volet a pour objectif d'examiner dans quelle mesure la microindentation instrumentée est sensible à l'anisotropie des alliages testés afin de prendre en compte ou pas l'orientation cristallographique dans l'interprétation de la réponse mécanique. Cet aspect porte sur des échantillons massifs monocristallins de NiAl et (Ni,Pt)Al, sur des échantillons massifs polycristallins de (Ni,Pt)Al ainsi que sur des couches de liaison de barrière thermique. Les résultats de microindentation sont mis en relation avec ceux d'analyse EBSD.

Une seconde partie est consacrée à la présentation des résultats de dureté, de module d'élasticité, de limite d'élasticité et des propriétés en fluage d'alliages massifs polycristallins en fonction de la température et de la composition (teneurs en aluminium et en élément d'alliage - platine, ruthénium ou zirconium). Ces résultats sont présentés et discutés en relation avec les propriétés mécaniques connues de ces alliages extraites de la littérature lorsqu'elles sont disponibles.

Une synthèse du comportement mécanique des aluminures de nickel massifs est ensuite réalisée. Ces résultats sont mis en relation avec ceux obtenus par la même méthode de caractérisation sur couches de liaison de barrières thermiques.

IV. Résultats et discussions

IV.1. Etude de l'anisotropie par microindentation instrumentée

La technique de microindentation instrumentée est une technique micromécanique locale. Le volume de matériau testé est très faible puisqu'il ne concerne que quelques μm^3 . Cela signifie que dans une couche de liaison de barrière thermique ou dans un alliage polycristallin, seulement un ou quelques grains sont testés. Etant donné que les propriétés élastiques du composé NiAl peuvent être fortement anisotropes (§ 1.3.1.4. - a1), en particulier pour les faibles teneurs en aluminium, la question se pose de savoir dans quelle mesure il est nécessaire de prendre en compte l'orientation cristallographique dans l'interprétation de la réponse mécanique de l'alliage testé.

IV.1.1. Les alliages monocristallins NiAl et (Ni,Pt)Al

Pour fournir des éléments de réponse à cette question, des tests de microindentation instrumentée à température ambiante ont été réalisés sur les échantillons d'alliage monocristallin $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}$ (%at.) d'orientation $\langle 001 \rangle$ et $(\text{Ni}_{40}\text{Pt}_{10})\text{Al}_{50}$ (%at.) d'orientation $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$. Pour ces tests, la force maximale appliquée est de l'ordre de 0,3 N. La *Figure 145* représente les courbes force - pénétration obtenues pour ces alliages.

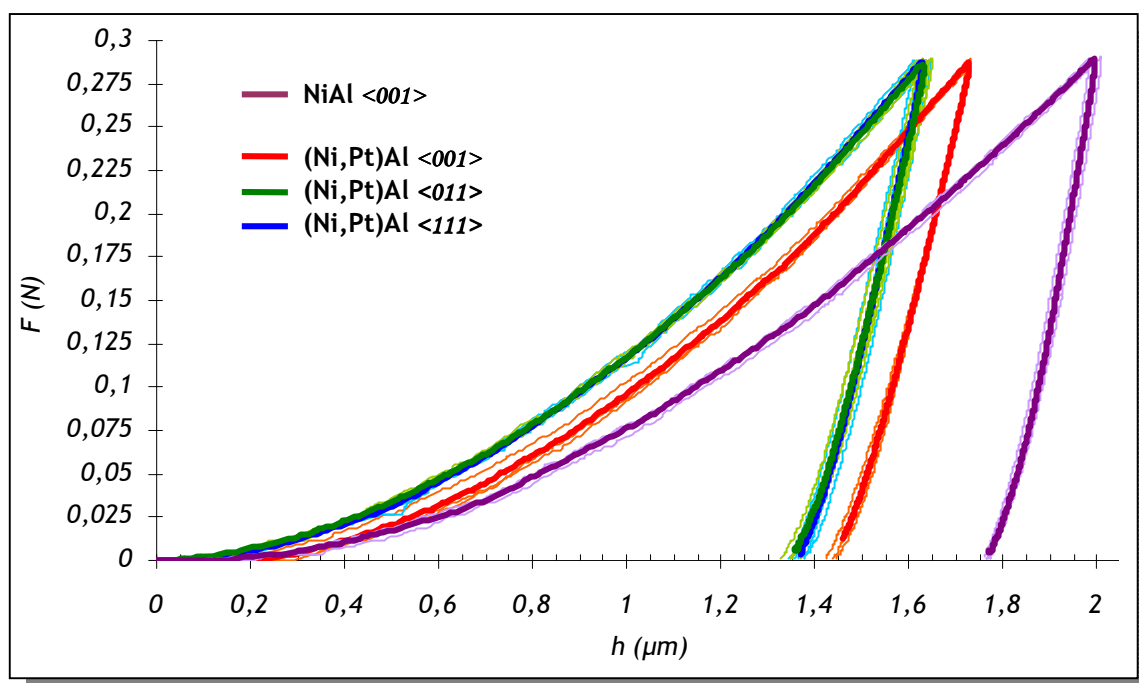


Figure 145 : Courbes force-pénétration ($F_{\text{max}} = 0,3 \text{ N}$) obtenues sur les alliages monocristallins.

Pour chaque matériau, cinq tests ont été réalisés. Dans chaque cas, la courbe en trait gras représente une courbe moyenne de ces cinq réponses ; il est intéressant de noter une très faible dispersion autour de la réponse moyenne. A noter par ailleurs que les courbes force-pénétration de l'alliage (Ni,Pt)Al d'orientation $\langle 111 \rangle$ sont confondues avec celles de l'orientation $\langle 011 \rangle$ de ce même alliage.

D'après la lecture des courbes force - pénétration, on peut d'ores et déjà relever quelques tendances, notamment en terme de plasticité (reliée à la dureté du matériau, donc à la profondeur d'indentation maximale).

IV.1.1.1. Microdureté

Pour l'alliage (Ni,Pt)Al, on observe, tant sur la **Figure 145** que d'après les résultats reportés dans le **Tableau 22**, que l'orientation cristallographique a peu d'influence sur la microdureté de l'alliage. La dureté est légèrement plus élevée pour les orientations $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ que pour l'orientation $\langle 001 \rangle$. De plus, si l'on considère les microduretés obtenues pour la direction $\langle 001 \rangle$, il semblerait que l'addition de platine augmente la dureté de l'alliage.

| $\mathcal{H}_{\langle hkl \rangle}^{\text{exp}}$ (GPa) | $\langle 001 \rangle$ | $\langle 011 \rangle$ | $\langle 111 \rangle$ |
|--------------------------------------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| NiAl | $2,7 \pm 0,3$ | - | - |
| (Ni,Pt)Al | $3,6 \pm 0,2$ | $4,4 \pm 0,2$ | $4,4 \pm 0,2$ |

Tableau 22 : Microdureté \mathcal{H} déterminée à partir des mesures de des diagonales d'empreinte pour diverses orientations cristallographiques.

Le fait que la microdureté du composé $(\text{Ni}_{40}\text{Pt}_{10})\text{Al}_{50}$ est plus élevée que celle du composé $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}$ (respectivement $\mathcal{H}_{(\text{Ni,Pt})\text{Al}\langle 001 \rangle}^{\text{exp}} = 3,6$ GPa et $\mathcal{H}_{\text{NiAl}\langle 001 \rangle}^{\text{exp}} = 2,7$ GPa) est sans doute à relier à un effet de durcissement par substitution. Pour cette composition stœchiométrique, il n'y a pas en principe de défauts ponctuels structuraux (atomes de nickel en antisite ou lacune de nickel) et le fait de remplacer une partie des atomes de nickel (rayon atomique : 0,1246 nm) par des atomes de platine (rayon atomique : 0,1385 nm) doit entraîner un effet durcissant.

Le fait que l'orientation $\langle 001 \rangle$ soit « moins dure » que les autres orientations ($\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$) est plus difficile à interpréter. En effet, pour NiAl, l'orientation $\langle 001 \rangle$ est qualifiée de « *hard orientation* », car dans un essai de traction ou compression uniaxiale, moins de systèmes de glissements peuvent être activés que dans les orientations $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ (qualifiées de « *soft orientations* »). Dans le cas d'un composé équiatomique $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}$, Pascoe et Newey [52] reportent des limites d'élasticité de 1,35 GPa, 250 et 800 MPa respectivement pour les orientations $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ à température ambiante.

Nous avons vérifié que les orientations annoncées pour les monocristaux étaient correctes. Les clichés de Laue* (exemples sur les *Figure 146* et *Figure 147*) montrent effectivement des désorientations très minimales (quelques degrés) par rapport à ces directions. Ces désorientations peuvent provenir de la préparation des échantillons (usinage et polissage).

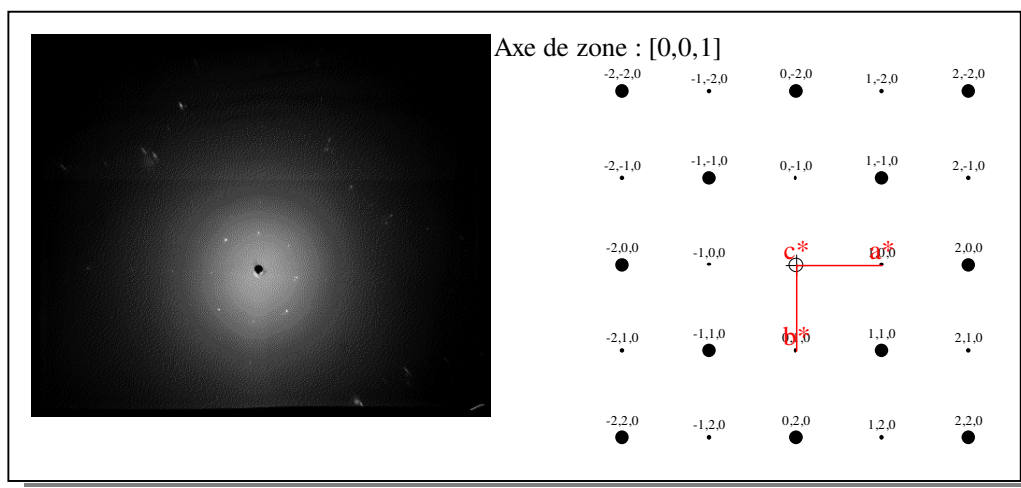


Figure 146 : Cliché Laue de diffraction des rayons X obtenu sur l'échantillon NiAl $\langle 100 \rangle$ (d'après [170]).

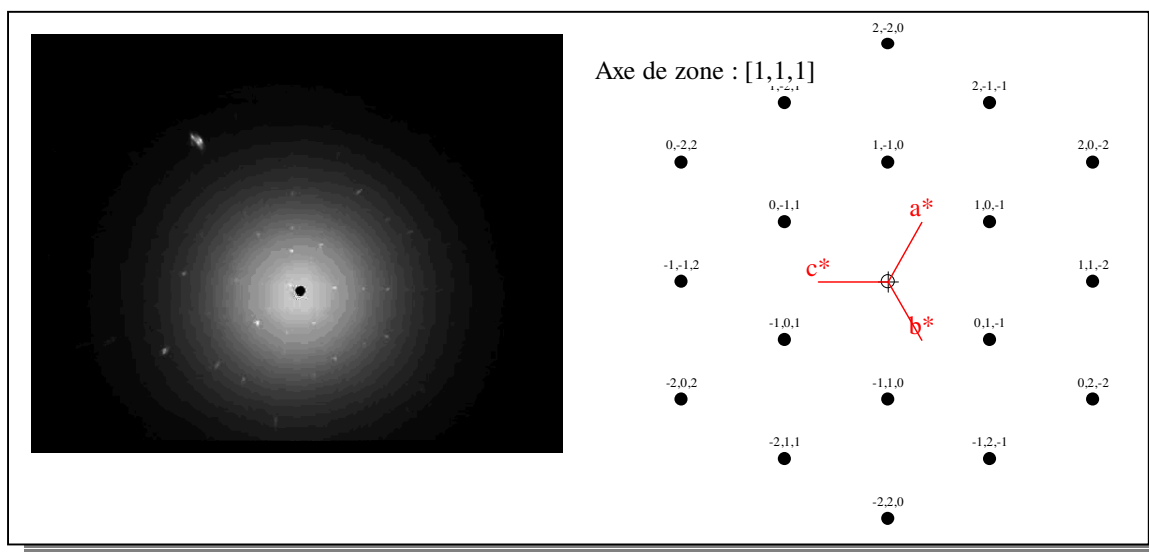


Figure 147 : Cliché Laue de diffraction des rayons X obtenu sur l'échantillon (Ni,Pt)Al $\langle 111 \rangle$ (d'après [170]).

Cette différence provient vraisemblablement du fait que dans un essai d'indentation le champ de contrainte est tridimensionnel et non unidirectionnel comme dans les essais qui ont permis de déterminer les valeurs de limites d'élasticité reportées dans la bibliographie.

Si l'on admet qu'il existe un facteur 3 entre limite d'élasticité et microdureté (comme exposé au paragraphe [1.5.2.3.](#)), l'ordre de grandeur de la limite d'élasticité - 1 GPa - que l'on peut déduire de

* Les conditions expérimentales d'obtention de ces clichés sont reportées en [Annexe 4.](#)

ces valeurs de microdureté est cohérente avec l'ordre de grandeur des valeurs reportées par Pascoe et Newey [52].

IV.1.1.2. Module d'élasticité d'indentation

Considérons maintenant les résultats obtenus pour le module d'élasticité en microindentation instrumentée de ces alliages (**Tableau 23**):

- La substitution de nickel par du platine tend à diminuer le module d'élasticité.
- Les résultats obtenus sur l'alliage (Ni,Pt)Al montrent une très faible influence de la direction cristallographique.

| $\mathcal{M}_{\langle hkl \rangle}^{\text{exp}}$ (GPa) | $\langle 001 \rangle$ | $\langle 011 \rangle$ | $\langle 111 \rangle$ |
|--------------------------------------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Ni₅₀Al₅₀ | 174 ± 13 | - | - |
| (Ni₄₀Pt₁₀)Al₅₀ | 153 ± 12 | 164 ± 13 | 175 ± 14 |

Tableau 23 : Evolution du module d'élasticité \mathcal{M} en fonction de l'orientation cristallographique et de la composition de l'alliage.

Le fait que le platine abaisserait le module d'élasticité est cohérent avec les résultats reportés dans la littérature par Jiang *et al.* sur les modules de Young d'alliage (Ni_{50-x}Pt_x)Al₅₀ (pour x = 0, 15 et 20 %at.) par des essais de propagation d'ondes ultrasonores [68] (cf. **Figure 35**). Ces auteurs montrent que le module d'Young décroît linéairement avec la teneur en platine de l'alliage. De ces résultats il est possible d'estimer que l'ajout de 10 %at. de platine entraîne une diminution du module d'Young de l'ordre de 12 %. Cette même variation a été observée par microindentation instrumentée en comparant les résultats obtenus sur les échantillons Ni₅₀Al₅₀ et (Ni₄₀Pt₁₀)Al₅₀ d'orientation cristallographique $\langle 001 \rangle$.

Pour ce qui est de l'orientation cristallographique, il s'avère que l'effet sur le module d'indentation est bien moindre que celui observé sur les modules de Young si l'on se réfère au binaire Ni₅₀Al₅₀.

Dans le **Tableau 24** on a reporté les modules d'Young des orientations $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ calculées à partir des constantes d'élasticité du monocristal Ni₅₀Al₅₀ à la température ambiante [46], et de ceux du monocristal (Ni₄₀Pt₁₀)Al₅₀ calculés à partir des constantes d'élasticité de cet alliage estimées à partir des résultats de Jiang *et al.* [68]. Les relations entre $E_{\langle hkl \rangle}$ et C_{ij} sont rappelées en **Annexe 6**.

| | | | |
|----------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|
| $Ni_{50}Al_{50}$ (%at.) | C_{11} (GPa) | C_{12} (GPa) | C_{44} (GPa) |
| | 207 | 137 | 112 |
| | $E_{\langle 001 \rangle}$ (GPa) | $E_{\langle 011 \rangle}$ (GPa) | $E_{\langle 111 \rangle}$ (GPa) |
| | 98 | 188 | 265 |
| $(Ni_{40}Pt_{10})Al_{50}$ (%at.) | C_{11} (GPa) | C_{12} (GPa) | C_{44} (GPa) |
| | 203 | 141 | 81 |
| | $E_{\langle 001 \rangle}$ (GPa) | $E_{\langle 011 \rangle}$ (GPa) | $E_{\langle 111 \rangle}$ (GPa) |
| | 87 | 155 | 208 |

Tableau 24 : Modules d'Young calculés $E_{\langle hkl \rangle}$ à partir des constantes d'élasticité C_{ij} du monocristal.

De plus, les valeurs de modules d'indentation (**Tableau 23**) sont significativement différentes de ces valeurs de module d'Young. Pour tenter d'expliquer ces différences, il faut se reporter aux travaux de Vlassak et Nix [155, 156].

Ces auteurs ont proposé une méthode qui permet d'estimer le module d'élasticité obtenu par indentation (noté $\mathcal{M}_{\langle hkl \rangle}^{Vlassak}$) de monocristaux de structure cubique, connaissant leurs constantes d'élasticité. Cette méthode, qui est rappelée en **Annexe 8**, a été établie dans le cas d'une indentation avec un indenteur pointu (type Vickers, Berkovich...) et nous l'avons appliquée pour calculer les modules d'élasticité d'indentation pour chacune des orientations des cristaux $Ni_{50}Al_{50}$ et $(Ni_{40}Pt_{10})Al_{50}$ à partir des constantes d'élasticité C_{ij} . Les valeurs obtenues par calcul sont comparées aux valeurs expérimentales dans le **Tableau 25**.

| | | $\langle 001 \rangle$ | $\langle 011 \rangle$ | $\langle 111 \rangle$ |
|----------------------------------|-----------------------------------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| $Ni_{50}Al_{50}$ (%at.) | $\mathcal{M}_{\langle hkl \rangle}^{Vlassak}$ (GPa) | 172 | 191 | 197 |
| | $\mathcal{M}_{\langle hkl \rangle}^{exp.}$ (GPa) | 174 ± 13 | - | - |
| $(Ni_{40}Pt_{10})Al_{50}$ (%at.) | $\mathcal{M}_{\langle hkl \rangle}^{Vlassak}$ (GPa) | 146 | 158 | 162 |
| | $\mathcal{M}_{\langle hkl \rangle}^{exp.}$ (GPa) | 153 ± 12 | 164 ± 13 | 175 ± 14 |

Tableau 25 : Comparaison du module d'élasticité d'indentation \mathcal{M} en fonction de l'orientation cristallographique et de la composition de l'alliage.

Il s'avère qu'aux erreurs expérimentales près, les résultats obtenus expérimentalement concordent bien avec les valeurs calculées à partir de la méthode de Vlassak et Nix. De plus, on notera que les modules calculés pour l'alliage ternaire suivent quantitativement les mêmes tendances que les modules d'élasticité expérimentaux de cet alliage. En conclusion, on peut affirmer que l'anisotropie élastique de l'alliage est difficilement observable par microindentation. Ceci est vraisemblablement à relier, comme pour la dureté, à l'aspect tridimensionnel du champ de contrainte sous l'indenteur.



L'essentiel ...

Si l'on calcule le module d'un polycristal à partir des C_{ij} (moyenne de Hill) on trouve 184 et 148 GPa respectivement pour $Ni_{50}Al_{50}$ et $(Ni_{40}Pt_{10})Al_{50}$. Ces valeurs sont très proches des modules d'indentation calculés par la méthode de Vlassak (respectivement 174 et 153 GPa).

En conclusion, la microindentation instrumentée n'apparaît pas ici comme un moyen d'essai micromécanique efficace pour caractériser l'anisotropie des alliages testés mais reste cependant sensible aux effets induits par leur composition chimique.

IV.1.2. Les alliages massifs polycristallins (Ni,Pt)Al

Après avoir considéré les résultats de microindentation instrumentée obtenus sur alliages massifs monocristallins, un travail analogue a été mené sur un alliage polycristallin $(Ni_{50}Pt_{10})Al_{40}$ (%at.) - référence PT12. Au total, 16 tests de microindentation instrumentée à température ambiante ont été réalisés (avec $F_{max}=0,5$ N). Les essais ont été espacés de 400 μm pour balayer une large surface de l'échantillon et ainsi tester différentes orientations cristallographiques de grains (*Figure 148*).

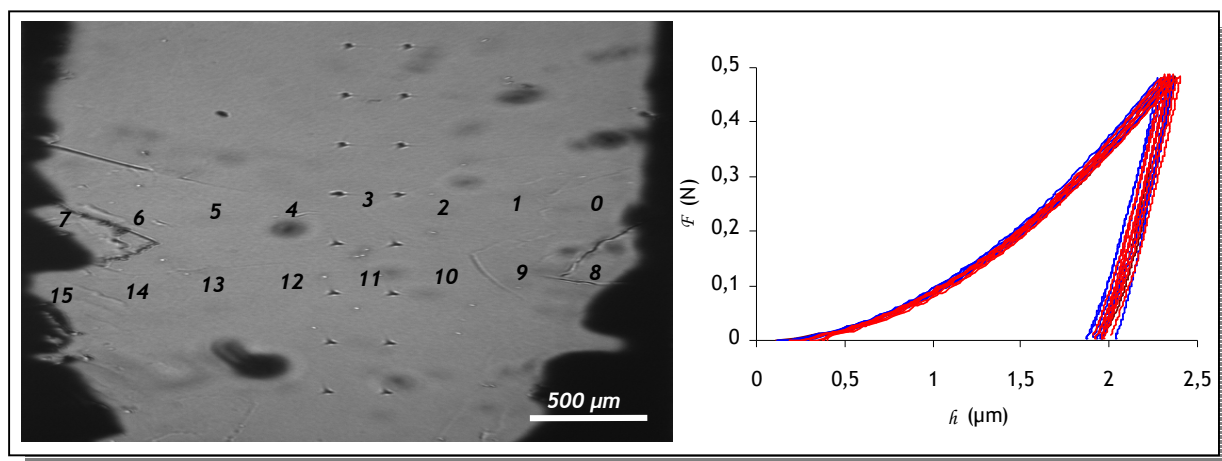


Figure 148 : Microscopie optique de la surface de l'échantillon PT12 et courbes réponse force-pénétration microindentation instrumentée à température ambiante associées.

On peut remarquer une très faible dispersion des résultats - celle-ci est de l'ordre de 100 nm.

Les résultats de dureté et de module d'élasticité par microindentation instrumentée obtenus sur ces différentes orientations sont rassemblés dans le *Tableau 26*.

| | | <136> | <121> | <443> |
|-------------------------------------------------------------------------|-------------------------|-----------|-----------|-----------|
| (Ni ₄₉ Pt ₁₃)Al ₃₈ (%at.) ~ PT12 ~ | $H_{<hkl>}^{exp}$ (GPa) | 4,3 ± 0,3 | 4,2 ± 0,3 | 4,4 ± 0,3 |
| | $M_{<hkl>}^{exp}$ (GPa) | 132 ± 10 | 130 ± 9 | 127 ± 9 |

Tableau 26 : Microdureté et module d'élasticité d'indentation à température ambiante en fonction de l'orientation cristallographique des grains de l'échantillon PT12.

Pour associer l'orientation des grains indentés à la réponse mécanique obtenue, une cartographie EBSD de la surface de l'échantillon PT12 a été réalisée (*Annexe 4 et Annexe 1*). L'analyse de la quasi-totalité de la surface de l'échantillon a été effectuée au pas de 100 µm sur une trame hexagonale. De plus, une acquisition supplémentaire d'un champ réduit, au pas de 15 µm, a permis d'affiner la résolution de la cartographie pour positionner par la suite plus précisément les empreintes de microindentation instrumentée sur cette carte (*Figure 149*).

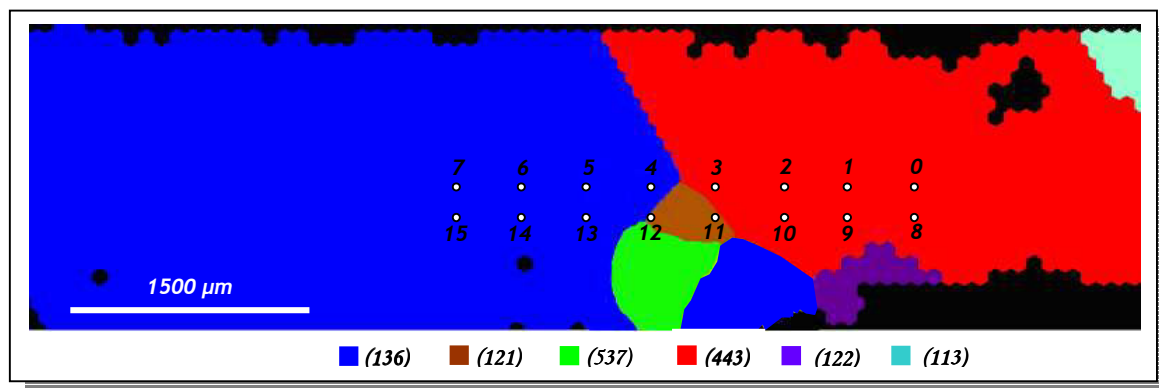


Figure 149 : Cartographie EBSD réalisée sur l'échantillon PT12 et mise en évidence des orientations de surface.

On remarque à partir de la cartographie EBSD que cet échantillon ne comporte que quelques gros grains ($d > 500$ µm) et que par conséquent seulement trois orientations ont pu être testées : <443>, <136>, <121>. A noter que les couleurs des courbes réponses force - pénétration de la *Figure 148* correspondent à celles des orientations des grains indentés.

Les modules de Young de chaque orientation ont été déterminés pour chaque orientation de surface présente dans cet échantillon à partir des constantes d'élasticité du monocristal Ni₆₀Al₄₀ et de l'Équation 152, rappelée en *Annexe 6*. On suppose ici que le comportement élastique de l'alliage est principalement régi par la concentration en aluminium. Les constantes d'élasticité du monocristal sont $C_{11} = 173$ GPa, $C_{12} = 158$ GPa et $C_{44} = 121$ GPa. Les modules de Young de chaque orientation alors obtenus sont regroupés dans le *Tableau 27*.

| $E_{\langle hkl \rangle}$ (GPa) | $\langle 136 \rangle$ | $\langle 121 \rangle$ | $\langle 443 \rangle$ | E_{Hill} [GPa] |
|----------------------------------------------------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------------|
| $(\text{Ni}_{49}\text{Pt}_{13})\text{Al}_{38} \sim \text{PT12} \sim$ | 43 | 72 | 215 | 125 |

Tableau 27 : Module d'Young à température ambiante en fonction de l'orientation cristallographique des grains de l'échantillon PT12 et module du polycristal.

Bien que les orientations de surface des grains de l'échantillon PT12 testé permettraient de mettre en évidence l'anisotropie élastique de l'alliage - en effet, les orientations testées, $\langle 136 \rangle$, $\langle 121 \rangle$, et $\langle 443 \rangle$ ont un module d'Young respectivement égal à 43, 72 et 215 GPa - on note que, pour cet échantillon massif polycristallin (qui a permis de tester d'autres orientations) on n'observe pas d'anisotropie en terme de dureté ou de module d'élasticité par microindentation instrumentée. Le module d'élasticité ainsi déterminé est en fait un module d'élasticité moyen qui correspond au module du polycristal ($E_{\text{Hill}} = 125$ GPa calculé d'après les constantes d'élasticité mentionnées plus haut ; à noter que cette valeur est très proche des modules d'indentation déterminés expérimentalement : entre 127 et 132 GPa d'après le tableau 26).

IV.1.3. Les couches de liaison

IV.1.3.1. Résultats de microindentation instrumentée d'une couche de liaison en fonction de l'orientation cristallographique

Ce même travail a été mené sur une couche de liaison β -(Ni,Pt)Al brute d'élaboration. Des cartographies EBSD-MEB ont été réalisées sur cette couche (*Figure 150*) afin d'indexer chaque grain selon son orientation de surface (orientation perpendiculaire à la surface d'observation).

Plusieurs séries de tests de microindentation instrumentée à température ambiante ($F_{\text{max}} = 0,3$ N) ont été réalisées sur la couche de liaison pour obtenir une bonne répétabilité sur les orientations choisies : $\langle 001 \rangle$ - grains indexés en rouge, $\langle 011 \rangle$ - grains indexés en vert et $\langle 111 \rangle$ - grains indexés en bleu. Pour chaque orientation, trois tests ont ainsi pu être réalisés. Ces tests ont été réalisés par Passilly et Leroy pour une étude de faisabilité antérieure à ce travail de thèse. L'analyse des résultats instrumentaux fait partie de la présente étude.

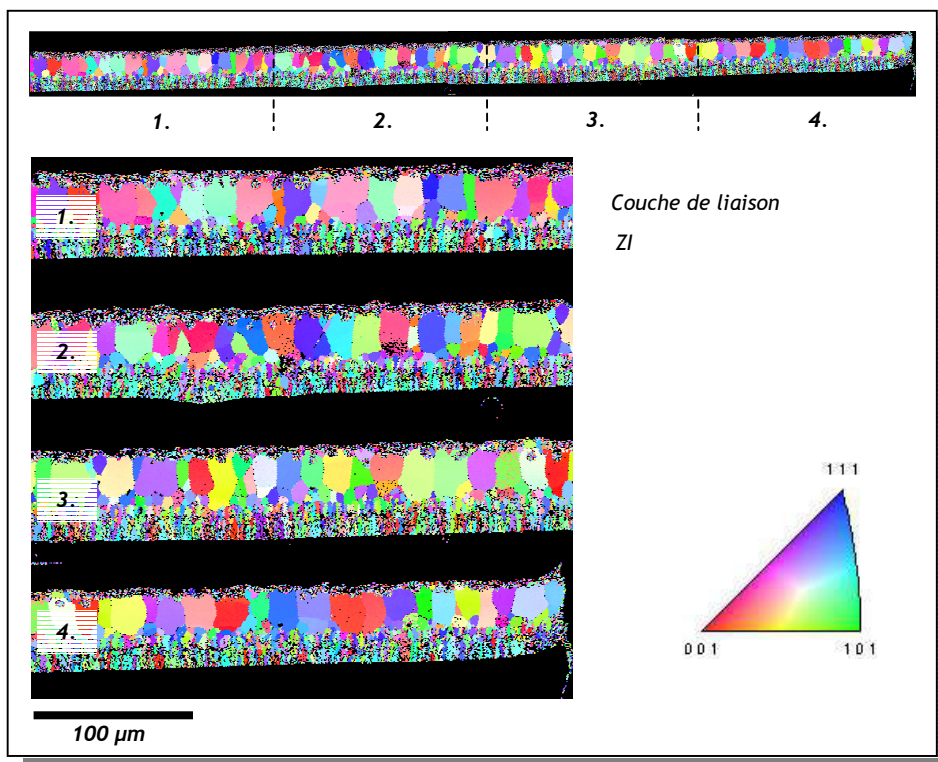


Figure 150 : Cartographie EBSD d'une couche de liaison brute d'élaboration et plan d'indexation associé.

La Figure 151 regroupe les courbes réponse force-pénétration obtenues à température ambiante par microindentation instrumentée pour ces trois orientations.

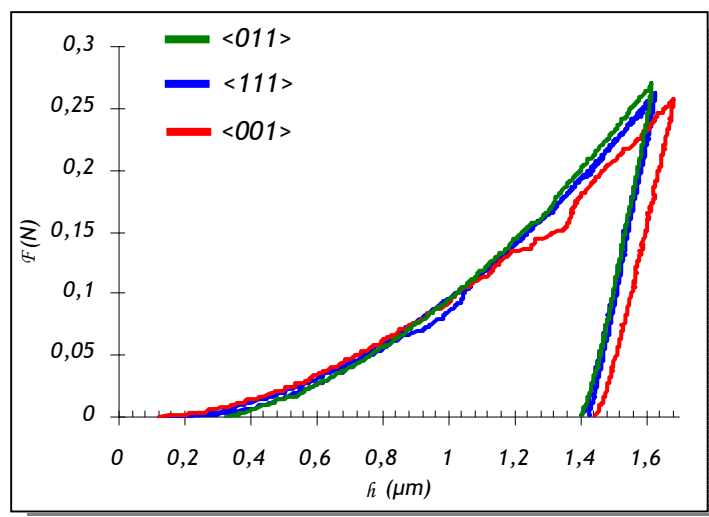


Figure 151 : Courbes force-pénétration en microindentation instrumentée à température ambiante obtenues sur les grains d'orientation de surface $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ d'une couche de liaison brute d'élaboration.

Il est intéressant de noter que les profondeurs de pénétration maximale (f_{max}) pour ces trois orientations sont proches (Tableau 28), ainsi que, bien sûr, les microduretés associées à ces orientations particulières déterminées à partir de ces valeurs de profondeur de pénétration maximale.

| <i>orientation</i> | f_{max} (μm) | \mathcal{H} [GPa] |
|-----------------------|-----------------------------|---------------------|
| $\langle 001 \rangle$ | 1,68 | 4,2 \pm 0,2 |
| $\langle 011 \rangle$ | 1,56 | 4,6 \pm 0,3 |
| $\langle 111 \rangle$ | 1,62 | 4,4 \pm 0,2 |

Tableau 28 : Profondeur d'indentation maximale et dureté associées aux trois orientations testées.

On remarque que les valeurs obtenues de microdureté pour ces trois orientations ne permettent pas de mettre en évidence une différence significative liée à l'anisotropie.

Par ailleurs, les valeurs de module d'élasticité par indentation pour chacune de ces trois orientations ont été déterminées avec les méthodes présentées antérieurement (§ III.2.1.). Le Tableau 29 expose les valeurs obtenues.

| <i>orientation</i> | \mathcal{M} [GPa] | $\mathcal{E}(\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50})$ [GPa] | $\mathcal{E}(\text{Ni}_{55}\text{Al}_{45})$ [GPa] |
|-----------------------|---------------------|---------------------------------------------------|---------------------------------------------------|
| $\langle 001 \rangle$ | 163 \pm 15 | 100 | 162 |
| $\langle 011 \rangle$ | 185 \pm 17 | 191 | 150 |
| $\langle 111 \rangle$ | 190 \pm 17 | 274 | 283 |
| | | \mathcal{E}_{Hill} [GPa] | |
| | | 186 | 160 |

Tableau 29 : Modules d'élasticité par indentation correspondant aux trois orientations testées.

On remarque que le module d'élasticité d'indentation par microindentation instrumentée ne varie pas significativement en fonction de l'orientation cristallographique.

IV.1.3.2. Discussion des résultats de microindentation instrumentée d'une couche de liaison en fonction de l'orientation cristallographique

Toutes les remarques et observations faites sur les alliages massifs mono- et polycristallins sont aussi valables pour les résultats obtenus sur couche de liaison brute d'élaboration. Néanmoins, si les tendances sont respectées, on notera que les valeurs obtenues sur couche de liaison sont supérieures aussi bien pour la microdureté que pour le module d'élasticité.

Ces différences peuvent être attribuées aux écarts de composition entre les alliages testés et en particulier à la présence d'éléments tels que le chrome, le cobalt ou le tantale dans la couche de

liaison. Par ailleurs les couches adjacentes à la zone externe de la couche de liaison (zone d'interdiffusion, couche céramique) peuvent avoir une influence, mais celle-ci est difficile à prendre en compte dans l'état actuel de nos connaissances.



L'essentiel ...

A partir des résultats obtenus sur matériaux massifs mono et polycristallins ainsi que sur une couche de liaison brute d'élaboration du système barrière thermique, le module d'élasticité déterminé par indentation sur un matériau anisotrope semble être le reflet des différents modules des orientations principales du monocristal, avec un effet de moyenne.

Si on n'observe pas d'effet d'anisotropie sur les valeurs de module d'élasticité d'indentation, il en est de même sur les valeurs de microdureté (courbes de microindentation superposables et empreintes rémanentes similaires). Ceci laisse à penser qu'il est impossible de mettre en évidence un effet d'anisotropie par microindentation instrumentée Vickers sur ces matériaux et ce, bien que cette anisotropie (élastique et plastique) soit référencée dans la littérature. Ceci peut être attribué au caractère tridimensionnel du champ de contrainte sous l'indenteur : l'essai d'indentation provoque une compression non-pure du matériau du fait de l'angle formé par les faces de l'indenteur.

On retiendra que pour les matériaux de cette étude, le module d'élasticité par indentation, déterminé à une échelle microscopique, peut être assimilé au module de Young, échelle macroscopique. Les propriétés déterminées par microindentation instrumentée s'apparentent aux propriétés du matériau polycristallin isotrope.

IV.2. Etude des matériaux massifs polycristallins

IV.2.1. L'alliage binaire NiAl

L'alliage binaire NiAl ayant fait l'objet de nombreux travaux, il était intéressant de tester la validité de la méthodologie mise en place, en comparant les résultats obtenus par indentation instrumentée avec ceux déjà existants. Les alliages testés dans cette étude sont les échantillons monocristallins $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}$ et certaines compositions du couple de diffusion *PT1/PT4*.

IV.2.1.1. La microdureté

a. Les résultats de microindentation instrumentée

Les valeurs de microdureté sont déterminées à partir des dimensions mesurées de l'empreinte rémanente et corrigées du défaut de pointe de l'indenteur. A noter que ce défaut n'est pas pris en

compte dans les simulations numériques de l'essai d'indentation et que cela va conduire à introduire un certain artefact dans l'identification. Cet artefact est difficilement quantifiable. La **Figure 152** représente l'évolution de la microdureté à température ambiante de l'alliage binaire NiAl en fonction de la teneur en aluminium. Cette figure rassemble les résultats de microdureté obtenus réalisés par Passilly et Mévrel sur ces alliages [128], et ceux obtenus dans la présente étude par microindentation instrumentée, sur le même dispositif expérimental ($F_{max} = 0,5$ N dans les deux études).

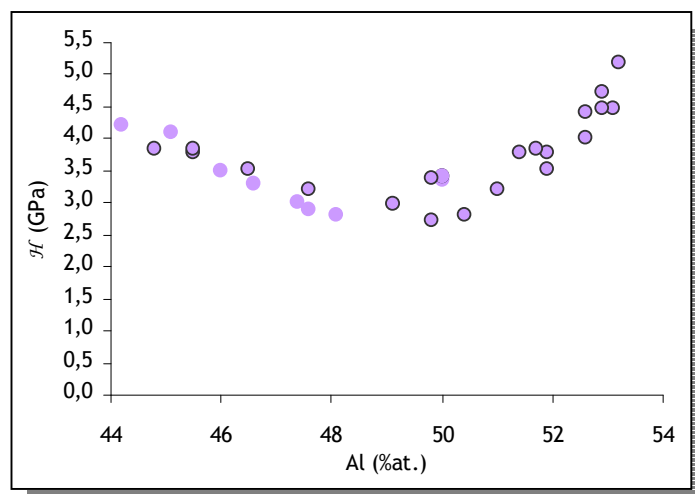


Figure 152 : Microdureté à température ambiante pour l'alliage binaire NiAl en fonction de la teneur en aluminium (● cette étude, ○ d'après [128]).

Pour ces alliages dont les teneurs varient entre 44 et 53 %at. d'aluminium, il a été observé une microdureté minimale de 2,8 GPa pour la composition stœchiométrique et qui augmente d'autant plus que l'on s'éloigne de cette composition ; celle-ci varie de 4,2 GPa pour l'alliage à 44 %at. à 5,2 GPa pour 53 %at. Aucune transformation de phase n'a été mise en évidence pour ces alliages qui sont de structures β -B2 dans la gamme des compositions testées.

b. Discussion des résultats de microdureté

Dans un premier temps, les résultats de microdureté obtenus dans cette étude ont été superposés aux résultats de microdureté obtenus par Lequeux [45] et Westbrook [157] sur des alliages similaires (**Figure 153**).

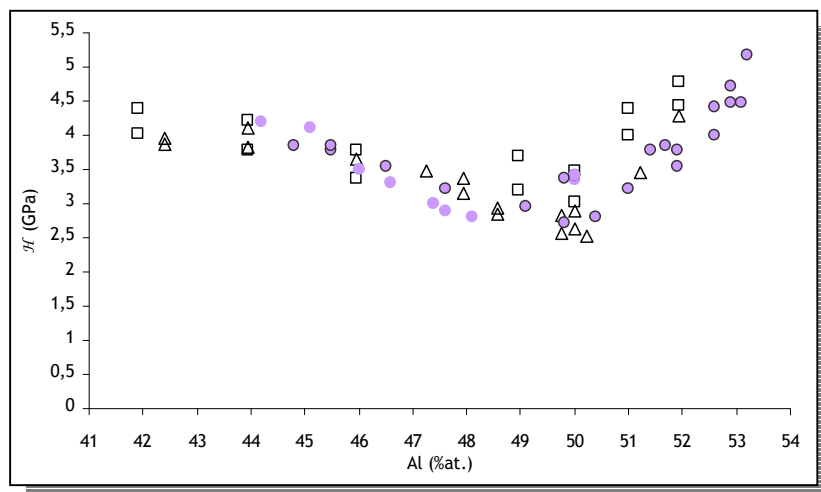


Figure 153 : Comparaison des résultats de microdureté obtenus avec notre moyen de microindentation instrumentée à température ambiante et ceux obtenus par Lequeux (Δ) [45] et Westbrook (\square) [157].

On remarque que les résultats obtenus concordent avec ceux extraits de ces deux auteurs et permettent ainsi de compléter le graphique de la Figure 152 pour les teneurs en aluminium inférieures à 44 %at.

L'évolution de la microdureté en fonction de la teneur en aluminium de l'alliage binaire NiAl est à relier au nombre de défauts de structure dans le matériau. En effet, le nombre de défauts de structure est minimal pour la composition stœchiométrique et augmente d'autant plus que l'on s'écarte de cette composition. La Figure 154 représente l'évolution du nombre de défauts en fonction de la composition de l'alliage binaire NiAl [158]. Ces défauts sont de deux sortes : d'une part, des atomes de nickel en antisite pour les compositions pauvres en aluminium ; d'autre part des lacunes de nickel pour les compositions riches en aluminium. Ces défauts conduisent à un durcissement du matériau d'autant plus important que l'on s'éloigne de la stœchiométrie.

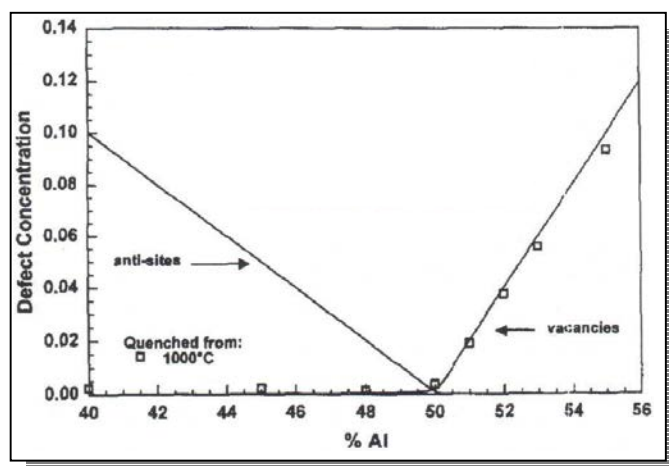


Figure 154 : Evolution de la densité de défauts de structure en fonction de la composition de l'alliage binaire NiAl (d'après [158]).

IV.2.1.2. Le module d'élasticité

a. Le module d'élasticité à température ambiante

a.1. Les résultats sur le module d'élasticité

Les valeurs de module d'élasticité par microindentation \mathcal{M} ont été déterminées à partir de la pente initiale de la courbe de déchargement de microindentation instrumentée, en utilisant la méthodologie mise en place par F.-H. Leroy et présentée au § III.2.1. La **Figure 155** représente l'évolution du module d'élasticité d'indentation à température ambiante de l'alliage binaire NiAl en fonction de la teneur en aluminium.

Des valeurs de module d'élasticité par microindentation instrumentée ont été obtenues pour des alliages ayant des teneurs d'aluminium allant de 44 à 50 %at. Dans cette gamme de composition, les alliages testés sont de structures β -B2. Le module d'élasticité par indentation varie de 140 GPa pour l'alliage à 44 %at. à 176 GPa pour 50 %at.

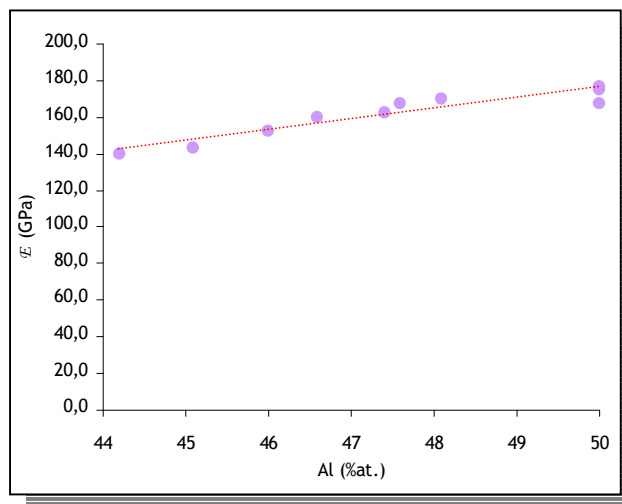


Figure 155 : Variation du module d'élasticité d'indentation \mathcal{M} du binaire NiAl à température ambiante en fonction de la teneur en aluminium de l'alliage.

