



Université  
de Toulouse

# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

**Délivré par :**

Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse)

**Discipline ou spécialité :**

Science et Génie des Matériaux

---

**Présentée et soutenue par :**

M. BERTRAND MAX

le jeudi 26 juin 2014

**Titre :**

COMPORTEMENT MECANIQUE ET COUPLAGE MECANIQUE-  
OXYDATION DANS L'ALLIAGE 718: EFFET DES ELEMENTS EN  
SOLUTION SOLIDE

---

**Ecole doctorale :**

Sciences de la Matière (SDM)

**Unité de recherche :**

Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux (C.I.R.I.M.A.T.)

**Directeur(s) de Thèse :**

M. ERIC ANDRIEU

M. JEAN-MARC CLOUE

**Rapporteurs :**

M. JEAN-PHILIPPE CHATEAU-CORNU, UNIVERSITE DE LORRAINE

M. JOEL BONNEVILLE, UNIVERSITE DE POITIERS

**Membre(s) du jury :**

M. SAMUEL FOREST, MINESPARISTECH, Président

M. BERNARD VIGUIER, INP TOULOUSE, Membre

M. DENIS DELAGNES, ECOLE NLE SUP DES MINES ALBI CARMAUX, Membre

M. JEAN-MARC CLOUE, SOCIETE AREVA, Membre

M. JEAN-YVES GUEDOU, SNECMA, Membre

M. JOSE SAN JUAN, UNIVERSIDAD DEL PAIS VASCO BILBAO, Membre



*« Se donner du mal pour les petites choses,  
c'est parvenir aux grandes,  
avec le temps »*

Samuel Beckett



# Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein de l'équipe Mécanique - Microstructure - Oxydation et Corrosion du Centre Inter-universitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux de Toulouse (CIRIMAT- UMR 5085, INPT/UPS/CNRS).

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur le Directeur de Recherche Samuel Forest de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris pour avoir assuré la présidence de mon jury de thèse.

Mes plus sincères remerciements vont également à Messieurs Joël Bonneville, Professeur de l'institut P de Poitiers, et Jean-Philippe Château-Cornu, aujourd'hui Professeur à Dijon, qui ont accepté d'être rapporteurs de ce travail.

Je remercie également Monsieur Denis Delagnes, Maître-Assistant à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines d'Albi-Carmaux, Monsieur Jean-Yves Guédou, Docteur Safran-Snecma et Monsieur Jose San Juan, Professeur à l'Université du Pays Basque de Bilbao pour avoir accepté de faire partie de ce jury.

La partie expérimentale de ce travail doit beaucoup aux compétences techniques de nombreuses personnes :

Je tiens ainsi à témoigner de ma gratitude à M. Jean-Claude Salabura, qui œuvre à la conception de la plupart des dispositifs expérimentaux du CIRIMAT et sans qui une bonne partie des essais mécaniques n'aurait pas pu être réalisée. Merci également à Ronan Mainguy pour sa disponibilité et sa capacité à régler les problèmes techniques les plus inattendus et les plus incompréhensibles parfois également. J'adresse aussi mes remerciements à Marie-Christine Lafont (CIRIMAT) qui a eu la patience de me former à la microscopie électronique en transmission.

Je tiens également à remercier les gens de Bilbao qui m'ont accueilli très chaleureusement : Jose San Juan et Maria L. Nó qui ont toujours su se rendre disponibles pour moi malgré leur absence de disponibilité, et qui ont fait de ces séjours en Espagne des périodes extrêmement enrichissantes sur le plan scientifique. Je n'oublie bien évidemment pas Laura pour son accueil et son aide, ainsi que Unai et Iñaki pour leur soutien technique.

Je ne peux évidemment pas manquer de remercier mes directeurs de thèse :

Jean-Marc Cloué, qui a toujours su remettre dans une perspective industrielle l'importance de mes travaux alors que j'avais parfois tendance à perdre de vue les intérêts du « monde réel » au bénéfice de celui des concepts mécanistiques abstraits. Merci d'avoir partagé avec moi cette grande culture scientifique qui est la tienne, ainsi que pour la confiance que tu m'as toujours témoignée.

Bernard Viguié, qui a toujours été là, jour après jour, pour me guider, m'encourager sur les voies que je choisissais d'emprunter, et aussi me modérer lorsque j'allais trop loin dans mes réflexions. J'ai appris beaucoup à ton contact, et il me plaît de croire que, sur les sentiers où je t'ai emmené lors de cette thèse et qui m'ont semblé ne pas t'être nécessairement familiers, tu en as aussi appris un peu grâce à moi.

Eric Andrieu, les liens que tu fais entre tellement de domaines de la science des matériaux peuvent s'avérer frustrants au premier abord, mais se révèlent extrêmement enrichissants et stimulants sur la durée. Je tiens à te témoigner ma profonde reconnaissance pour ta bienveillance, ta confiance, et pour tout ce que tu as fait pour moi depuis que nous nous côtoyons. Si j'en suis là aujourd'hui c'est en grande partie grâce à toi : Merci !

Je tiens également à remercier très sincèrement Dominique Poquillon et Julitte Huez pour avoir été présentes et m'avoir soutenu à l'époque où j'en avais le plus besoin, et à qui je dois tant...

Je remercie bien sûr l'ensemble du personnel du laboratoire au sein duquel a toujours régné une ambiance particulièrement chaleureuse. Un grand merci également à Jeanne-Marie Alcaraz et Katia Reliquet pour votre soutien dans le domaine des méandres administratifs où mes compétences trouvent rapidement leurs limites. Je tiens également ici à saluer mes anciens compagnons de route et, accessoirement, de babyfoot : Serge S., Christophe B., Adrien L., Thomas G., et également Damien T., Vincent P., Martin S. Et je souhaite bon courage aux nouveaux thésards.

Evidemment, je ne peux pas ne pas remercier tout particulièrement ceux qui ont été les plus proches durant ces années, à savoir les membres du bureau 1-R1-12 : les membres originels : Martin R., Céline L. et Benoît T. qui m'ont beaucoup apporté et m'ont, en quelque sorte, montré la voie par leur investissement dans leur sujet respectif ; et leurs remplaçants Maxime P., maître des équations et des approches tensorielles de la réalité, entre autres talents, et Héloïse V., grande spécialiste des subtilités inextricables de Word, à qui la mise en forme de ce manuscrit doit beaucoup... Je vous remercie tous sincèrement pour avoir, pendant ces années, fait de notre bureau un lieu riche sur le plan scientifique et surtout sur le plan humain.

# Table des matières

<b>Introduction.....</b>	<b>1</b>
<b>I. Bibliographie.....</b>	<b>7</b>
<b>I.1. Métallurgie des alliages de l'étude .....</b>	<b>7</b>
I.1.1. Métallurgie physique.....	7
I.1.1.1. Matrice austénitique $\gamma$ .....	7
I.1.1.2. Les précipités $\gamma'$ .....	8
I.1.1.3. Les précipités $\gamma''$ .....	9
I.1.1.4. Les précipités $\delta$ .....	10
I.1.1.5. Carbures et Carbonitrides .....	11
I.1.2. Les autres phases.....	12
I.1.2.1. Phases de Laves :.....	12
I.1.2.2. Phase $\sigma$ et $\alpha$ -Cr.....	12
I.1.3. Procédés d'élaboration .....	13
I.1.4. Effet des substitutionnels en solution solide :.....	14
I.1.5. Hétérogénéités.....	16
I.1.5.1. Teneur en Nb .....	17
I.1.5.2. Hétérogénéité de tailles de grains.....	19
I.1.5.3. Phénomènes de ségrégation .....	19
I.1.6. Conclusion .....	20
<b>I.2. Vieillessement dynamique et effet Portevin-le Chatelier .....</b>	<b>20</b>
I.2.1. Notion de vieillessement d'un alliage métallique .....	20
I.2.1.1. Solide cristallin .....	20
I.2.1.2. Vieillessement d'un alliage métallique .....	21
I.2.1.3. Sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation.....	26
I.2.1.4. Effet du DSA sur les propriétés mécaniques.....	27
I.2.2. Effet Portevin-Le Chatelier .....	28
I.2.2.1. Manifestations macroscopiques.....	28
I.2.2.2. Considérations mésoscopiques .....	30
I.2.2.3. Approche microscopique .....	31
I.2.3. Effet PLC dans le Nickel et ses alliages .....	35
I.2.3.1. Effet PLC dans le Nickel.....	36
I.2.3.2. Effet PLC dans des alliages à base de Ni .....	37
I.2.3.3. Origine de l'existence d'un comportement inverse :.....	44
I.2.4. Résumé.....	45
<b>I.3. Couplage Mécanique–Oxydation dans l'alliage 718 .....</b>	<b>46</b>
I.3.1. Etat de l'Art.....	46
I.3.1.1. Travaux fondateurs .....	46
I.3.1.2. Etudes sur les interactions modes de déformation – modes de rupture .....	50
I.3.2. Résumé .....	55
<b>II. Matériaux et techniques expérimentales .....</b>	<b>61</b>
<b>II.1. Matériaux d'étude .....</b>	<b>61</b>
II.1.1. Matériau à la base de l'étude.....	61

II.1.2.	Variations sur le thème « alliage 718 » .....	61
II.1.3.	Mode d'élaboration.....	61
II.1.4.	Fournisseur et état de réception .....	62
II.1.4.1.	Alliage 718.....	62
II.1.4.2.	Alliage 718-Nb.....	63
II.1.4.3.	Alliage 718 enrichi en Mo .....	65
II.1.4.4.	Alliage 625+.....	65
<b>II.2.</b>	<b>Procédés d'usinage .....</b>	<b>66</b>
II.2.1.	Découpe des échantillons.....	66
II.2.2.	Rectification des zones affectées thermiquement.....	67
<b>II.3.</b>	<b>Techniques expérimentales .....</b>	<b>69</b>
II.3.1.	Machine de traction environnementale.....	69
II.3.2.	Pendule de Spectroscopie mécanique .....	71
II.3.2.1.	Dispositif expérimental .....	71
II.3.2.2.	Description du pendule de torsion inverse.....	73
II.3.2.3.	Système de soutien anti-vibration .....	74
II.3.2.4.	Système de vide .....	75
II.3.2.5.	Système électroniques.....	75
II.3.2.6.	Système de régulation de température.....	75
II.3.2.7.	Système mécanique .....	75
II.3.2.8.	Principe de mesure .....	77
<b>III.</b>	<b>Résultats et Interprétations .....</b>	<b>81</b>
<b>III.1.</b>	<b>Analyse des essais de traction .....</b>	<b>81</b>
III.1.1.	Campagne d'essais de traction sur l'alliage 718 à l'état vieilli .....	82
III.1.1.1.	Méthodes de détermination des énergies d'activation apparentes : .....	82
III.1.1.2.	Résumé des résultats expérimentaux.....	93
III.1.1.3.	Interprétation des résultats expérimentaux.....	94
III.1.2.	Campagne d'essais de traction sous vide secondaire .....	96
III.1.3.	Essais de traction sur l'alliage 718 enrichi en Mo, à l'état vieilli .....	97
III.1.3.1.	Résumé des résultats expérimentaux.....	97
III.1.3.2.	Interprétation des résultats .....	99
III.1.4.	Essais de traction sur l'alliage 718 sans Nb .....	100
III.1.5.	Résumé .....	102
<b>III.2.</b>	<b>Spectroscopie mécanique .....</b>	<b>104</b>
III.2.1.	Phénoménologie.....	104
III.2.2.	Frottement Intérieur et Module Dynamique .....	105
III.2.3.	Mécanismes thermiquement activés .....	108
III.2.4.	Processus de relaxation dans les alliages métalliques .....	109
III.2.4.1.	Défauts ponctuels .....	109
III.2.4.2.	Dislocations .....	109
III.2.5.	Spectroscopie mécanique .....	110
III.2.6.	Procédure d'essai .....	111
III.2.7.	Echantillons étudiés en frottement intérieur.....	111
III.2.7.1.	Nature des échantillons étudiés .....	111
III.2.7.2.	Origine du choix des échantillons analysés.....	112



III.2.7.3.	Exemple d'analyse d'un pic de frottement intérieur .....	113
III.2.7.4.	Interprétations .....	121
III.2.8.	Résumé .....	127
<b>III.3.</b>	<b>Couplages Mécanique-Oxydation/Rupture .....</b>	<b>128</b>
III.3.1.	Effet de la vitesse de déformation sur la sensibilité à FIGAO .....	131
III.3.2.	Effet de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique de l'alliage .....	132
III.3.3.	Effet de couplage entre vitesse de déformation et atmosphère d'essai .....	135
III.3.4.	Interaction entre modes de déformation et modes de rupture .....	139
III.3.5.	Changement de régime d'écoulement en cours d'essai : effet sur l'endommagement IG..	141
III.3.6.	Changement de d'atmosphère en cours d'essai : effet sur l'endommagement IG.....	143
III.3.7.	Effet d'un pré-écrouissage avant traitement thermique de vieillissement aéronautique sur la réponse de l'alliage 718 en termes d'indices de sensibilité à la FIGAO et de propriétés mécaniques macroscopiques.....	145
III.3.8.	Résumé .....	148
<b>IV.</b>	<b>Discussion .....</b>	<b>153</b>
<b>IV.1.</b>	<b>Relations entre le comportement mécanique en traction et le frottement interne .....</b>	<b>153</b>
IV.1.1.	Essais de traction uniaxiale.....	153
IV.1.2.	Essais de frottement interne .....	154
IV.1.3.	Mobilité du Molybdène .....	155
<b>IV.2.</b>	<b>Aspects chimiques et métallurgiques des interactions .....</b>	<b>157</b>
IV.2.1.	Existence d'un comportement inverse d'évolution de $\epsilon_c$ .....	157
IV.2.2.	Sur la position de la frontière .....	158
IV.2.2.1.	Déplacement du domaine.....	158
IV.2.2.2.	Déplacement de la frontière entre désancrage dynamique et trainage des solutés ...	159
<b>IV.3.</b>	<b>Interactions entre modes de déformation et modes de rupture .....</b>	<b>161</b>
IV.3.1.	Rupture sous vide secondaire .....	161
IV.3.2.	Rupture sous air.....	162
IV.3.2.1.	Vitesse de propagation maximale d'une fissure .....	162
IV.3.2.2.	Oxydation des interfaces .....	162
IV.3.2.3.	Amorçage .....	163
IV.3.2.4.	Phase de striction.....	166
	<b>Conclusions et perspectives .....</b>	<b>167</b>
	<b>Références Bibliographiques .....</b>	<b>175</b>
	<b>Annexe 1 : Liste des essais de traction sur les différents alliages .....</b>	<b>187</b>
	<b>Annexe 2 : Liste des essais de frottement interne réalisés .....</b>	<b>190</b>