Une régression linéaire basée sur la méthode des moindres carrés a été réalisée à partir des résultats de microindentation instrumentée, afin de relier les évolutions du module d'élasticité à la teneur en aluminium de l'alliage à température ambiante. La relation ainsi déduite est la suivante :

Équation 108
$$\mathcal{M}(\text{GPa})|_{T_{amb}} = 5,7 \cdot \text{Al}_{(\%at.)} - 110$$

a.2. Discussion des résultats du module d'élasticité

Pour valider la tendance mise en évidence plus haut, nous avons reporté les variations de module d'Young de l'alliage binaire NiAl polycristallin obtenues à partir des modèles de Voigt et Reuss

calculées à partir des constantes d'élasticité déterminées expérimentalement par Rusovič *et al.* [46].

On constate une très bonne concordance entre nos valeurs expérimentales par microindentation instrumentée et les tendances données par le calcul. Par ailleurs, nous pouvons remarquer un bon accord avec la valeur de module de Young déterminée expérimentalement par Moose sur un alliage stœchiométrique à température ambiante [54] par traction uniaxiale. Ces résultats confortent d'une part les moyens expérimentaux mis en jeu dans cette étude ; d'autre part, les méthodes d'analyse employées pour déterminer les propriétés mécaniques des aluminiums.

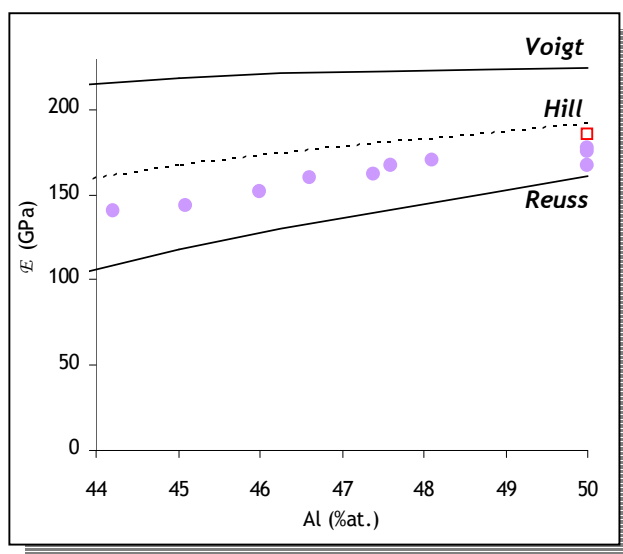


Figure 156 : Comparaison des résultats de module d'élasticité d'indentation \mathcal{M} obtenus à température ambiante et ceux obtenus par calcul (à partir des C_{ij} expérimentales) et expérimentalement par Moose (\square) (d'après [54]).

b. Le module d'élasticité en fonction de la température

L'échantillon de l'alliage binaire monocristallin $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50} \langle 001 \rangle$ a servi de référence dans cette partie de l'étude.

Des tests de microindentation instrumentée à 300, 500, 700 et 800°C ont été réalisés sur cet alliage, à une force maximale de 0,5 N et pour deux vitesses de chargement de l'ordre de 0,6 et 2,4 mN/s. Pour chaque test un palier de maintien de 3100 s a été réalisé à charge maximale constante. Les courbes réponse force - pénétration obtenues à ces températures pour cet alliage sont représentées à la Figure 157. Ces courbes sont comparées à la réponse obtenue à température ambiante sur ce même échantillon.

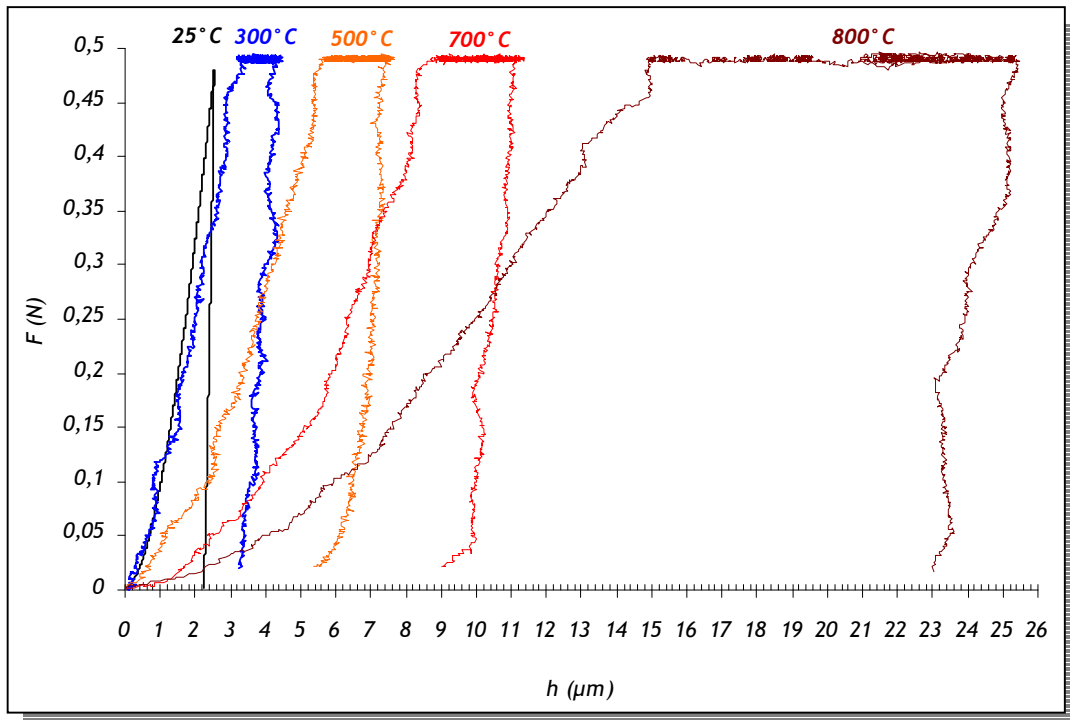


Figure 157 : Courbes réponse force - pénétration d'indentation instrumentée ($F_{max} = 0,5 \text{ N}$) en fonction de la température obtenues pour l'alliage $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50} \langle 001 \rangle$.

On remarque un effet incontesté de la température sur la réponse mécanique de l'alliage à un test de microindentation instrumentée. De ces résultats, l'évolution du module d'élasticité en fonction de la température a été déterminée à partir des pentes des courbes lors du déchargement en appliquant la relation déterminée par Takagi *et al.* [105] (Équation 30). A noter que cette méthodologie a déjà apporté des résultats probants sur un superalliage de type CMX4. Les résultats obtenus pour notre échantillon de $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50} \langle 001 \rangle$ sont rassemblés dans le *Tableau 30*.

| Température (°C) | | 25 | 300 | 500 | 700 | 800 |
|---------------------|-----------------------------|----------------|----------------|----------------|---------------|---------------|
| \mathcal{M} (GPa) | $v = 0,6 \text{ mN.s}^{-1}$ | - | $148_{\pm 41}$ | $155_{\pm 19}$ | $92_{\pm 13}$ | $73_{\pm 37}$ |
| | $v = 2,4 \text{ mN.s}^{-1}$ | $174_{\pm 13}$ | - | - | $99_{\pm 18}$ | $77_{\pm 21}$ |

Tableau 30 : Evolution du module d'élasticité de l'alliage binaire NiAl stœchiométrique par microindentation instrumentée en fonction de la température.

On remarque que le module d'élasticité diminue lorsque la température augmente. La relation entre le module d'élasticité et la température pour l'alliage binaire $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}$ est la suivante :

$$\text{Équation 109} \quad \mathcal{M}(\text{GPa})_{\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}} = 188 - 0,13 \cdot T(^{\circ}\text{C})$$

On notera que le module d'élasticité par indentation est peu sensible à la vitesse de déchargement dans la gamme de vitesse appliquée dans cette partie de l'étude.

Cette expression peut alors être mise en relation avec celle reportée par Miracle pour cette même nuance d'alliage [23]. En comparant les deux expressions, on s'aperçoit que celle déterminée par

microindentation instrumentée prévoit une diminution du module d'élasticité en fonction de la température 3 fois plus rapide que celle reportée par Miracle (variation déterminée à partir d'essais de traction en fonction de la température).

Dans un premier temps, nous avons incriminé le fait que l'on compare ici des résultats obtenus sur deux alliages respectivement mono- et polycristallin mais de même composition. Pour répondre à cette question, nous avons appliqué la même méthode qu'à température ambiante - celle-ci ayant montré son efficacité (§ IV.1.1.2.). Cette méthode s'appuie sur les travaux de Vlassak pour déterminer un module d'élasticité d'indentation à partir des constantes d'élasticité du monocristal (Annexe 8). Mise en place initialement à température ambiante, aucune restriction n'empêche d'employer cette méthode à haute température. Le **Tableau 31** rassemble les valeurs de constantes d'élasticité et de modules d'élasticité d'indentation calculées, $\mathcal{M}_{\langle hkl \rangle}^{Vlassak}$, pour l'alliage Ni₅₀Al₅₀ <001> aux différentes températures de test.

| Température (°C) | 25 | 300 | 500 | 700 | 800 |
|-----------------------------------------------------|-----|-------|-------|-------|------|
| C ₁₁ (GPa) | 207 | 197,5 | 192 | 186 | 183 |
| C ₁₂ (GPa) | 137 | 128 | 125,5 | 122,5 | 121 |
| C ₄₄ (GPa) | 112 | 11 | 96,5 | 91,5 | 91,5 |
| $\mathcal{M}_{\langle hkl \rangle}^{Vlassak}$ (GPa) | 172 | 164 | 156 | 149 | 146 |

Tableau 31 : Evolution du module d'élasticité d'indentation en fonction de la température, calculé par la méthode de Vlassak [155] à partir des constantes d'élasticité du monocristal Ni Al déterminées expérimentalement par Rusović [47].

La **Figure 158** rassemble dans un graphique les valeurs de module d'élasticité par indentation obtenues dans cette étude, ceux calculés par l'approche de Vlassak et ceux reportés par Miracle pour un alliage polycristallin stœchiométrique.

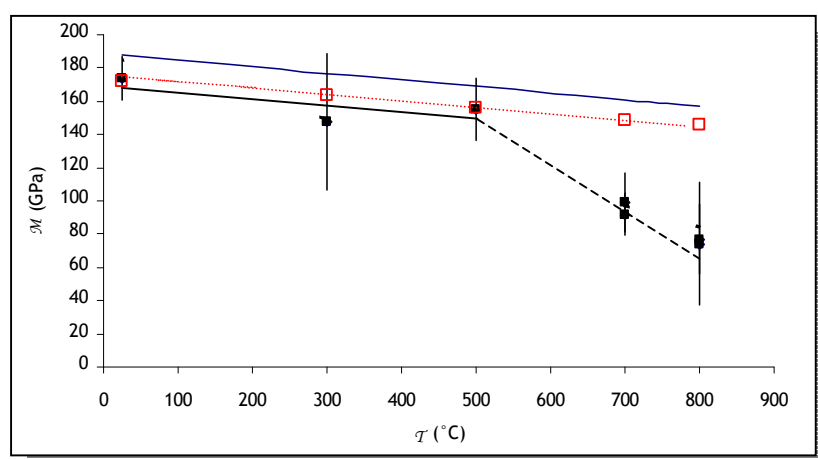


Figure 158 : Comparaison des modules d'élasticité obtenus par indentation instrumentée dans cette étude (■) pour l'alliage Ni₅₀Al₅₀ <001>, ceux calculés par l'approche de Vlassak (□) (d'après [155]) et ceux reportés par Miracle (—) pour un alliage polycristallin Ni₅₀Al₅₀ (d'après [23]).

On remarque que les modules d'élasticité d'indentation calculés par l'approche de Vlassak à partir des constantes d'élasticité du monocristal suivent la même évolution en fonction de la température que les modules d'Young reportés par Miracle pour un alliage polycristallin de même composition. On remarque aussi que les modules d'élasticité d'indentation obtenus à 300 et 500°C concordent bien avec ceux calculés par l'approche de Vlassak. Néanmoins on observe un écart significatif à 700 et 800°C. Pour comprendre de tels écarts entre nos résultats et ceux extraits de la littérature, nous nous sommes penchés sur les sources d'erreurs possibles dans la détermination des modules d'élasticité.

On notera que les incertitudes liées à la détermination du module d'élasticité par indentation instrumentée en fonction de la température sont très élevées. Ces incertitudes proviennent principalement de la détermination de la pente de la courbe de déchargement. En effet, celle-ci est d'autant plus difficile à définir que la courbe de déchargement est « perturbée ». Ces « perturbations » sont probablement dues aux faibles instabilités thermiques du dispositif pendant l'essai. Par ailleurs, les vitesses de déchargement appliquées dans cette partie de l'étude sont trop faibles. De ce fait, des phénomènes visqueux se produisent et pondèrent la réponse élastique du matériau lors du déchargement (en particulier à 700 et 800°C). Les améliorations apportées sur le dispositif d'indentation instrumentées et l'application d'une vitesse de déchargement plus élevée ont permis de diminuer significativement ces perturbations et par conséquent l'incertitude sur la détermination de la pente de la courbe de déchargement (Les essais micromécaniques n'ont pas été refaits pour cette composition). Il semble néanmoins délicat de déterminer un module d'élasticité d'indentation à haute température.

IV.2.1.3. Caractérisation en fluage de l'alliage $Ni_{50}Al_{50}$ $\langle 001 \rangle$

La caractérisation du fluage de l'alliage $Ni_{50}Al_{50}$ a été faite à partir des essais de fluage d'indentation réalisés à 700 et 800°C. A noter que deux essais de fluage d'indentation ont été réalisés à 800°C pour donner un ordre de grandeur sur la sensibilité de l'énergie d'activation. On rappelle que l'essai de fluage d'indentation consiste à réaliser un palier de maintien à charge maximale ($F_{max} = 0,5$ N) et à suivre l'évolution de la profondeur d'indentation en fonction du temps de ce palier de maintien (de l'ordre de 3200 s).

L'analyse des courbes de fluage d'indentation est faite par la suite en appliquant la méthodologie analytique mise en place dans cette étude pour déterminer les paramètres de fluage (n et Q) à partir des courbes obtenues. La **Figure 159** représente les courbes de fluage d'indentation obtenues pour l'alliage binaire $Ni_{50}Al_{50}$ $\langle 001 \rangle$ à 700 et 800°C ainsi que les courbes obtenues à partir de l'expression analytique du fluage d'indentation. On considère que le mécanisme de fluage est le même à ces deux températures ; l'exposant de contrainte n est le même pour ces deux tests. L'énergie d'activation est déduite des valeurs de B_0 obtenues pour chaque test.

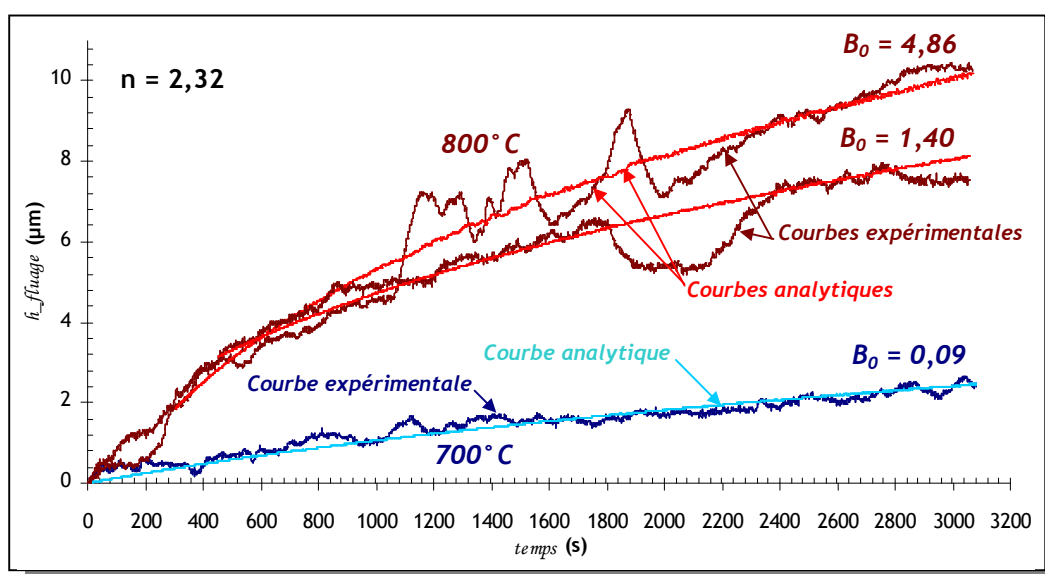


Figure 159 : Courbes de fluage d'indentation obtenues à 700 et 800°C pour l'alliage $Ni_{50}Al_{50} <001>$ et application du modèle d'analyse mis en place dans cette étude.

On notera d'importantes instabilités pendant les essais de fluage d'indentation à 800°C. Ces instabilités dont les origines peuvent être dues à une instabilité thermique du dispositif, et/ou à l'influence de la couche d'oxyde formée en surface, et/ou à la dégradation de la pointe d'indentation pendant l'essai de fluage, n'ont pas été prises en compte dans l'analyse des résultats.

On remarque que l'exposant de contrainte obtenu par fluage d'indentation à 700 et 800°C pour l'alliage $Ni_{50}Al_{50}$ est faible comparé aux valeurs extraites de la littérature ($4 < n < 7$ - **Figure 29**); mais nous avons déjà montré toute la difficulté de caractériser le fluage de ces alliages. Cette valeur relativement faible de l'exposant de contrainte nous laisse à penser que le mécanisme de fluage est assisté d'un mécanisme de diffusion - les températures de tests de fluage sont de l'ordre de $0,5.T_f$, et des phénomènes de diffusion sont possibles à ces températures.

A partir des valeurs de B_0 , on détermine l'énergie d'activation du mécanisme de fluage. Pour l'alliage $Ni_{50}Al_{50}$; celle-ci est de l'ordre de 293 ± 53 kJ/mol (**Figure 160**). Cette valeur est du même ordre de grandeur que l'énergie d'activation d'interdiffusion mis en évidence expérimentalement par Bouchet ($Q = 280$ kJ/mol [6]) ou par Kim *et al.* ($Q = 355$ kJ/mol [159]) pour ce même alliage. Ceci confirme alors le fait que le mécanisme de fluage soit assisté par un mécanisme diffusionnel à ces températures.

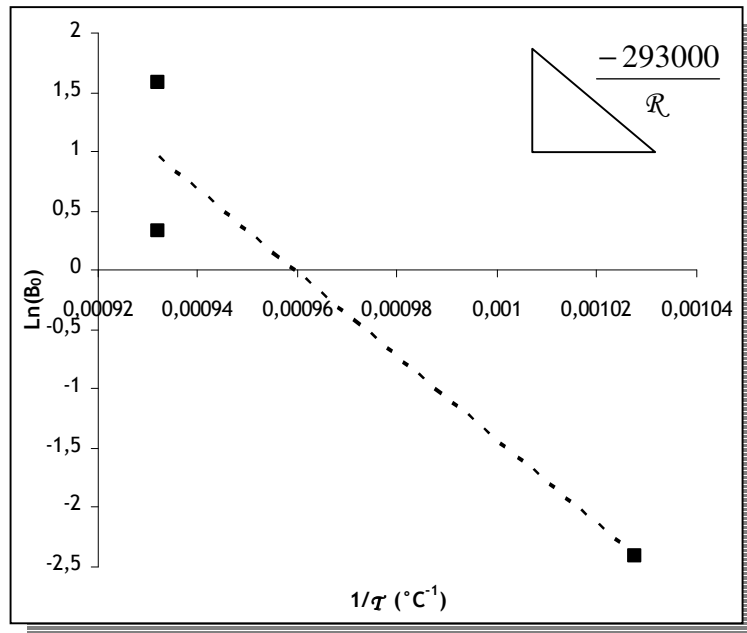


Figure 160 : Energie d'activation du mécanisme de fluage de l'alliage $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}$ par fluage d'indentation.

IV.2.1.4. La limite d'élasticité, $\sigma_{0,2\%}$, définie à 0,2% de déformation plastique

a. La limite d'élasticité à température ambiante

Dans la suite de notre travail, nous parlerons de limite d'élasticité comme étant égale à la contrainte à 0,2% de déformation plastique et éviter ainsi toute confusion avec la limite d'élasticité initiale R_0 .

L'évolution de la limite d'élasticité de l'alliage binaire NiAl en fonction de la composition a été déterminée par application de la méthode d'analyse par simulation numérique de l'essai d'indentation instrumentée (§ III.3.). La Figure 161 représente les courbes réponse force - pénétration de microindentation instrumentée (double cycle charge - décharge) obtenues sur 5 nuances d'alliage binaire β -B2 NiAl.

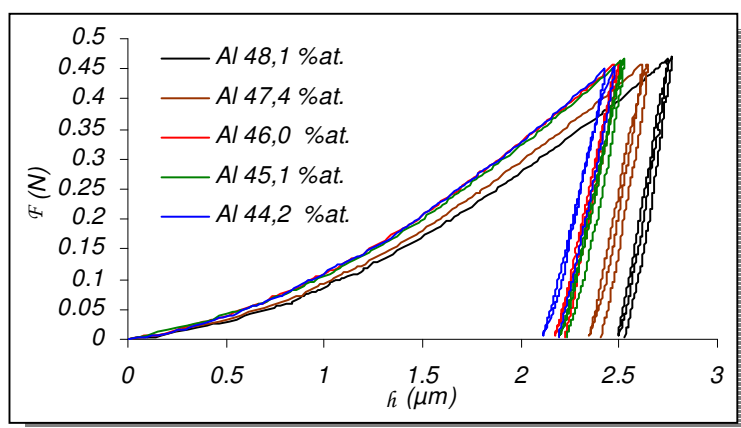


Figure 161 : Mise en évidence d'un effet de composition sur les courbes réponses force-pénétration de microindentation instrumentée sur l'alliage binaire NiAl à température ambiante.

On remarque un effet de la composition de l'alliage sur les résultats expérimentaux : la profondeur d'indentation maximale augmente avec la teneur en aluminium de l'alliage (entre 44 et 50 %at.) et ceci rejoint le fait que la dureté diminue (*Figure 152*). On notera par ailleurs, que l'ouverture du second cycle d'indentation est constante quelque soit la composition de l'alliage de cette phase et dans cette gamme de composition.

A température ambiante, on considère qu'aucun phénomène visqueux ne se produit et par conséquent on fixe par avance l'exposant de contrainte $n = 10$ et le coefficient de viscosité $K = 20$ MPa. Ceci conduit à une contrainte visqueuse associée $\sigma_v = 10$ MPa pour une vitesse de déformation de l'ordre de $0,001 \text{ s}^{-1}$.

Le module d'élasticité par indentation est introduit dans le calcul de simulation numérique sans risquer de fausser la détermination des propriétés plastiques. En effet, une bonne concordance a été établie précédemment entre les résultats d'indentation et les autres techniques de détermination du module d'élasticité.

Le nombre de paramètres mécaniques à déterminer est réduit à $\{R_0, C_1, C_2, C_3\}$ correspondant respectivement à la contrainte à 0 % de déformation plastique, et les trois coefficients de contraintes d'écrouissage cinématique.

L'application de la méthode d'analyse inverse par simulation numérique de l'essai d'indentation permet d'obtenir le jeu de paramètres mécaniques associé à la composition testée, lorsque la réponse numérique est optimisée par rapport à la réponse expérimentale. La *Figure 166* donne un exemple d'optimisation des courbes force-pénétration à partir des résultats obtenus à température ambiante pour l'alliage $(\text{Ni}_{51,7}\text{Pt}_{0,2})\text{Al}_{48,1}$.

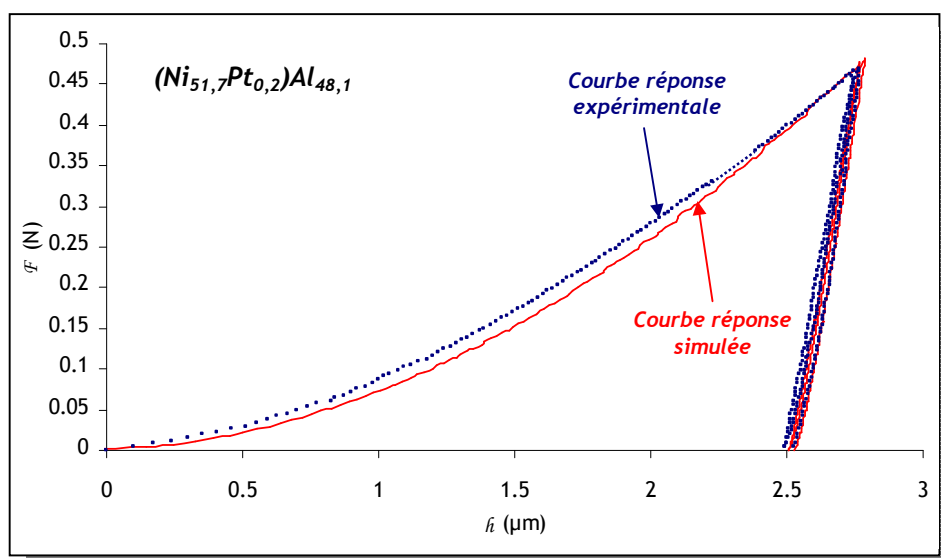


Figure 162 : Superposition des courbes réponse force - pénétration simulée et expérimentale obtenues à température ambiante pour l'alliage $(Ni_{51,7}Pt_{0,2})Al_{48,1}$.

Les différences que l'on peut remarquer entre la réponse simulée et la réponse expérimentale, notamment sur la courbe de chargement au premier cycle d'indentation, peuvent avoir plusieurs origines. Tout d'abord, le modèle numérique axisymétrique employé dans cette étude ne prend pas en compte le défaut de la pointe d'indentation observé expérimentalement. Ce défaut peut ainsi modifier la réponse élastoplastique du matériau. D'autre part, les diverses corrections apportées à la courbe expérimentale (souplesse du dispositif, correction du coude en fin de déchargement, détermination du début du test) jouent un rôle non négligeable sur la forme de la courbure de la courbe de chargement. Néanmoins on remarque une bonne concordance pour les profondeurs d'indentation maximale et résiduelle. Pour mieux apprécier, la superposition des résultats numériques et expérimentaux, en particulier pour le second cycle d'indentation, on représente l'évolution de la profondeur d'indentation en fonction du temps (*Figure 163*).

On remarque un très bon accord entre les courbes expérimentales et simulées en particulier à partir de la fin du chargement pour lequel l'écart relatif entre les deux courbes est inférieur à 2 %. Cet écart est le critère de validité retenu pour la détermination des paramètres mécaniques. Le *Tableau 32* rassemble les valeurs des paramètres de la loi de comportement déterminées pour cet alliage :

| | E (GPa) | n | K (MPa) | R_0 (MPa) | C_1 (MPa) $D_1 = 8500$ | C_2 (MPa) $D_2 = 150$ | C_3 (MPa) $D_3 = 10$ |
|--------------------------------|-----------|-----|-----------|-------------|-----------------------------|----------------------------|---------------------------|
| $(Ni_{51,7}Pt_{0,2})Al_{48,1}$ | 170 | 10 | 20 | 82,5 | 3576207 | 7374 | 2173 |

Tableau 32 : Tableau récapitulatif des paramètres mécaniques déterminés pour l'alliage $(Ni_{51,7}Pt_{0,2})Al_{48,1}$.

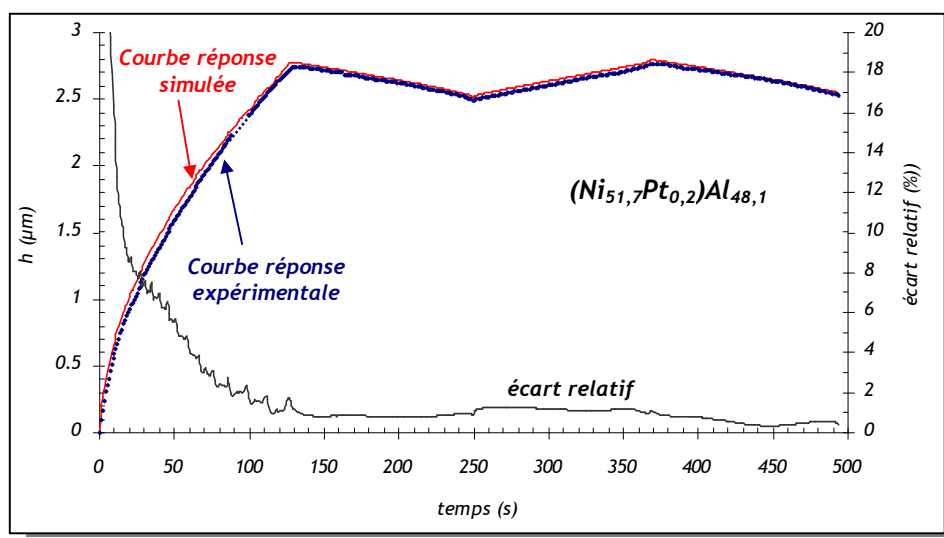


Figure 163 : Superposition des courbes réponse pénétration-temps simulée et expérimentale obtenues à température ambiante pour l'alliage $(Ni_{51,7}Pt_{0,2})Al_{48,1}$ et mise en évidence d'un écart relatif faible entre les deux courbes d'indentation instrumentée.

Cette méthode a été appliquée à 7 autres compositions d'alliage binaire. Pour faciliter l'exploitation numérique des résultats ainsi que leur analyse, et du fait que l'ouverture du second cycle d'indentation varie peu dans la gamme de composition étudiée, on suppose que les paramètres mécaniques à température ambiante de la loi de comportement suivent les mêmes variations, à savoir :

Équation 110
$$\frac{C_i^{(comp.j)}}{C_i^{(comp.k)}} = a$$

où les C_i sont les constantes d'érouissage et a une constante.

La **Figure 164** rassemble l'ensemble des résultats obtenus à température ambiante pour les paramètres mécaniques $\{R_0, C_1, C_2, C_3\}$ en fonction de la composition de l'alliage binaire NiAl - on rappelle que dans chaque cas on considère $n = 10$ et $K = 20$ MPa/s. Une régression linéaire permet de décrire l'évolution de chaque paramètre en fonction de la teneur en aluminium de l'alliage.

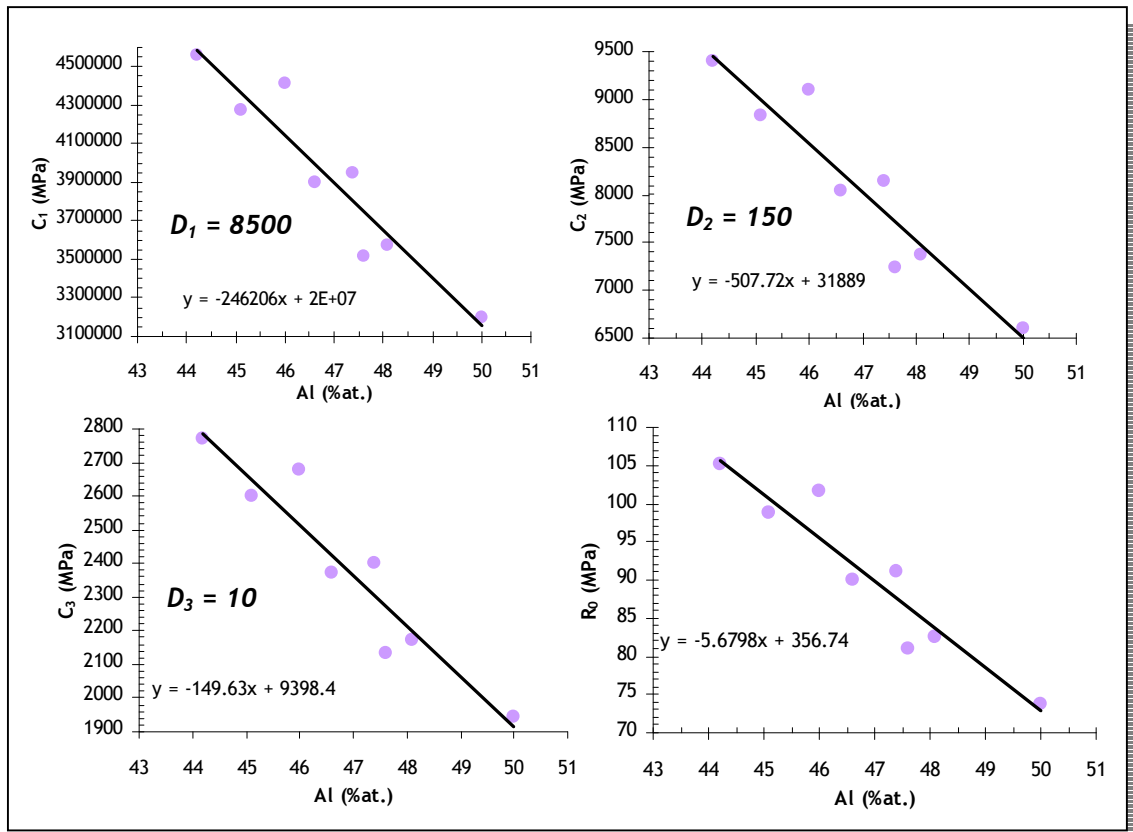


Figure 164 : Evolution des paramètres mécaniques à température ambiante de l'alliage binaire NiAl déterminés par simulation numérique de l'essai de microindentation instrumentée.

A partir de la loi de comportement ainsi déterminée pour chaque composition, on détermine la valeur de la contrainte à 0,2% de déformation plastique $\sigma_{0,2\%}$. Pour se faire, une simulation numérique d'essai de traction uniaxiale sur un élément de volume est réalisée pour chaque loi de comportement déterminée. La valeur de $\sigma_{0,2\%}$ est ensuite déterminée par lecture graphique de la courbe contrainte - déformation de l'essai de traction.

La **Figure 165** représente l'évolution de la limite d'élasticité à 0,2 % en fonction de la teneur en aluminium de l'alliage binaire.

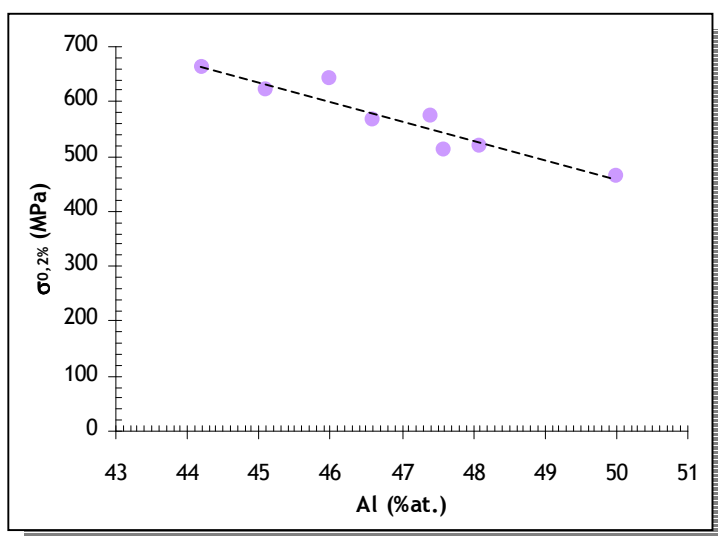


Figure 165 : Evolution de la limite d'élasticité à température ambiante en fonction de la teneur en aluminium de l'alliage binaire NiAl.

On remarque que la limite d'élasticité diminue quand la teneur en aluminium augmente. Cette variation, déterminée à partir des résultats de simulation numérique, est à rapprocher de celle de la dureté à température ambiante sur ces mêmes alliages. Comme pour la dureté, ces variations peuvent être expliquées par le rôle des défauts structuraux dont l'effet durcissant est d'autant plus important que la teneur en aluminium s'éloigne de la composition stœchiométrique. Par régression linéaire, la limite d'élasticité dépend de la teneur en aluminium de l'alliage par la relation suivante :

$$\text{Équation 111} \quad \sigma_{0,2\%} \text{ (MPa)} \Big|_{44 < \text{Al}_{\%at.} < 50} = 2240 - 35,8 \cdot \text{Al}_{(\%at.)}$$

Les valeurs de limite d'élasticité à température ambiante déterminées par microindentation instrumentée ont été comparées à celles d'alliages binaires polycristallins déterminées par compression [52] (Figure 166). Globalement, on remarque que la tendance et les valeurs sont respectées dans la gamme de compositions étudiées. On notera cependant un écart significatif pour l'alliage stœchiométrique. Cette différence peut s'expliquer par des procédés d'élaboration des échantillons différents.

On remarque par ailleurs que $\sigma_{0,2\%}$ augmente au-delà de la stœchiométrie. Ce point est à mettre en parallèle avec le nombre de défauts de structure (lacunes de nickel) augmentant d'autant plus que l'on s'éloigne de la composition stœchiométrique.

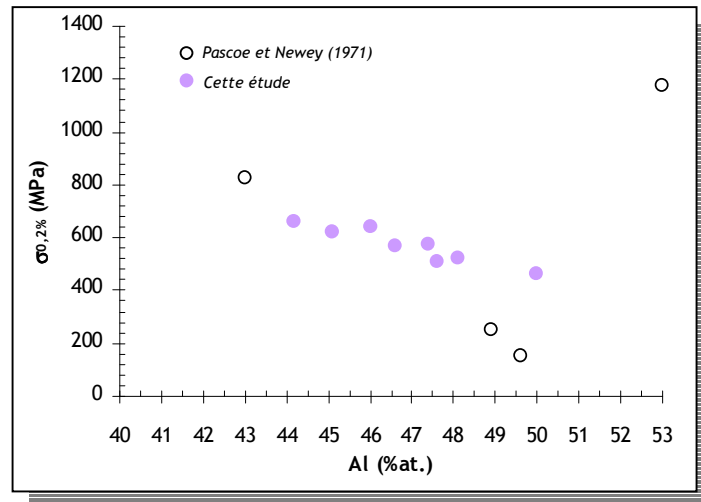


Figure 166 : Comparaison des limites d'élasticité obtenues par microindentation instrumentée avec celles obtenues par Pascoe et Newey par compression d'alliages binaires NiAl polycristallins à température ambiante (d'après [52]).

b. La limite d'élasticité en fonction de la température pour l'alliage Ni₅₀Al₅₀

La même démarche qu'à température ambiante a été appliquée à haute température pour une composition donnée. L'optimisation est faite de façon à ce que tous les paramètres de la loi de comportement évoluent du même rapport en fonction de la température. L'ajustement de la viscosité est alors assuré par la contrainte visqueuse σ_v dépendante de K et de l'exposant de contrainte n telle que $\sigma_v = K \cdot \dot{\epsilon}_p^{(1/n)}$. Nous avons considéré que les phénomènes visqueux étaient absents à 300 et 500 °C ; par conséquent n et K restent inchangés à ces températures (n = 10 et K = 20 MPa/s). A 700 et 800 °C, nous avons considéré la valeur d'exposant de contrainte déterminée par notre traitement analytique des courbes de fluage d'indentation, tel que n = 2,32. La **Figure 167** rassemble les résultats obtenus des paramètres mécaniques {R₀, C₁, C₂, C₃} en fonction de la température pour l'alliage binaire Ni₅₀Al₅₀. On notera que l'optimisation conduit à K = 8500 MPa/s à 700 °C (soit $\sigma_v = 433$ MPa) et K = 11500 MPa/s à 800 °C (soit $\sigma_v = 585$ MPa).

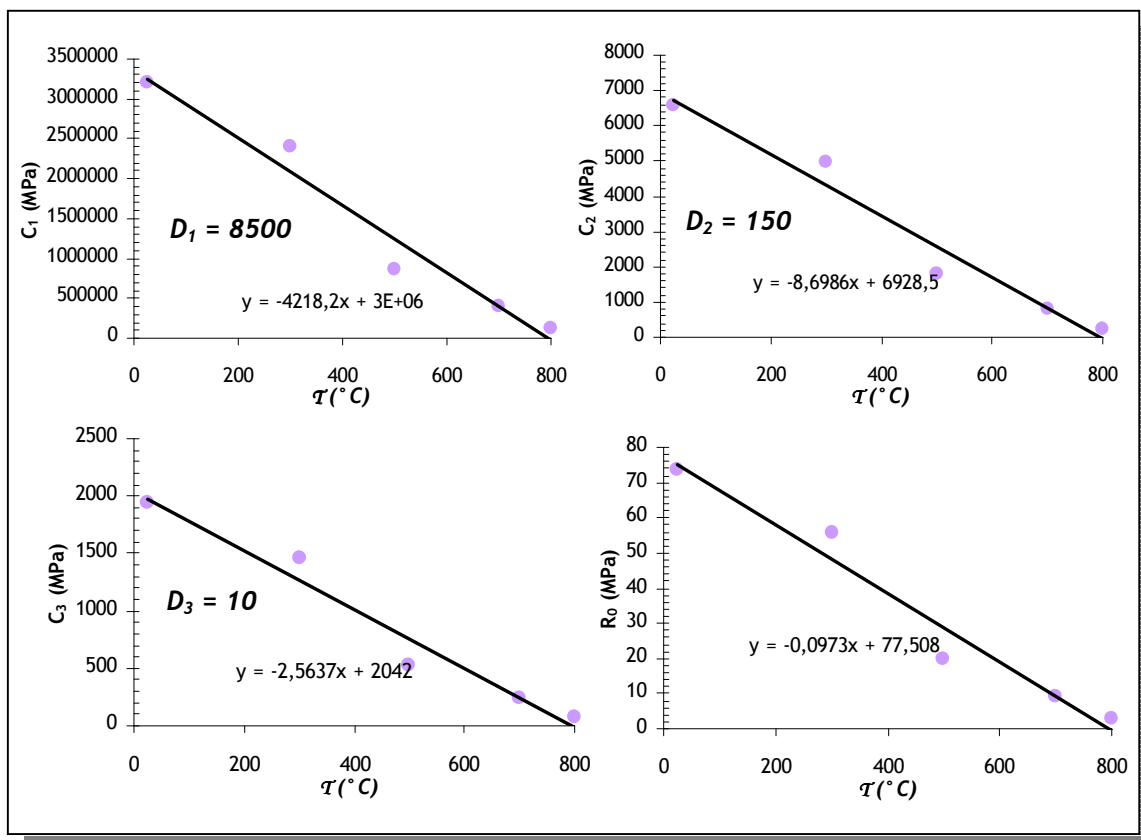


Figure 167 : Evolution des paramètres mécaniques en fonction de la température pour l'alliage binaire $Ni_{50}Al_{50}$ déterminés par simulation numérique de l'essai de microindentation instrumentée.

La **Figure 168** compare les profondeurs d'indentation en fin de chargement obtenues expérimentalement et par simulation numérique en fonction de la température et de la vitesse de chargement pour l'alliage $Ni_{50}Al_{50}$.

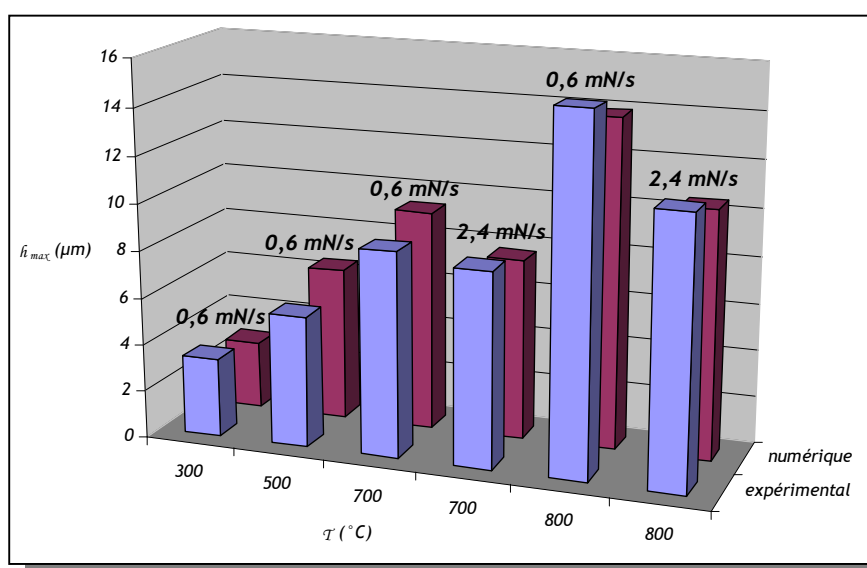


Figure 168 : Comparaison des profondeurs d'indentation en fin de chargement expérimentales et par simulation numérique en fonction de la température dans le cas de l'alliage binaire $Ni_{50}Al_{50}$.

On notera un bon accord entre les valeurs expérimentales et numériques. Les écarts entre expériences et simulations sont attribués aux incertitudes expérimentales, en particulier à la détermination du début du test et à l'erreur sur la souplesse du dispositif. La **Figure 169** montre l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température de l'alliage $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}$. On remarque d'une part que la limite d'élasticité décroît lorsque la température augmente. A noter les valeurs très faibles de la limite d'élasticité à 700 et 800 °C.

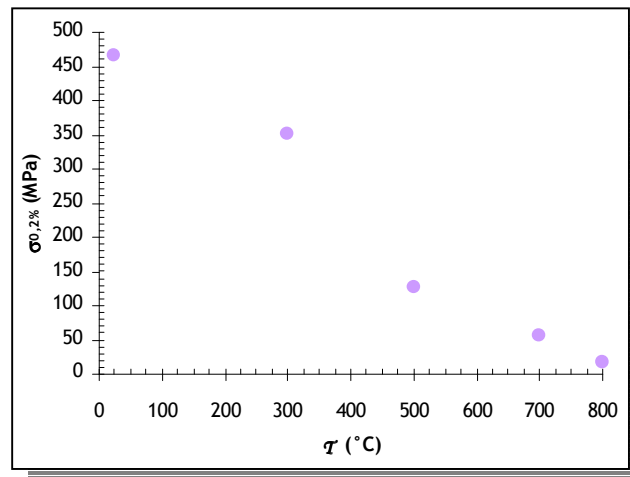


Figure 169 : Evolution de la limite d'élasticité de l'alliage binaire $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}$ en fonction de la température.

Ces résultats de la limite d'élasticité, $\sigma_{0,2\%}$, déterminée par microindentation instrumentée de l'alliage binaire $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}$ $\langle 001 \rangle$ sont comparés à ceux obtenus expérimentalement par Pascoe *et al.* [52] et Noebe *et al.* [24] par une méthode de caractérisation conventionnelle (**Figure 170**) pour deux alliages monocristallins $\langle 001 \rangle$ et $\langle 011 \rangle$ ainsi que deux alliages binaires polycristallins $\text{Ni}_{50,4}\text{Al}_{49,6}$ et $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}$.

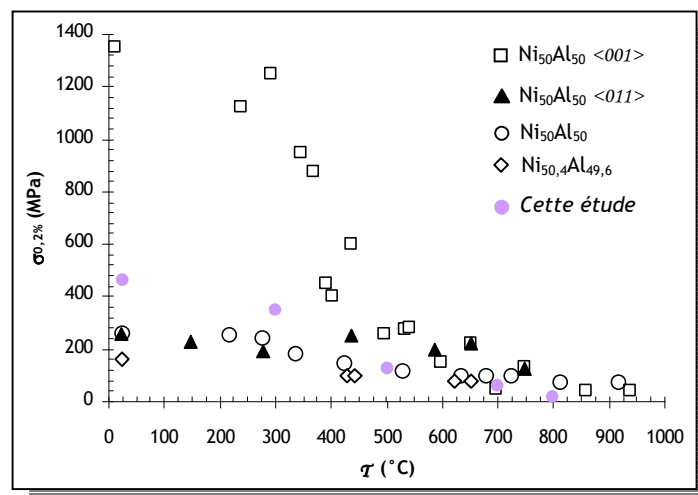


Figure 170 : Confrontation des résultats de limite d'élasticité déterminée par microindentation instrumentée et ceux extraits de la littérature (d'après [24, 52]).

On remarque que la limite d'élasticité déterminée par microindentation instrumentée de l'alliage binaire $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}$ $\langle 001 \rangle$ est du même ordre de grandeur que celle des alliages polycristallins dont la limite d'élasticité $\sigma_{0,2\%}$ en fonction de la température a été déterminée par des tests de compression. On remarquera par ailleurs, que les résultats obtenus sur notre alliage stœchiométrique d'orientation $\langle 001 \rangle$ sont plus proches des résultats obtenus sur l'orientation $\langle 011 \rangle$; la microindentation instrumentée ne permet pas de mettre en évidence les effets d'anisotropie du monocristal.



L'essentiel ...

Les propriétés mécaniques obtenues sur les alliages binaires NiAl à partir d'essai de microindentation instrumentée en fonction de la température ont montré leur validité en comparaison à celles déterminées par des essais conventionnels. Ceci valide alors la méthode d'analyse mise en place et permet de poursuivre cette étude par l'influence de l'addition d'éléments d'alliage sur les propriétés mécaniques.

IV.2.2. Influence de l'ajout d'éléments d'alliage

L'influence de l'addition d'éléments d'alliage tel que le platine, le ruthénium, et le zirconium sur les propriétés mécaniques des aluminures de nickel a été regardée à partir des résultats de microindentation instrumentée à température ambiante et à haute température obtenus sur les couples de diffusion réalisée dans cette étude.

IV.2.2.1. Influence de l'ajout de platine

On considère dans un premier temps uniquement les compositions d'alliage de la phase β -B2 (Ni,Pt)Al. Les compositions testées de cette phase à partir des couples de diffusion élaborés sont replacées dans la section isotherme à 1100°C du diagramme de phase du ternaire Ni-Al-Pt (*Figure 171*).

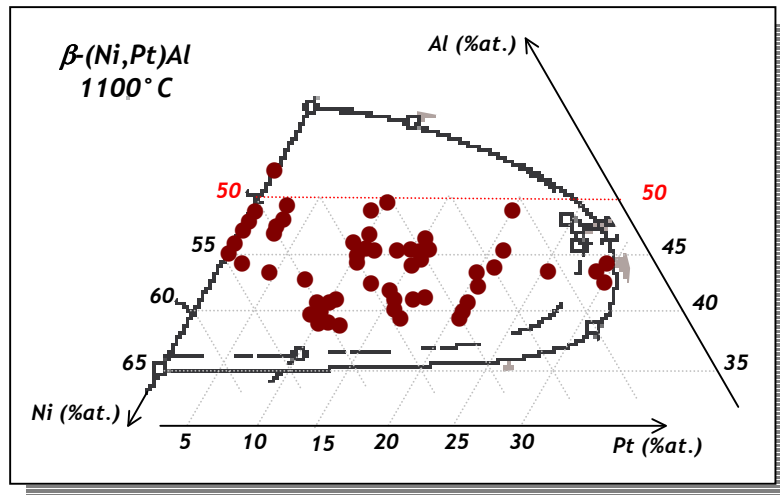


Figure 171 : Les compositions testées et replacées dans la section isotherme du diagramme de phase à 1100°C du ternaire Ni-Al-Pt.

a. Effet du platine sur les résultats de microdureté

a.1. Les résultats de microdureté

La **Figure 172** représente l'évolution de la microdureté des alliages ternaires (Ni,Pt)Al en fonction de la teneur en aluminium ($F_{max} = 0,5 \text{ N}$) à température ambiante. La couleur des points expérimentaux tient compte de la teneur en platine de l'alliage ternaire. Une large gamme de compositions de ces alliages a été testée : entre 35,5 et 53 %at. d'aluminium et entre 0 et 30 %at. de platine. Les alliages testés ici sont de structure β -B2 dans cette gamme de compositions - aucune transformation de phase n'a été mise en évidence pendant les tests d'indentation. Les résultats obtenus pour les nuances d'alliage (Ni,Pt)Al sont comparés sur cette même figure à ceux obtenus pour l'alliage binaire NiAl.

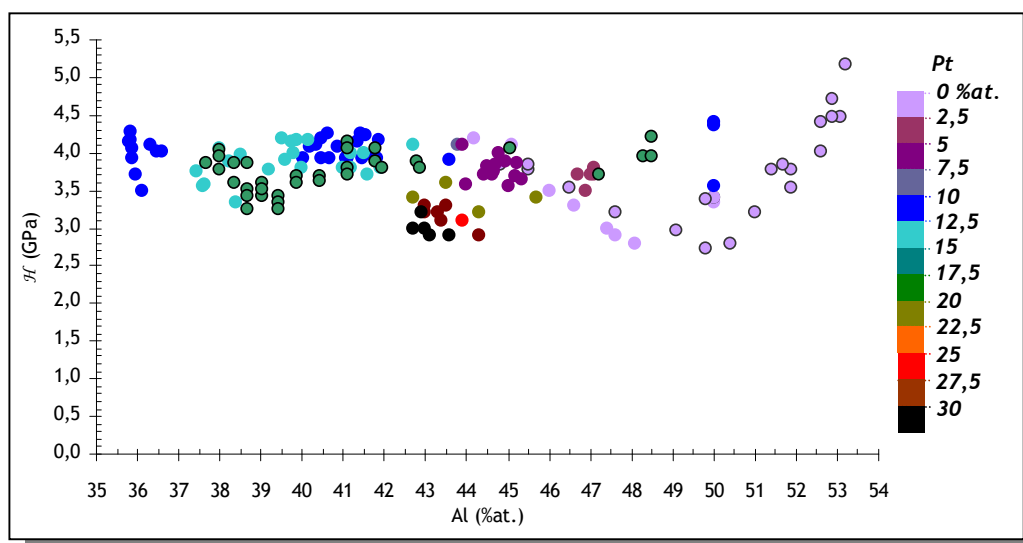


Figure 172 : Evolution de la microdureté à température ambiante en fonction de la composition de l'alliage (Ni,Pt)Al.

Les points expérimentaux cerclés de noir sont extraits d'une étude antérieure de Passilly et Mévrel sur ces mêmes alliages avec le même dispositif expérimental [128]. La méthode d'analyse mise en place dans notre étude a été appliquée aux résultats de ces auteurs de façon à pouvoir comparer les résultats obtenus dans notre étude.



L'essentiel ...

Deux tendances sont à remarquer à partir des résultats obtenus :

- **Si la teneur en aluminium est supérieure à 45 %at., l'ajout de platine augmente la dureté,**
- **Si la teneur en aluminium est inférieure à 45 %at., l'ajout de platine diminue la dureté.**

a.2. Discussion des résultats de microdureté pour l'alliage ternaire (Ni,Pt)Al

Pour les compositions d'alliages ternaires (Ni,Pt)Al dont la teneur en aluminium est supérieure à 45 %at., l'ajout de platine induit une augmentation des valeurs de microdureté, dont le taux de durcissement est estimé à partir de nos résultats de l'ordre de 120 MPa/Pt_(%at). Il s'agit là d'un cas de durcissement par substitution d'atomes. Il importe peu de savoir si le platine se substitue préférentiellement à l'aluminium ou au nickel ; en effet, dans les deux cas la présence de platine au sein de NiAl s'accompagne de distorsion du réseau cristallographique ($r_{Ni} = 0,124 \text{ nm} < r_{Pt} = 0,139 \text{ nm} < r_{Al} = 0,143 \text{ nm}$). Ces distorsions de réseau entraînent un durcissement de la structure cristalline.

Le durcissement de NiAl par substitution d'atomes est un phénomène déjà bien connu pour de nombreux atomes [24] mais l'effet du platine n'avait jusqu'alors fait l'objet d'aucune étude. En faisant l'hypothèse d'une relation linéaire entre la dureté et la limite d'élasticité $\sigma_{7\%}$ (tel que $\sigma_{7\%} \approx H/3$), il nous est alors possible de compléter la relation entre le taux de durcissement de NiAl et la taille de l'élément d'alliage proposée par Noebe *et al.* (*Figure 173*).

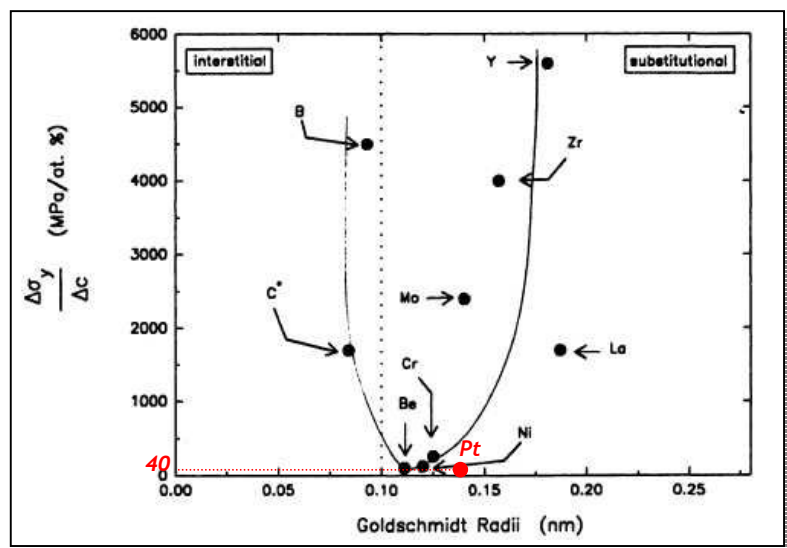


Figure 173 : Relation entre taux de durcissement de NiAl et taille de l'élément d'alliage [24] complétée par l'effet du platine mis en évidence dans notre étude.

A noter que le taux de durcissement induit par le platine sur la limite d'élasticité est faible (de l'ordre de 40 MPa/Pt_(%at.)).

Cependant, l'évolution des valeurs de microdureté des alliages ternaires (Ni,Pt)Al dont la teneur en aluminium est inférieure à 45 %at. est surprenante. Contre toute attente, cette évolution s'oppose au fait que le nombre de défauts de structure augmente :

- atomes de nickel en antisite pour les compositions plus pauvres en aluminium,
- substitution d'atomes par l'ajout de platine.

On notera par ailleurs que l'adoucissement est d'autant plus important que la teneur en platine de l'alliage est élevée. Il s'agit là d'une mise en évidence expérimentale d'une réorganisation des défauts de structures au sein de l'alliage ou de réarrangement d'atomes - cette précipitation des défauts, ou « clusterisation » est généralement accompagnée d'un adoucissement de la structure cristalline. Cet effet a déjà été mis en évidence par des observations MET d'alliages binaires NiAl riches en nickel [160] et peut être appliqué aux alliages (Ni,Pt)Al ; en effet, l'ajout de platine augmente le nombre de défauts de l'alliage. Des observations complémentaires par MET seraient nécessaires pour mieux comprendre cet effet.

a.3. Température de Transition Ductile / Fragile des alliages (Ni,Pt)Al

La Température de Transition Ductile / Fragile (notée *TTDF*) est généralement déterminée en suivant l'évolution de la limite d'élasticité $\sigma_{0,2\%}$ du matériau en fonction de la température. De façon similaire on peut déterminer cette *TTDF* en suivant l'évolution de la dureté du matériau en fonction de la température. Il est généralement difficile de parler de dureté dès que la température du test

d'indentation augmente. En effet, aux hautes températures le matériau a un comportement viscoplastique et les effets visqueux sont difficiles à prendre en compte dans l'analyse des résultats de dureté. Il faut alors être prudent et réaliser tous les tests à la même vitesse de chargement de façon à ce que les résultats obtenus soient comparables.

La *TTDF* est directement reliée à la facilité de déformer le matériau, en fonction de la température ; de ce fait, la *TTDF* est liée au nombre de systèmes de glissement activés que comporte le matériau. A basse température, β -NiAl, et a fortiori β -(Ni,Pt)Al, comporte seulement trois systèmes de glissement. Ces alliages sont donc difficilement déformables et ont un comportement fragile aux basses températures (dureté élevée). Lorsque la température augmente, d'autres mécanismes de déformation, mettant en jeu des phénomènes de diffusion peuvent être activés et la phase β -NiAl devient ductile et se déforme plus facilement. La température entre ces deux mécanismes est la *TTDF*, et on observe expérimentalement une diminution brutale de la dureté.

La détermination de la *TTDF* se fait plus précisément en suivant l'évolution de $\ln(\mathcal{H})$ en fonction de $1/T$. Ceci suppose implicitement que la déformation associée à l'indentation est un processus thermiquement activé, et que la dureté est étroitement liée à la limite d'élasticité.

Cette méthode a été appliquée à quatre échantillons d'alliages massifs (Ni,Pt)Al. Pour cela des essais de microdureté ($F_{max} = 1$ N) ont été réalisés dans une plage de température allant de 400 à 850°C. Deux indenteurs ont été utilisés pour cette étude. En effet, la dégradation rapide de l'indenteur Vickers en diamant au cours de l'étude nous a contraint à poursuivre ce travail avec un indenteur Vickers en saphir. Pour ces essais, l'axe mécanique d'indentation est piloté en déplacement. Chaque essai est mené à une vitesse de déplacement de l'indenteur constante de 0,5 $\mu\text{m/s}$. L'essai est interrompu et l'axe mécanique est relevé rapidement lorsque la force appliquée atteint la force maximale de consigne (1 N). A noter que la précision sur la mesure de la force pour ces essais est faible, de l'ordre de 0,5 %. Cette précision a été déterminée par B. Passilly par la réalisation d'une centaine d'essais de microdureté à 1 N et à différentes températures sur des alliages similaires. Cette faible erreur n'a pas d'effet significatif sur le calcul de microdureté.

L'empreinte réalisée à la surface du matériau est ensuite mesurée à la température du test. Les tests d'indentation ainsi que les mesures des empreintes ont été réalisés par Selezneff lors de son stage de fin d'étude de master II effectué au sein de l'équipe. La **Figure 174** rassemble l'ensemble des résultats obtenus pour les quatre nuances d'alliages (Ni,Pt)Al testées.

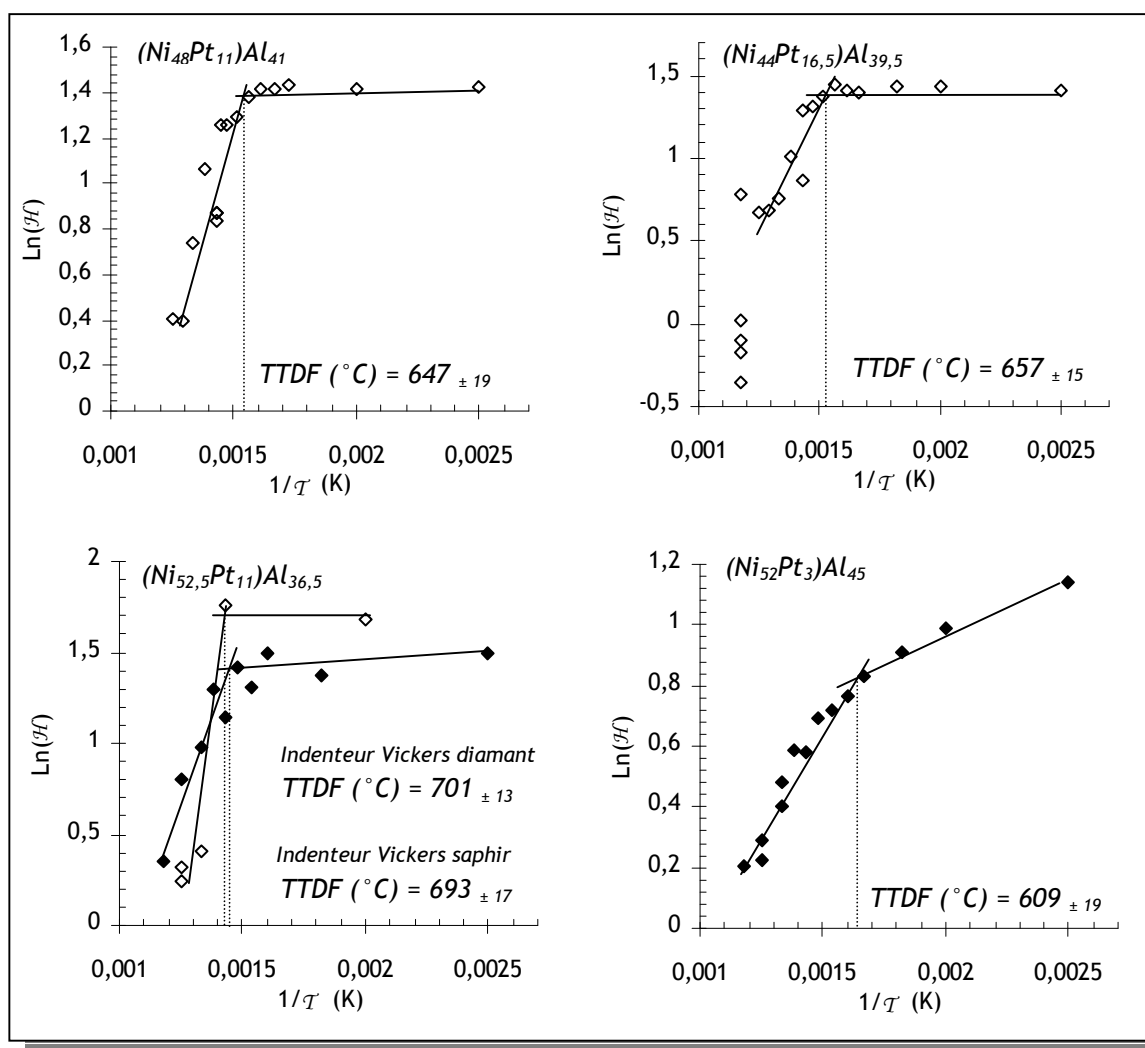


Figure 174 : Détermination des TTDF de quatre échantillons d'alliages massifs (Ni,Pt)Al par microindentation Vickers en diamant (◇) ou en saphir (◆).

On remarque dans un premier temps que la TTDF dépend de la composition de l'alliage testé. On notera par ailleurs que la nature de l'indenteur n'engendre pas de différence significative sur la détermination des TTDF, avec les précisions atteintes dans notre étude. Par conséquent, les résultats obtenus sur les alliages en indentation Vickers diamant peuvent directement être comparés à ceux obtenus avec un indenteur Vickers saphir.

La mise en commun des résultats obtenus dans ce travail nous a permis d'obtenir l'expression suivante, reliant la Température de Transition Ductile / Fragile aux compositions en aluminium et en platine de l'alliage :

$$\text{Équation 112} \quad TTDF(^{\circ}C) = 1135 - 11,5 \cdot Al_{(\%at.)} - 1,6 \cdot Pt_{(\%at.)}$$

On notera que la TTDF diminue lorsque les teneurs en aluminium et/ou en platine de l'alliage augmentent avec un effet moindre du platine.

Noebe et al. ont déterminé la *TTDF* d'un alliage polycristallin $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}$ - élaboré par métallurgie des poudres - à 550°C [161]. L'application de l'Équation 112 pour cette nuance d'alliage donne 560°C . Par ailleurs, le seul résultat de *TTDF* obtenu sur couche de liaison de barrière thermique est celui de Zhang et Heuer [162]. Ces auteurs déterminent une *TTDF* d'une couche de liaison brute d'élaboration de l'ordre de 580°C . Ils disent travailler dans leur article sur une couche de liaison brute d'élaboration semblable à celle de Pan *et al.* [76]. La composition supposée de cette couche est donc $(\text{Ni}_{37}\text{Pt}_{12})\text{Al}_{44}$ (+7 %at. Cr, Co, Ti, Re et W). L'application de l'Équation 112 pour cette nuance d'alliage donne 611°C . On notera un accord très satisfaisant entre les valeurs de mesurées de *TTDF* et celles calculées par la relation déterminée dans notre étude.

b. Effet du platine sur le module d'élasticité

b.1. ...à température ambiante

La Figure 175 représente l'évolution du module d'élasticité déterminé par microindentation instrumentée à température ambiante en fonction de la composition de l'alliage ternaire $\beta\text{-B2}$ (Ni,Pt)Al.

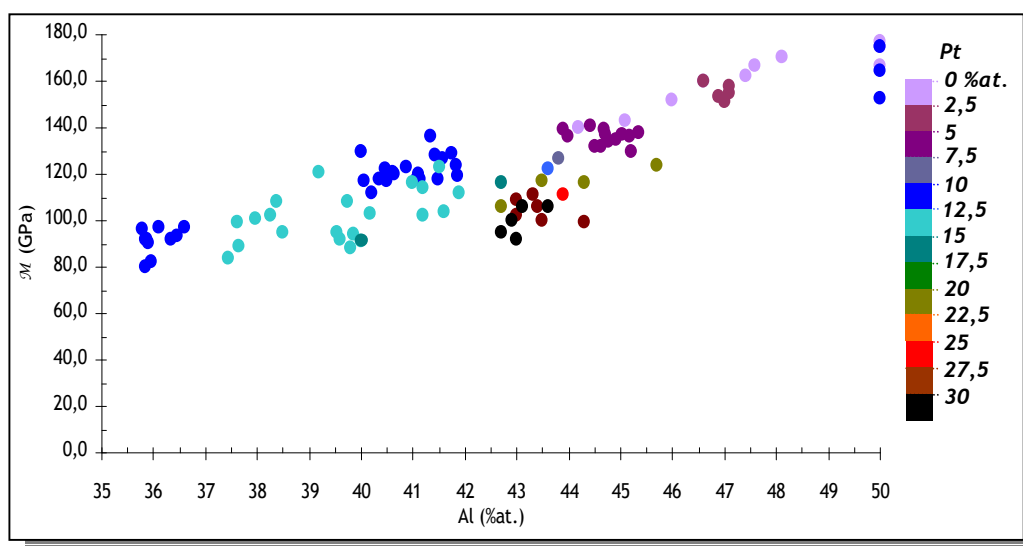


Figure 175 : Evolution du module d'élasticité d'indentation à température ambiante en fonction de la composition de l'alliage ternaire (Ni,Pt)Al.

En regardant l'évolution du module d'élasticité d'indentation à température ambiante de la Figure 175, on remarque que le module d'élasticité décroît :

- lorsque la teneur en aluminium diminue,
- lorsque la teneur en platine augmente.

Afin d'avoir une idée précise de l'effet du platine sur les variations du module d'élasticité, nous avons représenté par des régressions linéaires les évolutions du module d'élasticité en fonction de

la composition en platine de l'alliage ternaire pour quelques teneurs en aluminium (42, 43 et 46 %at.) (Figure 176). Nos résultats sont comparés aux modules d'Young d'alliages $(\text{Ni}_{50-x}\text{Pt}_x)\text{Al}_{50}$ déterminés par une méthode de propagation d'ondes acoustiques par Jiang *et al.* [68]. A noter que ces résultats sont les seuls connus à ce jour concernant l'influence de l'ajout de platine sur les propriétés élastiques des aluminures de nickel.

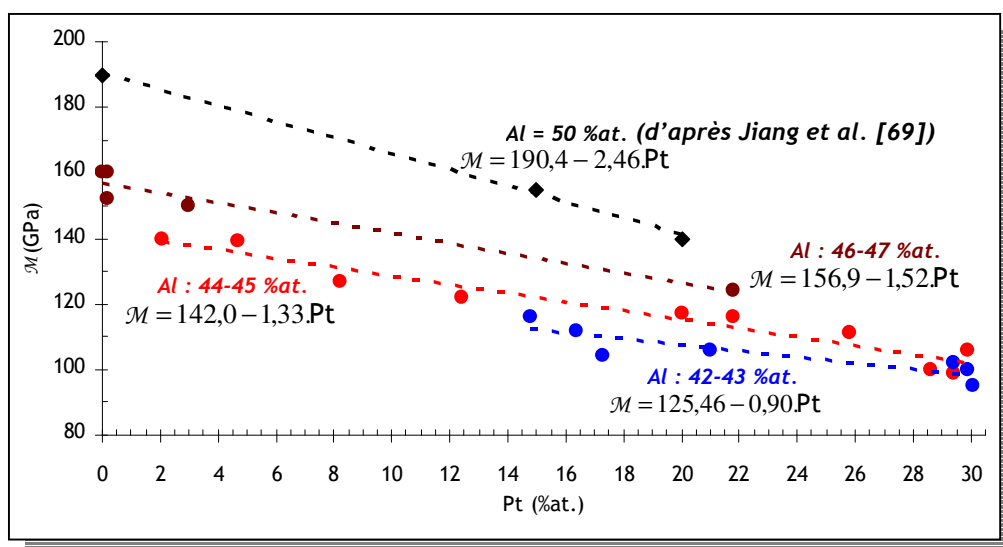


Figure 176 : Evolution du module d'élasticité d'indentation à température ambiante en fonction de la teneur en platine de l'alliage ternaire $(\text{Ni,Pt})\text{Al}$.

On remarque que le module d'élasticité d'indentation à température ambiante décroît lorsque la teneur en platine augmente. Ces résultats sont en accord avec ceux proposés par Jiang *et al.* pour un alliage stœchiométrique en aluminium. On remarque par ailleurs que le taux de diminution du module d'élasticité en fonction de la teneur en platine dépend aussi de la composition en aluminium.

La mise en commun de nos résultats avec ceux de Jiang *et al.* permet d'écrire la relation générale de l'évolution du module d'élasticité à température ambiante en fonction des teneurs en aluminium et en platine de l'alliage (exprimées en %at.):

$$\text{Equation 113} \quad \mathcal{M}(\text{GPa})\bigg|_{T_{amb}} = 6,52.Pt + 7,65.Al - 0,18.Pt.Al - 192,46$$

b.2. ...en fonction de la température

L'effet de la température sur le module d'élasticité des alliages $(\text{Ni,Pt})\text{Al}$ a été regardé à partir des résultats de microindentation instrumentée obtenus pour trois nuances d'alliages : $(\text{Ni}_{52}\text{Pt}_3)\text{Al}_{45}$, $(\text{Ni}_{49}\text{Pt}_{10})\text{Al}_{41}$ et $(\text{Ni}_{43,5}\text{Pt}_{16,5})\text{Al}_{40}$. Ces alliages sont de structure β -B2 dans la gamme de température de test (entre 700 et 850°C).

Les tests de microindentation instrumentée à haute température réalisés sur ces alliages différent de ceux de l'alliage binaire par l'application d'une vitesse de déchargement plus rapide afin d'estomper les effets visqueux à la décharge. La **Figure 177** regroupe les variations du module d'élasticité d'indentation en fonction de la température. Les modules d'élasticité ont été déterminés à partir de l'Équation 30.

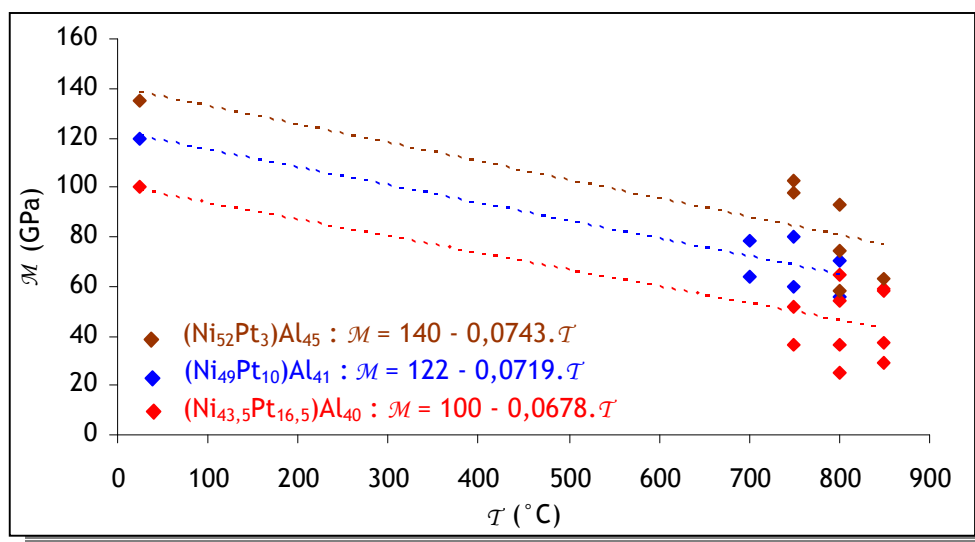


Figure 177 : Evolution du module d'élasticité en fonction de la température pour trois nuances d'alliage β -B2 (Ni,Pt)Al.

On remarque que le module d'élasticité des alliages β -B2 (Ni,Pt)Al décroît lorsque la température augmente. A noter que la dispersion des modules d'élasticité d'indentation à haute température est importante en raison notamment des difficultés de détermination de la pente de la courbe de déchargement.

Néanmoins, la diminution du module d'élasticité, considérée linéaire, est constante quelque soit la composition de l'alliage. Dans ce cas, on peut réécrire l'Équation 113 en tenant compte de l'effet de la température :

$$\text{Équation 114} \quad \mathcal{M}(\text{GPa}) = 6,52.Pt + 7,65.Al - 0,18.Pt.Al - 192,46 - 0,071.T$$

avec les compositions exprimées en %at., et la température T en °C.

c. Effet du platine sur les propriétés en fluage de la phase β -B2 (Ni,Pt)Al

Les propriétés en fluage de 10 nuances d'alliages β -B2 (Ni,Pt)Al ont été déterminées à partir des tests de fluage d'indentation et de la méthode d'analyse mise en place dans notre étude. Les résultats obtenus en terme d'exposant de contrainte n et d'énergie d'activation Q sont présentés dans le **Tableau 33**.

| Alliages (%at.) | n | Q (kJ/mol) |
|----------------------------------------------------------|------|------------|
| Ni ₅₀ Al ₅₀ | 2,32 | 293 |
| (Ni ₄₀ Pt ₁₀)Al ₅₀ | 1,91 | 278 |
| (Ni ₅₂ Pt ₃)Al ₄₅ | 1,69 | 196 |
| (Ni ₄₀ Pt ₁₅)Al ₄₅ | 1,73 | 253 |
| (Ni ₂₉ Pt ₂₉)Al ₄₂ | 1,33 | 163 |
| (Ni ₄₉ Pt ₁₀)Al ₄₁ | 1,47 | 210 |
| (Ni ₃₀ Pt ₂₉)Al ₄₁ | 1,58 | 169 |
| (Ni _{43,5} Pt _{16,5})Al ₄₀ | 1,62 | 273 |
| (Ni ₃₆ Pt ₂₄)Al ₄₀ | 1,54 | 115 |
| (Ni ₃₃ Pt ₂₇)Al ₄₀ | 1,46 | 130 |

Tableau 33 : Propriétés de fluage d'alliages (Ni,Pt)Al déterminées par essais de fluage d'indentation.

On remarque dans un premier temps que les valeurs d'exposant de contrainte obtenues par fluage d'indentation jusqu'à 850°C pour ces alliages, sont faibles comparées aux valeurs extraites de la littérature ($4 < n < 7$ - *Figure 29*); mais nous avons déjà montré toute la difficulté de caractériser le fluage de ces alliages, et en particulier par des essais de fluage d'indentation. L'alliage binaire Ni₅₀Al₅₀ en est un exemple. Comme pour cet alliage, ces valeurs relativement faibles de l'exposant de contrainte laissent à penser que le mécanisme de fluage est assisté d'un mécanisme de diffusion - les températures de tests de fluage sont de l'ordre ou supérieur à $0,5.T_f$ (la température de fusion des aluminures diminue d'autant plus que la teneur en aluminium est faible), et des phénomènes de diffusion sont possibles à ces températures.

Un autre point intéressant est à souligner ; l'énergie d'activation des phénomènes de fluage dépend de la composition de l'alliage. On remarque que l'énergie d'activation semble être plus sensible à la teneur en aluminium qu'à la teneur en platine. S'il est difficile de définir l'influence du platine sur ces valeurs, on peut néanmoins dire que l'énergie d'activation diminue quand la teneur en aluminium décroît - avec un maximum pour la composition stœchiométrique en aluminium. La *Figure 178* représente l'évolution de l'énergie d'activation déterminée par fluage d'indentation en fonction de la teneur en aluminium de l'alliage. Celle-ci est comparée aux énergies d'activation déterminées par des expériences d'interdiffusion pour des alliages binaires NiAl. On remarque une très bonne concordance entre ces différentes valeurs. Ceci confirme alors le fait que le mécanisme de fluage est assisté par un mécanisme diffusionnel à ces températures.

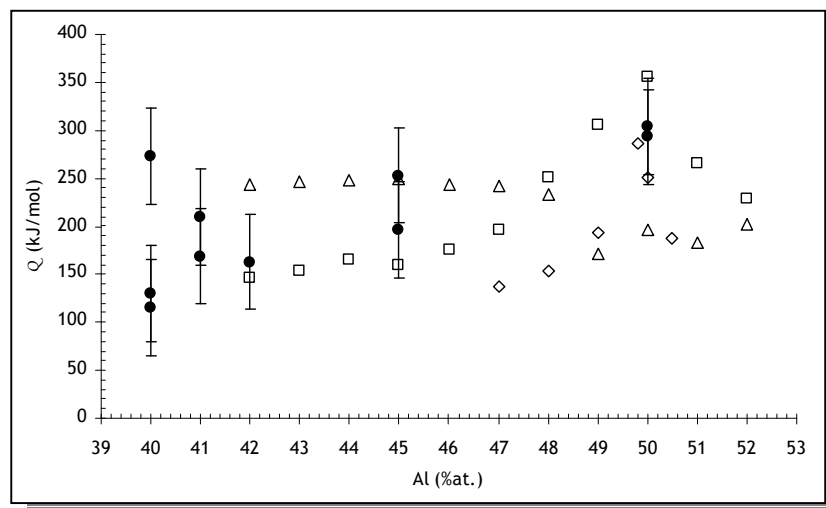


Figure 178 : Evolution de l'énergie d'activation déterminée par fluage d'indentation dans cette étude (●), comparée aux valeurs d'énergie d'activation déterminées par des expériences d'interdiffusion (□ Kim et al. [157], △Bouchet [6], ○ Shankar et al. [163]).

A titre d'exemple, la Figure 179 représente les courbes de fluage d'indentation à 750, 800 et 850 °C ($F_{max} = 0,5$ N, chargement PAS2) et les régressions obtenues pour l'alliage $(Ni_{52}Pt_3)Al_{45}$.

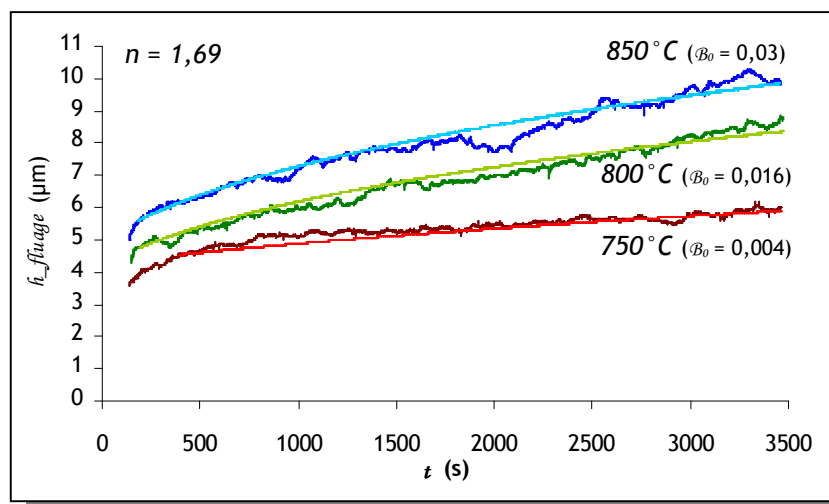


Figure 179 : Courbes de fluage d'indentation ($F_{max} = 0,5$ N - chargement PAS2) à 750, 800 et 850 °C et courbes de régression obtenues pour l'alliage $(Ni_{52}Pt_3)Al_{45}$.

Revenons néanmoins sur la fiabilité d'analyse des tests de fluage d'indentation. La Figure 180 compare les courbes de fluage d'indentation obtenues sur deux nuances d'alliage $(Ni_{52}Pt_3)Al_{45}$ et $(Ni_{40}Pt_{15})Al_{45}$ respectivement à $F_{max} = 0,5$ et $0,7$ N pour des temps de maintien sous charge de 3500 et 1500 s.

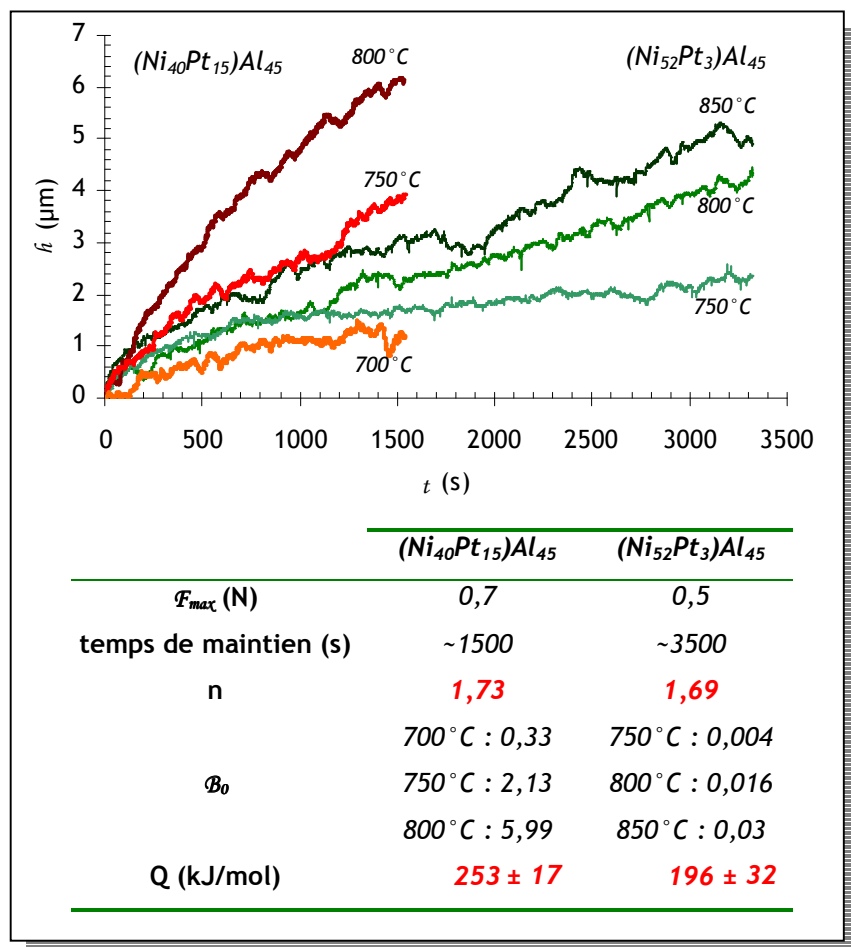


Figure 180 : Résultats de fluage d'indentation obtenus pour deux alliages de compositions proches pour différentes conditions de test.

On notera une très bonne concordance pour les résultats obtenus pour ces deux alliages. La différence d'exposant de contrainte est peu significative. La différence d'énergie d'activation est difficilement attribuable à un effet de composition car nos résultats se situent dans la fenêtre d'incertitude inhérente à cette méthode d'analyse). On remarquera d'une part que la réalisation d'essai de fluage d'indentation avec une force de maintien plus élevée exacerbe les phénomènes de fluage pour un temps de palier de maintien plus court; il est ainsi possible de réaliser des essais d'indentation instrumentée à haute température qui limitent la dégradation du dispositif en particulier de la pointe d'indentation en augmentant F_{max} .

d. Effet de l'ajout de platine sur la limite d'élasticité $\sigma_{0,2\%}$

d.1. ...à température ambiante

La même méthodologie d'analyse inverse de l'essai d'indentation instrumentée par simulation numérique a été employée pour déterminer l'évolution de la limite d'élasticité des alliages contenant du platine. On rappelle que cette méthode a déjà montré sa validité pour les nuances d'alliages binaires NiAl.

On se tiendra à traiter ici deux cas d'alliages à 40 et 43 %at. d'aluminium pour différentes teneurs en platine. La *Figure 181* et la *Figure 182* représentent les courbes d'indentation obtenues à température ambiante respectivement pour les alliages à 40 %at. et 43 %at. d'aluminium.

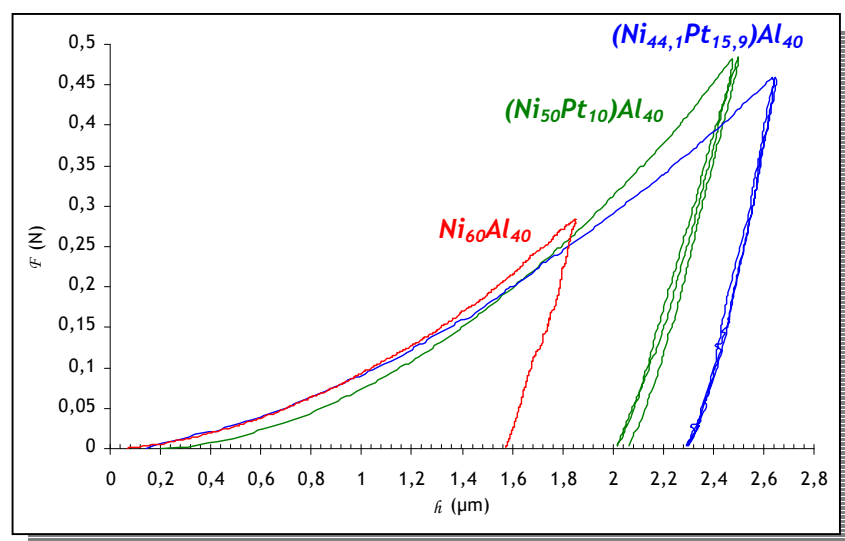


Figure 181 : Courbes réponse force - pénétration obtenues pour trois nuances d'alliages ayant la même teneur en aluminium (40 %at.).

On notera pour toutes ces courbes que le second cycle d'indentation varie peu quelque soit les teneurs en aluminium et en platine ; nous supposons alors que les paramètres mécaniques à température ambiante de la loi de comportement suivent les mêmes variations en fonction de la teneur en platine.

Ces courbes nous permettent par ailleurs de dénoter l'adoucissement des alliages quand la teneur en platine augmente ; en effet la profondeur d'indentation maximale est d'autant plus grande que la teneur en platine est élevée.