# Glossaire

<b>CSC</b>	Corrosion Sous Contrainte
<b>CT</b>	Compact Tension
<b>DSA</b>	Dynamic Strain Ageing
<b>EDS</b>	Energy Dispersive Scanning
<b>ESR</b>	Electro Slag Remelting
<b>FAO</b>	Fissuration Assistée par l'Oxydation
<b>FI</b>	Frottement Intérieur
<b>FIGAO</b>	Fissuration InterGranulaire Assistée par l'Oxydation
<b>IG</b>	InterGranulaire
<b>IGF</b>	InterGranulaire Fragile
<b>MEB</b>	Microscope Electronique à Balayage
<b>MET</b>	Microscope Electronique en Transmission
<b>Po<sub>2</sub></b>	Pression partielle d'oxygène
<b>REP</b>	Réacteur à Eau sous Pression
<b>TG</b>	TransGranulaire
<b>TGD</b>	TransGranulaire Ductile
<b>VAR</b>	Vacuum Arc Remelting
<b>VIM</b>	Vacuum Induction Melting





## Introduction

L'alliage 718 est l'un des superalliages les plus utilisés industriellement. Il représente 70% de la production mondiale en masse de superalliages. Ses domaines d'application vont de l'aéronautique à la pétrochimie, en passant par le nucléaire et l'aérospatial. S'il est aussi largement utilisé c'est du fait de sa très bonne aptitude à la mise en œuvre et surtout grâce à ses excellentes propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion et à l'oxydation dans une très large gamme de températures, d'environnements et de modes de sollicitation pour un coût relativement modéré. L'amélioration des rendements passe par une augmentation des performances et de la durée de vie des pièces de structure utilisées dans les différents domaines d'application de l'alliage, si bien que de nombreux travaux de recherche portent tant sur l'amélioration des procédés d'élaboration que sur la compréhension des mécanismes à l'origine de l'endommagement des pièces en service afin d'identifier, de développer ou d'adapter des procédés existants de façon à améliorer les propriétés mécaniques, la stabilité microstructurale et la tenue à l'oxydation et à la corrosion de l'alliage 718. L'alliage 718 n'en reste pas moins un superalliage qui présente une sensibilité à la corrosion sous contrainte et à la fissuration intergranulaire assistée par l'oxydation. Ces phénomènes intervenant sous l'action synergique d'un environnement agressif et d'une sollicitation mécanique dont le couplage engendre un endommagement pouvant conduire à la ruine prématurée de l'alliage. Cette sensibilité de l'alliage 718 varie d'une coulée à l'autre et son origine reste à ce jour mal comprise. Différentes pistes peuvent être considérées pour expliquer cette variabilité telles que la composition chimique de l'alliage, les procédés d'élaboration et de mise en forme, les phénomènes de transport et de ségrégation, ou les incompatibilités de déformation grain à grain lors de sollicitations thermomécaniques

De précédents travaux ont mis en évidence, dans le cadre de la caractérisation des propriétés de l'alliage 718 en traction à haute température, que l'occurrence d'instabilités de l'écoulement plastique est systématiquement associée à un faciès totalement transgranulaire ductile. A l'inverse, lorsque l'écoulement ne présente pas d'instabilités, à haute température, le faciès de rupture est caractérisé par la présence de zones de rupture à caractère intergranulaire, qui traduisent les effets de la fissuration intergranulaire assistée par l'oxydation. Des explications reposant sur une origine purement mécanique permettant d'expliquer cette observation ont été proposées [Deleume 2007, Fournier 2001, Garat 2008]. Une approche basée sur l'origine chimique est également envisagée dans ce manuscrit. Cette hypothèse trouve son fondement dans les mécanismes à l'origine du phénomène de vieillissement dynamique qui consistent en l'interaction existant entre dislocations mobiles et atomes en solution solide lors de la déformation plastique. Dans un mode d'écoulement présentant des instabilités plastiques, les dislocations forment des atmosphères de soluté à leur proximité dont les cinétiques de diffusion sont du même ordre ou légèrement inférieures à la vitesse de déplacement des dislocations. Ainsi, constate-t-on un phénomène de désancrage dynamique qui entraîne des instabilités macroscopiques de l'écoulement plastique. Si la température d'essai augmente jusqu'à dépasser le domaine d'instabilité plastique, on retrouve un écoulement stable à l'échelle macroscopique. Du point de vue des dislocations mobiles il n'y a plus de phénomène de type ancrage / désancrage, mais on se situe en mode de trainage des espèces en solution. Les dislocations chargées en certains éléments

d'alliage sont alors susceptibles de les transporter à travers les grains. Ce drainage d'éléments va alors pouvoir aller enrichir les joints de grains, modifiant leur composition chimique, et, par là même, exacerbant leur sensibilité vis-à-vis de l'oxydation intergranulaire.

La présente étude vise à explorer certaines des hypothèses concernant l'origine mécanique ou physico-chimique de l'endommagement de l'alliage 718 sollicité mécaniquement, à haute température en milieu oxydant. Les questionnements dans lesquels elle trouve son fondement peuvent se résumer de la façon suivante :

- Dans quelle mesure les modes de déformation influencent-ils les modes de rupture de l'alliage 718 lors d'essais de traction à haute température ?
- Pour quelles raisons l'occurrence de l'effet PLC inhibe-t-elle l'apparition d'une rupture à caractère intergranulaire fragile ? S'agit-il d'un phénomène à caractère purement mécanique ?
- Un phénomène de transport d'éléments d'alliage en solution solide lors de sollicitations thermomécaniques peut-il être légitimement envisagé comme une explication à la sensibilité des joints de grains vis-à-vis du phénomène d'oxydation intergranulaire ? Si tel est le cas, quelle est la nature des éléments transportés par les dislocations et enrichissant les joints de grains ?

L'approche adoptée a consisté à caractériser finement une manifestation du phénomène de vieillissement dynamique dans l'alliage : l'effet Portevin-Le Chatelier dans une large gamme de températures et de vitesses de déformation. La détermination de l'espèce responsable de l'effet PLC est susceptible de fournir des informations importantes sur la nature du soluté développant une interaction forte avec les dislocations mobiles et donc capable d'être transporté dans le domaine de vieillissement dynamique en l'absence d'instabilités de l'écoulement plastique. Une autre approche a consisté à caractériser l'alliage 718 en spectroscopie mécanique (technique de frottement intérieur). Cette technique donne accès à des informations sur les processus de relaxation intervenant au sein de l'alliage par mouvement d'entités microstructurales (défauts ponctuels, dislocations, joints de grains) autour de leur position d'équilibre, et les interactions qui peuvent exister entre ces entités. Enfin, on s'est intéressé au cours de ces travaux aux effets des paramètres thermomécaniques ainsi qu'environnementaux sur la réponse de l'alliage 718 en termes de propriétés mécaniques et de modes de rupture. L'objectif étant de fournir de nouveaux éléments permettant de statuer sur le caractère mécanique et/ou chimique de la sensibilité du joint de grains, et sur les mécanismes à l'œuvre.

Ce manuscrit comporte quatre chapitres.

Le premier est un chapitre bibliographique scindé en trois sous-parties, abordant successivement la métallurgie de l'alliage 718, le phénomène de vieillissement dynamique et les phénomènes de couplage entre mécanique et oxydation dans l'alliage 718.

Le second chapitre comporte deux parties qui portent sur les matériaux d'étude et les techniques expérimentales principales utilisées au cours de cette étude.

## Introduction

---

Le troisième chapitre porte sur les résultats et interprétations des travaux menés au cours de la thèse. Il est divisé en trois sous-parties qui concernent la caractérisation de l'effet Portevin-Le Chatelier dans le cadre d'essais de traction, la caractérisation des alliages d'étude en spectroscopie mécanique, et des essais spécifiques et dédiés pour obtenir des informations sur les phénomènes de couplage mécanique-oxydation intervenant dans l'alliage 718.

Le quatrième chapitre est constitué par la discussion des résultats expérimentaux qui aborde successivement le lien qui peut être fait entre les mécanismes intervenant lors d'essais de traction et ceux intervenant en frottement intérieur, les aspects chimiques et métallurgiques des interactions entre défauts dans l'alliage, enfin les interactions entre modes de déformation et modes de rupture dans l'alliage 718.





<b>I. Bibliographie.....</b>	<b>7</b>
<b>I.1. Métallurgie des alliages de l'étude .....</b>	<b>7</b>
I.1.1. Métallurgie physique.....	7
I.1.1.1. Matrice austénitique $\gamma$ .....	7
I.1.1.2. Les précipités $\gamma'$ .....	8
I.1.1.3. Les précipités $\gamma''$ .....	9
I.1.1.4. Les précipités $\delta$ .....	10
I.1.1.5. Carbures et Carbonitrides .....	11
I.1.2. Les autres phases.....	12
I.1.2.1. Phases de Laves :.....	12
I.1.2.2. Phase $\sigma$ et $\alpha$ -Cr.....	12
I.1.3. Procédés d'élaboration .....	13
I.1.4. Effet des substitutionnels en solution solide :.....	14
I.1.5. Hétérogénéités .....	16
I.1.5.1. Teneur en Nb .....	17
I.1.5.2. Hétérogénéité de tailles de grains .....	19
I.1.5.3. Phénomènes de ségrégation .....	19
I.1.6. Conclusion .....	20
<b>I.2. Vieillessement dynamique et effet Portevin-le Chatelier .....</b>	<b>20</b>
I.2.1. Notion de vieillissement d'un alliage métallique .....	20
I.2.1.1. Solide cristallin .....	20
I.2.1.2. Vieillessement d'un alliage métallique .....	21
I.2.1.3. Sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation.....	26
I.2.1.4. Effet du DSA sur les propriétés mécaniques.....	27
I.2.2. Effet Portevin-Le Chatelier .....	28
I.2.2.1. Manifestations macroscopiques.....	28
I.2.2.2. Considérations mésoscopiques .....	30
I.2.2.3. Approche microscopique .....	31
I.2.3. Effet PLC dans le Nickel et ses alliages .....	35
I.2.3.1. Effet PLC dans le Nickel.....	36
I.2.3.2. Effet PLC dans des alliages à base de Ni .....	37
I.2.3.3. Origine de l'existence d'un comportement inverse :.....	44
I.2.4. Résumé .....	45
<b>I.3. Couplage Mécanique–Oxydation dans l'alliage 718 .....</b>	<b>46</b>
I.3.1. Etat de l'Art.....	46
I.3.1.1. Travaux fondateurs .....	46
I.3.1.2. Etudes sur les interactions modes de déformation – modes de rupture .....	50
I.3.2. Résumé .....	55



## Chapitre I : BIBLIOGRAPHIE

### I.1. Métallurgie des alliages de l'étude

Les superalliages sont des alliages métalliques complexes caractérisés par leurs hautes propriétés mécaniques sur de larges gammes de température, ainsi que par de très bonnes tenues à la corrosion et à l'oxydation.

Les alliages utilisés dans cette étude sont des superalliages à base de Nickel élaborés sur le modèle de l'alliage 718 qui est l'objet des présents travaux. L'alliage 718 a été mis au point dans les années cinquante par Eiselstein [Eiselstein 1965] pour la société Huntington Alloys Inc. Il a, depuis, fait l'objet de nombreux travaux qui ont permis d'optimiser sa composition chimique et les traitements thermomécaniques à lui appliquer afin de contrôler et d'adapter sa microstructure et ses propriétés mécaniques aux diverses applications dont il peut faire l'objet. Sa stabilité structurale pour des températures élevées (650°C) et sa bonne résistance à la corrosion, au fluage et la rupture en regard de son coût de revient ont fait de cet alliage le superalliage le plus utilisé, puisqu'il représente près de 70% de la consommation mondiale en superalliages. L'essentiel de la production concerne le domaine aéronautique puisqu'il est le matériau de base pour la réalisation des disques de turbines à gaz et des disques de moteur d'avion, mais il est également utilisé dans le domaine du nucléaire, de la construction marine, de la cryogénie et de la pétrochimie. La spécificité et la variété des propriétés mécaniques et chimiques auxquelles l'alliage 718 répond sur une large gamme de températures lui sont conférées par les nombreuses optimisations microstructurales auxquelles il se prête.

#### I.1.1. Métallurgie physique

##### I.1.1.1. Matrice austénitique $\gamma$

La matrice austénitique de l'alliage 718 est constituée d'une solution solide désordonnée de structure cubique à face centrée A1. Pour le nickel pur, à la température ambiante, le paramètre de la maille vaut  $a_{\gamma}=3.523 \text{ \AA}$  (Figure I-1) [Villars 1997]. A cette température la solution solide de l'alliage 718 présente quant à elle un paramètre de maille de  $a_{\gamma}=3.61 \text{ \AA}$  [Sundaraman 1988a]. Ainsi, la distorsion de la maille du réseau austénitique occasionnée par les éléments d'alliage en insertion, tels que Fe, Cr, Mo et Nb [Jena 1984, Sabol 1969] entraîne un premier durcissement de cette matrice par solution solide. Dans la mesure où il s'agit d'un superalliage, de nombreux autres éléments d'alliage entrent dans sa composition, ne contribuant pas significativement au durcissement par solution solide, mais présentant des teneurs optimales pour conférer à l'alliage 718 les propriétés adaptées à ses applications. Ces aspects seront abordés par la suite.

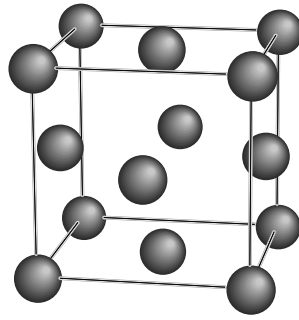


Figure I-1- Maille cristalline de la matrice austénitique de Nickel,  $\gamma$

Ce mode de durcissement par solution solide n'est néanmoins pas celui qui confère à l'alliage 718 ses excellentes propriétés mécaniques en service, puisqu'il n'est que marginal en regard du renforcement généré par le durcissement structural des phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . En effet, ces précipités jouent un rôle essentiel dans les propriétés mécaniques de l'alliage.