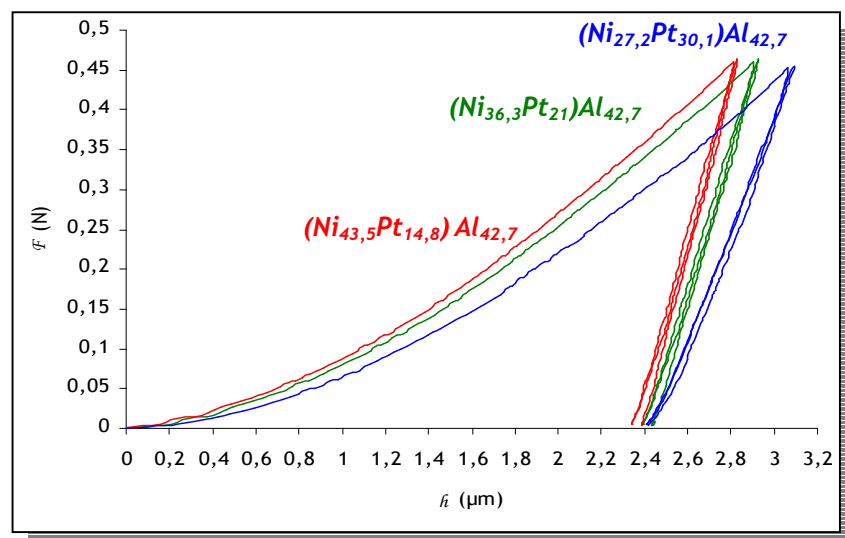


Figure 182 : Courbes réponse force - pénétration obtenues pour trois nuances d'alliages ayant une teneur en aluminium de 43 %at.

Les paramètres mécaniques identifiés pour ces 7 alliages à partir de simulation numérique par éléments finis de l'essai de microindentation instrumentée sont rassemblés dans le *Tableau 34*. On rappelle que les phénomènes visqueux sont supposés négligeables à température ambiante ; pour cela on choisit n et K constants quelque soit la composition de l'alliage.

| Alliage (%at.) | n | K (MPa/s) | R_0 (MPa) | $D_1 = 8500$ C_1 (MPa) | $D_2 = 150$ C_2 (MPa) | $D_3 = 10$ C_3 (MPa) |
|---------------------------------|-----|-------------|-------------|-----------------------------|----------------------------|---------------------------|
| $Ni_{60}Al_{40}$ | 10 | 20 | 99 | 4277787 | 8821 | 2599 |
| $(Ni_{50}Pt_{10})Al_{40}$ | | | 93 | 4013248 | 8276 | 2439 |
| $(Ni_{44,1}Pt_{15,9})Al_{40}$ | | | 89 | 3850290 | 7940 | 2340 |
| $(Ni_{43,5}Pt_{14,8})Al_{42,7}$ | | | 80 | 3483814 | 7184 | 2117 |
| $(Ni_{36,3}Pt_{21})Al_{42,7}$ | | | 76 | 3319893 | 6846 | 2017 |
| $(Ni_{27,2}Pt_{30,1})Al_{42,7}$ | | | 65 | 2816391 | 5807 | 1711 |
| $(Ni_{26}Pt_{30})Al_{44}$ | | | 72 | 3134289 | 6463 | 1905 |

Tableau 34 : Paramètres mécaniques identifiés pour les nuances d'alliages (Ni,Pt)Al à température ambiante.

La *Figure 183* compare les courbes réponses profondeur d'indentation - temps obtenues expérimentalement et par simulation numérique pour deux compositions d'alliage (Ni,Pt)Al.

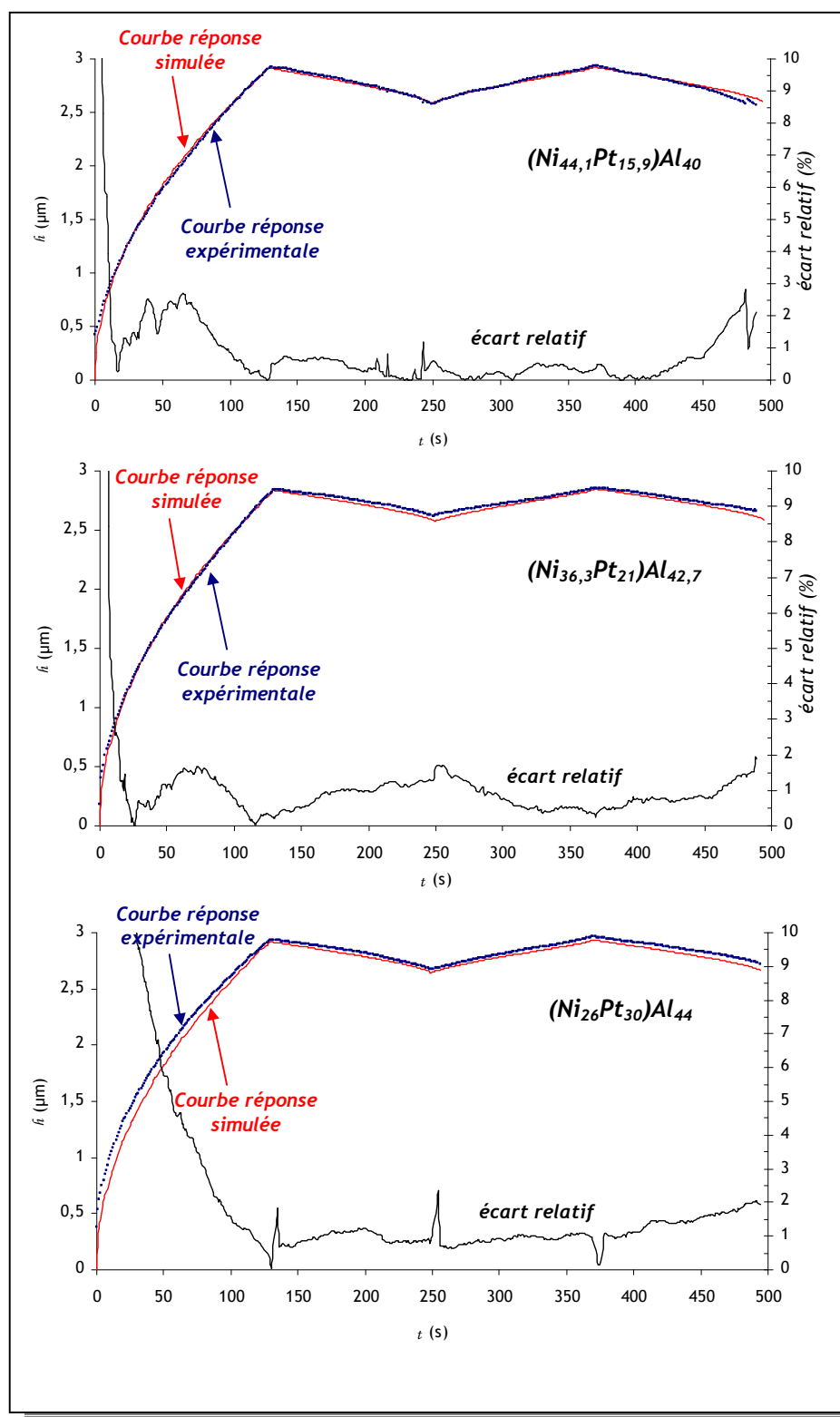


Figure 183 : Superposition des courbes réponse pénétration-temps simulée et expérimentale obtenues à température ambiante pour deux nuances d'alliage (NiPt)Al et mise en évidence d'un écart relatif faible entre les deux courbes d'indentation instrumentée.

On remarquera un très bon accord entre les réponses simulées et expérimentales ; le critère de validité de l'identification défini arbitrairement (écart relatif inférieur à 2 %) est respecté. Les

écarts plus important, généralement en fin de déchargement sont ignorés volontairement ; en effet, à faible charge, la gestion du contact indenteur matière devient problématique.

Pour chacune des identifications réalisées, une simulation numérique d'essai de traction uniaxiale sur un élément de volume est réalisée de façon à déterminer la valeur de $\sigma_{0,2\%}$. La **Figure 184** représente l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la teneur en platine des alliages étudiés à température ambiante.

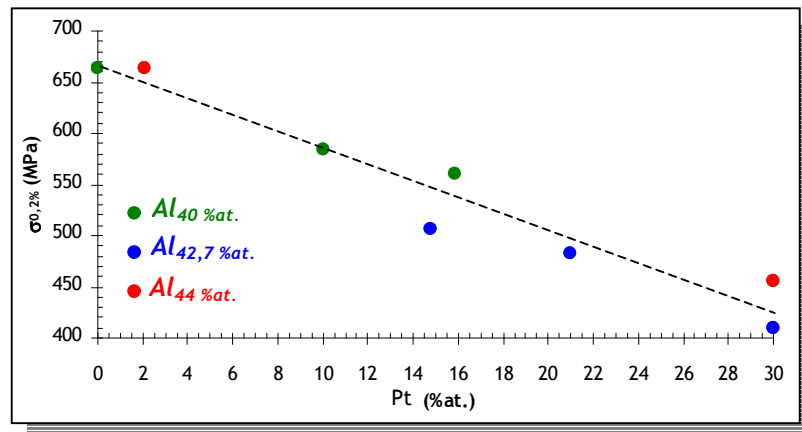


Figure 184 : Evolution de la limite d'élasticité ($\sigma_{0,2\%}$) à température ambiante en fonction de la teneur en platine des alliages β -B2 (Ni,Pt)Al

On remarque clairement que la limite d'élasticité des aluminures de nickel modifiés au platine décroît lorsque la teneur en platine augmente. Par ailleurs, on notera que la teneur en aluminium n'a pas d'effet significatif sur la limite d'élasticité dans cette gamme de composition.

La mise en commun de ces résultats nous permet d'obtenir l'expression de la limite d'élasticité à température ambiante en fonction de la teneur en platine d'alliages (Ni,Pt)Al contenant entre 40 et 44 %at. d'aluminium :

$$\text{Équation 115} \quad \sigma_{0,2\%} \text{ (MPa)} \Big|_{40 < \text{Al}(\% \text{at.}) < 44} = 660 - 7,97 \cdot \text{Pt}(\% \text{at.})$$

d.2. ...en fonction de la température

Nous avons choisi d'identifier le comportement mécanique en température de deux alliages (Ni,Pt)Al de compositions distinctes : $(\text{Ni}_{52}\text{Pt}_3)\text{Al}_{45}$ et $(\text{Ni}_{43,5}\text{Pt}_{16,5})\text{Al}_{40}$. Ces deux alliages sont de structure β -B2 dans la gamme de températures étudiées. Dans un premier temps, nous avons comparé les réponses micromécaniques d'indentation obtenues en fonction de la température pour ces deux alliages. La **Figure 185** représente les courbes réponse force-pénétration en chargement, pour deux vitesses de chargement respectivement 0,6 mN/s (PAS1) et 2,4 mN/s (PAS2).

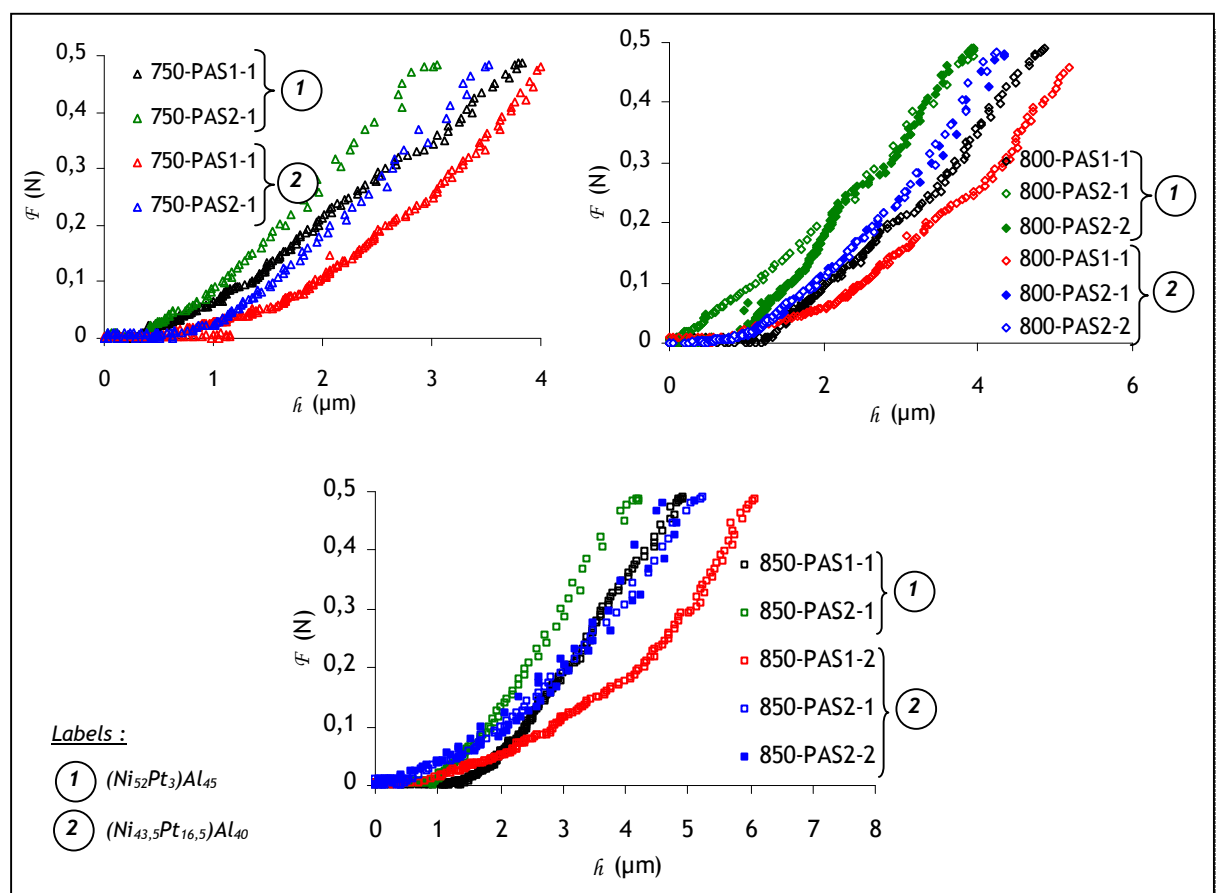


Figure 185 : Comparaison des courbes réponse force-pénétration lors du chargement pour les alliages $(Ni_{52}Pt_3)Al_{45}$ et $(Ni_{43,5}Pt_{16,5})Al_{40}$ à 750, 800 et 850 °C.

On remarque que les courbes obtenues au chargement pour l'alliage plus riche en aluminium $(Ni_{52}Pt_3)Al_{45}$ sont placées en avant des courbes de chargement du second alliage $(Ni_{43,5}Pt_{16,5})Al_{40}$ quelque soit la température et la vitesse de chargement. A noter que l'effet de vitesse (différence entre les profondeurs maximales d'indentation à la fin du chargement pour les deux vitesses de charge) est le même lorsque l'on compare ces deux alliages à la même température.

En comparant les courbes de fluage d'indentation obtenues pour ces deux alliages à ces températures (Figure 186), on remarque que l'alliage plus riche en aluminium a une meilleure résistance en fluage. Nous faisons ici l'hypothèse que l'effet induit par le platine sur le comportement en fluage de ces alliages est faible devant celui de l'aluminium. Les différences observées sur les courbes de chargement sont alors principalement induites par des comportements visqueux différents de ces deux alliages.

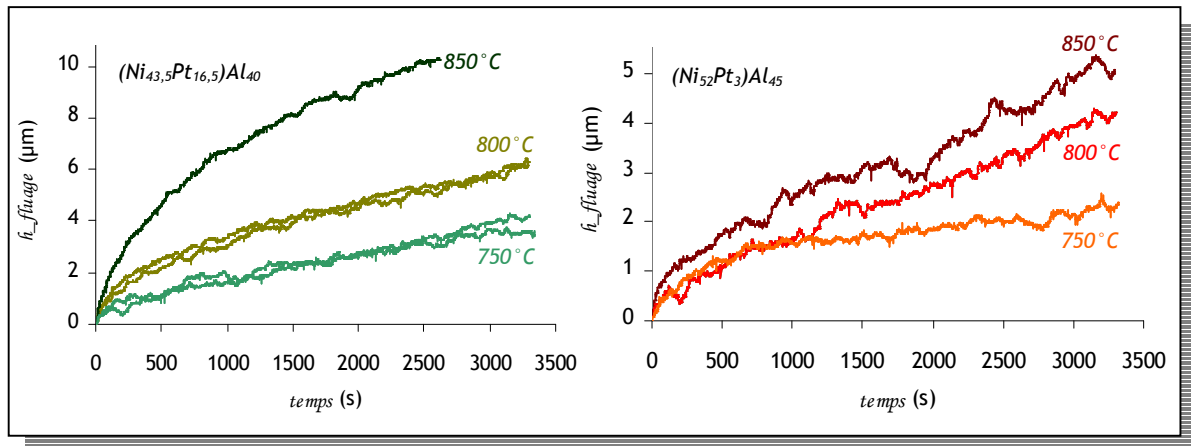


Figure 186 : Comparaison des courbes de fluage d'indentation obtenues à 750, 800 et 850 °C pour deux alliages (Ni,Pt)Al.

A partir de ces observations, nous supposons afin de faciliter l'analyse que l'effet de la température sur les propriétés mécaniques au travers des coefficients $\{C_1, C_2, C_3, \text{ et } R_0\}$ des alliages β -B2 (Ni,Pt)Al est constant quelque soit la composition de l'alliage (Figure 188). L'effet de la composition sera pris en compte dans la détermination des paramètres de viscosité de l'alliage. L'optimisation est faite dans ce sens. L'ajustement est alors assuré par la contrainte visqueuse σ_v dépendante de K et de l'exposant de contrainte n. Comme pour l'alliage binaire, nous avons considéré la valeur d'exposant de contrainte déterminée en employant la méthodologie analytique mise en place dans ce travail sur les essais de fluage d'indentation à 750, 800 et 850 °C. Pour ces deux alliages $n = 1,62$ et $1,69$ respectivement pour $(Ni_{43,5}Pt_{16,5})Al_{40}$ et $(Ni_{52}Pt_3)Al_{45}$.

Les variations du paramètre de viscosité K en fonction de la température et de la composition de l'alliage sont rassemblées à la Figure 187.

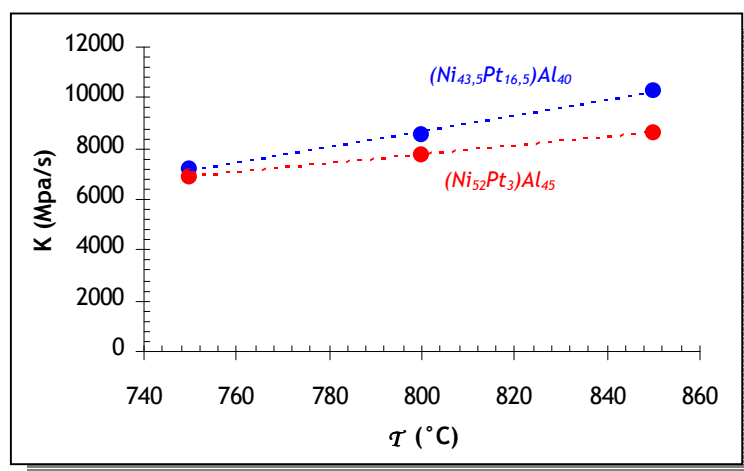


Figure 187 : Variations du paramètre de viscosité K en fonction de la température pour les deux nuances d'alliage (Ni,Pt)Al.

La mise en commun de ces résultats a permis d'établir la relation entre le paramètre de viscosité K , la température et la teneur en aluminium de l'alliage, tel que :

$$\text{Équation 116} \quad K(\text{MPa/s}) = 22.T - 206.A\text{l} - 950$$

Avec T en $^{\circ}\text{C}$, et Al en %at.

La **Figure 188** rassemble les résultats obtenus des paramètres mécaniques $\{R_0, C_1, C_2, C_3\}$ en fonction de la température pour ces deux alliages.

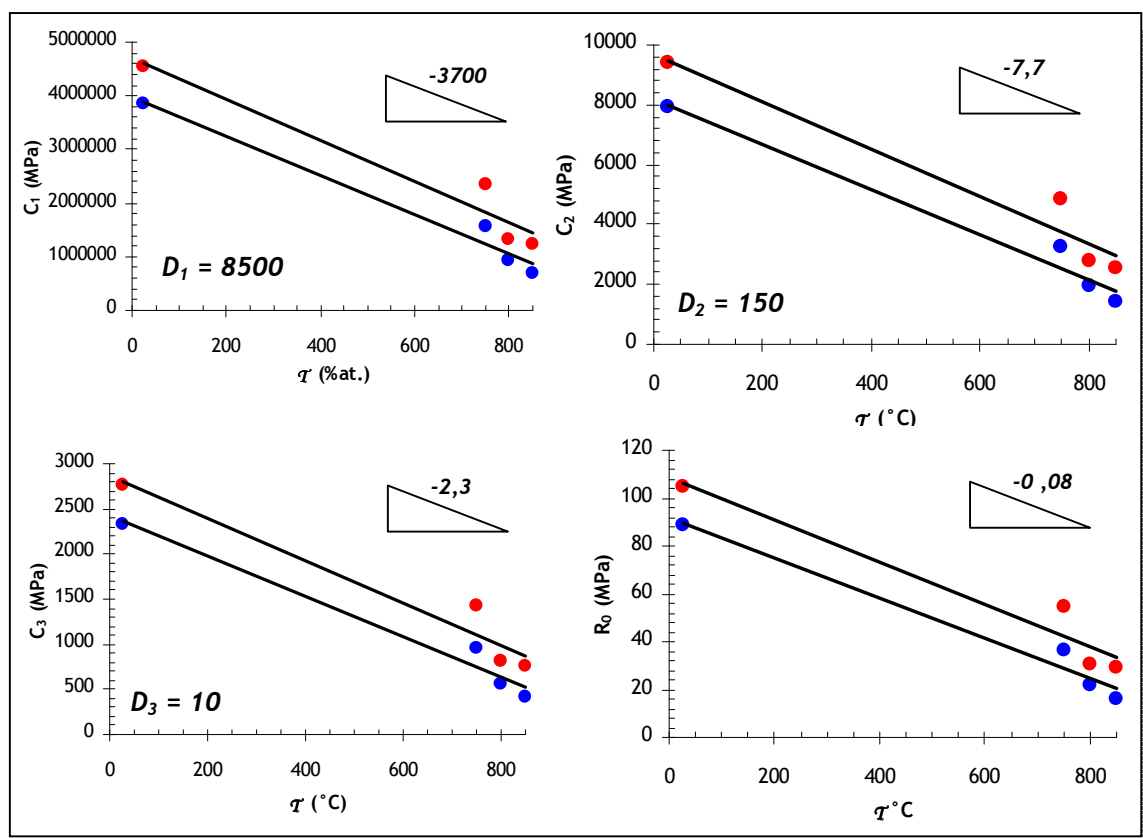


Figure 188 : Evolution des paramètres mécaniques déterminés par simulation numérique de l'essai de microindentation instrumentée en fonction de la température pour les alliages $(\text{Ni}_{43,5}\text{Pt}_{16,5})\text{Al}_{40}$ (●) et $(\text{Ni}_{52}\text{Pt}_3)\text{Al}_{45}$ (●).

La **Figure 189** montre l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température des deux nuances d'alliage $(\text{Ni,Pt})\text{Al}$. Comme pour le cas de l'alliage binaire $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{50}$, auquel sont comparés les résultats obtenus pour les alliages $(\text{Ni,Pt})\text{Al}$, on remarque d'une part que la limite d'élasticité $\sigma_{0,2\%}$ décroît lorsque la température augmente ; d'autre part cette diminution peut être décrite de façon linéaire. Pour les alliages $(\text{Ni,Pt})\text{Al}$, cette diminution est donnée par la relation :

$$\text{Équation 117} \quad \sigma_{0,2\%}(\text{MPa}) = 1450 - 4.\text{Pt} - 18.\text{Al} - 0,54.T$$

avec T la température exprimée en $^{\circ}\text{C}$, et les teneurs en aluminium et en platine exprimées en %at.

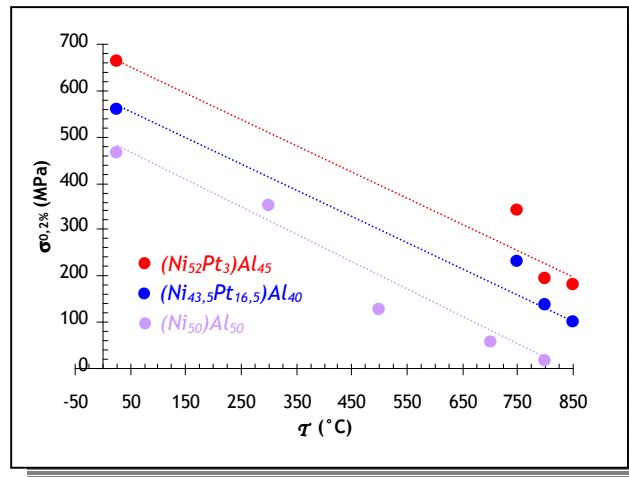


Figure 189 : Evolution de la limite d'élasticité en fonction de la température des alliages (Ni,Pt)Al en fonction de la température et comparé à celle de l'alliage binaire $Ni_{50}Al_{50}$.

e. Effet du platine sur la transformation martensitique des aluminures de nickel

La transformation martensitique des alliages ternaires (Ni,Pt)Al a été mise en évidence pour les nuances d'alliage à faible teneur en aluminium. Nous avons observé cette phase par microscopie optique, en particulier sur le couple de diffusion $PT3/PT20$. La **Figure 190** représente deux photographies de la surface de cet échantillon prises par observation au microscope optique en lumière polarisée. Ces clichés mettent en évidence la transformation complète de l'échantillon en martensite - les lamelles observables sont typiques de la phase martensitique. Par ailleurs, on peut observer la présence de nombreuses variantes de martensite (lamelles enchevêtrées).

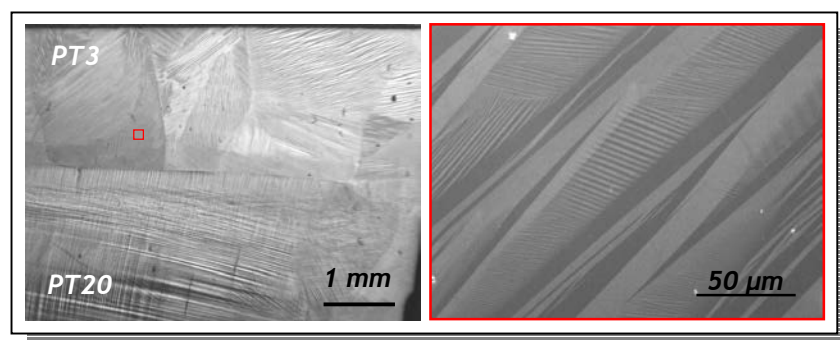


Figure 190 : Observation par microscopie optique de la phase martensitique sur l'ensemble de l'échantillon du couple de diffusion $PT3/PT20$ et mise en évidence des nombreuses variantes présentes.

Afin de valider les observations faites au microscope optique, un cliché de diffraction de rayons X a été réalisé sur cet échantillon. Les conditions d'obtention de ce cliché sont rappelées à l'**Annexe 4**. Peu de référence existe quant à la détermination des pics de diffraction de la phase martensitique des aluminures de nickel modifiés au platine. Pour indexer notre cliché, nous nous sommes référés à l'étude de Zhang *et al.* sur l'analyse de la transformation martensitique des couches de liaison

(Ni,Pt)Al du système barrière thermique [11], ainsi que sur le fait qu'aucun pic des phases β -B2 NiAl, Ni₃Al ou Ni₅Al₃ n'a pu être identifié dans notre cas. L'hypothèse d'une martensite de structure quadratique a été retenue.

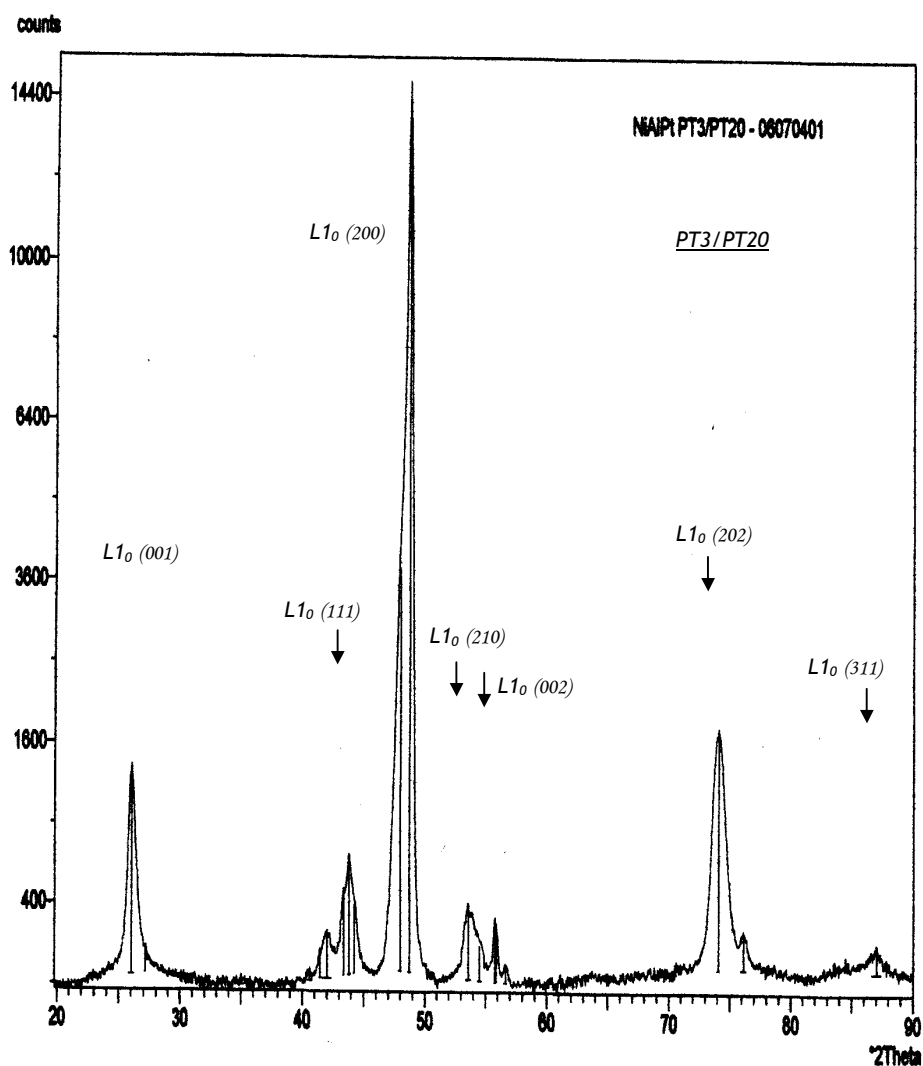


Figure 191 : Cliché de diffraction de rayons X obtenu sur l'échantillon du couple de diffusion PT3/PT20.

L'indexation des pics du cliché de diffraction de rayons X obtenu sur l'échantillon PT3/PT20 révèle clairement que l'échantillon est purement martensitique. On remarquera néanmoins que tous les pics indexés présentent des épaulements, comme si chaque pic était doublé. Ceci provient de la coexistence de deux variantes d'une même phase dont les variations du paramètre de maille cristalline ou des variations de compositions chimiques traduisent le décalage en 2θ des pics.

L'inconvénient d'un tel problème est qu'il peut générer une superposition de pics ou l'affaiblissement des intensités des pics de diffraction. A partir des pics $L1_0(001)$ et $L1_0(200)$ il a été possible de déterminer deux variantes martensitiques dont les caractéristiques sont rassemblées

dans le **Tableau 35**. Les relations employées pour déterminer les paramètres de maille sont exposées en **Annexe 4**.

| | a (nm) | c (nm) | a^* (nm) |
|------------|----------|----------|------------|
| Variante 1 | 0,373 | 0,329 | 0,357 |
| Variante 2 | 0,378 | 0,342 | 0,365 |

Tableau 35 : Paramètres de maille calculés des deux variantes de martensite présentes dans l'échantillon

$$PT3/PT20 \text{ et paramètre de maille apparent } a^* = \sqrt[3]{a^2 \cdot c} .$$

On notera que les paramètres de mailles apparents des variantes mises en évidence sur notre échantillon PT3/PT20 sont proches de celui observé par Zhang *et al.* [11] pour une phase martensitique d'une couche de liaison de barrière thermique à température ambiante (**Figure 15**).

Les compositions d'alliage de la phase martensitique $L1_0$ -(Ni,Pt)Al testées à partir des couples de diffusion élaborées sont replacées dans la section isotherme à 1100°C du diagramme de phase du ternaire Ni-Al-Pt (**Figure 192**).

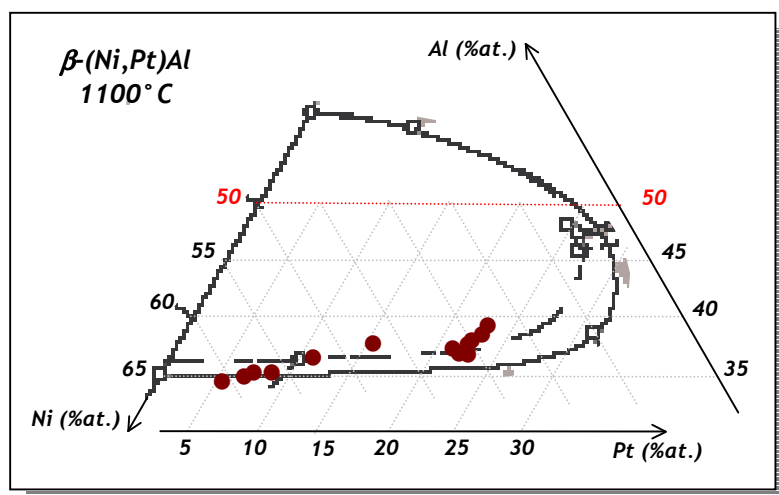


Figure 192 : Les compositions de la phase martensitique testées et replacées dans la section isotherme du diagramme de phase à 1100°C du ternaire Ni-Al-Pt.

e.1. Microdureté à température ambiante de la phase martensitique

La **Figure 193** regroupe les résultats de microdureté obtenus à température ambiante sur les alliages (Ni,Pt)Al de structure β -B2 et martensitique. Les tests de microindentation instrumentée ont été réalisés avec un indenteur Vickers en diamant pour une charge maximale de 0,5 N.

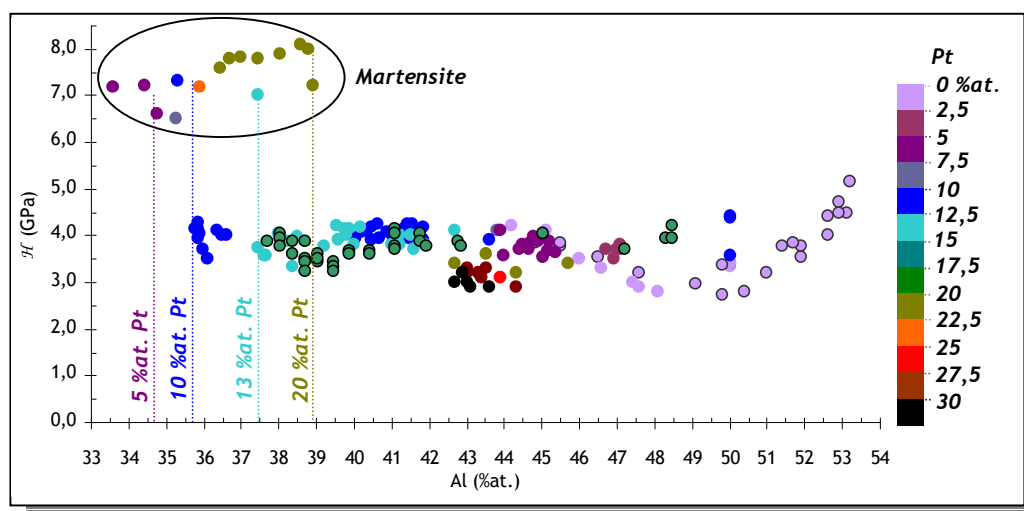


Figure 193 : Evolution de la microdureté des alliages (Ni,Pt)Al β -B2 et martensitique.

On remarque que les tests de microindentation instrumentée réalisés sur la phase martensitique des alliages (Ni,Pt)Al se sont traduits par des valeurs élevées de microdureté. On remarque par ailleurs que les valeurs de microdureté sont constantes quel que soit la teneur en aluminium et en platine de cette phase. Ces valeurs élevées de microdureté (qui traduisent des limites d'élasticité élevées) sont vraisemblablement dues à une grande densité d'interfaces et de dislocations.

De ces résultats de microdureté, on observe que la limite entre la phase β -B2 et la phase martensitique ($L1_0$) dépend essentiellement de la teneur en platine. Nous avons mis en évidence que la phase β -B2 était d'autant plus déstabilisée que la teneur en platine était élevée (Figure 193). Si Hayashi *et al.* [56] stipule une telle dépendance pour mettre en évidence un domaine d'existence de la phase martensitique dans la construction d'une section isotherme à 1100°C du diagramme de phases du ternaire Ni-Al-Pt, ceci n'avait jamais été montré expérimentalement.

e.2. Module d'élasticité par microindentation instrumentée de la phase martensitique

Pour la phase martensitique des alliages (Ni,Pt)Al, on observe expérimentalement que le module d'élasticité déterminé par microindentation instrumentée à température ambiante est constant quel que soit la teneur en aluminium et en platine de l'alliage (Figure 194). Celui-ci est de l'ordre de 165 GPa pour cette phase.

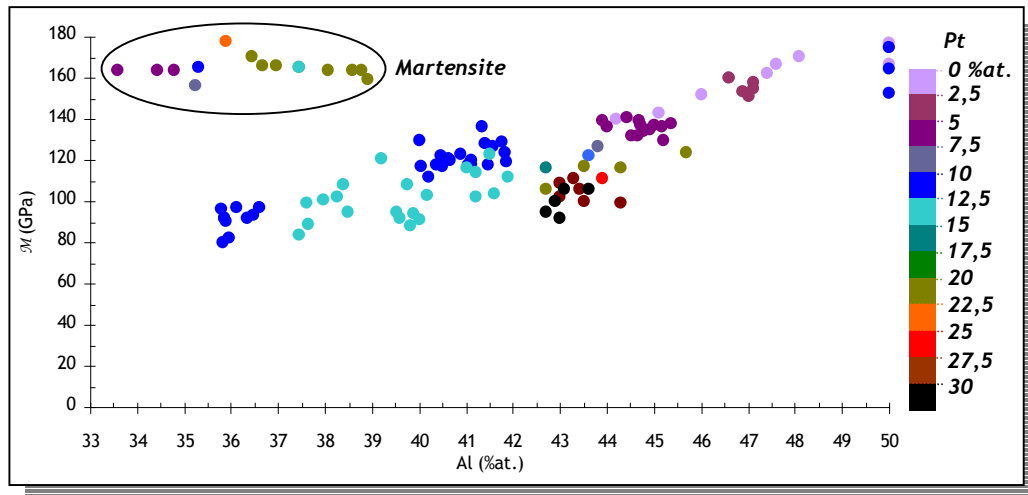


Figure 194 : Evolution du module d'élasticité à température ambiante des alliages (Ni,Pt)Al β -B2 et martensitique.

L'évolution du module d'élasticité de la phase martensitique des aluminures en fonction de la température a été déterminée à partir des résultats d'essai de microindentation instrumentée obtenus pour deux alliages $(\text{Ni}_{55,5}\text{Pt}_8)\text{Al}_{36,5}$ et $(\text{Ni}_{59,6}\text{Pt}_6)\text{Al}_{34,4}$. Les températures de transformation martensitique ont été estimées à partir de l'Équation 8 aux alentours de 1000°C , température supérieure à la température maximale des essais d'indentation instrumentée. Ceci implique que ces échantillons ont une probabilité réduite de subir une transformation de phase lors des essais à haute température. La Figure 195 représente l'évolution des modules d'élasticité d'indentation en fonction de la température obtenus pour ces deux alliages.

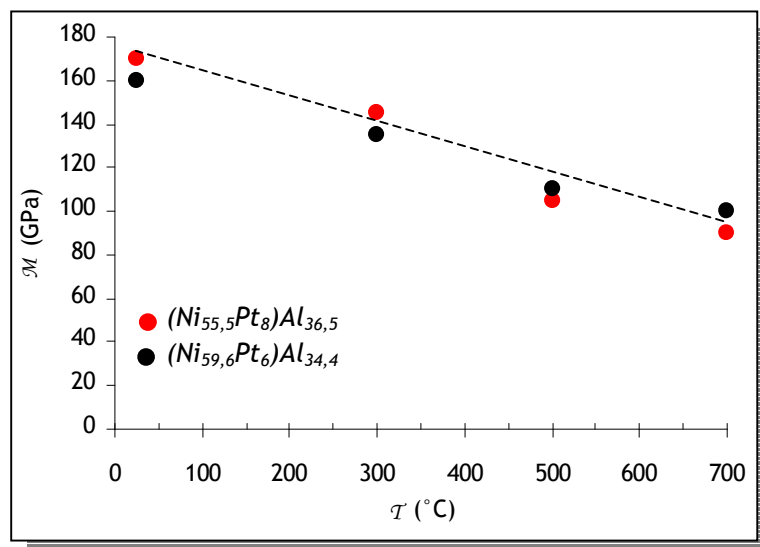


Figure 195 : Evolution des modules d'élasticité d'indentation en fonction de la température obtenus pour deux nuances d'alliages de la phase martensitique des aluminures de nickel modifiés au platine.

On remarque dans un premier temps que l'évolution du module d'élasticité est la même quelque soit la composition de l'alliage de cette phase.

Il est possible de décrire la diminution du module d'élasticité de la phase martensitique par une relation linéaire en fonction de la température. Cette relation est la suivante :

$$\text{Équation 118} \quad \mathcal{M}_{L_{10}} \text{ (GPa)} = 174,4 - 0,117 \cdot \mathcal{T}$$

où \mathcal{T} est la température exprimée en °C.

e.3. Limite d'élasticité de la phase martensitique

La **Figure 196** représente deux courbes réponse force - pénétration obtenues à température ambiante pour deux alliages distincts (Ni,Pt)Al martensitique (Indentation Vickers en diamant, $F_{max} = 0,5 \text{ N}$).

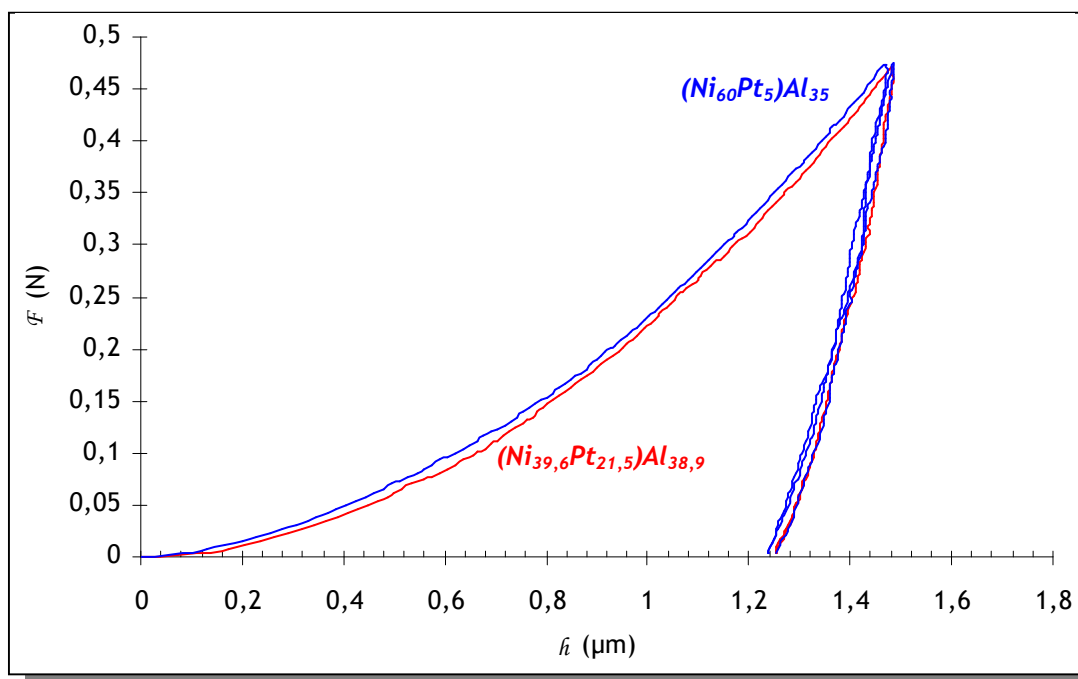


Figure 196 : Courbes réponses force - pénétration obtenues pour deux alliages (Ni,Pt)Al martensitiques.

Ces courbes mettent en évidence que la composition de l'alliage n'a pas d'influence sur le comportement mécanique élasto-plastique à température ambiante de la phase martensitique. On cherchera alors à identifier un seul jeu de paramètres $\{n, K, R_0, C_1, C_2, C_3\}$ permettant de décrire le comportement mécanique de cette phase.

Le meilleur ajustement des réponses simulée et expérimentale (**Figure 197**) a été obtenu pour le jeu de paramètres récapitulé dans le **Tableau 36**.

| Alliage (%at.) | n | K | R_0 (MPa) | $D_1 = 8500$ C_1 (MPa) | $D_2 = 150$ C_2 (MPa) | $D_3 = 10$ C_3 (MPa) |
|--------------------------|----|----|-------------|-----------------------------|----------------------------|---------------------------|
| <i>martensite</i> | 10 | 20 | 172 | 7469759 | 15403 | 4539 |

Tableau 36 : Paramètres mécaniques identifiés pour la phase martensitique à température ambiante pour les alliages (Ni,Pt)Al.

Ce jeu de paramètres conduit à une limite d'élasticité élevée pour cette phase, de l'ordre de 1100 MPa. On remarque que la limite d'élasticité obtenue à partir d'essais de microindentation instrumentée sur les nuances martensitiques des alliages (Ni,Pt)Al sont très supérieurs à ceux obtenus sur des alliages β -B2 (Ni,Pt)Al.

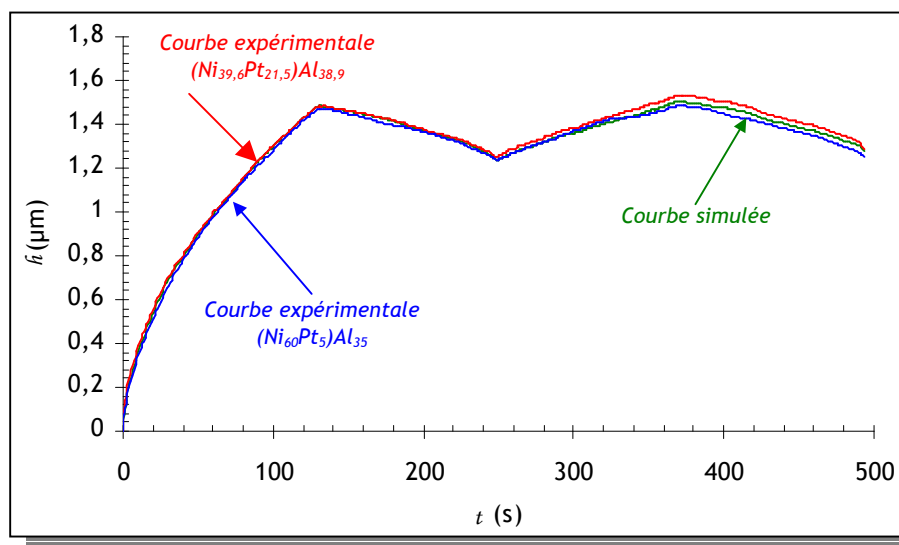


Figure 197 : Superposition des courbes réponse pénétration-temps simulée et expérimentales obtenues à température ambiante pour la phase martensitique des alliages (NiPt)Al.

La valeur élevée de la limite d'élasticité obtenue pour la phase martensitique semble logique ; en effet comme exposée précédemment et mis en évidence par Pascoe et Newey [52] la limite d'élasticité augmente d'autant plus que l'on s'éloigne de la composition stoechiométrique. Cependant, le résultat mis en évidence dans notre étude ne peut pas être comparé à des données de la littérature car ces dernières sont inexistantes.

Notre résultat reste néanmoins en accord avec celui de Kanouté *et al.* qui ont identifié le comportement mécanique en température de l'alliage $(Ni_{60}Pt_5)Al_{35}$ à partir d'essais de microindentation instrumentée [150]. Ces auteurs ont identifié les paramètres d'une loi de comportement élasto-viscoplastique présentant le même formalisme que celui de notre étude mais composé de deux écrouissages cinématiques non-linéaires (au lieu de trois imposés dans ce travail). A température ambiante, ces auteurs ont défini une limite d'élasticité $\sigma_{0,2\%}$ de déformation plastique de l'ordre de 1400 MPa pour la phase martensitique. On utilisera alors les travaux de

Kanouté *et al.* pour identifier le comportement mécanique en température de la phase martensitique. Le réajustement des résultats de Kanouté *et al.* A la loi de comportement utilisé dans notre étude (somme de trois écrouissages cinématiques non-linéaires), nous donne (**Tableau 36**):

| Alliage (%at.) | T (°C) | n | K | R_0 (MPa) | $D_1 = 8500$ C_1 (MPa) | $D_2 = 150$ C_2 (MPa) | $D_3 = 10$ C_3 (MPa) |
|-------------------|----------|---|------|-------------|-----------------------------|----------------------------|---------------------------|
| <i>martensite</i> | 700 | 2 | 6500 | 30 | 1400000 | 11000 | 300 |
| | 800 | 2 | 9500 | 20 | 650000 | 7500 | 100 |

Tableau 37 : Paramètres mécaniques identifiés pour la phase martensitique à 700 et 800°C pour les alliages (Ni,Pt)Al martensitiques.

La **Figure 198** représente l'évolution de la limite d'élasticité $\sigma_{0,2\%}$ en fonction de la température pour cet alliage martensitique.

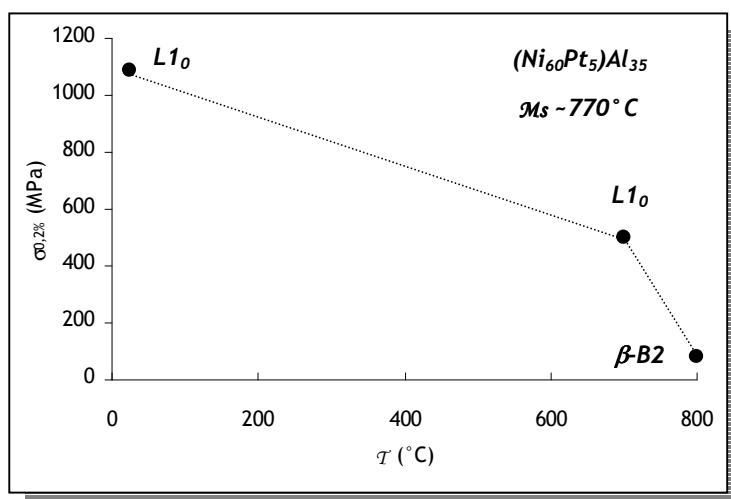


Figure 198 : Evolution de la contrainte à 0,2 % de déformation plastique $\sigma_{0,2\%}$ en fonction de la température pour l'alliage martensitique $(Ni_{60}Pt_5)Al_{35}$.

On remarque que la contrainte à 0,2 % de déformation plastique ($\sigma_{0,2\%}$) diminue quand la température augmente. Il est intéressant de noter que $\sigma_{0,2\%}$ chute brutalement à 800°C. Ceci a été attribué aux transformations de phases possibles dans ce type de matériau. En effet, le matériau est martensitique à température ambiante ainsi qu'à 700°C. Cependant, à 800°C le matériau est β -B2. En effet, la température de transformation martensitique a été estimée à 770°C à partir de l'Équation 8.

f. Propriétés en fluage de la phase martensitique

Les propriétés en fluage de 4 nuances d'alliages (Ni,Pt)Al ont été déterminées à partir des tests de fluage d'indentation et de la méthode d'analyse mise en place dans notre étude. Les résultats

obtenus en terme d'exposant de contrainte n et d'énergie d'activation Q sont présentés dans le **Tableau 33**.

| Alliages (%at.) | n | Q (kJ/mol) |
|------------------------------------------------------|------|--------------|
| (Ni ₆₀ Pt ₆)Al ₃₄ | 2,02 | 88 |
| (Ni ₄₅ Pt ₈)Al ₃₅ | 1,68 | 127 |
| (Ni ₅₂ Pt ₁₂)Al ₃₆ | 2,14 | 79 |
| (Ni ₄₀ Pt ₂₁)Al ₃₉ | 2,06 | 102 |

Tableau 38 : Propriétés de fluage d'alliages (Ni,Pt)Al martensitique déterminées par des essais de fluage d'indentation.

Les remarques faites lors de l'analyse des résultats obtenus pour les alliages β -B2 (Ni,Pt)Al sont aussi valables ici. Ces résultats nous permettent de compléter l'évolution de l'énergie d'activation en fonction de la teneur en aluminium de l'alliage (**Figure 199**).

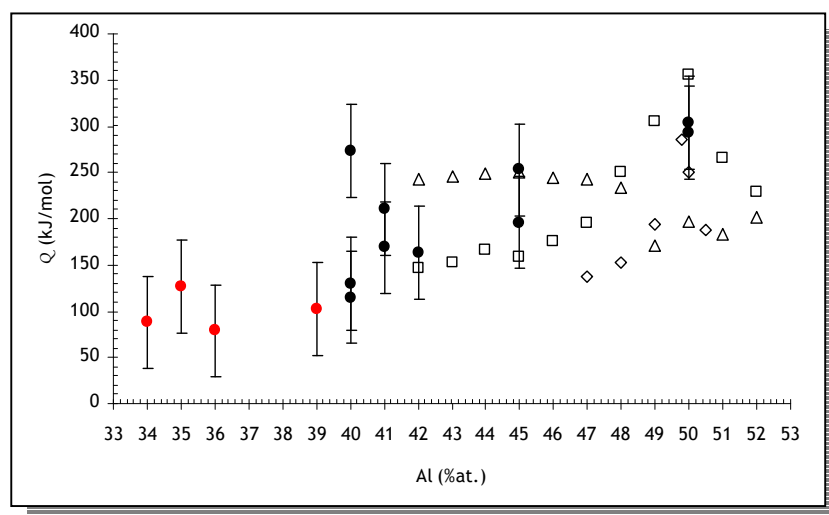


Figure 199 : Evolution de l'énergie d'activation déterminée par fluage d'indentation (\bullet β -B2 et \bullet $L1_0$) et comparée aux valeurs d'énergie d'activation déterminées par des expériences d'interdiffusion (\square Kim et al. [157]), \triangle Bouchet [6], \circ Shankar et al. [163]).

On remarquera d'une part que l'énergie d'activation des phénomènes de fluage est faible pour la phase martensitique ; d'autre part celle-ci est constante quelque soit la composition de l'alliage.

Dans certains cas, il nous a été particulièrement difficile d'analyser les courbes de fluage d'indentation pour cette phase. Il apparaît aléatoirement sur les courbes de fluage d'indentation des paliers plus ou moins longs à profondeur d'indentation fixe. La **Figure 200** montre deux courbes de fluage d'indentation à 800°C obtenues sur des nuances martensitiques d'alliages (Ni,Pt)Al et pour lesquelles nous avons observé ces paliers. Nous avons pensé en premier lieu à un problème

d'instrumentation ; mais ce cas n'est apparu uniquement que pour certaines nuances d'alliages martensitiques.

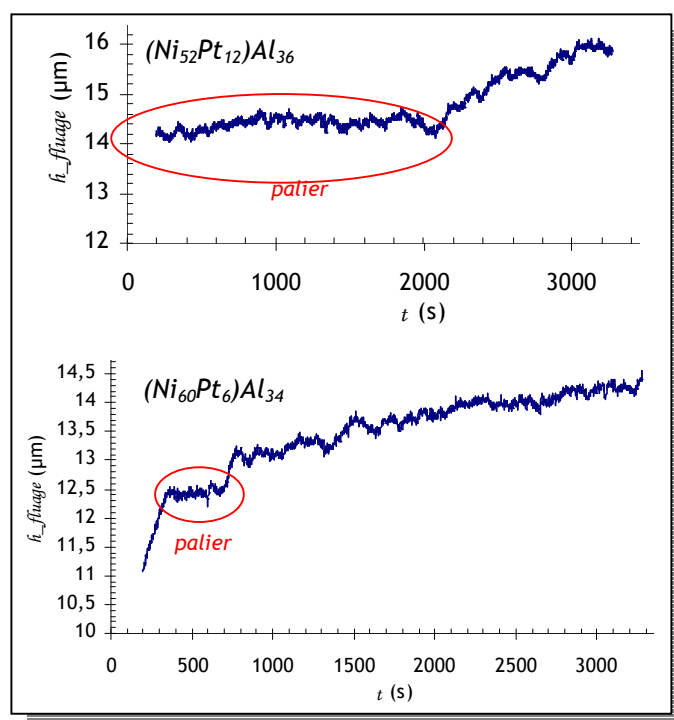


Figure 200 : Mise en évidence d'un palier à profondeur d'indentation fixe sur les courbes de fluage d'indentation à 800°C d'alliages (Ni,Pt)Al martensitiques.

Les paliers sur les courbes de fluage d'indentation font penser à un phénomène connu pour certains alliages à mémoire de forme : la réorientation sous contrainte, sans transformation, de la martensite (« detwinning ») (Figure 201).

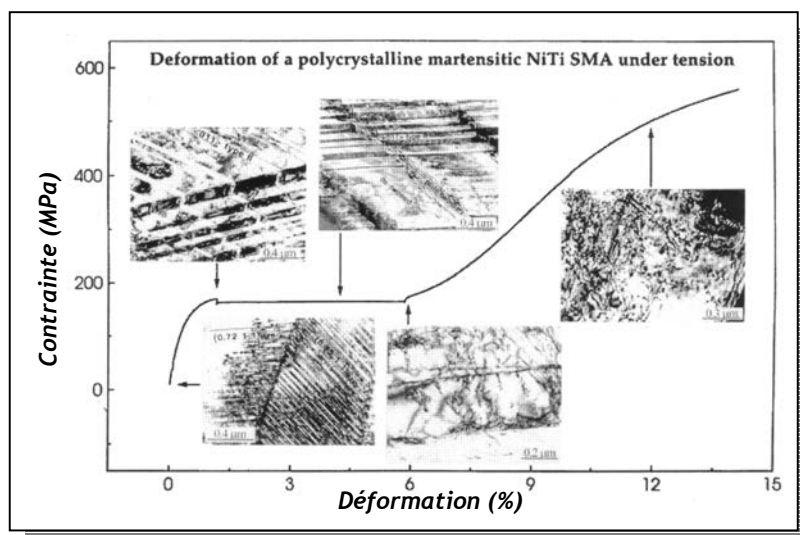


Figure 201 : Mise en évidence du « detwinning » sur une courbe de traction uniaxiale d'un alliage à mémoire de forme martensitique NiTi (d'après [164]).

Si les phénomènes de « detwinning » ont été largement étudiés et compris dans le cas des alliages à mémoire de forme de type Ti-Ni [164, 165], ce n'est pas le cas des aluminures de nickel puisque aucune référence ne mentionne ce phénomène pour ces alliages.

Par ailleurs, il a aussi été montré que la contrainte de « detwinning » augmente avec la température de recuit et le temps de maintien en raison de la formation d'une couche d'oxyde en surface qui durcit le matériau [166]. Ceci laisse vraiment à penser que ce phénomène est possible pour les alliages (Ni,Pt)Al martensitiques et se produit pendant les tests de fluage d'indentation.

IV.2.2.2. Influence de l'ajout de zirconium

L'influence de l'ajout de zirconium sur les propriétés mécaniques des aluminures de nickel a été étudiée à partir d'un couple de diffusion référencé ZR1/ZR3 de notre étude. 32 tests de microindentation instrumentée ont été réalisés à température ambiante à une force maximale d'indentation de 0,3 N. Toutes les compositions testées sont de structure β -B2 NiAl(Zr). Aucune transformation de phase n'a été observée sur cet échantillon. Les compositions testées de cette phase à partir du couple de diffusion élaboré sont replacées dans la section isotherme à 1100°C du diagramme de phase du ternaire Ni-Al-Zr ainsi que sur le profil de diffusion obtenu après traitement thermique (Figure 212). On rappelle que le zirconium est très peu soluble dans NiAl - Les compositions nominales en zirconium des matériaux ZR1 et ZR3 servant à l'élaboration du couple de diffusion sont de 800 ppm. Le zirconium n'apparaît pas sur le profil de diffusion réalisé par EDS-MEB. En si faible quantité, le zirconium ne peut être détecté par ce moyen d'analyse.

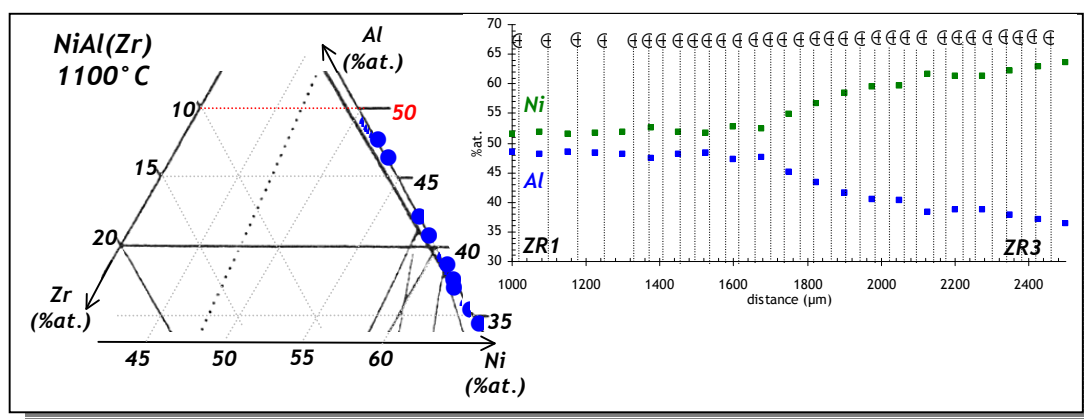


Figure 202 : Compositions testées replacées dans le diagramme de phase du ternaire Ni-Al-Zr à 1100°C et sur le profil de diffusion obtenu pour cet échantillon.

L'observation par MEB du couple de diffusion et des empreintes d'indentation a permis de mettre en évidence la ségrégation du zirconium aux joints de grain de l'alliage (Figure 203).

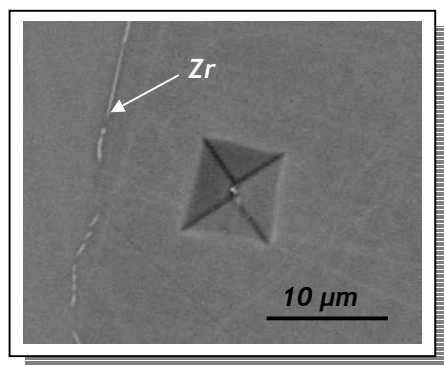


Figure 203 : Mise en évidence par MEB de la ségrégation du zirconium aux joints de grain de l'alliage du couple de diffusion ZR1/ZR3.

Cet échantillon n'a pas été testé à haute température. Seuls les résultats obtenus à température ambiante par microindentation instrumentée dans notre étude complétés de ceux obtenus par Sélezneff pendant son stage de fin d'étude seront présentés et discutés.

a. Les résultats de microdureté

La **Figure 204** représente l'évolution de la microdureté en fonction de la teneur en aluminium de l'alliage NiAl(Zr), directement comparée à celle obtenue dans notre étude pour l'alliage binaire NiAl.

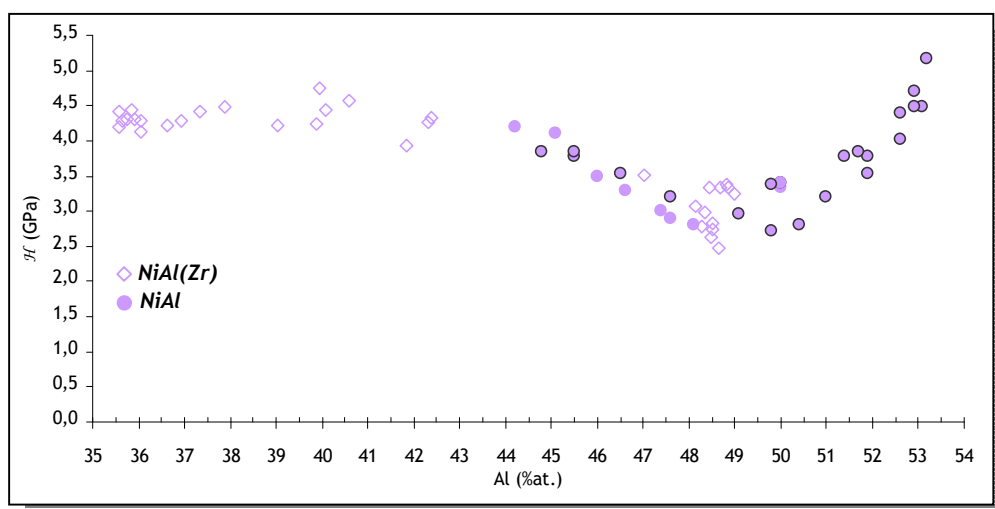


Figure 204 : Evolution de la microdureté à température ambiante en fonction de la teneur en aluminium de l'alliage NiAl(Zr) comparée à celle de l'alliage binaire NiAl.

On remarque que les résultats obtenus sur le couple de diffusion ZR1/ZR3 concordent avec ceux obtenus sur les nuances d'alliages binaires NiAl. Comme on aurait pu le supposer, l'influence du zirconium sur les propriétés de l'aluminium de nickel est difficilement identifiable par

microindentation instrumentée ; le zirconium étant présent en très faible quantité (< 0,5 %at.). Par ailleurs, celui-ci ségrège aux joints des grains de l'alliage, alors la phase testée n'est autre que l'alliage binaire NiAl. On se souvient aussi que des analyses ICP réalisées sur les deux matériaux de base ZR1 et ZR3 ont mis en évidence l'absence de zirconium dans le matériau ZR3. De ce fait, les compositions testées pour les plus basses teneurs en aluminium correspondent en fait à la phase β -NiAl. On notera que l'adoucissement mis en évidence précédemment sur les alliages (Ni,Pt)Al pour les compositions inférieures à 45 %at. d'aluminium se confirme ici.

b. Les résultats de module d'élasticité

La **Figure 205** représente l'évolution du module d'élasticité en fonction de la teneur en aluminium de l'alliage NiAl(Zr), comparée à celle obtenue dans notre étude pour l'alliage binaire NiAl.

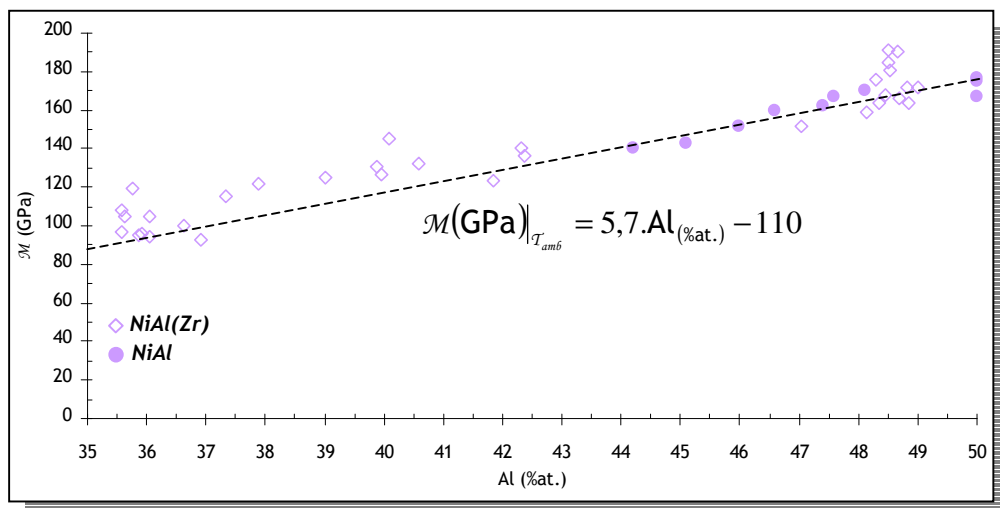


Figure 205 : Evolution du module d'élasticité à température ambiante en fonction de la teneur en aluminium de l'alliage NiAl(Zr) comparée à celle de l'alliage binaire NiAl.

Comme pour la microdureté, on n'observe pas de différence significative entre les résultats obtenus sur NiAl(Zr) et l'alliage binaire NiAl. On remarque que la relation entre le module d'élasticité et la teneur en aluminium établie dans le cas de l'alliage binaire (§ IV.2.1.2. - a1) reste valable.

c. Résultats de la limite d'élasticité à température ambiante

La **Figure 206** regroupe et compare les courbes réponse force - pénétration obtenues sur l'alliage NiAl(Zr) et celles obtenues pour l'alliage binaire NiAl.

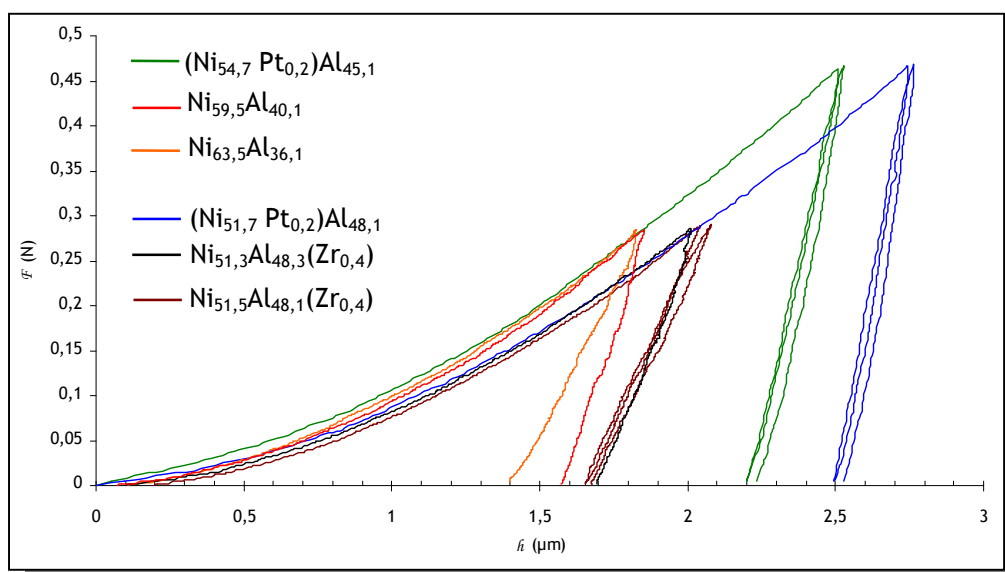


Figure 206 : Comparaison des courbes réponses force-pénétration obtenues sur l'alliage binaire NiAl à 0,5 N et sur l'alliage NiAl(Zr) à 0,3 N pour différentes compositions.

On remarque dans un premier temps que les réponses obtenues pour les alliages ayant 48 %at. d'aluminium pour l'alliage NiAl(Zr) concordent avec celle obtenue pour l'alliage binaire. Par ailleurs, il est intéressant de noter qu'on ne distingue plus l'effet de la composition sur le comportement plastique pour les alliages dont la teneur en aluminium est inférieure à 45 %at. Seul l'effet de la composition sur l'élasticité du matériau reste visible par microindentation instrumentée.

De ce fait, on retiendra donc que l'effet du zirconium sur les propriétés mécaniques n'a pas été mis en évidence par microindentation instrumentée sur les alliages massifs polycristallins. Néanmoins, les résultats obtenus pour les compositions plus pauvres en aluminium ont permis de compléter la base de résultats déjà acquise pour l'alliage binaire. Nous avons mis en évidence que le comportement mécanique des aluminures de nickel, en particulier la loi d'écrouissage, ne dépend plus de la teneur en aluminium dès que celle-ci est inférieure à 45 %at. La Figure 207 récapitule l'évolution de la limite d'élasticité de l'alliage binaire déterminée à température ambiante et ces résultats sont comparés à ceux de Hangen et Sauthoff déterminés à partir d'essais de compression sur des compositions d'alliages similaires [167].

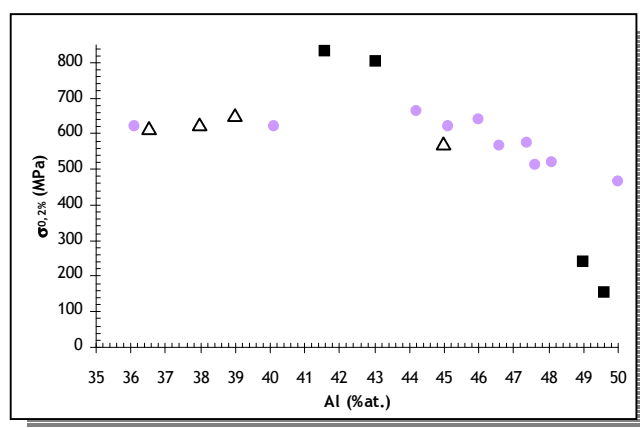


Figure 207 : Evolution de la limite d'élasticité à température ambiante de l'alliage NiAl en fonction de la teneur en aluminium (● cette étude, △ d'après [167] et ■ d'après [52]).

Nos résultats, en accord avec ceux de Hangen *et al.*, montrent une limite d'élasticité constante à température ambiante entre 36 et 45 %at. Cependant ces résultats s'opposent à ceux de Pascoe et Newey pour qui la limite d'élasticité est d'autant plus élevée que la composition de l'alliage s'éloigne de la composition stœchiométrique [52]. Ces derniers ont montré qu'un durcissement important apparaissait dans les composés pauvres en aluminium, en particulier pour des teneurs en aluminium inférieures à 46 %at. Ce durcissement fut alors associé au nombre croissant de défauts ponctuels de structure (atomes de nickel en antisite).

IV.2.2.1. Influence de l'ajout de ruthénium

L'influence de l'ajout de ruthénium sur les propriétés mécaniques des aluminures de nickel a été analysée sur des couples de diffusion réalisés à partir des quatre nuances de base.

Des tests de microindentation instrumentée ont été réalisés de la température ambiante à 800 °C, à une force maximale d'indentation de 0,5 N sur ces couples de diffusion. Aucune transformation de phase n'a été observée sur ces échantillons et toutes les compositions testées sont de structure β-B2. Ces compositions sont replacées dans la section isotherme à 1000 °C du diagramme de phase du ternaire Ni-Al-Ru (Figure 208).

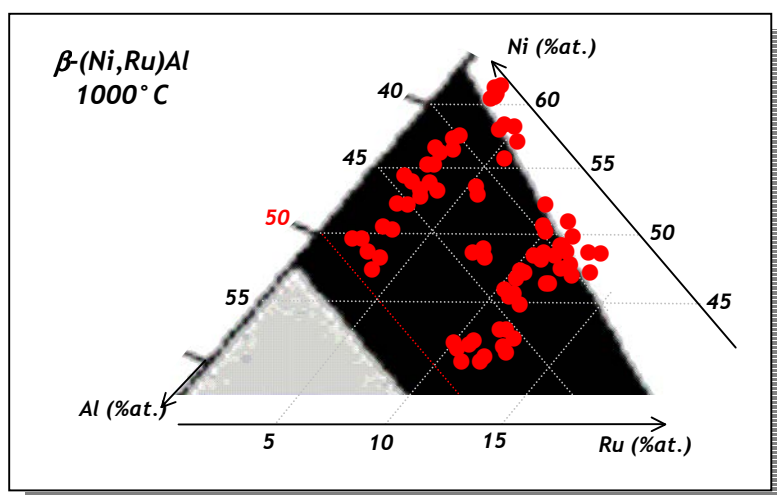


Figure 208 : Compositions testées replacées dans le diagramme de phase du ternaire Ni-Al-Ru à 1000°C.

a. Résultats de microdureté

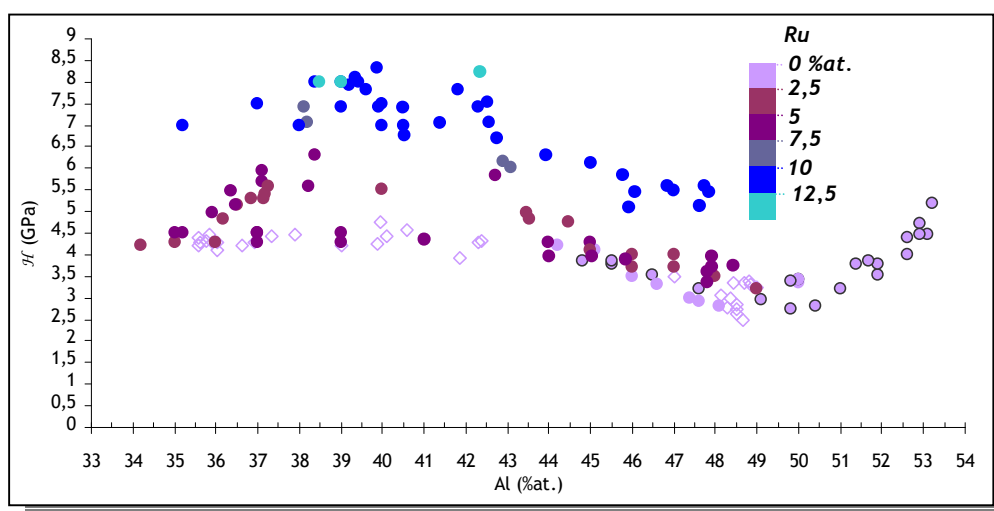


Figure 209 : Evolution de la microdureté à température ambiante en fonction de la teneur en aluminium de l'alliage (Ni,Ru)Al comparée à celle de l'alliage binaire NiAl.

On constate que l'ajout de ruthénium augmente la microdureté des aluminures de nickel. Comme pour le cas des alliages (Ni,Pt)Al (pour une teneur en aluminium comprise entre 44 et 50 %at.), il s'agit là d'un durcissement de NiAl par substitution d'atomes. A notre connaissance, l'effet du ruthénium sur le durcissement des alliages NiAl n'a fait l'objet d'aucune étude. En faisant la même hypothèse d'une relation linéaire entre la dureté et la limite d'élasticité (tel que $\sigma_y \approx H/3$ en première approximation), il est possible de compléter la relation entre le taux de durcissement de NiAl et la taille de l'élément d'alliage proposée par Noebe *et al.* (Figure 173). A noter que nous avons pris $r_{Ru} = 0,134$ nm comme rayon atomique du ruthénium.

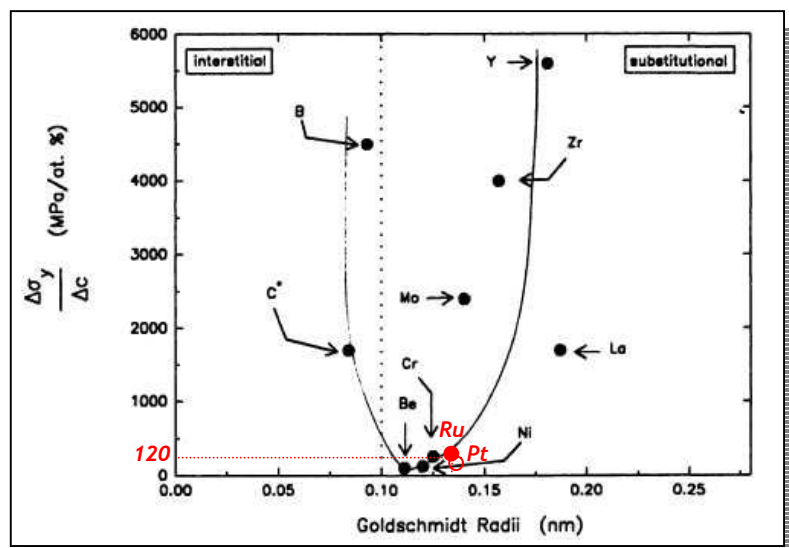


Figure 210 : Relation entre taux de durcissement de NiAl et taille de l'élément d'alliage [24] complétée par l'effet du ruthénium mis en évidence dans notre étude.

On remarquera que le taux de durcissement induit par le ruthénium sur la limite d'élasticité est trois fois plus important que celui du platine, de l'ordre de 120 MPa par %at. de ruthénium.

Mais l'observation de valeurs élevées de microdureté sur les alliages (Ni,Ru)Al a suscité de nombreuses questions ; en particulier si ces valeurs n'étaient pas dues à une transformation martensitique de ces alliages. La réponse à cette question a été apportée pendant les travaux de stage de fin d'étude de M. Kollannur [136] - stage réalisé au sein de notre équipe. Pour cela une analyse par DRX a été effectuée sur l'échantillon $(\text{Ni}_{50}\text{Ru}_{10})\text{Al}_{40}$ (RU4) pour lequel les valeurs de microdureté les plus élevées ont été observées. Le diffractogramme obtenu est reporté à la **Figure 211**.

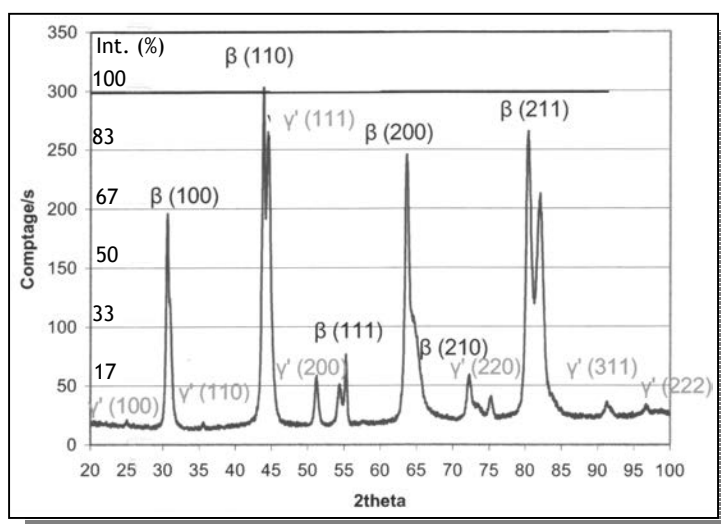


Figure 211 : Diffractogramme de l'échantillon $(\text{Ni}_{50}\text{Ru}_{10})\text{Al}_{40}$ et indexation des pics de diffraction.

Les pics de diffraction ont pu être indexés à partir des tables Intensité - $d_{(hkl)}$ des différentes phases de l'alliage binaire NiAl ainsi que de la seule analyse DRX déjà réalisée par Liu *et al.* sur l'alliage binaire (Ni,Ru)Al [168]. On met ainsi en évidence l'existence de deux phases au sein de l'alliage : γ' et β -B2. Il n'y a donc pas de pic révélateur de martensite et l'hypothèse de la transformation martensitique des alliages (Ni,Ru)Al peut donc être rejetée. La présence de phase γ' formée au refroidissement est classique pour un tel alliage. Par ailleurs, on remarquera que les pics de la phase β -B2 sont tous épaulés ou dédoublés. En calculant les paramètres de maille correspondant à chaque pic, on peut conclure qu'il existe deux populations de cette phase dont les paramètres de maille sont $a_1 = 0,288$ nm et $a_2 = 0,292$ nm. Ceci peut provenir d'une hétérogénéité de composition et/ou de grains trop gros au sein de l'échantillon.

b. Effet du ruthénium sur la transformation martensitique des aluminures de nickel

L'effet du ruthénium sur la transformation martensitique des aluminures de nickel a été mis en évidence au cours de cette étude. Un échantillon d'alliage RU4 ($\text{Ni}_{50}\text{Ru}_{10}\text{Al}_{40}$) s'est oxydé lors d'un traitement thermique d'homogénéisation à 1300°C . L'enveloppe de protection en niobium placée autour de l'échantillon s'est endommagée pendant le traitement thermique, n'assurant plus son rôle protecteur de getter d'oxygène. L'échantillon récupéré a été préparé pour être observé par MEB et analysé par EDS. Deux clichés et profils d'analyse EDS sont présentés à la **Figure 212**.

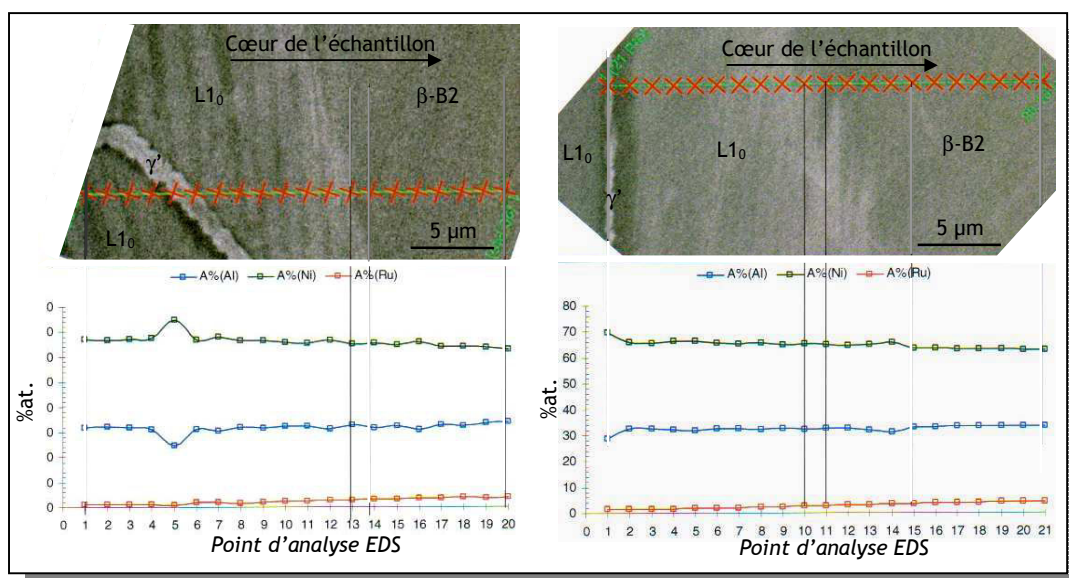


Figure 212 : Mise en évidence expérimentale de la stabilisation de la phase β -B2 de l'alliage NiAl par ajout de ruthénium.

A partir des clichés MEB, on peut distinguer trois phases identifiées après coup à partir des analyses EDS : la phase γ' appauvrie en aluminium, une phase martensitique $L1_0$ avec ses larges lamelles, et une phase β -B2 au cœur de l'échantillon. Les compositions en aluminium et en ruthénium de la

phase β -B2 sont plus basses que la composition nominale de l'alliage en raison des phénomènes d'oxydation qu'a subi cet échantillon (formation d'alumine en surface et de RuO_2 volatile). On notera cependant que les teneurs en aluminium des phases martensitique $L1_0$ et β -B2 sont identiques. La différence entre ces phases est la composition en ruthénium.

De cette observation, nous avons mis en évidence que l'ajout de ruthénium à hauteur de 2,5 %at. stabilise la phase β -B2 de l'alliage NiAl et permet d'éviter ainsi la transformation martensitique dans les alliages à faible teneur d'aluminium. Des études complémentaires seraient néanmoins nécessaires pour confirmer cette observation : microindentation instrumentée dans chacune des phases, analyse par diffraction de rayons X de cet échantillon pour mieux caractériser les phases en présence, réalisation d'un couple de diffusion $L1_0$ -NiAl/Ru pour vérifier si le ruthénium stabilise la phase sont autant de pistes à creuser.

c. Résultats du module d'élasticité

c.1. Evolution du module d'élasticité à température ambiante

L'évolution du module d'élasticité d'indentation obtenue à température ambiante sur les alliages (Ni,Ru)Al en fonction des teneurs d'aluminium et de ruthénium est reportée à la *Figure 213*.

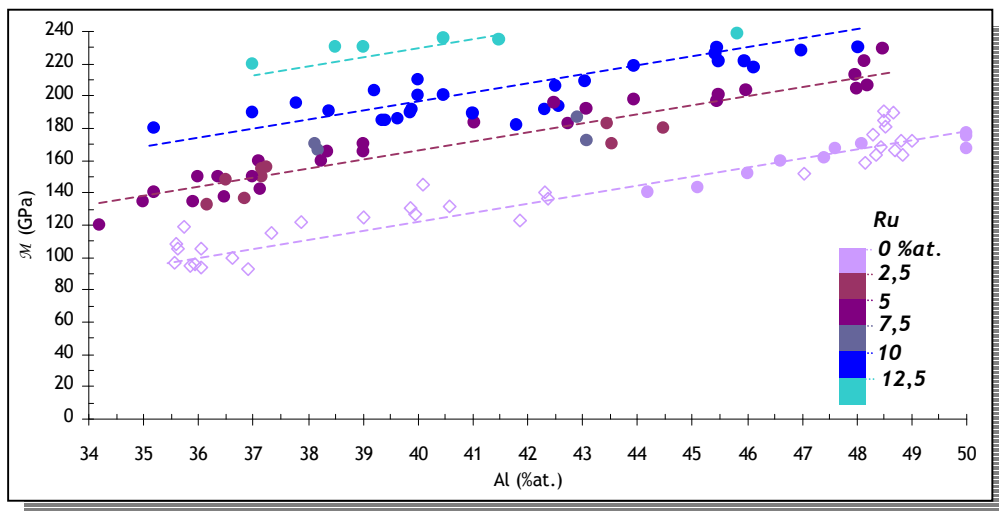


Figure 213 : Evolution du module d'élasticité à température ambiante en fonction de la teneur en aluminium de l'alliage (Ni,Ru)Al comparée à celle de l'alliage binaire NiAl (Ru = 0 %at.).

Le module d'élasticité augmente d'autant plus que la teneur en ruthénium est élevée. Par ailleurs, on notera que lorsque l'on fixe le taux de ruthénium, le module d'élasticité décroît lorsque la teneur en aluminium diminue et suit la même variation que dans le cas de l'alliage binaire. La mise en commun de ces résultats permet d'écrire la relation suivante :

$$\text{Équation 119} \quad \mathcal{M}(\text{GPa})|_{T_{amb}} = 5,7.Al + 7,4.Ru - 110$$

Où les compositions en aluminium et en ruthénium sont exprimées en %at.

c.2. Evolution du module d'élasticité en fonction de la température

La **Figure 214** représente l'évolution du module d'élasticité d'indentation en fonction de la température de deux nuances d'alliage $(Ni_{50}Ru_{10})Al_{40}$ et $(Ni_{60,5}Ru_{2,5})Al_{37}$.