### I.1.1.2. Les précipités $\gamma'$

La phase  $\gamma'$  présente une structure cristallographique cubique simple de type  $L1_2$  (Figure I-2). Son paramètre de maille est de l'ordre de  $a_{\gamma'}=3.59 \text{ \AA}$ . Ce sont des précipités de formule générale  $Ni_3(Ti,Al,Nb)$  où le Nb est présent en faible proportion, se substituant ponctuellement à Al. [Miller 1999, Miller 2002]. La phase  $\gamma'$  est stable et cohérente avec la matrice, présentant un désaccord paramétrique avec la maille du réseau hôte, selon la composition de l'alliage, de l'ordre de -0,3% à 1% [Ahmed 1990].

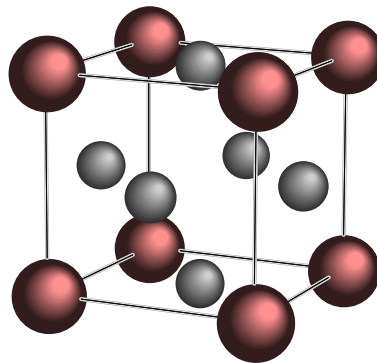


Figure I-2- Maille de la phase  $\gamma'$  de formule générale  $Ni_3(Ti,Al)$

Cette phase précipite dans l'alliage à une température de l'ordre de 650°C sous forme le plus souvent sphérique, mais parfois aussi cubique. Dans le cadre de traitement standard de vieillissement aéronautique, ces précipités sont de forme sphérique, présentant un diamètre de l'ordre de 20 à 60 nm [Paulonis 1969]. Ils peuvent également être accolés à la phase  $\gamma''$  sous la forme d'hémisphère prenant en sandwich les disques de la phase  $\gamma''$ .

### I.1.1.3. Les précipités $\gamma''$

La phase  $\gamma''$  présente une structure cristallologique quadratique centrée de type  $DO_{22}$  (Figure I-3). Ses paramètres de maille sont de l'ordre de  $a_{\gamma''}=3.59 \text{ \AA}$  et  $c_{\gamma''}=7.40 \text{ \AA}$ . Ce sont des précipités de formule générale  $Ni_3Nb$ . Néanmoins, le Nb peut être ponctuellement substitué par Ta, Ti ou Al. La phase  $\gamma''$  est une phase métastable et cohérente avec la matrice  $\gamma$ , présentant un désaccord paramétrique avec la maille du réseau hôte de l'ordre de 2.0%.

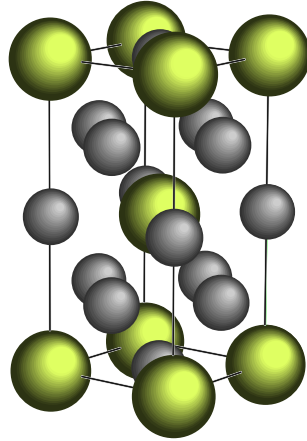


Figure I-3- Maille cristalline de la phase  $\gamma''$ , de formule générale  $Ni_3Nb$

Sa précipitation dans le réseau hôte se fait sous forme de lenticulaire, tel que l'illustre le cliché MEB-FEG de la Figure I-4. Dans le cadre du traitement selon le standard aéronautique, les disques formés présentent un diamètre de l'ordre de 60nm pour une épaisseur de 5 à 15nm [Paulonis 1969]. Cette morphologie particulière résulte des relations d'épitaxie qui existent entre la matrice austénitique et ces précipités et fait qu'il existe trois variants de la phase  $\gamma''$  [Gao 1995]. Cette phase est la principale origine du durcissement de l'alliage 718 dans la mesure où elle contribue à hauteur de 80 à 90% à ses excellentes propriétés mécaniques.

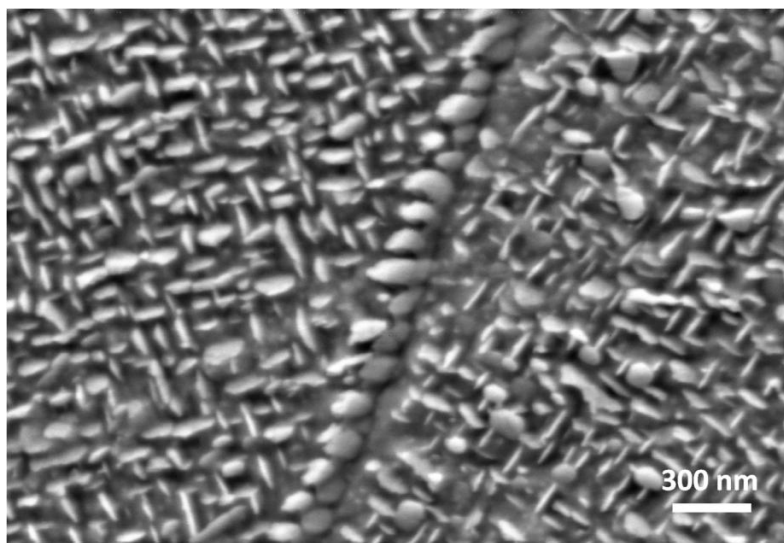


Figure I-4 Précipitation des phases durcissantes  $\gamma'$  et  $\gamma''$  dans l'alliage 718 à l'état vieilli dans deux grains adjacents. Le joint séparant ces deux grains présente une précipitation forte de phase  $\gamma''$  en cours de stabilisation par transformation en phase  $\delta$ , cliché en MEB-FEG par J.-M. Cloué.

### I.1.1.4. Les précipités $\delta$

La phase  $\delta$  présente une structure orthorhombique de type  $DO_a$ . Ses paramètres de maille sont  $a_\delta=5.14 \text{ \AA}$ ,  $b_\delta=4.23 \text{ \AA}$  et  $c_\delta=4.53 \text{ \AA}$ . Elle est semi-cohérente ou incohérente avec la matrice austénitique [Sundararaman 1988b]. Elle présente la même formule chimique que la phase  $\gamma'$ ,  $Ni_3Nb$ , dont elle constitue la forme stable. Elle peut se présenter sous plusieurs morphologies : globulaire au niveau des joints de grains [Valerio 1994] ou alors sous forme d'aiguilles [Azadian 2004], parfois également en plaquettes (Figure I-5). On distingue généralement deux types de phase  $\delta$  en fonction de la température de formation :  $\delta_{ht}$  (haute température), formée dans les gammes de température comprises entre  $900^\circ\text{C}$  et la température de solvus de  $\delta$  et caractérisée par une morphologie à tendance globulaire, et la phase  $\delta_{bt}$  (basse température), formée pour des température comprises entre  $600$  et  $900^\circ\text{C}$ , caractérisée par une morphologie aciculaire (Figure I-6). La croissance de cette phase  $\delta$  se fait au détriment de la phase  $\gamma'$  car elle consomme le Nb nécessaire à la formation de cette dernière. Ainsi la croissance de la phase  $\delta$  tend à amoindrir les propriétés mécaniques du matériau du fait d'un effet durcissant moindre. Néanmoins, la présence de phase delta peut être souhaitée pour certaines applications qui nécessitent une mise en forme de pièces par forgeage, dans la mesure où sa précipitation discontinue au niveau des joints de grains et sa stabilité thermique contribuent à l'ancrage mécanique de ces derniers [Muralidharan 1997], limitant par là même leur croissance lors des phases de mise en forme à haute température.