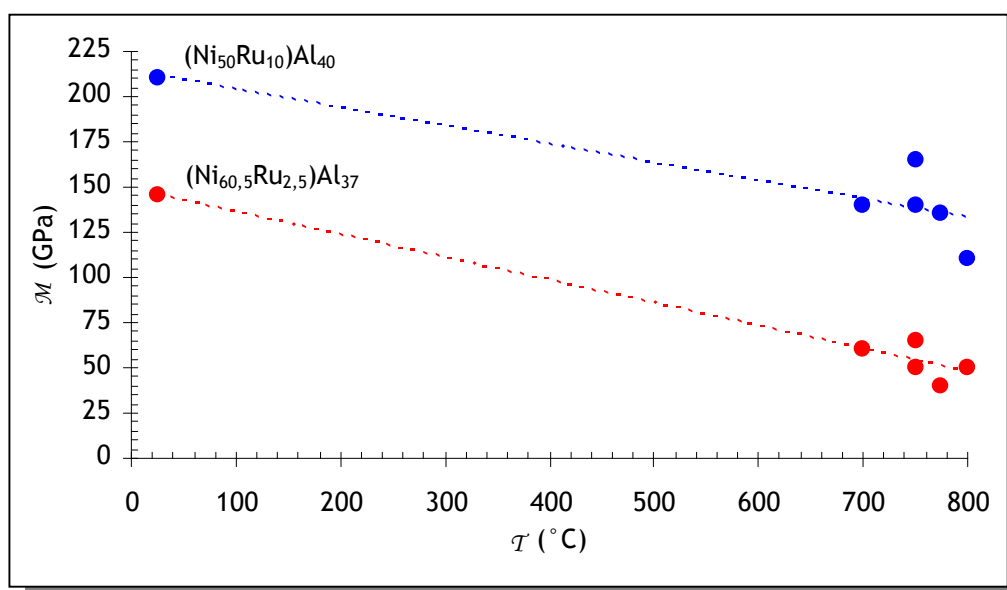


Figure 214 : Evolution du module d'élasticité d'indentation en fonction de la température pour deux nuances d'alliage $(Ni,Ru)Al$.

On remarque que le module d'élasticité d'indentation décroît lorsque la température augmente. On suppose d'une part que cette diminution est linéaire entre 25 et 800°C - cette hypothèse a été vérifiée sur les alliages $(Ni,Pt)Al$; d'autre part cette diminution est similaire pour ces deux alliages. La relation entre le module d'élasticité et la température s'écrit :

$$\text{Équation 120} \quad \mathcal{M}(\text{GPa}) = 5,7.Al + 7,4.Ru - 0,11.T - 110$$

Avec T la température exprimée en °C et les compositions en %at.

d. Résultats de limite d'élasticité

L'analyse du comportement mécanique des alliages $(Ni,Ru)Al$ en fonction de la composition et de la température n'a pu être achevée, les premières identifications n'ayant pas donné satisfaction.

e. Effet du ruthénium sur les propriétés en fluage

La **Figure 215** rassemble les courbes de fluage d'indentation obtenues à 800 °C pour deux alliages (Ni,Pt)Al et deux alliages (Ni,Ru)Al de compositions en aluminium comparables deux à deux.

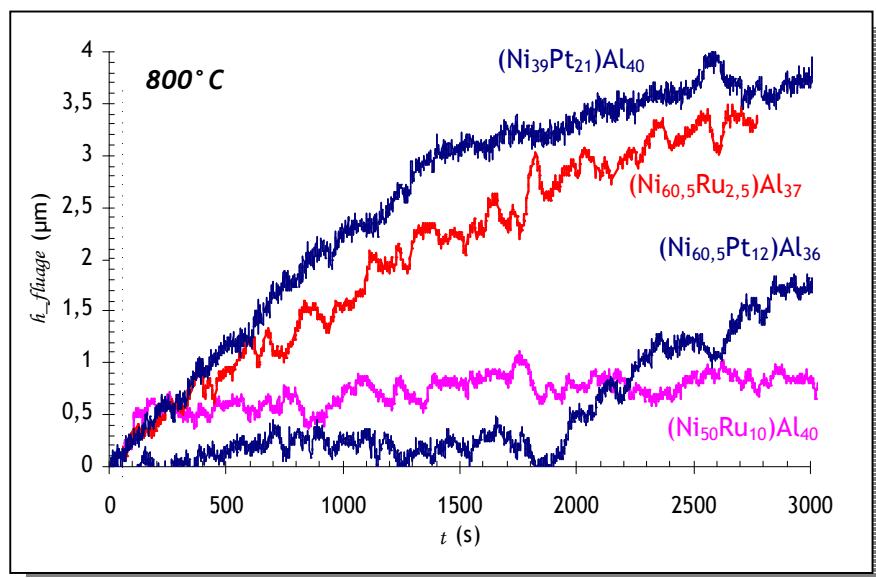


Figure 215 : Comparaison des courbes de fluage d'indentation obtenues à 800 °C ($F_{max} = 0,5 \text{ N}$, vitesse de chargement identique - PAS2) pour des alliages (Ni,Ru)Al et (Ni,Pt)Al de compositions similaires en aluminium.

Il est plus facile de dégager de la figure précédente l'effet du ruthénium que celui du platine, sur le comportement en fluage des aluminures de nickel. Bien que celui-ci semble plus particulièrement sensible à la teneur en aluminium de l'alliage, on remarque que l'ajout de ruthénium à hauteur de 10 %at. augmente la résistance en fluage des composés NiAl. Par ailleurs, l'avantage de l'ajout de ruthénium à ces alliages est qu'aucune transformation martensitique n'a été observée (pas de palier sur les courbes de fluage d'indentation pour les alliages à bas taux d'aluminium).

Le **Tableau 39** donne les propriétés en fluage (exposant de contrainte et énergie d'activation) des alliages (Ni,Ru)Al testés dans cette étude.

| Alliages (%at.) | n | Q (kJ/mol) |
|---------------------------------------------------------|------|------------|
| (Ni ₅₀ Ru ₁₀)Al ₄₀ | 3,82 | 156 |
| (Ni _{60,5} Ru _{2,5})Al ₃₇ | 2,74 | 88 |

Tableau 39 : Propriétés de fluage d'alliages (Ni,Ru)Al déterminées par des essais de fluage d'indentation.

On remarque pour ces alliages contenant du ruthénium que les valeurs d'exposant de contrainte sont supérieures à celles des alliages (Ni,Pt)Al. Cette variation pourrait être due à la contribution d'autres mécanismes de déformation ; en effet, l'ajout de ruthénium augmente la température de

fusion des aluminures de nickel et il est possible que des mécanismes de montée de dislocation puissent être activés.



L'essentiel ...

Ainsi nous avons pu déterminer le comportement mécanique d'alliages massifs NiAl(X) avec (X = Pt, Zr ou Ru) à partir d'essais de microindentation instrumentée à haute température. La synthèse des résultats de notre étude servira dans la prochaine partie pour bâtir une loi de comportement de ces alliages en fonction de la composition et de la température. Les résultats obtenus sur alliages massifs seront ensuite comparés à ceux que nous avons obtenus sur des couches de liaison de barrière thermique.

IV.3. Synthèses des résultats obtenus sur alliages massifs

IV.3.1. Comportement mécanique de deux phases distinctes : β -B2 et martensite

A partir des résultats de microindentation instrumentée obtenus sur les alliages massifs, nous pouvons construire une loi de comportement tenant compte de la composition chimique de l'alliage (en particulier des teneurs en aluminium et en élément d'addition - platine, ruthénium et zirconium) et de la température.

Nous avons mis en évidence à partir d'essais de microindentation instrumentée sur des alliages massifs mono- et polycristallins, ainsi que sur couche de liaison de système barrière thermique que cette technique n'apparaissait pas comme un moyen d'essai micromécanique efficace pour caractériser l'anisotropie des alliages testés. Ceci peut être attribué au caractère tridimensionnel du champ de contraintes sous l'indenteur. Ce résultat présente l'avantage de pouvoir réaliser des essais sur des alliages polycristallins massifs ou sur couches de liaison sans se soucier de l'orientation cristallographique du grain testé. Les valeurs de microdureté et de module d'élasticité d'indentation semblent être le reflet des différents modules des orientations principales du monocristal avec un effet de moyenne. Pour cela, le module d'élasticité d'indentation \mathcal{M} peut être comparé au module d'Young E du polycristal. La microindentation instrumentée reste néanmoins sensible aux effets induits par la composition chimique de l'alliage, ce qui permettra de dégager l'influence des teneurs en aluminium et en éléments d'addition (platine, ruthénium ou zirconium) sur les paramètres de la loi de comportement élasto-viscoplastique choisie pour cette étude dont on rappelle ici l'expression:

- en élasticité (loi de Hooke) : $\sigma = E \cdot \varepsilon$,
- en plasticité : $\sigma = R_0 + \frac{C_1}{8500} (1 - e^{(-8500 \cdot \varepsilon_p)}) + \frac{C_2}{150} (1 - e^{(-150 \cdot \varepsilon_p)}) + \frac{C_3}{10} (1 - e^{(-10 \cdot \varepsilon_p)})$, avec le critère de Von Mises (second invariant J) comme critère de plasticité,
- en écoulement visqueux : $\dot{\varepsilon}_p = \frac{3}{2} \cdot \dot{p} \cdot \frac{\sigma' - X'}{\|\sigma - X\|}$, avec $\dot{p} = \left\langle \frac{f}{K} \right\rangle^n$ et $f = J(\sigma - X) - R_0$

Le choix de cette loi de comportement nécessite alors d'identifier 7 paramètres $\{\mathcal{M}, \nu, R_0, C_1, C_2, C_3, n, K\}$ en fonction de la composition et de la température.

Nous n'avons pas cherché à identifier le coefficient de Poisson des alliages étudiés ; celui-ci a été supposé constant en fonction de la composition de l'alliage et son expression fonction de la température est donnée par la relation :

$$\text{Équation 121} \quad \nu = 0,3129 - 2,15 \cdot 10^{-5} \cdot T(^{\circ}\text{C})$$

L'analyse des résultats de notre étude montre que l'on peut distinguer le comportement mécanique des deux phases respectivement β -B2 et martensite. La limite entre ces deux phases est étroitement liée à la composition de l'alliage, la phase β -B2 étant d'autant plus déstabilisée que la teneur en platine est élevée. A noter que l'ajout de platine augmente la température de transformation martensitique de ces alliages. On retiendra donc que si la température est inférieure à la température de transformation martensitique \mathcal{M}_s , l'alliage a le comportement mécanique de la phase martensitique ; si la température est supérieure à \mathcal{M}_s , l'alliage a le comportement mécanique de la phase β -B2. La limite entre les deux phases est donnée par la relation suivante :

$$\text{Équation 122} \quad \mathcal{M}_s(^{\circ}\text{C}) = 7145 - 194 \cdot \text{Al} + 83 \cdot \text{Pt} - 15 \cdot \text{Ag} - 14 \cdot \text{Co} - 161 \cdot \text{Cr} - 50 \cdot \text{Cu} - 152 \cdot \text{Fe} - 173 \cdot \text{Mn} - 175 \cdot \text{Mo} - 260 \cdot \text{Nb} - 244 \cdot \text{Si} - 378 \cdot \text{Ta} - 216 \cdot \text{Ti} - 170 \cdot \text{V} - 323 \cdot \text{W}$$

De plus, nous avons mis en évidence que la phase β -B2 pouvait être stabilisée par addition de ruthénium (à hauteur de 2,5 %at. le ruthénium permet d'éviter la transformation martensitique des aluminures de nickel).

IV.3.2. Comportement mécanique en température de la phase martensitique

Nous avons montré que le comportement mécanique de la phase martensitique était peu influencé par la composition de l'alliage. Le comportement identifié pour cette phase dépend uniquement de la température. Ainsi le module d'élasticité de cette phase est donné par :

$$\text{Équation 123} \quad \mathcal{M}(\text{GPa}) = 174,4 - 0,117 \cdot T$$

avec T la température exprimée en $^{\circ}\text{C}$.

La limite d'élasticité à 0,2% de déformation plastique $\sigma_{0,2\%}$ de la phase martensitique en fonction de la température est :

$$\text{Équation 124} \quad \sigma_{0,2\%} \text{ (MPa)} = 1120 - 0,8.T$$

avec T la température exprimée en °C.

Celle-ci se détermine à partir des paramètres de la loi de comportement et de leur évolution en fonction de la température tels que :

$$\text{Équation 125} \quad R_0 \text{ (MPa)} = 177 - 0,2.T$$

$$\text{Équation 126} \quad C_1 \text{ (MPa)} = 7694565 - 8992.T$$

$$\text{Équation 127} \quad C_2 \text{ (MPa)} = 15566 - 6,5.T$$

$$\text{Équation 128} \quad C_3 \text{ (MPa)} = 4696 - 6,3.T$$

Par ailleurs, on posera $n = 10$, $K = 20$ MPa à température ambiante. A haute température $n = 2$ et $K = 6500$ MPa, $K = 9500$ MPa respectivement à 700 et 800°C, sans condition de continuité pour cette phase.

Au risque d'être redondant avec ce qui précède, on rappellera néanmoins que :

- Le platine :
 - déstabilise la phase β -B2 (Ni,Pt)Al au profit de la phase martensitique (d'autant plus vrai que la teneur en platine est élevée)
 - augmente la température de transformation martensitique.

- Le ruthénium :
 - stabilise la phase β -B2 (Ni,Ru)Al au détriment de la phase martensitique dès que sa teneur au sein de l'alliage est supérieure à 2,5 %at. en Ru.

IV.3.3. Comportement mécanique en température de la phase β -B2 des alumiures de nickel

Nous avons montré que le comportement mécanique de la phase β -B2 était plus sensible à la composition de l'alliage, en particulier à la teneur en aluminium et en éléments d'alliage (platine, ruthénium et zirconium). Le comportement mécanique de cette phase dépend aussi de la température. La mise en commun des résultats déterminés précédemment nous permet d'écrire, pour le module d'élasticité de cette phase :

$$\text{Équation 129} \quad \mathcal{M} \text{ (GPa)} = 151 + 6,5.Al + 3,2.Pt - 0,09.Pt.Al + 3,7.Ru + 174,4 - 0,09.T$$

avec T la température exprimée en °C et les compositions chimiques en %at.

Pour la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation plastique ($\sigma_{0,2\%}$) de la phase β -B2 en fonction de la température et de la composition de cette phase, il convient de séparer les cas où la teneur en aluminium est inférieure ou supérieure à 45 %at.

- Si la teneur en aluminium est supérieure à 45 %at. :

$$\text{Équation 130} \quad \sigma_{0,2\%}(\text{MPa}) = 3455 - 18.\text{Al} + 20.\text{Pt} + 60.\text{Ru} - 0,25.\mathcal{T}$$

avec \mathcal{T} la température exprimée en °C et les compositions chimiques en %at.

Par ailleurs, pour les paramètres de viscosité, on posera $n = 10$, $K = 20$ MPa à température ambiante et $n = 1,6$ et :

$$\text{Équation 131} \quad K(\text{MPa}) = 30.\mathcal{T} - 12500$$

avec \mathcal{T} la température exprimée en °C

- Si la teneur en aluminium est inférieure à 45 %at. :

$$\text{Équation 132} \quad \sigma_{0,2\%}(\text{MPa}) = 1450 - 4.\text{Pt} - 18.\text{Al} + 120.\text{Ru} - 0,5.\mathcal{T}$$

avec \mathcal{T} la température exprimée en °C et les compositions chimiques en %at.

Par ailleurs, pour les paramètres de viscosité, on posera $n = 10$, $K = 20$ MPa à température ambiante et $n = 1,6$ et :

$$\text{Équation 133} \quad K(\text{MPa}) = 22.\mathcal{T} - 206.\text{Al} - 950$$

avec \mathcal{T} la température exprimée en °C et la composition chimique en %at.

On rappellera enfin que :

- Le platine :
 - o a un effet durcissant lorsque la teneur en aluminium de l'alliage est supérieur à 45 %at. et un effet adoucissant lorsque la teneur en aluminium est inférieure à 45 %at,
 - o diminue le module d'élasticité d'indentation.
- Le ruthénium :
 - o a un effet durcissant quelque soit la teneur en aluminium de l'alliage,
 - o augmente le module d'élasticité d'indentation,
 - o augmente la résistance en fluage de l'alliage.
- Le zirconium :
 - o n'a pas d'effet sur les propriétés mécaniques élasto-plastiques au vu des résultats de microindentation instrumentée. Ce résultat est sans doute dû au fait que la limite de solubilité du zirconium dans NiAl est très faible et qu'il ségrège en particulier aux joints de grains de l'alliage.

IV.4. Application aux couches de liaison de barrières thermiques

IV.4.1. Caractérisation du système actuel (Ni,Pt)Al

IV.4.1.1. Couche de liaison (Ni,Pt)Al brute d'élaboration

Une trentaine d'essais de microindentation instrumentée Vickers à température ambiante ont été réalisés sur l'échantillon du système barrière thermique brute d'élaboration (*PT17E6_brut*) de façon à tester mécaniquement l'ensemble des couches de ce système, et en particulier la zone externe de la couche de liaison, purement β -B2 (Ni,Pt)Al (*Figure 216*).



Figure 216 : Empreintes de microindentation instrumentée réalisées à température ambiante sur le système barrière thermique brut d'élaboration (microscope optique).

Les compositions d'alliage pour les tests réalisés dans la couche de liaison ont été déterminées par EDS-MEB. Dans la zone externe de la couche de liaison de ce système brut d'élaboration, la composition chimique de l'alliage β -B2 varie peu ; celle-ci est donnée dans le *Tableau 40*.

| Réf. échantillon | Composition (%at.) | Ni | Al | Pt | Cr | Co | Ti | Ta | W |
|--------------------|--------------------|------|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| <i>PT17E6_brut</i> | β -(Ni,Pt)Al | 48,2 | 37,9 | 8,4 | 2,3 | 2,4 | 0,3 | 0,2 | 0,3 |

Tableau 40 : Composition chimique de la zone externe de la couche de liaison β -(Ni,Pt)Al.

Pour ce système brut d'élaboration, outre le nickel, l'aluminium et le platine, nous retrouvons de nombreux éléments (Ti, Ta, W, Cr, Co) ayant diffusé à partir du superalliage lors des traitements thermiques d'élaboration. La *Figure 217* représente les évolutions de la microdureté et du module d'élasticité d'indentation en fonction de la distance à l'interface couche de liaison / couche

d'alumine. Sur ces mêmes graphiques ont été reportées les variations de compositions en aluminium et platine.

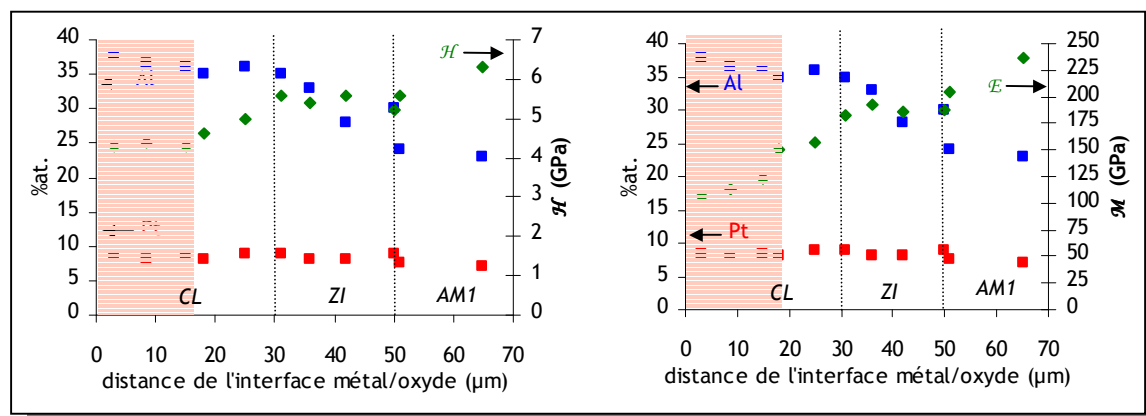


Figure 217 : Evolution de la microdureté et du module d'élasticité d'indentation à température ambiante du système barrière thermique brut d'élaboration en fonction de la distance à l'interface métal/oxyde et de la composition de la zone testée.

Comme sur matériaux massifs, on peut observer très facilement une dépendance notable entre propriétés mécaniques et composition chimique.

IV.4.1.2. Couche de liaison (Ni,Pt)Al vieillie

Comme pour le système brut d'élaboration, une trentaine d'essais de microindentation instrumentée Vickers à température ambiante ont été réalisés sur l'échantillon du système vieilli (200 cycles thermiques d'une heure à 1100°C) de façon à tester mécaniquement l'ensemble des couches constituant ce système (Figure 218).

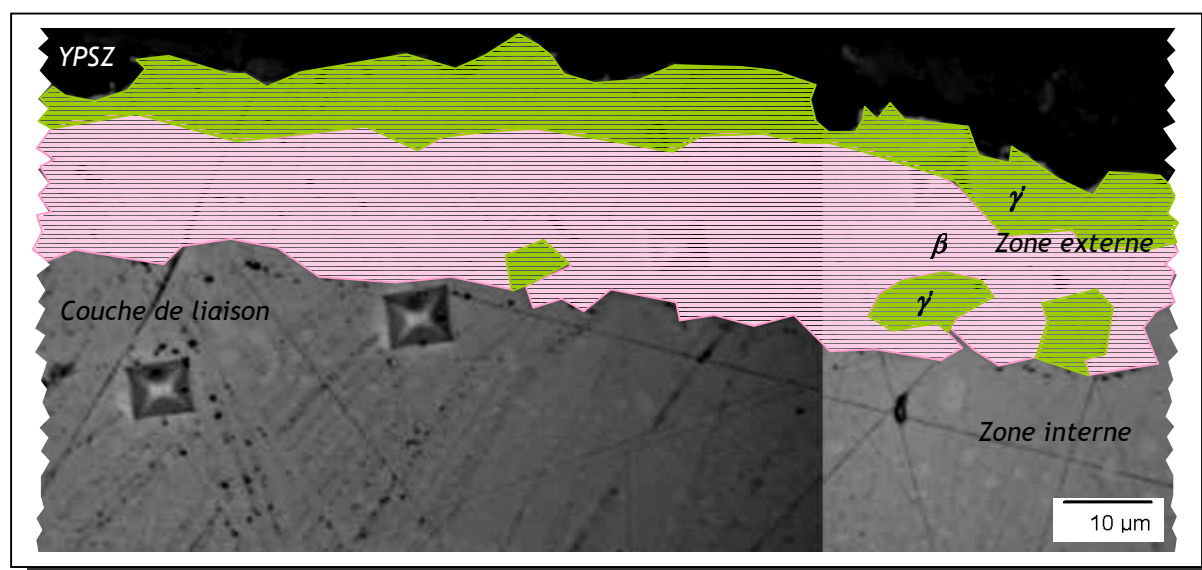


Figure 218 : Photographie au microscope optique de quelques empreintes de microindentation instrumentée réalisées à température ambiante sur le système barrière thermique vieilli après 200 cycles thermique.

On remarque que la microstructure de la zone externe de la couche de liaison a évolué vers un mélange de phase β - γ' dont les compositions sont données dans le *Tableau 41*.

| Réf. échantillon | Composition (%at.) | Ni | Al | Pt | Cr | Co | Ti | Ta | W |
|------------------|------------------------------------|------|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| PT18E13_200 | β -(Ni,Pt)Al | 46,5 | 33,8 | 8,7 | 5,8 | 3,5 | 0,9 | 0,8 | 0,0 |
| | γ' -(Ni,Pt) ₃ Al | 57,9 | 20,2 | 7,2 | 4,7 | 4,5 | 1,6 | 3,6 | 0,3 |

Tableau 41 : Compositions des phases β et γ' de la couche de liaison après 200 cycles thermiques d'oxydation.

La *Figure 219* représente les évolutions de la microdureté et du module d'élasticité d'indentation en fonction de la distance à l'interface couche de liaison / couche d'alumine. Les résultats de la couche de liaison ont été identifiés à la phase testée.

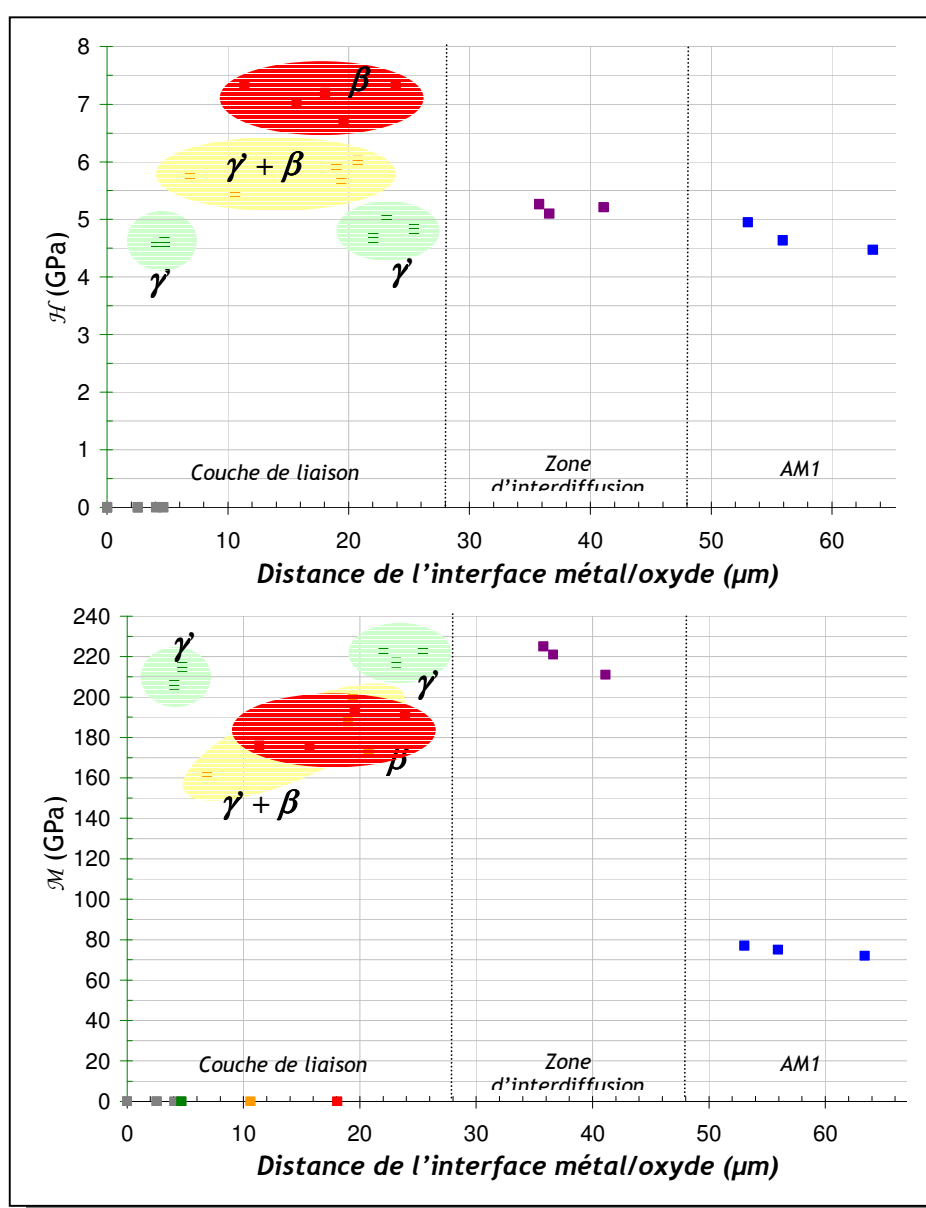


Figure 219 : Variations de la microdureté et du module d'élasticité d'indentation à température ambiante en fonction de la distance à l'interface Couche de liaison/Céramique.

IV.4.1.3. Discussion des résultats obtenus sur couche de liaison (Ni,Pt)Al de barrière thermique

Les valeurs du module d'élasticité obtenues sur les couches de liaison de barrière thermique "brute d'élaboration" et vieillie ont été reportées sur la **Figure 220** afin de comparer les résultats obtenus par microindentation instrumentée à température ambiante sur échantillons massifs et sur couche de liaison. Les résultats de tests de microtraction de Pan *et al.* [76] ont aussi été reportés dans ce graphique.

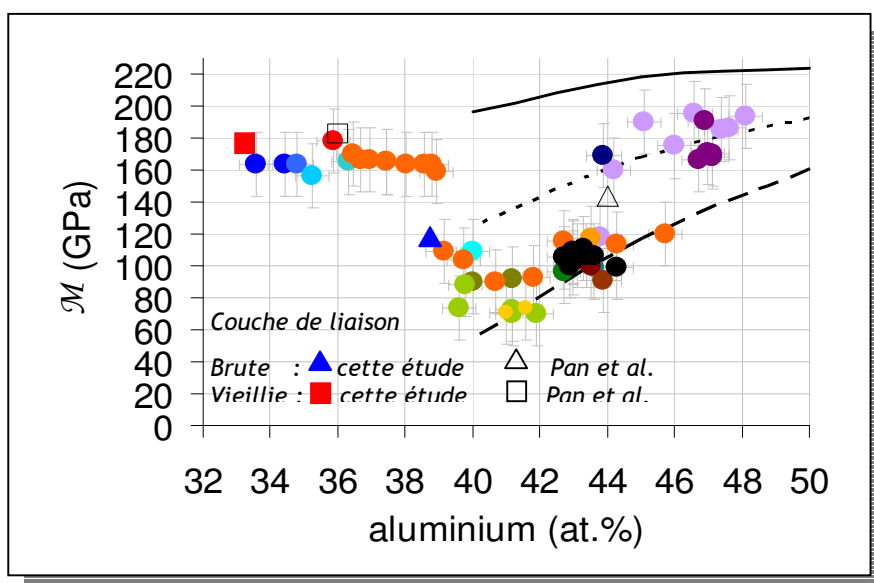


Figure 220 : Comparaison des résultats de module d'élasticité obtenus par microindentation instrumentée à température ambiante sur échantillons massifs et sur couches de liaison ; Comparaison avec les résultats de Pan *et al.* [76].

Un bon accord entre les valeurs obtenues sur couche de liaison et sur matériaux massifs a été observé. Ce résultat est très important car il nous permet de justifier le fait que les résultats obtenus sur échantillons massifs sont applicables aux couches de liaison et ce malgré le fait de la présence d'élément d'alliage tel que le chrome, le cobalt ou le titane dans les couches de liaison.

Regardons les résultats obtenus à haute température. La **Figure 221** représente les variations du module d'élasticité en fonction de la température pour une couche de liaison vieillie et pour des compositions d'alliages massifs purement martensitiques (ayant une composition similaire en aluminium et en platine que la couche de liaison).

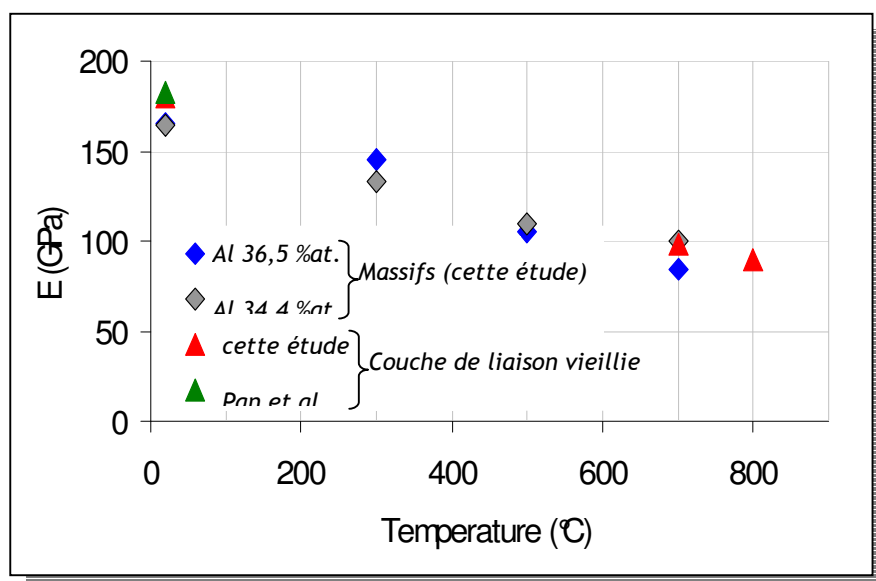


Figure 221 : Module d'élasticité obtenu par microindentation instrumentée à haute température sur échantillons massifs et sur couches de liaison vieillie ; Comparaison avec les résultats de Pan et al. [76].

Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Pan *et al.* par microtraction sur une couche de liaison similaire [76]. Ces résultats nous ont donc permis d'apporter une première relation d'évolution du module en fonction de la température pour cette phase.

Équation 134

$$M(\text{GPa}) = 175 - 0,12.T$$

Avec T la température exprimée en °C.

Conclusion

L'étude des couches de liaison est délicate en raison de leur faible épaisseur ($\sim 30 \mu\text{m}$). Des tests ont pu être réalisés à température ambiante et jusqu'à des températures modérées, pour lesquelles les empreintes sont encore de dimensions réduites. La réalisation d'essais de microindentation instrumentée à haute température s'est révélée délicate car la précision des tables de déplacement du dispositif est de l'ordre de $10 \mu\text{m}$. Au vu des dimensions caractéristiques du système et de celle des empreintes zones, il est difficile, à haute température, de ne sonder qu'une zone homogène en composition et microstructure. On a donc en réalité une réponse globale de la couche de liaison. Par ailleurs il est possible que dans d'essais à haute température des effets mécaniques d'environnement viennent perturber la réponse mécanique de la couche de liaison. Ces effets mécaniques d'environnement sont très difficilement dissociables de la réponse globale.

Il faudrait pour cela pouvoir travailler à plus faible charge, ce qui revient à travailler avec de plus faibles profondeurs de pénétration maximale. Ceci nécessiterait d'améliorer la sensibilité du dispositif. Une solution alternative pourrait être de travailler avec des systèmes de plus grande dimension mais représentatifs des couches de liaison en service. D'où l'intérêt d'avoir travaillé sur matériaux "massifs".

Conclusion générale et perspectives

L'utilisation des barrières thermiques sur aubes de turbine de moteurs aéronautiques est indispensable pour accroître les températures de combustion et celles en entrée de turbine sans changer le superalliage constituant les aubes. L'utilisation des barrières thermiques permet un gain de température de l'ordre de 100°C (pour une barrière thermique de l'ordre de 150 µm). Leur dégradation en service par écaillage ne permet pas d'exploiter pleinement leurs potentialités. L'augmentation de la durée de vie des systèmes barrières thermique constitue un enjeu capital.

Dans l'optique de pouvoir identifier certains paramètres des lois de comportement élasto-viscoplastique des constituants d'une barrière thermique, en particulier ceux de la couche de liaison, un prototype de microindentation a été modifié, amélioré et fiabilisé pour atteindre la température de 850°C pour tester les alliages constitutifs des couches de liaison. Cette microsonde mécanique constitue ainsi un moyen de détermination in situ à chaud de grandeurs mécaniques pour obtenir la rhéologie locale des matériaux des couches de liaison dépendante de la microstructure et de la composition. Elle est maintenant dans sa version finale de développement et un nouveau moyen d'essai est en cours de réalisation pour atteindre des températures supérieures (à terme 1200°C) sous un vide poussé.

Une importante campagne d'essais d'indentation a été réalisée afin d'étudier les conséquences mécaniques de l'oxydation des barrières thermiques. Cette oxydation entraîne en particulier une évolution de la composition du NiAl de la couche de liaison. La caractérisation a été réalisée aussi bien sur couche de liaison brute d'élaboration et vieillie thermiquement que sur des échantillons massifs, couples de diffusion, nous permettant d'avoir un large éventail de compositions en aluminium et éléments d'alliage (platine, zirconium ou ruthénium). Les essais ont été menés pour chaque composition à différentes températures étagées entre 20 et 850°C. L'influence de la composition de l'alliage s'avère marquée pour une sollicitation à température ambiante et s'affaiblit en montant en température. Cette analyse pourrait ultérieurement être enrichie par d'autres essais en utilisant des mesures par microscopie à force atomique sur chaque empreinte réalisée.

L'ensemble des données collectées est donc important et peut être capitalisé par une exploitation approfondie au travers d'une modélisation de l'essai. Malgré un engouement récent pour les techniques d'indentation, les essais d'indentation restent des essais dont l'interprétation mécanique est très complexe. A ce stade de notre étude, des informations très intéressantes sont déjà disponibles sur le comportement mécanique des couches de liaison (Ni,Pt)Al du système barrière thermique actuel et, des systèmes futurs (Ni,Ru)Al et NiAl(Zr)

En particulier, un effort a été fourni pour améliorer la caractérisation des alliages testés mécaniquement représentatifs des couches de liaison en service. Nous avons utilisé pour cela une démarche d'optimisation numérique basée sur une modélisation par éléments finis de l'essai validée antérieurement. Afin d'alléger la procédure itérative d'identification, les méthodes simplifiées d'interprétation des essais d'indentation sont utilisées pour obtenir de bonnes estimations de certains paramètres de comportement. Les identifications sont menées aussi bien à température ambiante qu'à haute température en prenant en compte des effets de vitesse de chargement pour caractériser l'aspect visqueux du comportement et en considérant des essais de « fluage d'indentation » en maintien de charge pour une première validation (ces essais sont plus délicats à réaliser). L'analyse des différentes températures à chaud a permis de juger du profil d'évolution du comportement en température.

L'hypothèse d'un écrouissage non-linéaire de nature purement cinématique a été posée dans cette identification, ce qui la distingue des méthodes inverses simplifiées proposées dans la littérature qui supposent un écrouissage isotrope. Nous avons justifié notre hypothèse en considérant de nouveaux résultats de microindentation cyclée. Nous montrons que l'application de deux cycles d'indentation permet de légitimer la nature essentiellement cinématique de l'écrouissage et en même temps de limiter les incertitudes sur l'enveloppe de comportement. L'utilisation de la méthode numérique mise en place par Leroy et Kanouté nous a permis d'obtenir une solution mécanique unique pour chaque composition testée à partir d'un double cycle charge-décharge d'indentation avec un seul et même indenteur de géométrie Vickers. Il reste cependant à réaliser dans certains cas un ajustement précis des essais avec cyclage (cas du (Ni,Ru)Al) pour affiner la connaissance du comportement à froid et à chaud de ces alliages.

Une étude a par ailleurs été menée sur la faisabilité de la caractérisation de l'anisotropie élastique par microindentation instrumentée. On montre en s'appuyant sur des travaux de la littérature que l'essai a tendance à gommer fortement les effets d'orientation. Ceci est aggravé dans le cas de l'indentation de couches de liaison de barrière thermique par des effets d'environnement (ex : influence des grains voisins du grain indenté). La faisabilité d'une caractérisation d'anisotropie apparaît donc improbable. Des essais menés sur (Ni,Pt)Al monocristallin confirme la difficulté et le caractère incertain de la mise en place d'une méthode inverse.

Concernant les résultats d'identification de comportement élasto-viscoplastique (considérés alors isotropes), nous avons démontré qu'ils étaient cohérents à froid et dans leur évolution avec la température avec la littérature (essais de traction) pour des nuances binaires NiAl. Des points d'ombre resteraient à clarifier dans des travaux ultérieurs concernant les possibles transformations de la martensite au cours du test de microindentation instrumentée.

Dès lors, les méthodes de calcul des contraintes de croissance et d'arrachement qui peuvent être à l'origine de l'écaillage précoce de la barrière thermique sur l'aube peuvent être revisitées. Les

résultats de notre travail peuvent alors être insérer dans des calculs plus fins de champ de contraintes au sein du système barrière thermique soit par une approche éléments finis (Caliez, Hutchinson) ou soit par une approche analytique de type Balint.

Communications, Séminaires, Publications

A. Villemiane, Z. Ayadi, F. Cleymand

Approches expérimentales et numériques pour la détermination des propriétés mécaniques de composés Ni₅₀Al₅₀ et (Ni₄₀Pt₁₀)Al₅₀ (%at.) utilisés dans les Barrières Thermiques

MATERIAUX 2006 (13-17 Novembre 2006 - Dijon, France)

Poster avec article sans comité de lecture

B. Passilly, A. Villemiane, P. Kanouté, R. Mévrel

A high temperature instrumented microindentation probe to investigate the mechanical properties of (Ni,Pt)Al alloys

International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Film (23-27 avril 2007 - San Diego, USA)

Présentation orale avec article

P. Kanouté (invitée), F.-H. Leroy, A. Villemiane, R. Mévrel, B. Passilly

Determination of constitutive laws of TBC bondcoat alloys using high temperature instrumented microindentation

Thermal barrier Coatings II (12-17 août 2007 - Irsee, Allemagne)

Présentation orale

A. Villemiane, B. Passilly, P. Kanouté, R. Mévrel

Mechanical properties of Thermal Barrier bondcoat alloys determined by high temperature instrumented microindentation. Euromat 2007 (10-13 septembre 2007 - Nürnberg, Allemagne)

Poster

P. Kanouté, F.-H. Leroy, R. Mévrel, B. Passilly, A. Villemiane

Determination of constitutive laws of TBC bondcoat alloys using an instrumented micro-indentation technique

EUCASS European Ground Testing Measurement Symposium (15-16 avril 2008 - Munich, Allemagne)

Présentation orale

A. Villemiane, B. Passilly, P. Kanouté, R. Kouitat, R. Mévrel

Determination of mechanical properties of aluminide bondcoat materials by high temperature instrumented microindentation

International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Film (23-27 avril 2007 - San Diego, CA-USA)

Présentation orale avec article

B. Passilly, A. Villemiane, R. Mévrel, P. Kanouté

La microindentation instrumentée à haute température : une sonde pour analyser le comportement mécanique de matériaux pour turbomachines

Colloque National sur l'indentation (7-8 octobre 2008 - Rennes, France)

Poster (primé)

Séminaires

Journée Des Doctorants de la branche MAS/Onera (23-24 janvier 2006 - Onera/Châtillon, France)

A. Villemiane, B. Passilly, P. Kanouté, R. Mévrel, R. Kouitat

Analyse du comportement mécanique en température de revêtements par microindentation instrumentée : application aux barrières thermiques

Présentation orale

Journée Des Doctorants de la branche MAS/Onera (22-23 janvier 2007 - Onera/Châtillon, France)

A. Villemiane, B. Passilly, P. Kanouté, R. Mévrel, R. Kouitat

Analyse du comportement mécanique en température de revêtements par microindentation instrumentée : application aux barrières thermiques

Présentation orale

Les Doctoriales - Université de Paris-Sud 11 (11-15 juin 2007- Dourdan, France)

A. Villemiane, B. Passilly, P. Kanouté, R. Mevrel, R. Kouitat

Plein gaz sur le système barrière thermique...

Poster

Journée Scientifique Onera sur « Systèmes Barrières Thermiques : Expérience industrielle, oxydation, modélisation » (18 juin 2007 - Onera/Châtillon, France)

A. Villemiane, B. Passilly, P. Kanouté, R. Mevrel, R. Kouitat

Analyse du comportement mécanique en température de revêtements par microindentation instrumentée : application aux barrières thermiques

Présentation orale

Journée Des Doctorants de la branche MAS/Onera (22-23 janvier 2008 - Onera/Châtillon, France)

A. Villemiane, B. Passilly, P. Kanouté, R. Mevrel, R. Kouitat

Analyse du comportement mécanique de matériaux pour couche de liaison de barrière thermique par microindentation instrumentée de 20 à 800°C

Présentation orale

Journée Rencontre DGA : Recherche et Innovation scientifique (20 mars 2008 - Paris, France)

A. Villemiane, B. Passilly, P. Kanouté, R. Mevrel, R. Kouitat

Analyse du comportement mécanique de couches de liaison de barrière thermique par microindentation instrumentée à haute température

Poster

Séminaire de l'Ecole Doctorale EMMA (15 mai 2008 - Nancy, France)

A. Villemiane, B. Passilly, P. Kanouté, R. Mevrel, R. Kouitat

Analyse du comportement mécanique de matériaux pour couche de liaison de barrière thermique par microindentation instrumentée de 20 à 800°C

Présentation orale

Publications

B. Passilly, A. Villemiane, P. Kanouté, R. Mévrel

A high temperature instrumented microindentation probe to investigate the mechanical properties of (Ni,Pt)Al alloys

Surface and Coating Technology - article soumis

A. Villemiane, B. Passilly, P. Kanouté, R. Mévrel,

Indentation creep of platinum-modified nickel aluminides

Manuscrit à soumettre à Scripta Materialia

A. Villemiane, B. Passilly, P. Kanouté, R. Kouitat, R. Mévrel

Determination of mechanical properties of aluminide bondcoat materials by high temperature instrumented microindentation

Surface and Coating Technology - article soumis

Encadrement

Ingrid Picas

Caractérisation mécanique de joints soudés FSW d'alliages d'aluminium par microindentation instrumentée

Projet d'initiation à la recherche 5A - Ecole Européenne d'Ingénieurs en Génie des Matériaux (INPL/Nancy)

Encadrant EEIGM : Zoubir Ayadi

Encadrant EMN : Franck Cleymand

Consultants ONERA : B. Passilly, A. Denquin, A. Villemiane

Melvin Kollannur

Comportement micromécanique en température d'un nouvel alliage (Ni,Ru)Al pour couche de liaison de barrière thermique

Stage de fin d'étude 5A - Ecole Européenne d'Ingénieurs en Génie des Matériaux (INPL/Nancy)

Tuteur EEIGM : Zoubir Ayadi

Encadrants ONERA : R. Mévrel, B. Passilly, A. Villemiane

Jerôme Quatrefage

Test de la résolution inverse de Dao - Essais de Nanoindentation sur NiAl et NiAl(Pt)

Projet d'initiation à la recherche 3A - Ecole des Mines de Nancy

Encadrant EMN : Franck Cleymand

Consultant ONERA : A. Villemiane

Serge Sélezneff

Comportement micromécanique en température d'alliages pour couche de liaison de barrière thermique

Stage de fin d'étude 5A - ENSIACET (INPT/Toulouse)

Tuteur ENSIACET : D. Monceau

Encadrants ONERA : R. Mévrel, B. Passilly, A. Villemiane

Annexes

Annexe 1 : Elaboration des matériaux et préparation des échantillons de l'étude

Les aluminures sont des matériaux fragiles qui sont d'autant plus difficiles à usiner leurs compositions sont proches de la composition équiatomique ou sur-stoéchiométrique en aluminium.

Elaboration des alliages par fusion à arc électrique

La technique d'élaboration des alliages utilise un four par fusion à arc électrique. Ce four comprend une anticathode en tungstène thoriée (*Figure 222 - 1 -*) et fonctionne sous vide secondaire en atmosphère inerte d'argon ultra pur en présence d'un getter en titane. Les élaborations des alliages, sous forme de savonnettes (~12 cm³) (*Figure 222 - 2 -*) ont été réalisées par J.-L. Lunel de l'Onera. Les savonnettes sont refondues cinq fois au minimum pour éviter la présence de « non fondus » au sein de l'alliage.

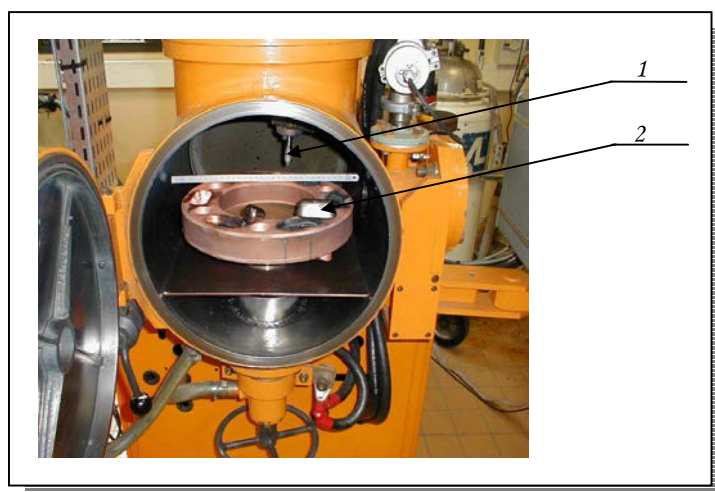


Figure 222 : Four par fusion à arc utilisé pour l'élaboration des savonnettes d'alliages (Ni,Pt)Al, (Ni,Ru)Al et NiAl(Zr).

Traitement thermique d'homogénéisation

Avant d'effectuer le recuit d'homogénéisation, les échantillons à traiter sont enroulés dans de la laine d'alumine de type SAFIL[®] puis dans une feuille de niobium. On notera que la laine d'alumine a subi un étuvage de 2h à 150°C pour éliminer toute trace d'eau. L'alumine isole ainsi l'alliage à traiter du contact du niobium pour éviter la diffusion de ce dernier dans l'alliage. Le niobium joue le rôle de getter d'oxygène pour éviter l'oxydation de l'alliage pendant le traitement thermique.

Le recuit d'homogénéisation est effectué sous atmosphère d'argon avec getter pour éviter que l'alliage ne s'appauvrisse en aluminium par oxydation dès 800°C. Ce traitement thermique, généralement de 25 h à 1300°C, est réalisé dans un four tubulaire. Un thermocouple assure le suivi

de la température au niveau de l'échantillon. Un ordinateur de contrôle enregistre l'évolution de la température de l'échantillon en fonction du temps permettant de détecter toute anomalie en cours de traitement. A noter que les vitesses d'entrée et de sortie de l'échantillon du four ne sont pas contrôlées par cette méthode.

Les conditions *temps-température* du traitement thermique d'homogénéisation de chaque échantillon sont rassemblées dans le **Tableau 42**.

| <i>Référence échantillon</i> | <i>Traitement thermique d'homogénéisation</i> |
|------------------------------|-----------------------------------------------|
| <i>PT1</i> | 25 h - 1300 °C |
| <i>PT3</i> | 25 h - 1300 °C |
| <i>PT4</i> | 25 h - 1300 °C |
| <i>PT10</i> | 25 h - 1300 °C |
| <i>PT11</i> | 25 h - 1300 °C |
| <i>PT12</i> | 25 h - 1300 °C |
| <i>PT13</i> | 25 h - 1300 °C |
| <i>PT14</i> | 25 h - 1300 °C |
| <i>PT17</i> | 25 h - 1300 °C |
| <i>PT19</i> | 25 h - 1300 °C |
| <i>PT20</i> | 25 h - 1300 °C |
| <i>PT22</i> | 25 h - 1300 °C |
| <i>RU1</i> | 25 h - 1300 °C + 20 h - 1500 °C |
| <i>RU2</i> | 25 h - 1300 °C |
| <i>RU3</i> | 25 h - 1300 °C + 20 h - 1500 °C |
| <i>RU4</i> | 25 h - 1300 °C |
| <i>ZR1</i> | 25 h - 1300 °C |
| <i>ZR3</i> | 25 h - 1300 °C |

Tableau 42 : Conditions du traitement thermique d'homogénéisation pour chaque alliage élaboré pour cette étude.

Usinage de pions et d'échantillons

Des pions (disques d'épaisseur 2 mm) ont été découpés à partir des savonnets avec une microtrancheuse de type *Buehler Isomet2000*. Les vitesses d'approche (≤ 2 mm/min) et de rotation de la lame de scie (≤ 1800 tr/min) permet de découper les nuances d'alliages fragiles (proches de la composition stœchiométrique) et minimiser l'écrouissage de surface. Une vis micrométrique permet d'ajuster l'épaisseur du disque à découper. Cette méthode de découpe ne permet pas d'obtenir des précisions élevées ($\pm 0,2$ mm) mais suffisantes dans cette étude. Ces pions entreront ensuite dans l'élaboration de couples de diffusion.

Des échantillons sont aussi usinés aux dimensions 4 x 5 x 10 mm, correspondant aux dimensions des porte-échantillons des dispositifs de microindentation instrumentée.

Préparation des surfaces

Les surfaces des pions et des échantillons sont préparées par polissages successifs avec des papiers abrasifs en SiC de granulométrie 500, 1200 et 4000 ; puis avec des pâtes diamantées de 6, 3 et 1/4 μm . Entre chaque étape les échantillons sont rincés à l'éthanol dans un bain à ultrasons. Un séchage final dans une étuve pendant 2 à 3 heures à 150°C permet d'éliminer toute trace d'alcool en surface.

Pour les échantillons utilisés pour les analyses EBSD et DRX, une dernière étape de polissage à base d'un gel de silice est effectuée afin d'avoir une finition de surface quasi-parfaite miroir sans rayure.

Cette préparation est suffisante pour toutes les phases de l'étude : réalisation des tests micromécaniques d'indentation, observation des surfaces et des empreintes d'indentation par microscopie optique et par microscopie électronique à balayage et analyse des échantillons par DRX et/ou EBSD.

Annexe 2 : Elaboration des couples de diffusion

Le principe de base de l'élaboration d'un couple de diffusion est simple ; il s'agit d'accoler deux faces planes d'alliages différents et de réaliser un traitement thermique de diffusion. L'élaboration des couples de diffusion nécessite donc deux étapes : un traitement thermique de collage par diffusion et un traitement thermique de diffusion.

Traitement thermique de collage par diffusion

En pratique, le couple (*Figure 223 - 1 -*) est placé entre deux rondelles d'alumine sur lesquelles a été pulvérisé du nitrure de bore - 2 -. Les rondelles d'alumine ont pour but d'isoler les alliages du contact avec le graphite et éviter ainsi toute pollution du couple de diffusion par le carbone. Cet ensemble est placé dans une matrice en graphite - 3 -. Un piston supérieur mobile en graphite - 4 - vient exercer, par l'action du poids de l'attelage, une pression \mathcal{P} de l'ordre de 1,5 MPa sur l'échantillon. Cette pression est suffisante pour maintenir les disques métalliques en contact et assurer ainsi un bon collage des faces du couple de diffusion.

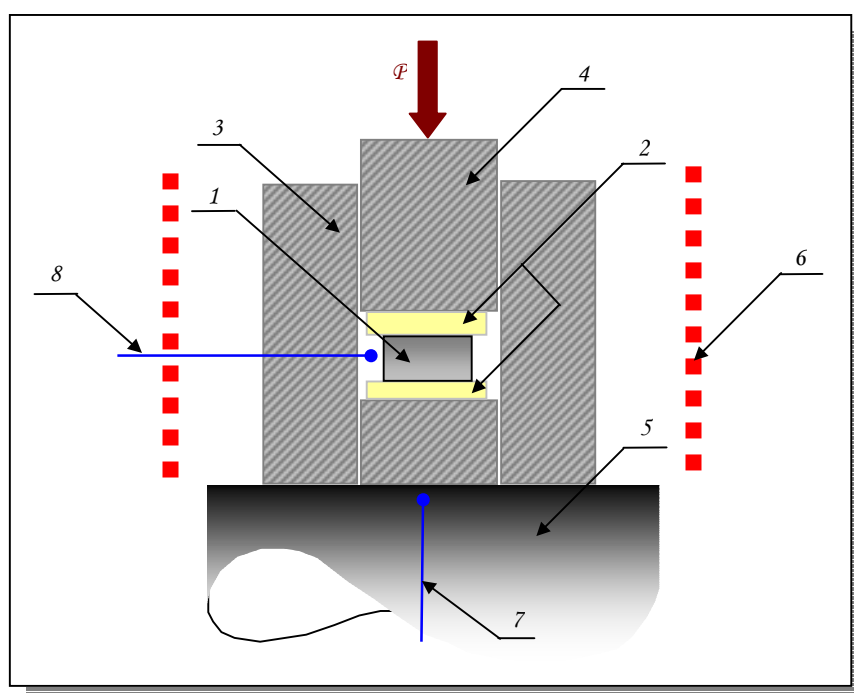


Figure 223 : Schéma de l'installation permettant de réaliser les couples de diffusion

Le montage est placé sur la sole en graphite refroidie - 5 - d'un four de type *Goliath - ECM Infrafour*. Ce four fonctionne sous vide secondaire. Le chauffage est assuré par des résistors en grillage de tungstène - 6 -. La vitesse de montée en température est de l'ordre de 10 °C/min jusqu'à 450 °C. un palier de maintien à cette température est réalisé pendant 30 minutes afin de dégazer l'oxygène résiduel et limiter ainsi l'oxydation de l'échantillon pendant le traitement thermique de collage par

diffusion. La montée en température est ensuite reprise (à la même vitesse) jusqu'à 1100°C - température à laquelle un palier de maintien est réalisé pendant 1 h pendant toute la période de chauffage, la régulation en température est assurée par un thermocouple de type W-5Re/W-26Re - 7 - et la mesure de la température est effectuée par un thermocouple en Pt/Pt-10Rh à proximité de l'échantillon - 8 -. A la fin du traitement thermique, le système est refroidi jusqu'à température ambiante à une vitesse de 20 °C/min.

Traitement thermique de diffusion

Avant d'effectuer le traitement thermique de diffusion, les couples à traiter sont enroulés dans de la laine d'alumine de type SAFIL[®] puis dans une feuille de niobium - comme pour le traitement thermique d'homogénéisation ([Annexe 1](#)).

Les conditions *temps-température* du traitement thermique de diffusion de chaque couple réalisé sont rassemblées dans le **Tableau 43**.

| Référence échantillon | Traitement thermique de diffusion |
|------------------------------|------------------------------------------|
| <i>PT1/PT4</i> | 100 h - 1200°C + 100 - 1250°C |
| <i>PT3/PT20</i> | 100 h - 1200°C |
| <i>PT3/PT22</i> | 100 h - 1200°C |
| <i>PT14/PT20</i> | 100 h - 1200°C |
| <i>PT17/PT19</i> | 100 h - 1200°C |
| <i>PT13/PT19</i> | 100 h - 1200°C |
| <i>RU1/RU2</i> | 100 h - 1200°C + 20 h - 1500° |
| <i>RU1/RU3</i> | 100 h - 1200°C + 70 h - 1500°C |
| <i>RU1/RU4</i> | 100 h - 1200°C + 20 h - 1500°C |
| <i>RU2/RU3</i> | 100 h - 1200°C + 20 h - 1500°C |
| <i>RU2/RU4</i> | 100 h - 1200°C + 100 h - 1450°C |
| <i>RU3/RU4</i> | 100 h - 1200°C + 20 h - 1500°C |
| <i>RU1/RU3/RU2/RU4/RU1</i> | 100 h à 1500°C |
| <i>ZR1/ZR3</i> | 100 h - 1200°C |

Tableau 43 : Conditions du traitement thermique de diffusion pour chaque couple élaboré pour cette étude.

Les couples de diffusion ainsi obtenus sont alors découpés perpendiculairement à l'interface initiale de façon à obtenir un échantillon de dimension 4 x 5 x 10 mm (dimensions requises par les dispositifs de microindentation instrumentée). Une section de l'échantillon est alors préparée en suivant la même préparation de surface que celle exposée en [Annexe 1](#).

Annexe 3 : Observations au Microscope Electronique à Balayage (MEB)

Les échantillons de cette étude ont été observés au Microscope Electronique à Balayage (MEB DSM 962).

Principe du microscope électronique à balayage (MEB)

L'utilisation d'un microscope optique est principalement limitée par son grossissement (de l'ordre de 1000). Physiquement celle-ci est due à la limite de résolution (distance la plus petite entre deux objets pour qu'ils soient distincts) qui est proportionnelle à la longueur d'onde de la lumière utilisée. Pour des grossissements supérieurs, il est nécessaire d'utiliser un microscope électronique. L'idée de base de la microscopie électronique est de remplacer la lumière visible par un faisceau d'électrons de longueur d'onde plus faible pour obtenir une limite de résolution inférieure, de l'ordre de quelques nanomètres [169].

Le principe de la microscopie électronique à balayage est de balayer une partie de la surface de l'échantillon à observer (*Figure 224*). Les « informations » provenant de chaque interaction faisceau incident - matière (selon la nature du choc électronique élastique ou inélastique) sont transformées en signal électrique proportionnel à l'intensité des signaux respectifs captés par l'un des capteurs.

Ce signal électrique issu d'un détecteur va moduler la brillance de l'écran cathodique associé dont la vitesse de balayage est synchrone avec celle de l'échantillon. L'information issue de chaque point d'impact permet donc la visualisation d'une image. Les informations sont de trois types :

- L'émission d'électrons secondaires, issus de la relaxation des atomes de surfaces excités, permet la visualisation de la surface par contraste topographique (contraste d'ombrage),
- La ressortie d'électrons rétrodiffusés permet la visualisation de phase par contraste chimique du fait que cette interaction élastique est d'autant plus marquée que le noyau de l'atome cible est lourd (les éléments de numéro atomique Z élevé apparaissent en clair),

L'émission de photons X (K_{α} , L_{α} ,...) permet d'obtenir un spectre dispersif en énergie dont les pics visibles sont caractéristiques des éléments chimiques contenus dans le volume irradié (quelques μm^3).

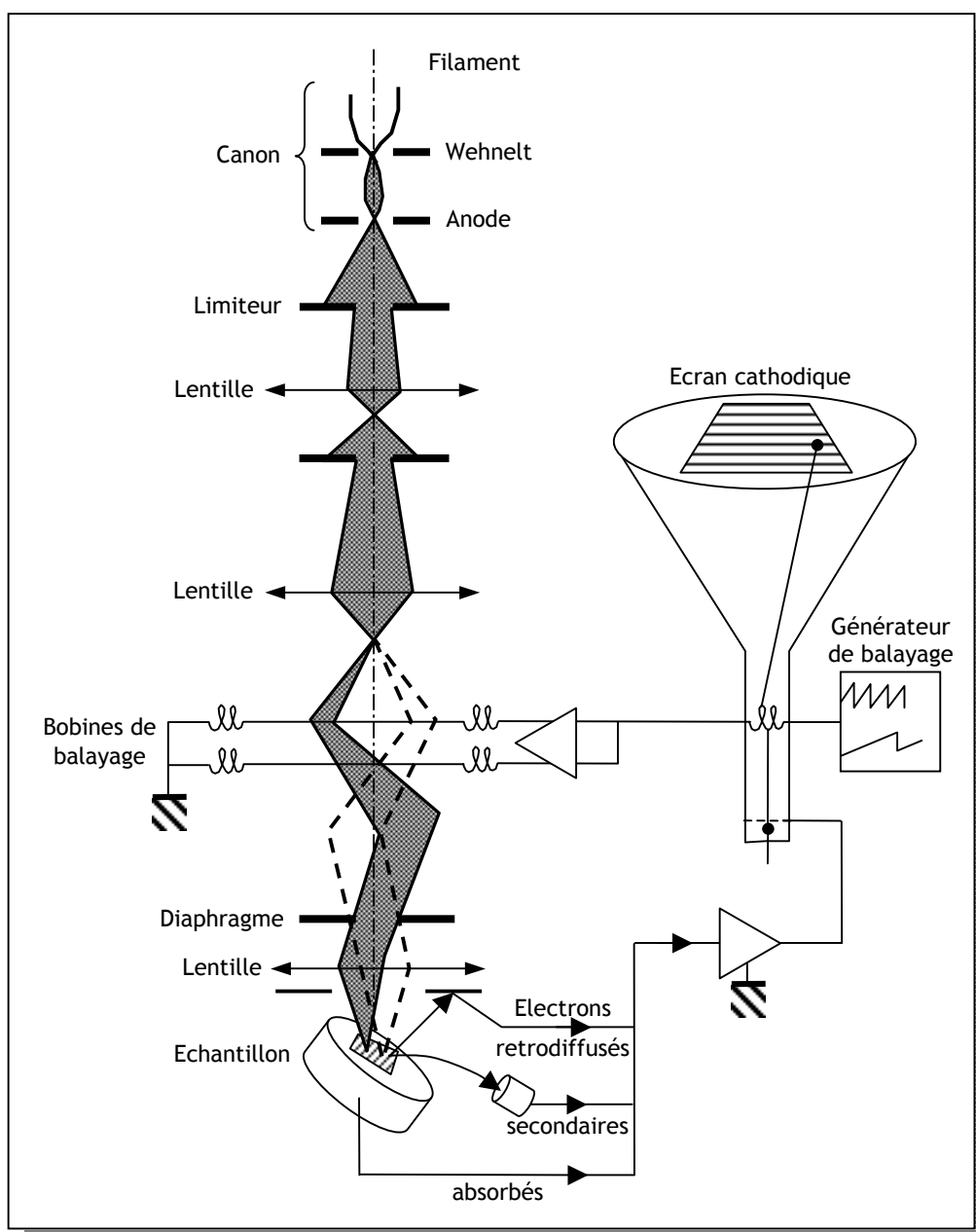


Figure 224 : Schéma de principe de fonctionnement du MEB.

Technique de l'EDS-MEB

Cette technique permet de déterminer l'épaisseur d'une couche d'oxyde.

Technique de l'EBS-D-MEB

Mise au point dans les années 70, l'EBS-D (*Electron BackScattered Diffraction*) est une technique de canalisation des électrons par microscopie électronique à balayage. Les électrons rétrodiffusés sont canalisés par les plans cristallins et forment une figure caractéristique constituée de lignes (dites lignes de Kikuchi). Cette figure fournit des informations sur la symétrie du cristal et l'orientation du réseau cristallin (Figure 225).

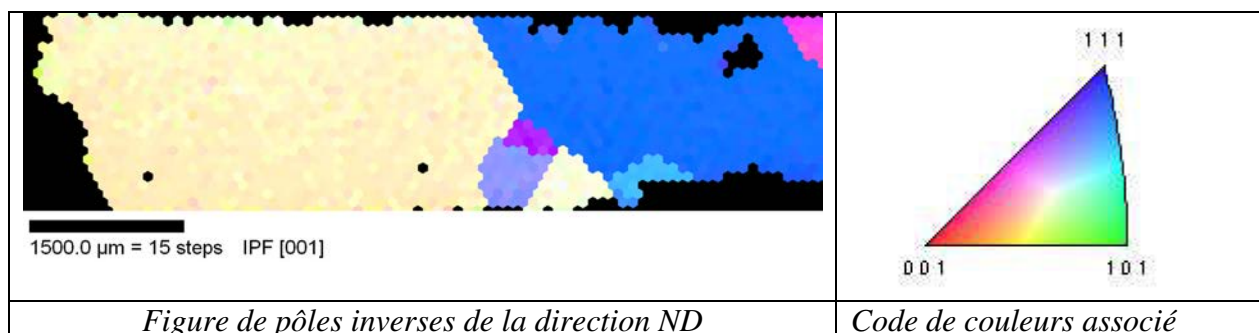


Figure 225 : Exemple de figure de pôle obtenu sur un échantillon massif (Ni,Pt)Al par EBSD.

Pour λ et d fixés, la diffraction s'effectue suivant deux cônes (**Figure 226**). Ces cônes de diffraction sont fortement ouverts car ils correspondent à des électrons de haute énergie.

L'intersection de ces cônes avec le détecteur placé devant l'échantillon donne lieu à deux lignes. Ces lignes, ou bandes de Kikuchi, ne sont donc en réalité que la trace des plans diffractant et leur observation nécessite des conditions expérimentales particulières pour obtenir un signal exploitable sur le détecteur EBSD, peu sensible à faible énergie :

- un faisceau focalisé d'électrons d'énergie suffisante (entre 15 et 30 keV) et transportant un courant beaucoup plus fort ($I = 10^{-9}$ A) qu'en microscopie électronique à balayage traditionnelle ($I = 10^{-11}$ A),
- un échantillon cristallin ayant une surface convenablement préparée (polissage miroir, surface polie faiblement écrouie),
- une forte inclinaison de l'échantillon (70° par rapport à l'incidence normale) permettant d'observer des bandes de diffraction nettes,
- un détecteur spécifique constitué d'un écran phosphorescent sur lequel les électrons rétrodiffusés forment des diagrammes et d'une caméra à bas niveau de lumière qui prend en temps réel l'image de ces diagrammes.

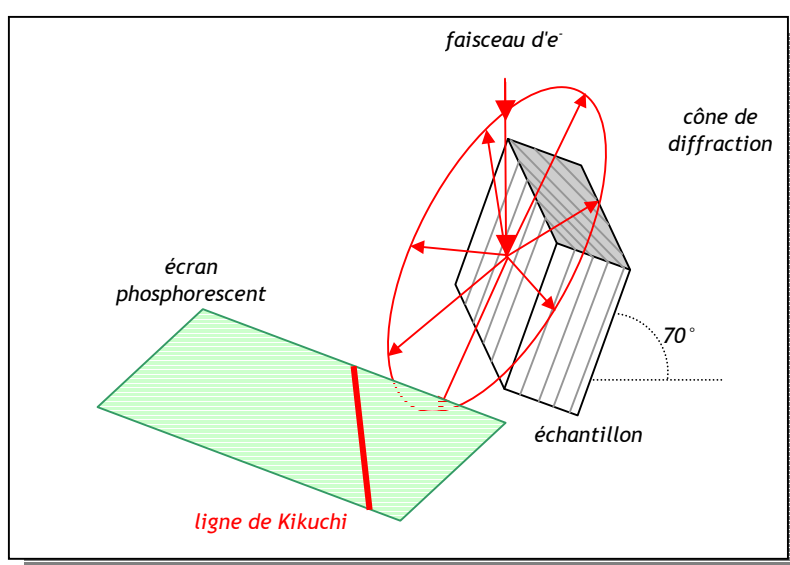


Figure 226 : Schéma de principe de l'EBSD.

Annexe 4 : Diffraction de Rayons X (DRX)

L'identification de phases présentes dans les matériaux, et notamment des aluminures à basse teneur d'aluminium pouvant présenter une transformation martensitique, a été réalisée par diffraction des rayons X (DRX). Les diffractogrammes ont été réalisés par C. Sanchez du laboratoire de radiocristallographie de l'Onera.

Le principe de la DRX est le suivant. Un faisceau de rayons X incident sera réfléchi par une famille de plans atomiques repérés par leurs indices de Miller (hkl), si et seulement si, il rencontre ces plans sous un angle θ , dit angle de Bragg (Figure 227), tel que :

$$\text{Équation 135} \quad 2 \cdot d_{\{hkl\}} \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda$$

- $d_{\{hkl\}}$, distance interréticulaire, i.e. la distance entre deux plans cristallographiques de mêmes indices $\{hkl\}$,
- θ , le demi-angle de déviation, i.e. la moitié de l'angle entre faisceau incident et la direction du détecteur,
- n , l'ordre de réflexion (nombre entier)
- λ , longueur d'onde du faisceau de rayons X incident.

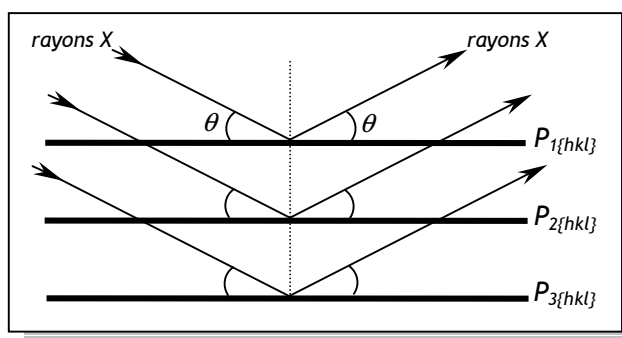


Figure 227 : Schéma de diffraction RX par une famille de plans réticulaires $P_{\{hkl\}}$ pour un angle de Bragg θ .

Les conditions expérimentales pratiquées sur un diffractomètre de type PW 1710 Philips en montage Bragg-Brentano $\theta/2\theta$ pour les analyses des matériaux de l'étude sont les suivantes:

- rayonnement $K\alpha$ émis par un tube à rayons X à anticathode de cuivre ($\lambda = 0,154056$ nm),
- détecteur à scintillation,
- utilisation d'un monochromateur arrière à lame de graphite,
- fente de champ avant de 1° et fentes de focalisation de $0,1^\circ$,
- balayage continu : vitesse $\omega=0,02^\circ/s$ (pseudo-pas de $0,06^\circ$ en 2θ sur 3 secondes).

La Figure 228 représente un schéma de fonctionnement d'un diffractomètre en montage $\theta/2\theta$. Les pics de diffraction obtenus sont alors indexés selon les indices de Miller des plans atomiques des phases du matériau analysé.

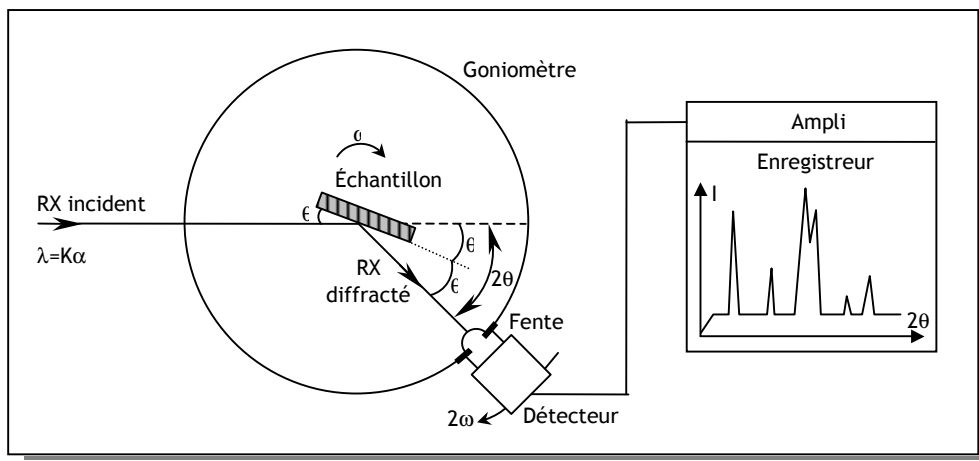


Figure 228: Schéma de principe de fonctionnement d'un diffractomètre en montage $\theta/2\theta$.

Certains problèmes sont inhérents à l'identification de phases par DRX. Par exemple, la position en 2θ des pics d'une phase peut être décalée. Ce problème peut provenir d'un défaut d'alignement du diffractomètre, mais il est plus fréquemment dû à des variations du paramètre de maille cristalline du matériau analysé (solution solide d'éléments d'alliage, matériau non homogène). L'inconvénient d'un tel problème est qu'il peut générer une superposition de pics. Néanmoins, la connaissance de la position du pic de réflexion et l'application de la loi de Bragg nous permettent de déterminer la distance interréticulaire des plans associés au pic étudié et par conséquent au paramètre de maille. Pour une maille quadratique, on a :

Équation 136

$$d_{\{hkl\}} = \frac{1}{\sqrt{\frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}}}$$

Avec a et c les paramètres de la maille quadratique.

Par ailleurs, pour une maille cubique pour laquelle $a = c$, l'Équation 136 devient :

Équation 137

$$d_{\{hkl\}} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

L'orientation de monocristaux peut aussi être déterminée par DRX. Dans cette méthode, dite de Laue, le monocristal est maintenu immobile ($\omega=0$). Sur le même principe que décrit précédemment, le cristal diffracte les rayons X aux longueurs d'onde satisfaisant la loi de Bragg (Équation 135). A la différence près au montage en $\theta/2\theta$, les rayons X diffractés forment sur un diagramme de

diffraction, appelé alors diagramme de Laue, un réseau de taches dont les éléments de symétrie reflètent ceux de la structure cristalline.

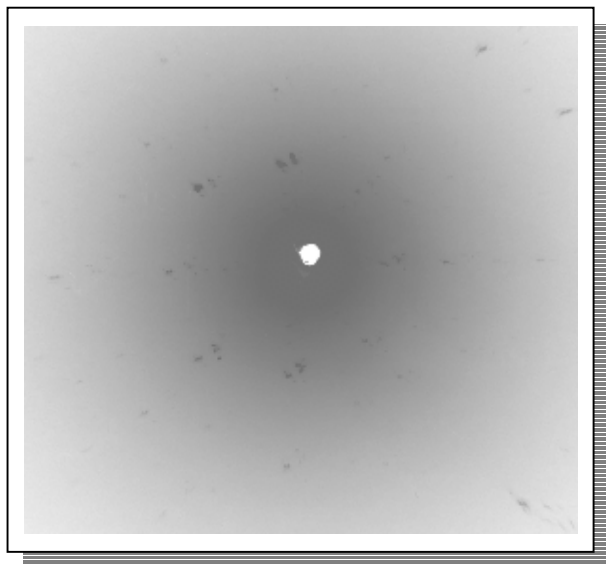


Figure 229 : Exemple de cliché Laue de diffraction des rayons X obtenu sur l'échantillon (Ni,Pt)Al $\langle 100 \rangle$ (d'après [170]).

Annexe 5 : La microscopie à force atomique

La microscopie à force atomique (ou AFM pour *Atomic Force Microscopy*) peut être utilisée pour visualiser la topologie de la surface d'un échantillon. Le principe se base globalement sur les interactions - attraction (force de Van der Waals), ou répulsion (principe d'exclusion de Pauli) entre les atomes surfaciques de l'échantillon et ceux de la pointe montée sur un microlevier ("*cantilever*") très flexible et de faible masse. Cette technique, dont le schéma de principe est représenté en **Figure 230**, permet d'obtenir une image topographique tridimensionnelle avec une très haute résolution spatiale et verticale - pouvant être assimilée à un profilomètre ou rugosimètre.

La pointe balaie la surface à représenter. La mesure de la flexion du levier (dans un sens ou dans l'autre) donne une mesure directe de la force d'interaction entre la surface sondée et la pointe. La déviation du levier est réalisée en mesurant la réflexion d'un laser. En effet, le faisceau laser émis par une diode-laser de puissance 1mW, est focalisé sur le dessus du microlevier et réfléchi vers un photodétecteur à deux quadrants (ou quatre si on veut détecter les mouvements de torsion du microlevier). Ce système permet de mesurer les variations d'intensité liées au déplacement en z du microlevier. Par exemple, si le faisceau laser vient à être dévié vers le haut, les deux photodiodes du haut recevront plus de lumière que celles du bas, et on il apparaît donc une différence de tension. Cette différence de tension est traduite par la suite en une différence de hauteur. Un ordinateur enregistre cette hauteur et peut ainsi reconstituer une image de la surface.

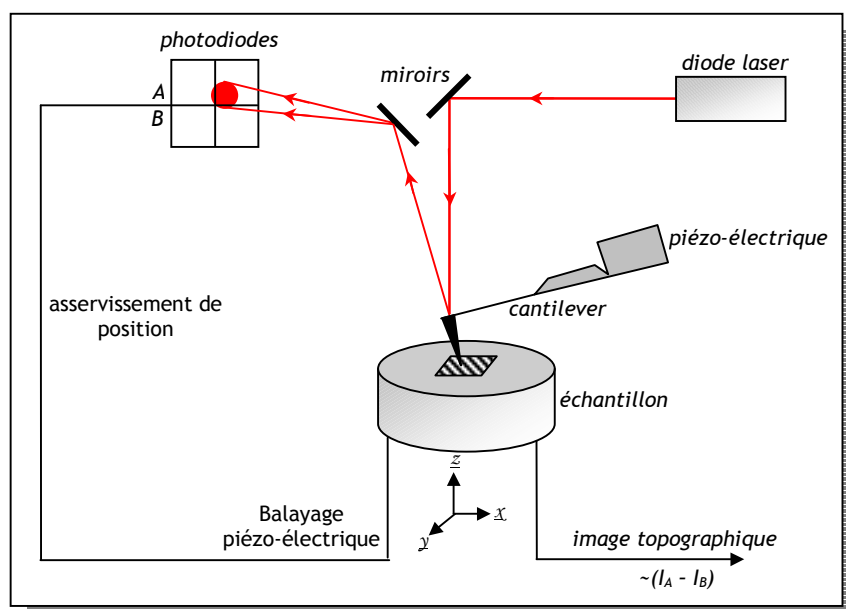


Figure 230 : Schéma de principe du microscope à force atomique.

Le microscope à force atomique utilisé dans cette étude est un *Accurex II - TopoMetrix Corporation*. Pour sonder les surfaces de des échantillons, une pointe en Si_3N_4 de forme pyramidale portée par un microlevier rectangulaire a été utilisée. Les caractéristiques de la pointe et du cantilever sont rassemblées dans le *Tableau 44*.

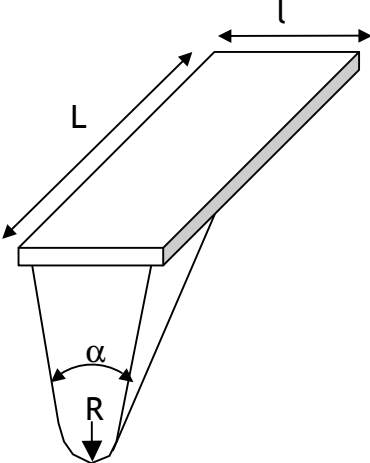
| Pointe pyramidale Si_3N_4 | Cantilever rectangulaire |
|---------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|  | |
| Rayon de courbure $R = 20 \text{ nm}$ Angle des faces opposées $\alpha = 25^\circ$ | Longueur $L = 125 \mu\text{m}$ Largeur $l = 30 \mu\text{m}$ Constante de raideur $k = 42 \text{ N/m}$ Fréquence de résonance $\omega_0 = 320 \text{ kHz}$ |

Tableau 44 : Caractéristiques de la pointe et du microlevier utilisés pour les images par AFM.

Le calibrage de la pointe utilisée a été effectué à l'aide d'une grille étalon en oxyde de silicium lors des travaux de thèse de M.-A. Prévost [1]. Ces mêmes travaux ont permis de déterminer la résolution verticale de l'ordre de 0,01 nm. Pour obtenir une telle résolution, les images ont été réalisées en fonctionnant en "mode non contact". La taille maximale des zones sondées est de $100 \times 100 \mu\text{m}$ selon x et y , et $10 \mu\text{m}$ selon z , avec une vitesse d'acquisition des images égale à $50 \mu\text{m/s}$ pour minimiser les erreurs.

Annexe 6 : Relations de mécanique générale

Dans le cadre de l'élasticité linéaire isotherme en petites déformations, on peut écrire la relation :

$$\text{Équation 138} \quad \underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}} \cdot \underline{\underline{\varepsilon}}$$

que l'on peut encore noter :

$$\text{Équation 139} \quad \sigma_{ij} = C_{ijkl} \cdot \varepsilon_{kl}$$

où $\underline{\underline{C}}$ est le tenseur des constantes d'élasticité

Les relations de symétrie du tenseur permettent d'écrire :

$$\text{Équation 140} \quad C_{ijkl} = C_{ijlk} = C_{jikl}$$

Et avec les conditions de Cauchy

$$\text{Équation 141} \quad C_{ijkl} = C_{klij}$$

On peut adopter la notation de Voigt à deux indices I et J telle que C_{IJ} (6 x 6) soit symétrique.

Dans le cas des alliages β -B2 NiAl, à structure cristalline cubique, les symétries matérielles vont permettre de ramener les 18 coefficients indépendants du tenseur des constantes d'élasticité à seulement trois coefficients indépendants.

1. Symétrie par rapport à un plan ($x_3 = 0$ par exemple)

$$\text{Équation 142} \quad C_{14} = C_{24} = C_{34} = C_{64} = C_{15} = C_{25} = C_{35} = C_{65} = 0$$

2. Symétrie par rapport à deux plans orthogonaux (symétrie orthotrope) ($x_2 = 0$ et $x_1 = 0$)

$$\text{Équation 143} \quad C_{15} = C_{16} = C_{25} = C_{26} = C_{35} = C_{36} = C_{45} = C_{46} = 0$$

3. Symétrie quadratique (équivalence de deux axes de symétrie)

$$\text{Équation 144} \quad C_{11} = C_{22} ; C_{13} = C_{23} ; C_{44} = C_{55}$$

4. Symétrie cubique (équivalence entre les trois axes de symétrie)

$$\text{Équation 145} \quad C_{11} = C_{33} ; C_{13} = C_{12} ; C_{44} = C_{66}$$

Le tenseur des modules élastiques peut s'écrire alors avec seulement 3 coefficients indépendants C_{11} , C_{12} , et C_{44} (cas d'une maille à symétrie cubique) tel que :

$$\text{Équation 146} \quad \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \epsilon_{11} \\ \epsilon_{22} \\ \epsilon_{33} \\ \epsilon_{23} \\ \epsilon_{13} \\ \epsilon_{12} \end{bmatrix}$$

Connaissant les constantes d'élasticité (C_{11} , C_{12} , et C_{44}) on peut aisément déterminer les modules d'Young $E_{\langle hkl \rangle}$ du monocristal dans les directions $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$. On a donc :

$$\text{Équation 147} \quad E_{\langle 001 \rangle} = C_{11} - \frac{2 \cdot C_{12}^2}{C_{11} + C_{12}}$$

$$\text{Équation 148} \quad E_{\langle 011 \rangle} = \frac{4 \cdot C_{44} \cdot (C_{11} - C_{12}) \cdot (C_{11} + 2 \cdot C_{12})}{C_{11}^2 - 2 \cdot C_{12}^2 + C_{11} \cdot (C_{12} + 2 \cdot C_{44})}$$

$$\text{Équation 149} \quad E_{\langle 111 \rangle} = \frac{3 \cdot C_{44} \cdot (C_{11} - C_{12}) \cdot (C_{11} + 2 \cdot C_{12})}{C_{11}^2 - 2 \cdot C_{12}^2 + C_{11} \cdot (C_{12} + C_{44}) - C_{12} \cdot C_{44}}$$

On peut par ailleurs déterminer le coefficient de Poisson associé à la direction $\langle 001 \rangle$ par la relation suivante :

$$\text{Équation 150} \quad \nu_{\langle 001 \rangle} = \frac{C_{12}}{C_{11} + C_{12}}$$

Le facteur d'anisotropie \mathcal{A}_f est défini par la relation suivante :

$$\text{Équation 151} \quad \mathcal{A}_f = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}}$$

Il est aussi possible de déterminer le module d'Young d'une orientation particulière $\langle hkl \rangle$ d'un système cubique, à partir des constantes d'élasticité du monocristal et du vecteur de désorientation $[\ell_1 \ell_2 \ell_3]$.

$$\text{Équation 152} \quad E_{\langle hkl \rangle} = \frac{1}{S_{11} - 2 \cdot \left(S_{11} - S_{12} - \frac{S_{44}}{2} \right) \cdot (\ell_1^2 \ell_2^2 + \ell_2^2 \ell_3^2 + \ell_3^2 \ell_1^2)}$$

Avec :

$$\text{Équation 153} \quad S_{11} = \frac{C_{11} + C_{12}}{(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2.C_{12})}$$

$$\text{Équation 154} \quad S_{12} = \frac{-C_{12}}{(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2.C_{12})}$$

$$\text{Équation 155} \quad S_{44} = \frac{1}{C_{44}}$$

et,

$$\text{Équation 156} \quad l_1 = \frac{\hbar}{\sqrt{\hbar^2 + \kappa^2 + l^2}}, l_2 = \frac{\kappa}{\sqrt{\hbar^2 + \kappa^2 + l^2}} \text{ et } l_3 = \frac{l}{\sqrt{\hbar^2 + \kappa^2 + l^2}}$$

Annexe 7 : Algorithme de Levenberg-Marquardt / Fonction objectif

a) Algorithme de Levenberg-Marquardt

L'algorithme de Levenberg-Marquardt apporte une solution numérique au problème de minimisation d'une fonction à plusieurs variables. Cet algorithme permet d'aboutir à une solution même s'il est démarré très loin d'un minimum.

Cet algorithme s'applique à la régression linéaire au travers de la méthode des moindres carrés ; Pour un certain nombre n de paires de données (t_i, y_i) , on recherche le paramètre a de la fonction

$f(t, a)$ de sorte que la somme des carrés des résidus $S = \sum_{i=1}^n [y_i - f(t_i, a)]^2$ soit minimale.

Un algorithme d'optimisation procède classiquement de façon itérative à partir d'un état initial supposé proche d'un minimum - soit p le vecteur de départ. A chaque pas d'itération, le vecteur p est remplacé par un nouveau vecteur d'estimation $p+q$. Pour déterminer q , les fonctions $f_i(p+q)$ sont approchées par linéarisation tel que $f(p+q) \sim f(p) + Jq$, où J est le Jacobien de f en p .

A un minimum de la somme des carrés des résidus, on a donc $\nabla_{q_i} ((y - f(p_i) - Jq_i)^2) = 0$. L'indice i représente l'indice de l'itération. Cette expression nous conduit donc à $(J^T J)q_i = J^T [y - f(p_i)]$ qui permet de déterminer q_i en inversant $J^T J$.

L'algorithme de Levenberg-Marquardt consiste à approcher cette dernière relation par un terme d'amortissement λ de telle sorte que $(J^T J + \lambda_i I)q_i = J^T [y - f(p_i)]$.

Ce facteur d'amortissement λ_i est ajusté à chaque itération pour optimiser la vitesse de la régression. Si la diminution de S est rapide, on peut utiliser une valeur plus faible de facteur d'amortissement et inversement.

Si un minimum de S est obtenu ou si la limite du nombre d'itérations est atteinte, la procédure se termine et renvoie le paramètre p_i comme estimation de la solution.

b) Fonction objectif

Les problèmes d'optimisation cherchent à minimiser la fonction coût (ou fonction objectif) désignée par F - un scalaire - telle que :

Équation 157
$$F(x) = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^N w_i (f(x) - y_i)^2 \text{ tel que } g_j(x) \leq 0, j = 1, n_g$$

où g est un vecteur de contrainte ($g_j = 0$ dans notre cas), x sont les paramètres à optimiser et w_i les poids associés aux points expérimentaux i . ($w_i = 1$ dans notre cas)

La méthode d'optimisation utilisée dans cette étude est dite globale car elle est réalisée sur l'ensemble des points expérimentaux. Bien que cette méthode soit plus lente à converger vers la solution qui donne le minimum de la fonction coût, elle assure une plus grande fiabilité de cette solution.

Annexe 8 : Estimation des modules d'élasticité d'indentation de monocristaux à symétrie cubique

Néanmoins, du fait de la forte anisotropie élastique des alliages étudiés dans cette étude, il est peut-être préférable de suivre la méthode mise en place par Vlassak *et al.* [155] sur l'indentation des cristaux à symétrie cubique. Ces mêmes auteurs ont montré la validité de leur méthode sur différents matériaux monocristallins (*W, Al, Cu, β -brass, Zn*) [156]. Cette méthode fut aussi utilisée sur des monocristaux de Cr_3Si et des composites eutectiques lamellaires $\text{Cr-Cr}_3\text{Si}$ [171].

Vlassak donne alors du module réduit d'indentation \mathcal{M}^* la définition suivante :

$$\text{Équation 158} \quad \frac{1}{\mathcal{M}^*} = \frac{1}{\mathcal{M}} + \frac{(1 - \nu_{ind}^2)}{E_{ind}}$$

Par analogie, on remarquera que la définition de \mathcal{M}^* rejoint celle de \mathcal{E}^* (Équation 20). Par conséquent, la détermination de \mathcal{M}^* reste identique à celle de \mathcal{E}^* (Équation 75) et permet ainsi de remonter de proche en proche à la valeur de \mathcal{M} , module d'élasticité par indentation du matériau testé.