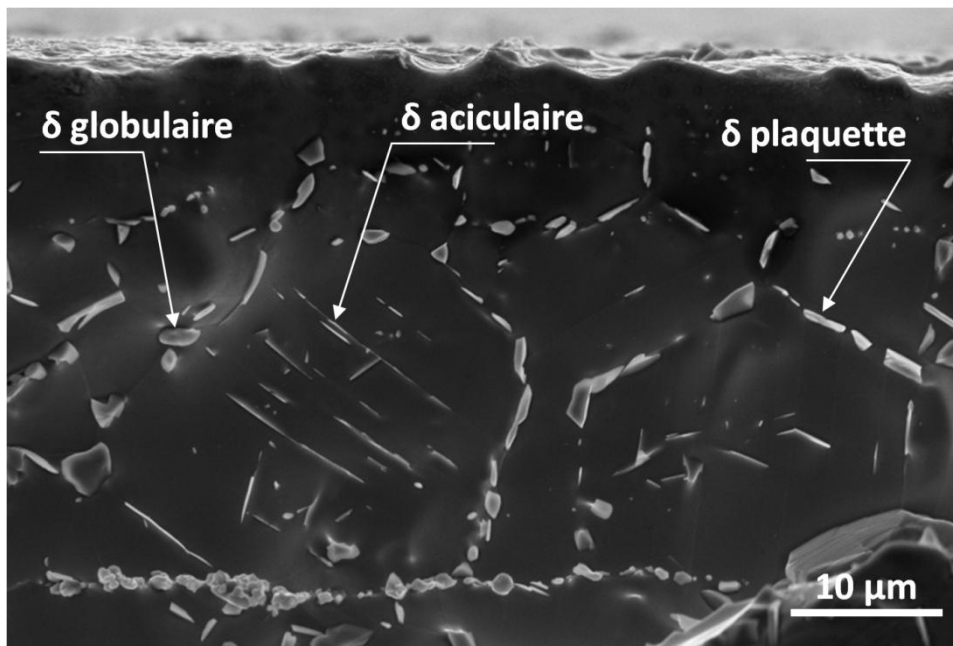


Figure I-5 Cliché MEB illustrant les différentes morphologies de la phase  $\delta$  dans l'alliage 718 suite à un traitement à  $970^\circ\text{C}$  durant 12 heures.

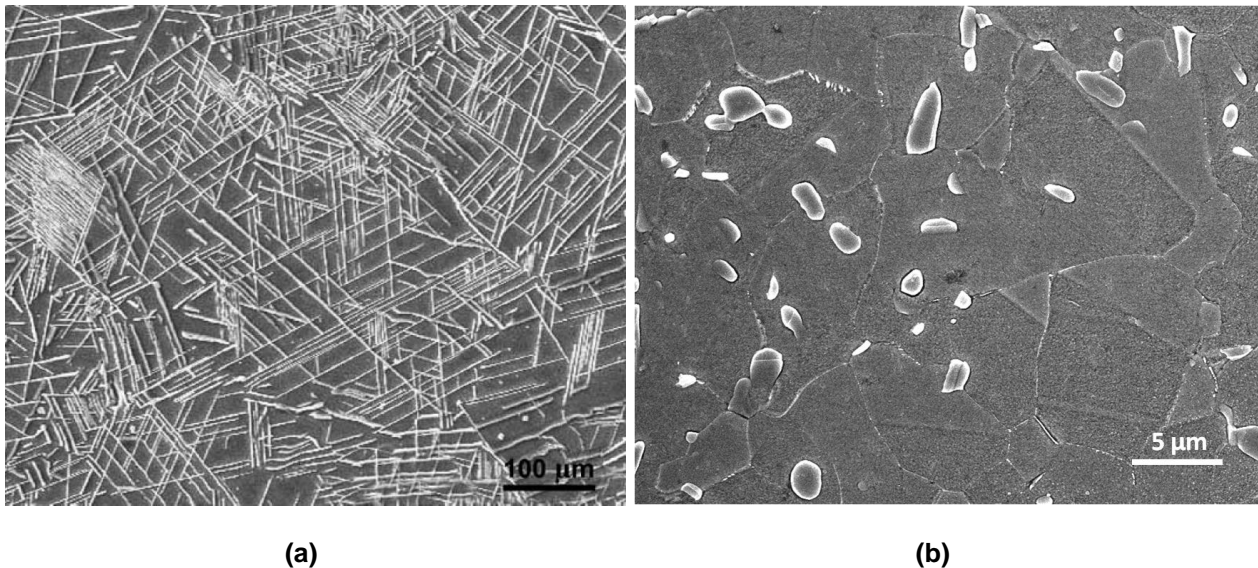


Figure I-6- Morphologies de la phase  $\delta$  : aciculaire,  $\delta_{bt}$  (a) d'après [Azadian 2004] et globulaire  $\delta_{ht}$  (b) cliché MEB-FEG de M. Perrais

#### I.1.1.5. Carbures et Carbonitrides

La teneur en carbone de l'alliage 718 dépasse rarement 500 ppm massique de carbone. Cette teneur en carbone est suffisante pour assurer la formation de carbures à différentes étapes des procédés d'élaboration et de mise en forme (Figure I-7). Sont ainsi différenciés les carbures primaires, formés lors des étapes de solidification suite à une transformation eutectique dans les espaces interdendritiques, et les carbures secondaires apparaissant à plus basse température lors des traitements thermomécaniques de mise en forme.

Les carbures vont participer, du fait de leur grande stabilité thermique, à la limitation du grossissement des grains lors des étapes de transformation à chaud par ancrage mécanique des joints de grains. Néanmoins, ils peuvent constituer des sites d'initiation de fissure d'une part, du fait qu'ils accommodent mal la déformation et vont donc générer des concentrations de contrainte à leur périphérie et d'autre part, par l'expansion volumique résultant de leur oxydation à haute température qui les rend à même de constituer des sites d'initiation de fissure dans la matrice. De plus, lors des opérations de mise en forme, ils peuvent se rompre et constituer plus tard des sites d'amorçage de fissure à condition que leur taille soit suffisante c'est à dire supérieure à 6 à 10  $\mu\text{m}$ . Un alignement de carbures à la surface d'un feuillard suite à des opérations de laminage apparait sur la Figure I-8.

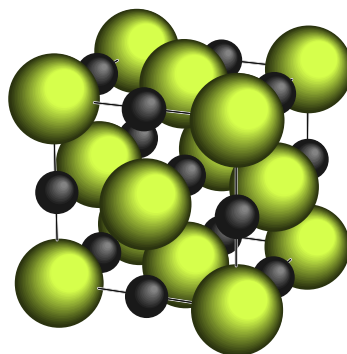


Figure I-7- Maille cristalline des carbures de type NbC



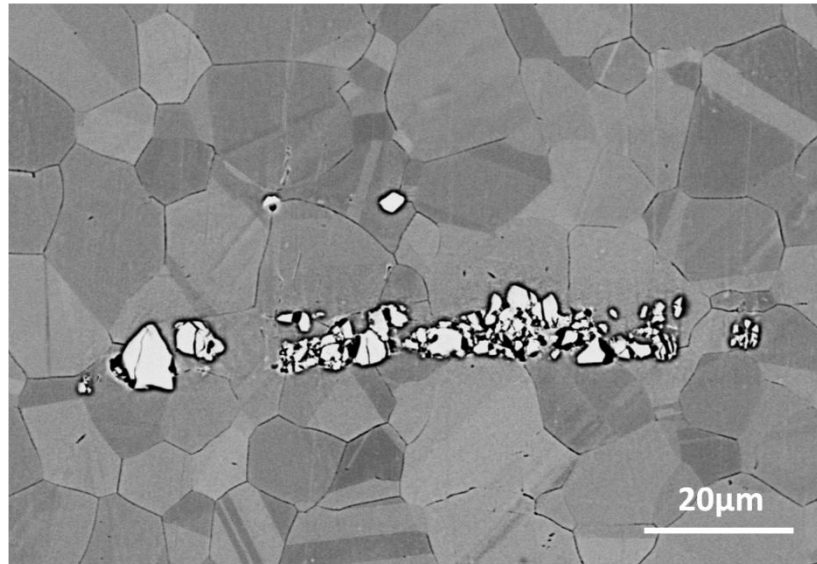


Figure I-8- Alignement de carbures primaires dans la direction de laminage sur un feillard d'alliage 718