Vlassak et Nix ont montré que, dans le cadre du problème d'indentation Vickers, le module d'élasticité d'indentation $\mathcal{M}_{\langle hkl \rangle}$ de la surface orientée $\langle hkl \rangle$ d'un matériau à symétrie cubique peut être écrit comme le produit d'un facteur de correction $\beta_{\langle hkl \rangle}$ et d'un module d'indentation du même matériau si on le considérait comme isotrope, polycristallin, non orienté et possédant les mêmes caractéristiques mécaniques (avec E_{iso} et ν_{iso} respectivement les modules d'Young et le coefficient de Poisson d'un tel matériau).

$$\text{Équation 159} \quad \mathcal{M}_{\langle hkl \rangle} = \beta_{\langle hkl \rangle} \cdot \frac{E_{iso}}{(1 - \nu_{iso}^2)}$$

Le facteur de correction $\beta_{\langle hkl \rangle}$ est défini par Vlassak et Nix par la relation :

$$\text{Équation 160} \quad \beta_{\langle hkl \rangle} = a + c(\mathcal{A}_f - \mathcal{A}_0)^{\mathcal{B}}$$

Le facteur d'anisotropie \mathcal{A}_f , comme défini à l'Équation 151, est fonction des constantes d'élasticité C_{11} , C_{12} et C_{44} du monocristal. Par ailleurs, les paramètres a , c , \mathcal{A}_0 , et \mathcal{B} dépendent du coefficient de Poisson $\nu_{\langle 001 \rangle}$ (Équation 150). Vlassak et Nix référencent les valeurs possibles de ces paramètres. L'ensemble de ces paramètres pour une large gamme de valeur de $\nu_{\langle 001 \rangle}$ (entre 0,2 et 0,45) est regroupé dans le **Tableau 45**.

| | $v_{\langle 001 \rangle}$ | a | c | \mathcal{A}_0 | \mathcal{B} | \mathcal{A}_f |
|-----------------------|---------------------------|-------|--------|-----------------|---------------|---------------------------|
| $\langle 001 \rangle$ | 0,2 | 1,409 | -0,409 | 0 | 0,2367 | 0,6 < \mathcal{A}_f < 8 |
| | 0,25 | 1,338 | -0,338 | 0 | 0,2604 | 0,6 < \mathcal{A}_f < 8 |
| | 0,30 | 1,277 | -0,276 | 0 | 0,2845 | 0,6 < \mathcal{A}_f < 8 |
| | 0,35 | 1,231 | -0,231 | 0 | 0,3006 | 0,6 < \mathcal{A}_f < 8 |
| | 0,40 | 1,198 | -0,198 | 0 | 0,3022 | 0,6 < \mathcal{A}_f < 8 |
| | 0,45 | 1,219 | -0,219 | 0 | 0,2341 | 0,6 < \mathcal{A}_f < 8 |
| $\langle 011 \rangle$ | 0,2 | 0,741 | 0,230 | -0,893 | 0,1768 | 0,8 < \mathcal{A}_f < 6 |
| | 0,25 | 0,730 | 0,245 | -0,858 | 0,1512 | 0,8 < \mathcal{A}_f < 8 |
| | 0,30 | 0,732 | 0,234 | -1,338 | 0,1565 | 0,8 < \mathcal{A}_f < 8 |
| | 0,35 | 0,724 | 0,229 | -2,312 | 0,1549 | 0,8 < \mathcal{A}_f < 8 |
| | 0,40 | 0,701 | 0,232 | -4,548 | 0,1490 | 1,0 < \mathcal{A}_f < 8 |
| | 0,45 | 0,682 | 0,260 | -5,950 | 0,1052 | 1,0 < \mathcal{A}_f < 8 |
| $\langle 111 \rangle$ | 0,2 | 0,751 | 0,259 | 0,172 | 0,2132 | 0,8 < \mathcal{A}_f < 6 |
| | 0,25 | 0,725 | 0,278 | 0,062 | 0,1910 | 0,8 < \mathcal{A}_f < 6 |
| | 0,30 | 0,741 | 0,258 | -0,002 | 0,1901 | 0,8 < \mathcal{A}_f < 6 |
| | 0,35 | 0,753 | 0,243 | -0,081 | 0,1825 | 0,8 < \mathcal{A}_f < 6 |
| | 0,40 | 0,741 | 0,254 | -0,120 | 0,1524 | 0,8 < \mathcal{A}_f < 8 |
| | 0,45 | 0,750 | 0,236 | -0,472 | 0,1508 | 0,8 < \mathcal{A}_f < 8 |

Tableau 45 : Valeurs des paramètres a , c , \mathcal{A}_0 , \mathcal{B} en fonction de l'orientation cristallographique $\langle hkl \rangle$ et $v_{\langle 001 \rangle}$ du facteur de correction $\beta_{\langle hkl \rangle}$.

Par ailleurs, E_{iso} et v_{iso} sont déterminés à partir des relations de mécanique de Nye et de Strickman [172]. On a donc :

$$\text{Équation 161} \quad E_{iso} = \frac{9.G.K}{3.K + 2.G}$$

$$\text{Équation 162} \quad v_{iso} = \frac{3.K - 2.G}{6.K + 2.G}$$

Avec G le module de cisaillement (attention, il s'agit ici d'un module moyenné) et K le module volumique ("bulk modulus"). Ces deux modules sont définis respectivement par les relations suivantes :

$$\text{Équation 163} \quad K = \frac{1}{3}.(C_{11} + 2.C_{12})$$

$$\text{Équation 164} \quad \mathcal{G} = \frac{1}{2}(\mathcal{G}_1^* + \mathcal{G}_2^*)$$

avec :

$$\text{Équation 165} \quad \mathcal{G}_1^* = \mathcal{G}_1 + 3 \left(\frac{5}{\mathcal{G}_2 - \mathcal{G}_1} + \frac{12(\mathcal{K} + 2\mathcal{G}_1)}{5\mathcal{G}_1(3\mathcal{K} + 4\mathcal{G}_1)} \right)^{-1}$$

$$\text{Équation 166} \quad \mathcal{G}_2^* = \mathcal{G}_2 + 2 \left(\frac{5}{\mathcal{G}_1 - \mathcal{G}_2} + \frac{18(\mathcal{K} + 2\mathcal{G}_2)}{5\mathcal{G}_2(3\mathcal{K} + 4\mathcal{G}_2)} \right)^{-1}$$

et,

$$\text{Équation 167} \quad \mathcal{G}_1 = \frac{1}{2}(C_{11} - C_{12})$$

$$\text{Équation 168} \quad \mathcal{G}_2 = C_{44}$$

Connaissant alors $\beta_{\langle h\bar{k}l \rangle}$, E_{iso} , ν_{iso} et \mathcal{A}_f , on peut maintenant déterminer le module d'élasticité d'indentation théorique $\mathcal{M}_{\langle h\bar{k}l \rangle}$ (Équation 159) et le comparer au module d'élasticité d'indentation expérimental \mathcal{M} (Équation 20).

Dans le cas de l'étude des monocristaux $Ni_{50}Al_{50}$ (dont $C_{11} = 207$ GPa, $C_{12} = 137$ GPa et $C_{44} = 112$ GPa), on a $\nu_{\langle 001 \rangle} = 0,398$ et $\mathcal{A}_f = 3,2$. Les valeurs des paramètres a , c , \mathcal{A}_0 et \mathcal{B} associés sont regroupées dans le **Tableau 46**. Pour ce même matériau, $E_{iso} = 185$ GPa et $\nu_{iso} = 0,307$.

| | $\nu_{\langle 001 \rangle}$ | a | c | \mathcal{A}_0 | \mathcal{B} | \mathcal{A}_f | $\beta_{\langle h\bar{k}l \rangle}$ |
|-----------------------|-----------------------------|-------|--------|-----------------|---------------|-----------------------------------------------------------------|-------------------------------------|
| $\langle 001 \rangle$ | | 1,198 | -0,198 | 0 | 0,3022 | 0,6 < \mathcal{A}_f < 8 ? <input checked="" type="checkbox"/> | 0,917 |
| $\langle 011 \rangle$ | 0,398 | 0,701 | 0,232 | -4,548 | 0,1490 | 1,0 < \mathcal{A}_f < 8 ? <input checked="" type="checkbox"/> | 1,016 |
| $\langle 111 \rangle$ | | 0,741 | 0,254 | -0,120 | 0,1524 | 0,8 < \mathcal{A}_f < 8 ? <input checked="" type="checkbox"/> | 1,046 |

Tableau 46 : Valeurs des paramètres a , c , \mathcal{A}_0 , \mathcal{B} en fonction de l'orientation cristallographique $\langle h\bar{k}l \rangle$ et $\nu_{\langle 001 \rangle}$ du facteur de correction $\beta_{\langle h\bar{k}l \rangle}$ des monocristaux $Ni_{50}Al_{50}$.

Références

¹ M.-A. Prévost

Etude de nouvelles céramiques pour barrière thermique
Thèse de doctorat de l'université Paris VI - Pierre et Marie Curie (2007)

² O. Lavigne, P. Caron, C. Ramusat, D. Boivin

Influence of cobalt on the interaction between a 4th generation single crystal superalloy and its protective coating

TMS 2007, 25 February-1 March 2007, Orlando, FL, USA

³ M. Larnicol, C. Rio, Y. Renollet, Y. Pioche, R. Mévrel

Etude des phénomènes d'interdiffusion dans le système AM1/NiAl(Pt)/ZrO₂-Y₂O₃

Journal de Physique IV 10, 161-166 (2000)

⁴ G.H. Meier, F.S. Petit

High temperature corrosion of alumina forming coatings for superalloys

Surface and Coatings Technology 39-40, 1-17 (1989)

⁵ H.M. Tawancy, N.M. Abbas T.N. Rhys-Jones

Role of platinum in aluminide coatings

Surface and Coating Technology 49, 1-7 (1991)

⁶ R. Bouchet

Etude de l'interdiffusion dans les revêtements protecteurs à haute température

Thèse de doctorat de l'Université Paris XI - Orsay (2004)

⁷ J.A. Haynes, Y. Zhang, W.Y. Lee, B.A. Pint, I.G. Wright, K.M. Cooley

Effects of platinum additions and sulfur impurities on the microstructure and scale adhesion behavior of single-phase CVD aluminide bond coatings

Elevated Temperature Coatings: Science and Technology III

Edité par J.M. Hampikian and N.B. Dahotre - The Minerals, Metals & Materials Society, 185-196 (1999)

⁸ C.C. Jia, K. Ishida, T. Nishizawa

Partition of alloying elements between γ (Al), γ' (L1₂) and β (B2) phases in Ni-Al base systems

Metallurgical Transactions 25A, 473-485 (1999)

⁹ R.W. Guard, A.M. Turkalo

Mechanical Properties of Intermetallic Compounds

J.H. Westbrook Edition, John Wiley, New York (1960)

¹⁰ J.L. Smialek, R.F. Hehemann

Transformation temperatures of martensite in β -phase nickel aluminide

Metallurgical Transactions 4, 1571-1575 (1973)

¹¹ Y. Zhang, J.A. Haynes, B.A. Pint, I.G. Wright, W.Y. Lee

Martensitic transformation in CVD NiAl and (Ni,Pt)Al bond coatings

Surface and Coatings Technology 163-164, 19-24 (2003)

¹² P.-Y. Théry

Adhérence de barrières thermiques pour aube de turbine avec couche de liaison β -(Ni,Pt)Al ou β -NiAl(Zr)

Thèse de Doctorat de l'Université Joseph Fourier - INP Grenoble (2007). Travaux effectués à l'ONERA.

¹³ J.G. Smeggil

Some comments on the role of yttrium in protective oxide scale adherence

Materials Science and Engineering 87, 261-265 (1987)

¹⁴ J.A. Haynes, B.A. Pint, W.D. Porter, I.G. Wright

Comparaison of thermal expansion and oxidation behaviour of various high-temperature coating materials and superalloys

Materials at High Temperature 21, 87-94 (2004)

- ¹⁵ J. Angenete, K. Stiller, V. Langer
Oxidation of simple and Pt-modified aluminide diffusion coatings on Ni-base superalloys - II: oxide scale failure
Oxidation of Metals 60, 83-101 (2003)
- ¹⁶ M.W. Brumm, H.J. Grabke
Oxidation behaviour of NiAl - II: cavity formation beneath the oxide scale on NiAl of different stoichiometries
Corrosion Science 34, 547-561 (1993)
- ¹⁷ J.D. Kuenzly, D.L. Douglass
The oxidation mechanism of Ni₃Al containing yttrium
Oxidation of Metals 8, 139-178 (1974)
- ¹⁸ H. Svenson, K. Stiller, J. Angenete
Investigation of oxide formation during short-term oxidation of model NiAl alloys
Materials Science Forum 461-464, 231-238 (2004)
- ¹⁹ H.M. Hindam, W.W. Smeltzer
Growth and microstructure of α -Al₂O₃ on β -NiAl
Journal of Electrochemical Society 127, 1630-1635 (1980)
- ²⁰ B.A. Pint, I.G. Wright, W.Y. Lee, Y. Zhang, K. Prüßner, K.B. Alexander
Substrate and bond coat compositions : factors affecting alumina scale adhesion
Materials Science and Engineering A245, 201-211 (1998)
- ²¹ Y. Cadoret, M.P. Bacos, P. Josso, V. Maurice, P. Marcus, S. Zanna
Effect of Pt additions on the sulfur segregation, void formation and oxide scale growth of cast nickel aluminide
Materials Science Forum 461-464, 247-254 (2004)
- ²² Y. Cadoret
Effet du platine et du soufre sur l'oxydation des revêtements protecteurs β -NiAl à haute température.
Applications aux barrières thermiques
Thèse de doctorat de l'Université Pierre et Marie Curie - Paris VI (2005)
- ²³ D.B. Miracle
Overview n° 104 : the physical and mechanical properties of NiAl
Acta Metallurgica and Materialia 41 (3), 649-684 (1993)
- ²⁴ R.D. Noebe, R.R. Bowman, M.V. Nathal
Review of the physical and mechanical properties and potential applications of the B2 compound NiAl
Lewis Research Center Cleveland, Ohio - NASA Technical Memorandum 105598 (1992)
- ²⁵ C.T. Liu
Review - recent advances in ordered intermetallics
Materials Chemistry and Physics 42, 77-86 (1995)
- ²⁶ P. Georgopoulos, J. Cohen
The defect arrangement in (non-stoichiometric) β' -NiAl
Acta Metallurgica 29, 1535-1551 (1981)
- ²⁷ S.M. Kim
Vacancies in CsCl-type intermetallic compounds : structural versus thermal
Physical Review B 33(2), 1509-1511 (1986)
- ²⁸ K. Enami, S. Nenno
Memory Effect in Ni-36.8 At.Pct Al Martensite
Metallurgical Transactions 2, 1487-1490 (1971)
- ²⁹ T. Davenport, L. Zhou, J. Trivisonno
Ultrasonic and atomic force studies of the martensitic transformation induced by temperature and uniaxial stress in NiAl alloys
Physical Review B 59(5), 3421-3426 (1999)

-
- ³⁰ T.R. Finlayson, G.L. Kelly, T.F. Smith
The effects of stress on the martensitic transformation in Ni-Al
Materials Science & Engineering A273-275, 366-369 (1999)
- ³¹ M.W. Chen, M.L. Glynn, R.T. Ott, T.C. Hufnagel, K.J. Hemker
Characterization and modelling of a martensitic transformation in a platinum modified diffusion aluminide bond coat for thermal barrier coatings
Acta Materialia 51, 4279-4294 (2003)
- ³² M.W. Chen, R.T. Ott, T.C. Hufnagel, P.K. Wright, K.J. Hemker
Microstructural evolution of platinum modified nickel aluminide bond coat during thermal cycling
Surface & Coatings Technology 163-164, 25-30 (2003)
- ³³ S.H. Kim, M.H. Oh, D.M. Wee
Effects of ternary additions on the thermoelastic martensitic transformation of NiAl
Metallurgical and Materials Transactions A34, 2089-2095 (2003)
- ³⁴ Y.K. Au, C.M. Wayman
Thermoelastic behaviour of the martensitic transformation in β' NiAl alloys
Scripta Metallurgica 6(12), 1209-1214 (1972)
- ³⁵ D.J. Sordelet, M.F. Besser, R.T. Ott, B.J. Zimmerman, W.D. Porter, B. Gleeson
Isothermal nature of martensite formation in Pt-modified β -NiAl alloys
Acta Materialia 55(7), 2433-2441 (2007)
- ³⁶ M. Aspelmeyer, U. Klemradt, L.T. Wood, S.C. Moos, J. Peils
Time-Dependent Aspects of the Athermal Martensitic Transformation: First Observation of Incubation Time in Ni-Al
Physica Status Solidi (a) 174, R9 (1999)
- ³⁷ J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet, P. Combrade
Métallurgie, du minerai au matériau - chap.5 (Transformation martensitique et bainitique) 645-673
Edition Masson Paris, France
- ³⁸ L.C. Zhang, A.H. Heuer
Microstructural evolution of the nickel platinum-aluminide bond coat on electron-beam physical-vapor deposition thermal barrier coatings during high-temperature service
Metallurgical and Materials Transactions A36, 43-53 (2005)
- ³⁹ H.J. Kim, M.E. Walter
Characterization of the degraded microstructures of a platinum aluminide coatings
Materials Science and Engineering A360, 7-17 (2003)
- ⁴⁰ A. Lasalmonie
Comment on : "Elastic softening and electron-diffraction anomalies prior to the martensitic transformation in a NiAl b1 alloy"
Scripta Metallurgica 11(7), 527-528 (1997)
- ⁴¹ J. Lašek, T. Chráska, P. Křeček, P. Bartuška
Phase transformations in nickel rich NiAl using electrical resistivity measurements
Scripta Materialia 37(6), 897-902 (1997)
- ⁴² D. Schryvers, Y. Ma
The growth of Ni_5Al_3 in $L1_0$ martensite studied by in situ transmission electron microscopy and high resolution electron microscopy
Journal of Alloys and Compounds 221, 227-234 (1995)
- ⁴³ D. Schryvers
Martensitic and related transformation in Ni-Al alloys
Journal de Physique IV - Colloque C2 - Supplément au Journal de Physique III 5, 225-234 (1995)
- ⁴⁴ N.V. Kataeva, S.V. Kositsyn, A.I. Valiullin
Formation of Ni_2Al and Ni_5Al_3 superstructures and reversibility of martensitic transformation in NiAl-Based β -alloys
Materials Science and Engineering A438-440, 312-314 (2006)

- ⁴⁵ M.-J. Lequeux
Influence de l'écart à la stoechiométrie sur la structure et les propriétés mécaniques du composé NiAl
Publication interne Onera - FR ISSN 0078 - 379X (1980)
- ⁴⁶ N. Rusović, H. Warlimont
Elastic behaviour of β_2 Ni-Al Alloys
Physica Status Solidi(a) (1977)
- ⁴⁷ N. Rusović, H. Warlimont
Young's Modulus of β_2 Ni-Al Alloys
Physica Status Solidi(a) 53, 283-288 (1979)
- ⁴⁸ D. Schryvers, L.E. Tanner
On the interpretation of high resolution electron microscopy images of premartensitic microstructures in the Ni-Al β_2 phase
Ultramicroscopy 32, 241-254 (1990).
- ⁴⁹ R.J. Wasilewski, S.R Butler, J.E. Hanlon
Plastic deformation of single-crystal NiAl
Transactions of the Metallurgical Society of AIME 239, 1357 (1967)
- ⁵⁰ D.F. Lahrman, R.D. Field, R. Darolia
The effect of strain rate on the mechanical properties of single crystals NiAl
High Temperature Ordered Intermetallic Alloys IV 213, 603-607 édité par L. Johnson *et al.*, MRS Proc (1991)
- ⁵¹ J.H. Schneibel, R. Darolia, D.F. Lahrman, S. Schmauder
Fracture morphology of NiAl single crystals test tension
Metallurgical and Materials Transactions 24(6), 1363-1371 (1993)
- ⁵² R.T. Pascoe, C.W.A. Newey
Deformation processes in the intermediate phase NiAl
Metal Science Journal 5, 50-55 (1971)
- ⁵³ M.R. Harmouche, A. Wolfenden
Modulus Measurement in ordered Co-Al, Fe-Al, and Ni-Al Alloys
Journal of Testing and Evaluation 13(6), 424-428 (1985)
- ⁵⁴ C.A. Moose
M.S. Thesis, Pennsylvania State University (1991)
Cité par D.B. Miracle, The physical and mechanical properties of NiAl. Acta Metall. Mater. 41(3) 649-684 (1993).
- ⁵⁵ W.J. Yang, R.A. Dodd
Metal Science Journal 7, 41-47 (1973)
- ⁵⁶ S. Hayashi, S.I. Ford, D.J. Young, D.J. Sordelet, M.F. Besser, B. Gleeson
 α -Ni,Pt(Al) and phase equilibria in the Ni-Al-Pt system at 1150 °C
Acta Materialia 53, 3319-3328 (2005)
- ⁵⁷ Y. Minamino, Y. Koizumi, N. Tsuji, M. Morioka, K. Hirao, Y. Shirai
Pt diffusion in B2-type ordered NiAl Intermetallic compound and its diffusion mechanisms
Science and technology of Advanced Materials 1, 237-249 (2000)
- ⁵⁸ J. Angenete, K. Stiller, F. Danoix
Field Evaporation of {001} Planes and Site occupancy of Pt in β -NiAl
Materials Science and Engineering 353, 68-73 (2003)
- ⁵⁹ B. Tryon, T.M. Pollock
Experimental assessment of the Ru-Al-Ni ternary phase diagram at 1000 and 1100 °C
Materials Science and Engineering A430 (1-2), 266-276 (2006)

- ⁶⁰ B.A. Pint
Experimental observations in support of the dynamic-segregation theory to explain the reactive-element effect
Oxidation of Metals 45 (1-2), 1-37 (1996)
- ⁶¹ O. Held, J. P. Braganti, F. A. Kuhnast
Calorimetric and structural analysis of the new phase Al₃₃Ni₁₆Zr₅₁ produced by direct synthesis and mechanical alloying
Journal of Alloys and Compounds 290, 197-202 (1999)
- ⁶² G. Ghosh
Aluminium-Nickel-Zirconium, in *Ternary Alloys, a Comprehensive Compendium Data and Phase Diagrams Vol.8*
Edited by G. Petzow and G. Effenberg (ASM International), VCH Publishers, Weinheim and New York, 71-78 (1993)
- ⁶³ R. Jayaram, M.K. Miller
Direct observation of zirconium segregation to dislocations and grain boundaries in NiAl
Scripta Metallurgica and Materialia 33(1), 19-26 (1995)
- ⁶⁴ G.H. Bozzolo, R.D. Noebe, C. Amador
Site occupancy of ternary additions to B2 alloys
Intermetallics 10, 149-159 (2002)
- ⁶⁵ N.I. Medvedeva, Yu.N Gornostyrev, D.L. Novikov, O.N. Mryasov, A.J. Freeman
Ternary site preference energies, size misfits and solid solution hardening in NiAl and FeAl
Acta Materialia 46, 3422-3442 (1992)
- ⁶⁶ J. Angenete, K. Stiller
A comparative study of two inward grown Pt modified Al diffusion coatings on a single crystal Ni base superalloy
Materials Science and Engineering A316, 182-194 (2001)
- ⁶⁷ J. Angenete, K. Stiller
Comparison of inward and outward grown Pt modified aluminide diffusion coatings on a Ni based single crystal superalloy
Surface and Coatings Technology 150, 107-118 (2002)
- ⁶⁸ C. Jiang, D.J. Sordelet, B. Gleeson
Effect of Pt on the elastic properties of B2 NiAl: A combined first-principles and experimental study
Acta Materialia 54, 9, 2361-2369 (2006)
- ⁶⁹ C.T. Liu, J.A. Horton Jr.
Effect of refractory alloying additions on mechanical properties of near-stoichiometric NiAl
Materials Science and Engineering A192/193, 170-178 (1995)
- ⁷⁰ R. Kainuma, H. Ohtani, K. Ishida
Effect of alloying elements on martensitic transformation in the binary NiAl(β) phase alloys
Metallurgical and Materials Transactions A27, 2445-2453 (1996)
- ⁷¹ C.-H Hsueh, E.R. Fuller Jr.
Residual stress in thermal barrier coatings : effect of interface asperity curvature/height and oxide thickness
Materials Science and Engineering A283, 46-55 (2000)
- ⁷² J. Cheng, E.H. Jordan, B. Barbar, M. Gell
Thermal/residual stress in an electron beam vapour deposited thermal barrier coating system
Acta Materialia 46 (16), 5839-5850 (1998)
- ⁷³ A.M. Karlsson, A.G. Evans
A numerical model for the cyclic instability of thermally grown oxides in thermal barrier systems
Acta Materialia 49, 1793-1804 (2001)
- ⁷⁴ M. Caliez, F. Feyel, S. Kruch, J.-L. Chaboche
Oxidation induced stress field in a EB-PVD thermal barrier coating
Surface and Coatings Technology 157, 103-110 (2002)

- ⁷⁵ E.P. Busso, L. Wright, H.E. Evans, L.N. McCartney, S.R.J. Saunders, S. Osgerby, J. Nunn
A physics-based life prediction methodology for thermal barrier coating systems
Acta Materialia 55 (5), 1491-1503 (2007)
- ⁷⁶ D. Pan, M.W. Chen, P.K. Wright, K.J. Hemker
Evolution of a diffusion aluminide bond coat for thermal barrier coatings during thermal cycling
Acta Materialia 51 (8), 2205-2217 (2003)
- ⁷⁷ M.P. Taylor, H.E. Evans, E.P. Busso, Z.Q. Qian
Creep properties of a Pt-aluminide coating
Acta Materialia 54 (12), 3241-3252 (2006)
- ⁷⁸ D.S. Balint, J.W. Hutchinson
An analytical model of rumpling in thermal barrier coatings
Journal of the Mechanics and Physics of solids 53, 949-973 (2005)
- ⁷⁹ W.C. Zhang, B.S. Xu, H.D. Wang, Y.X. Wu
Effects of oxide thickness, Al₂O₃ interlayer and interface asperity on residual stresses in thermal barrier coatings
Materials and Design 27, 989-996 (2006)
- ⁸⁰ D.S. Balint, J.W. Hutchinson
Undulation instability of a compressed elastic film on a nonlinear creeping substrate
Acta Materialia 51, 3965-3983 (2003)
- ⁸¹ D.S. Balint, J.W. Hutchinson, A.G. Evans
Influence of bond coat thickness on the cyclic rumpling of thermally grown oxides
Acta Materialia 54, 1815-1820 (2006)
- ⁸² A.M. Karlson, C.G. Levi, A.G. Evans
A model study of displacement instabilities during cyclic oxidation
Acta Materialia 50 (6), 1263-1273 (2002)
- ⁸³ A.M. Fregborg, B.L. Fergusson, W.J. Brindley, G.J. Petrus
Modeling oxidation induced stresses in thermal barrier coatings
Materials Sciences and Engineering A245 (2), 182-190 (1998)
- ⁸⁴ J. Rösler, M. Bäker, M. Volgmann
Stress state and failure mechanisms of thermal barrier coatings : role of creep in thermally grown oxide
Acta Materialia 49 (18), 3659-3670 (2001)
- ⁸⁵ M. Caliez, F. Feyel, S. Kruch, J.-L. Chaboche
Oxidation induced stress field in an EB-PVD thermal barrier coating
Surface and Coatings Technology 157 (2-3), 103-110 (2002)
- ⁸⁶ M. Caliez, J.-L. Chaboche, F. Feyel, S. Kruch
Numerical simulation of EBPVD thermal barrier coatings spallation
Acta Materialia 51, 1133-1141 (2003)
- ⁸⁷ R.G. Hutchinson, N.A. Fleck, A.C.F. Cocks
A sintering model for thermal barrier coatings
Acta Materialia 54, 1297-1306 (2006)
- ⁸⁸ F. Cleymand, O. Ferry, R. Kouitat, A. Billard, J. von Stebut
Influence of depth on the détermination of the apparent Young's modulus of bi-layer material: Experiments and numerical simulation
Surface & Coatings Technology, 200, 1-4, 890-893 (2005)
- ⁸⁹ M. Drissi-Habti, K. Nakano, K. Suzuki
Microindentation tests as a tool for the estimate of mechanical properties and the modeling of the interfacial behaviour of ceramic matrix composites
Composites: Part A 30, 471-475 (1999)

-
- ⁹⁰ NF EN ISO 14577-1 AFNOR
Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - Part 1 : Test method (Juin 2003)
- ⁹¹ I.N. Sneddon
The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile
International Journal Engineering Science 3, 47-57 (1965)
- ⁹² R.B. King
Elastic analysis of some punch problems for a layered medium
International Journal of Solids Structures 23(12), 1657-1664 (1987)
- ⁹³ A.C. Fischer-Cripps
Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data
Surface & Coatings Technology, sous presse, 2005
- ⁹⁴ W.C. Oliver, G.M. Pharr
An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments
Journal of Materials Research 7(6), 1564-1583 (1992)
- ⁹⁵ J.-L. Loubet, J.-M. Georges, G. Meille
Vickers Indentation Curves of Magnesium Oxide (MgO)
Journal of tribology 106, 43 (1984)
- ⁹⁶ T.A. Laursen, J.C. Simo
A study of the mechanics of microindentation using finite elements
Journal of Materials Research 7(3), 618 (1992)
- ⁹⁷ M.F. Dorner, W.D. Nix
A method for interpreting the data from depth sensing indentation instruments
J. Mater. Res 1, 601-609 (1986)
- ⁹⁸ J.-L. Loubet, J.-M. Georges, G. Meille
Vickers indentation curves of elastoplastic materials
American Society for Testing and Materials, Philadelphia NY (1986)
- ⁹⁹ D. Tabor
The hardness of metals
Clarendon Press, Oxford (1951)
- ¹⁰⁰ D. Tabor
Indentation hardness : fifty years on a personal view
Philosophical Magazine A74 (5), 1207-1212 (1996)
- ¹⁰¹ E. Felder
Dureté des métaux courants. Cas limite rigide - plastique
Techniques de l'Ingénieur M 4-155
- ¹⁰² M. Dao, N. Chollacoop, K.J. Van Vliet, T.A. Venkatesh, S. Suresh
Computational Modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation
Acta Materialia 49, 3899-3918 (2001)
- ¹⁰³ Y.P. Cao, J. Lu
A new method to extract the plastic properties of metal materials from an instrumented spherical indentation loading curve
Acta Materialia 52, 4023-4032 (2004)
- ¹⁰⁴ M. Sakai
Simultaneous estimate to elastic/plastic parameters in depth-sensing indentation tests
Scripta Materialia 51, 391-395 (2004)

- ¹⁰⁵ H. Takagi, M. Fujiwara, K. Takehi
Measuring Young's modulus of Ni-Based superalloy single crystals at elevated temperatures through microindentation
Materials Science and Engineering A 387-389, 348-351 (2004)
- ¹⁰⁶ E.C. Yu, J.C.M. Li
Impression creep of LiF single crystals
Philosophical Magazine 36 (4), 811-825 (1977)
- ¹⁰⁷ S. Jayaraman, G.T. Hahn, *et al.*
Determination of monotonic stress-strain curve of hard materials from ultra-low-load indentation tests
International Journal of Solids and Structure 35(5), 365 (1998)
- ¹⁰⁸ M. Sakai
Time-dependent viscoelastic relation between load and penetration for an axisymmetric indenter
Philosophical Magazine A 82 (10), 1841-1849 (2002)
- ¹⁰⁹ D.H. Sastry
Impression creep technique - an overview
Materials Science and Engineering A409, 67-75 (2005)
- ¹¹⁰ M.S.R. Heynes, H. Rawson
Phys. Chem. Glass. 2/1 (1961), 1.
Cité par G. Cseh, Indentation creep for the investigation of high temperature plastic behaviour. PhD Dissertation (Eötvös Lorand University, 2000).
- ¹¹¹ C. Henager, R. Jacobson, S. Bruemmes
Elevated temperature mechanical properties of Be₁₂Nb
Material Science and Engineering A153, 416-421 (1992)
- ¹¹² T.R.G. Kutty, T. Jarvis, C. Ganguly
Hot hardness and indentation creep studies on Zr-1Nb-1Sn-0,1Fe alloy
Journal of Nuclear Materials 246, 189-195 (1997)
- ¹¹³ P.M. Sargent, M.F. Ashby
Indentation creep
Materials Science and Technology 8, 594-601 (1992)
- ¹¹⁴ H. Takagi, M. Dao, M. Fujiwara, M. Otsuka
Experimental and computational creep characterization of Al-Mg solid-solution alloy through instrumented indentation
Philosophical Magazine 83(35), 3959-3976 (2003)
- ¹¹⁵ D. Dorner, K. Röller, B. Skrotzki, Bernhard Stöckhert, G. Eggeler
Creep of a TiAl alloy : a comparison of indentation and tensile testing
Materials Science and Engineering A357, 346-354 (2003)
- ¹¹⁶ G. Cseh
Indentation Creep for the Investigation of High Temperature Plastic Behavior
Ph.D Thesis, Eötvös Lorand University (2000)
- ¹¹⁷ J. Alcalá, A.C. Barone, M. Anglada
The influence of plastic hardening on surface deformation modes around Vickers and spherical indents
Acta Materialia 48, 3451-3464 (2000)
- ¹¹⁸ F.-H. Leroy, P. Kanouté
Modélisation de la durée de vie des barrières thermiques élaborées par EPBVD
Rapport d'avancement au 21 novembre 2002, RT 1/07133 DMSE - décembre 2002
- ¹¹⁹ M. Dao, N. Chao, K.J. Van Vliet, T.A. Ventakesh, S. Suresh
Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation
Acta Materialia 49(19), 3899-3918 (2001)

-
- ¹²⁰ F.-H. Leroy, B. Passilly
Une approche énergétique pour l'estimation d'un module d'Young par microindentation
Tiré à part - Office National d'Etudes et de Recherches Aérospatiales, ONERA - TP n° 241 (2000)
- ¹²¹ C. Hays, E.G. Kendall
An analysis of Knoop microhardness
Metallurgy 6, 275-282 (1973)
- ¹²² D.R. Tate
A comparison of microhardness indentation tests
Transactions of ASM 35, 374-375 (1945)
- ¹²³ F.G. Yost
On the Definition of Microhardness
Metallurgical Transactions 14, 947-952 (1983)
- ¹²⁴ W.D. Nix, H. Gao
Indentation size effects in crystalline materials: a law for strain-gradient plasticity
Journal of the Mechanics and Physics of Solids 46 (3), 411-425 (1998)
- ¹²⁵ A. Schuh, C.E. Packard, A.C. Lund
Nanoindentation and contact-mode imaging at high temperatures
Journal of Materials Research 21(3), 725-736 (2006)
- ¹²⁶ A. Ghosh et al.,
The frictional component of the ISE in microhardness testing,
Journal of Materials Research 8, 1028-1032 (1993).
- ¹²⁷ B. Passilly, P. Kanouté, F.-H. Leroy, R. Mévrel
High temperature instrumented microindentation: application to thermal barrier coating constituent materials
Philosophical Magazine 86 (33-35), 5739-5752 (2006)
- ¹²⁸ B. Passilly, R. Mévrel
Microindentation instrumentée de 20 à 900°C sur matériaux constitutifs de barrières thermiques
Matériaux & Techniques 93, 289-300 (2005)
- ¹²⁹ B. Passilly, M. Bejet
Tip indenting apparatus for testing a block of material
WIPO Patent Application WO/2008/050057
- ¹³⁰ F. Millet
La mesure des températures de l'ambiante à 2500K
PYC Edition, Paris - France (1984)
- ¹³¹ E. Le Bourhis
Indentation mechanics and its application to thin film characterization
Vacuum 82 (2008) 1353-1359.
- ¹³² F. Reif
Fundamentals of statistical and thermal physics - International student edition
McGraw-Hill Book Company (1965)
- ¹³³ Kirk-Othmer
Encyclopedia of chemical technology, 3rd edition, vol. 2. Wiley-Interscience
- ¹³⁴ C.Q. Sun, H. Xie, W. Zhang, H. Ye, P. Hing
Preferential oxidation of diamond {111}
Journal of Applied Physics 33, 2196-2199 (2000)
- ¹³⁵ J. Chen, S.Z. Deng, J. Chen, Z.X. Yu, N.S. Xu
Graphitization of nanodiamond powder annealed in argon ambient
Applied Physics Letter 74(24), 3651 (1999)

- ¹³⁶ M. Kollannur
Comportement micromécanique en température d'un nouvel alliage (Ni,Ru)Al pour couche de liaison de barrière thermique
Onera/DMMP - EEIGM, Rapport de stage de fin d'études (2007)
- ¹³⁷ M.-P. Bacos, S. Naveos, P. Josso
Procédé pour former sur un métal un revêtement protecteur contenant de l'aluminium et du zirconium
Brevet FR 2853329 (2003)
- ¹³⁸ R. Jayaram, M.K. Miller
Direct observation of zirconium segregation to dislocations and grain boundaries in NiAl
Scripta Metallurgica and Materialia 33 (1), 19-26 (1995)
- ¹³⁹ S. Chakravorty, D.R.F. West
Phase equilibria between NiAl and RuAl in the Ni---Al---Ru system
Scripta Metallurgica 19, 1355-1360 (1985)
- ¹⁴⁰ F.-H. Leroy
Mécanique multiéchelle des matériaux composites (2ème année)
Rapport Technique Intérieur Onera n° RTI 1/7310 DMSC/N (1999)
- ¹⁴¹ A.E. Giannakopoulos, P.-L. Larsson, R. Vestergarrd
Analysis of Vickers indentation
International Journal of solids and structures 31(19), 2679 (1994)
- ¹⁴² G.M. Pharr, W.C. Oliver, F.R. Brotzen
On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation
Journal of Materials Research 7(3), 613 (1992)
- ¹⁴³ F.-H. Leroy, J.-L. Chaboche, A. Roos, D. Reirant, S. Kruch, N. Carrère, J.-F. Maire, P. Paulmier, B. Passilly, J.-P. Culié
Modélisation mécanique des matériaux pour turbomachines
Rapport Technique de Synthèse, RTS 1/00282 DMSE (2001)
- ¹⁴⁴ F.-H. Leroy, B. Passilly
An Energetic Approach for the determination of a young modulus by microindentation
Publication interne Onera (2003)
- ¹⁴⁵ A. Bolshakov, W.C. Oliver, G.M. Pharr
An explanation for the shape of nanoindentation unloading curves based on finite element simulation
Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 436, 141 (1996)
- ¹⁴⁶ Y.T. Cheng, C.M. Cheng
Scaling approach to conical indentation in elastic-plastic solids with work hardening
Journal of Applied Physics, 84(3), 1284 (1998)
- ¹⁴⁷ J.-L. Chaboche, G. Rousselier
On the plastic and viscoplastic constitutive equations, parts I and II
Journal of pressure vessel technology 105, 153-164 (1983)
- ¹⁴⁸ J.-L. Chaboche
Constitutive equations for cyclic plasticity and cyclic viscoplasticity
International Journal of Plasticity 5(3), 247-302 (1989)
- ¹⁴⁹ P. Kanouté, F.-H. Leroy, B. Passilly
Modélisation de la durée de vie des barrières thermiques élaborées par EBPVD
Rapport Technique de Synthèse, RTS 2/07133 DMSE (2003)
- ¹⁵⁰ P. Kanouté, F.-H. Leroy, B. Passilly, J.-L. Chaboche, G. Cardosi, F. Feyel
Mise au point d'un modèle d'évaluation des propriétés mécaniques des sous-couches de barrières thermiques
Rapport Technique de Synthèse RTS 1/07667 DMSE (2004)

-
- ¹⁵¹ S. Jayaraman, G.T. Hahn, *et al.*
Determination of monotonic stress-strain curve of hard materials from ultra-low-load indentation tests
International Journal of Solids and Structure 35(5), 365 (1998)
- ¹⁵² M. Sakai, T. Akatsu, S. Numata
Finite element Analysis for conical indentation unloading of elastoplastic materials with strain hardening
Acta Materialia 52, 2359-2364 (2004)
- ¹⁵³ V. Le Houérou
Rayabilité des verres silico-sodo-calciques
Thèse de Doctorat (Doctor Européen), Université de Rennes 1 (2005)
- ¹⁵⁴ K.L. Johnson
The correlation of indentation experiments.
J. Mech. Phys. Solids 18 (1970) 115-126.
- ¹⁵⁵ J.J. Vlassak, W.D. Nix
Indentation modulus of elastically anisotropic half spaces
Philosophical Magazine A67 (5), 1045-1056 (1993)
- ¹⁵⁶ J.J. Vlassak, W.D. Nix
Measuring the elastic properties of anisotropic materials by means of indentation experiments
Journal of the Mechanics and Physics of Solids 42 (8), 1223-1245 (1994)
- ¹⁵⁷ J.H. Westbrook
Journal of the Electrochemical Society 103, 54 (1956)
- ¹⁵⁸ L.M. Pike, Y.A. Chang, C.T. Liu
Point defect concentrations and hardening in binary B2 intermetallics
Acta Materialia 45(9), 3709-3719 (1997)
- ¹⁵⁹ S. Kim, Y.A. Chang
An interdiffusion study of a NiAl alloy using single-phase diffusion couples.
Met. Mater. Trans. 31A, 2000, 1519-1524.
- ¹⁶⁰ A. Lasalmonie, M.J. Lequeux, P. Costa
The clustering of Ni atoms in Ni-rich NiAl ; Effect on the flow stress at intermediate temperatures (300K to 1000K)
Publication Onera, 1317-1321 (1982)
- ¹⁶¹ R.D. Noebe, R.R. Bowman, C.L. Cullers, S.V. Raj,
Flow and fracture behaviour of NiAl in relation to the brittle-to-ductile transition temperature
High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys IV
Materials Research Society Symposium Proceedings 213, 589-596 (1991)
- ¹⁶² M.Zhang, A.H. Heuer
Spatially varying microhardness in a platinum-modified nickel aluminide bond coat in a thermal barrier coating system
Scripta Materialia 54, 1265-1269 (2006).
- ¹⁶³ S. Shankar, L.L. Seigle
Interdiffusion and intrinsic diffusion in the NiAl phase of the Al-Ni system.
Metallurgical Transitions A9, 1467-1476 (1978)
- ¹⁶⁴ J.X. Zhang, M. Sato, A. Ishida
Deformation mechanism of martensite in Ti-Rich Ti-Ni shape memory alloy thin films
Acta Materialia 54, 1185-1198 (2006)
- ¹⁶⁵ Y. Liu, Z. Xie, J. Van Humbeeck, L. Delaey
Some results on the detwinning process in NiTi shape memory alloys
Scripta Materialia 41 (12), 1273-1281 (1999)

- ¹⁶⁶ G. Ji, Z. Zhang, Y. Liu, X. Ding, J. Sun, X. Ren
Effect of surface oxidation on detwinning stress and transformation temperature of Ti-50Ni shape memory alloy
Journal of Alloys and Compounds 448, 171-176 (2008)
- ¹⁶⁷ U.D. Hangen, G. Sauthoff
The effect of martensite formation on the mechanical behaviour of NiAl
Intermetallics 7, 501-510 (1999)
- ¹⁶⁸ K.W. Liu, F. Mücklich, W. Pitschke, R. Birringer, K. Wetzig
Formation of nanocrystalline B2-structured (Ru,Ni)Al in the ternary Ru-Al-Ni system by mechanical alloying and its thermal stability
Materials Science and Engineering A313, 187-197 (2001)
- ¹⁶⁹ F. Maurice, L. Meny, R. Tixier, J. Henoc, J. Ruste
Microanalyse et microscopie électronique à balayage
Ecole d'Eté de Saint-Martin-d'Hères (11-16 septembre 1978)
Les Editions de Physique, Orsay, France
- ¹⁷⁰ J. Quatrefages
Test de la résolution inverse de Dao - Essais de nanoindentation sur NiAl et NiAl(Pt)
Projet d'initiation à la recherche 3A - Ecole des Mines de Nancy - INPL (2007)
- ¹⁷¹ H. Bei, E.P. George, G.M. Pharr
Elastic constants of single crystal Cr₃Si and Cr-Cr₃Si lamellar eutectic composites : a comparison of ultrasonic and nanoindentation measurements
Scripta Materialia 51(9), 875-879 (2004)
- ¹⁷² J.F. Nye
Physical Properties of Crystals, their representation by tensors and matrices, Chap. VIII Elasticity 4th-Rank Tensors
Oxford at the Clarendon Press (1985)

AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

o0o

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :

Monsieur Jean-Luc LOUBET, Directeur de Recherche, Ecole Centrale de Lyon, Ecully

Monsieur Jean-Yves GUÉDOU, ^{Ingénieur}, SNECMA, Moissy Cramayel

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

Monsieur VILLEMIANE Arnaud

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE,
une thèse intitulée :

**"Comportement mécanique d'alliages pour couches de liaison de barrière thermique
par microindentation instrumentée à haute température"**

NANCY BRABOIS
2, AVENUE DE LA
FORET-DE-HAYE
BOITE POSTALE 3
F - 54501
VANDŒUVRE CEDEX

en vue de l'obtention du titre de :

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Spécialité : « **Science et Ingénierie des Matériaux** »

Fait à Vandoeuvre, le 03 décembre 2008

Le Président de l'I.N.P.L.,

F. LAURENT