### I.1.2. Les autres phases

Des phases topologiquement compactes (TCP= Topologically Close Packed) sont susceptibles de précipiter suite à des vieillissements prolongés dans le cas où le matériau n'a pas été suffisamment homogénéisé. Ces phases sont de différentes natures:

#### I.1.2.1. Phases de Laves :

Présentant une structure hexagonale de type C14, elles sont de formule générale  $(Fe,Cr,Ti)_2(Nb,Mo,Ni,Si)$ . Elles tendent à se former lors de la solidification dans les espaces interdendritiques riches en Nb, Mo et Si. Ces phases sont indésirables dans la mesure où elles diminuent fortement les propriétés mécaniques du fait qu'elles sont fragiles, et que leur formation consomme les éléments nécessaires au durcissement de l'alliage

#### I.1.2.2. Phase $\sigma$ et $\alpha$ -Cr

La phase  $\sigma$  est de structure cristallographique quadratique, type D8<sub>h</sub>. Il s'agit d'une phase semi-cohérente ou incohérente avec la matrice, dont la composition est du type  $(Cr,Mo)_x(Ni,Co)_y$ , x et y pouvant varier de 1 à 7 [Sims 1987]. C'est une phase fragile et consommatrice en éléments d'alliage environnants. Présente en trop grande quantité, elle peut rendre difficile les opérations de mise en forme à chaud.

Les phases  $\alpha$ -Cr présentent quant à elles une structure cubique centrée. Il s'agit de phases indésirables car, intergranulaires, elles ont des effets néfastes sur la ductilité et la résistance à la corrosion de l'alliage. Elles tendent à se former dans les zones de forte ségrégation ou lors de vieillissements de longue durée.

Les optimisations de composition et des procédés d'élaboration et d'homogénéisation permettent d'éviter la précipitation de ces types de phases [Radhakrishna 1997].

### I.1.3. Procédés d'élaboration

L'alliage 718, comme de nombreux autres superalliages est élaboré par double fusion : une première étape de fusion par induction sous vide (VIM : Vacuum Induction Melting) permet de mélanger les matières premières et d'obtenir un lingot cylindrique qui servira d'électrode pour l'étape suivante d'élaboration. Le procédé VIM permet d'obtenir un lingot de composition chimique globale maîtrisée et assure d'une faible teneur en Carbone et en Oxygène.

Le lingot subit ensuite une refusion qui est réalisée soit par arc sous vide (procédé VAR, Vacuum Arc Remelting), soit sous laitier (procédé ESR, Electro Slag Remelting), et qui présente le double intérêt d'affiner la microstructure et de réduire la teneur en impuretés. Certaines filières d'élaboration pour des applications critiques ont combiné les procédés ESR et VAR pour une plus grande qualité de produit.

Le procédé VAR est plus efficace quant à l'affinage de la microstructure tout en permettant la suppression de la quasi-totalité de l'oxygène et de l'azote dissous. La refusion de l'électrode dans une lingotière en cuivre permet d'améliorer considérablement son homogénéité chimique.

Le procédé ESR présente l'intérêt de permettre de filtrer les agglomérats d'oxyde, limitant grandement la présence d'inclusion dans le lingot. Il a de ce fait un effet plus important sur la réduction des ségrégations et de la teneur en impuretés par réaction avec le laitier. Néanmoins, ce procédé peut entraîner une ségrégation chimique très forte, particulièrement au centre du lingot.

Un schéma de la filière d'élaboration des superalliages est proposé en Figure I-9.

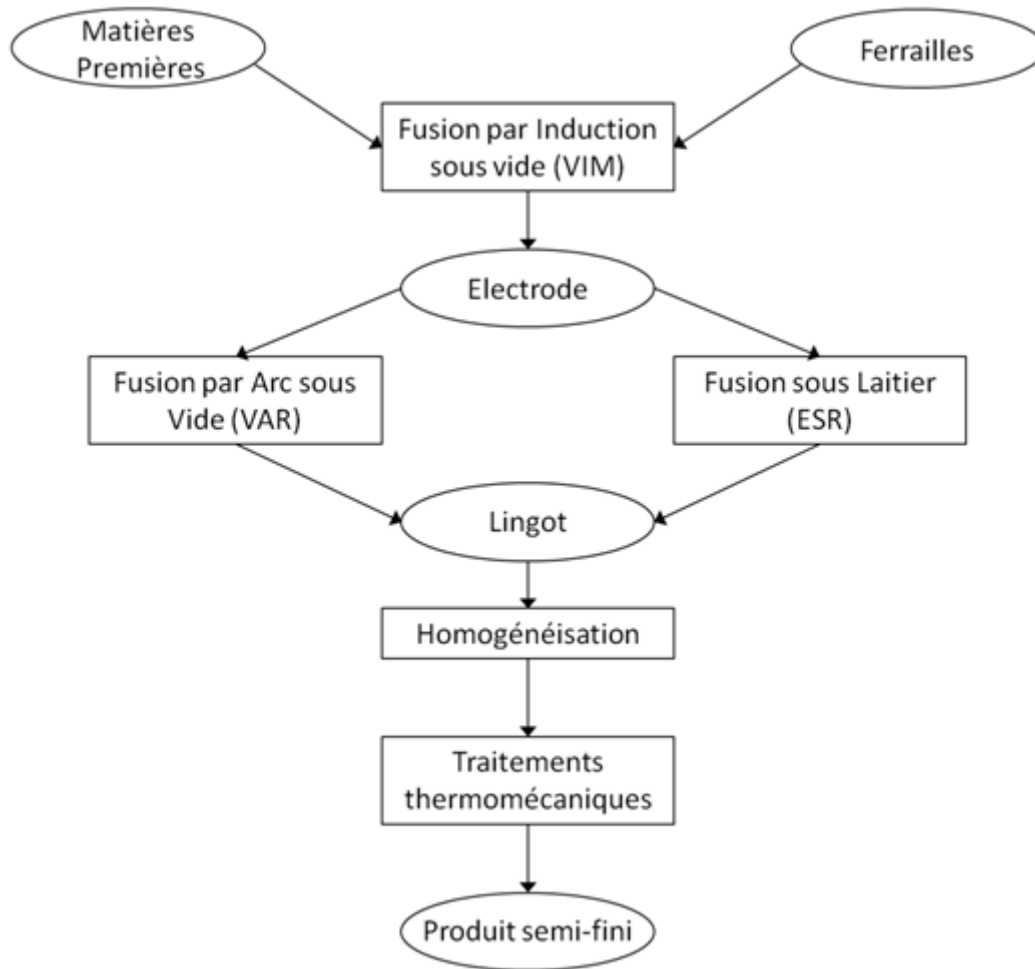


Figure I-9 Schéma des étapes de la filière d'élaboration de superalliages

### I.1.4. Effet des substitutionnels en solution solide :

Outre la formation de précipités durcissants, le premier effet des éléments d'alliage substitutionnels en solution solide consiste à conférer à l'alliage de meilleures propriétés mécaniques en produisant un premier durcissement de la matrice par solution solide. Il doit donc s'agir d'éléments chimiques ayant une bonne solubilité et un important coefficient de durcissement de l'alliage. On peut se donner une idée de la solubilité de différents éléments dans la matrice austénitique de nickel en calculant pour chacun d'eux le facteur de taille d'un élément en fonction de son numéro atomique par exemple. Ce facteur est donné par la relation :  $\epsilon = 100 \times \frac{r_i - r_{Ni}}{r_{Ni}}$ , où  $r_{Ni}$  est le rayon atomique du nickel et  $r_i$  celui de l'élément substitutionnel auquel on le compare. Selon la règle de Hume-Rothery, un élément en substitution présente une bonne solubilité dans le nickel lorsque son facteur de taille se situe dans l'intervalle de  $\pm 15\%$ . La différence de rayon atomique des solutés avec le Nickel de la matrice austénitique (Figure I-10) va entraîner une distorsion de la maille par effet stérique, constituant par là même une augmentation de la résistance au mouvement des dislocations dans l'alliage (distorsion et augmentation du module de cisaillement, baisse de l'énergie de faute d'empilement) (Figure I-11).

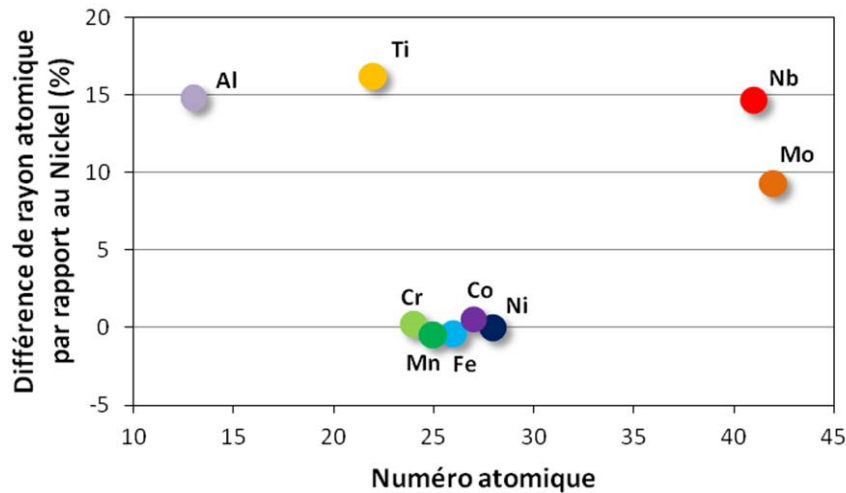


Figure I-10 Représentation de la différence de rayon atomique de différents éléments substitutionnels présents dans l'alliage 718 par rapport au rayon atomique du Ni, selon leur numéro atomique, d'après les données de [Ball 1974]

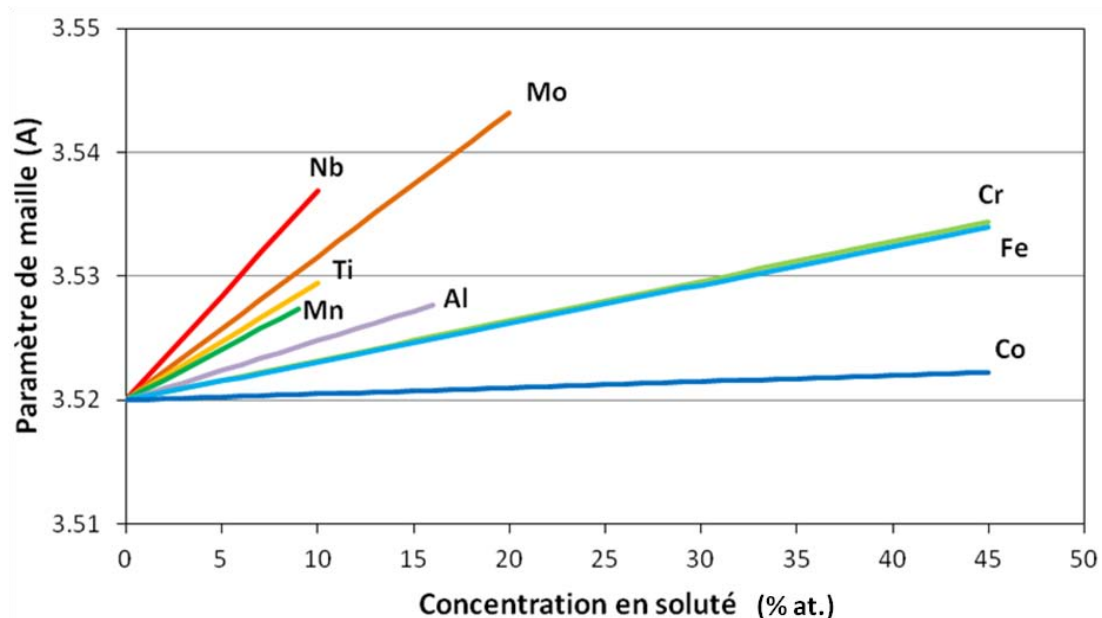


Figure I-11 Représentation de l'évolution du paramètre de maille de la matrice austénitique en fonction de la concentration en différents éléments substitutionnels (X) dans le cas d'alliages binaires Ni-X, d'après les données de [Jena 1984]

Ainsi, le paramètre pertinent à prendre en compte dans l'expansion volumique de la maille du réseau hôte est le rayon atomique de l'élément considéré, mais il existe d'autres types d'interactions qui vont engendrer une distorsion de la maille non prédite par la simple considération stérique (effet de module d'élasticité, effet électronique). En effet, si la considération de lois de Vegard pour l'évolution du paramètre de la maille de nickel peut entrer en correspondance avec les mesures de rayon atomique pour la plupart des substitutionnels considérés ici, il apparaît que pour certains éléments il n'y a pas adéquation entre leur différence de rayon avec le nickel et la distorsion générée par leur introduction dans le réseau de nickel [Jena 1984].

L'effet des différents éléments d'alliage en substitution dans les superalliages modifie considérablement les propriétés mécaniques de la matrice austénitique de Ni. La Figure I-12 représente, pour différents éléments d'alliage, le gain en termes de limite d'élasticité à température ambiante selon la teneur en soluté dans le Ni, sachant que cette limite d'élasticité vaut environ 150 MPa en l'absence d'éléments d'alliage. Néanmoins, en fonction de la température à laquelle est caractérisé l'alliage, la position relative des courbes présentées sur le graphique de la Figure I-12 est amenée à changer. Ainsi, à haute température, ce sont les éléments réfractaires qui vont contribuer majoritairement au durcissement par solution solide.

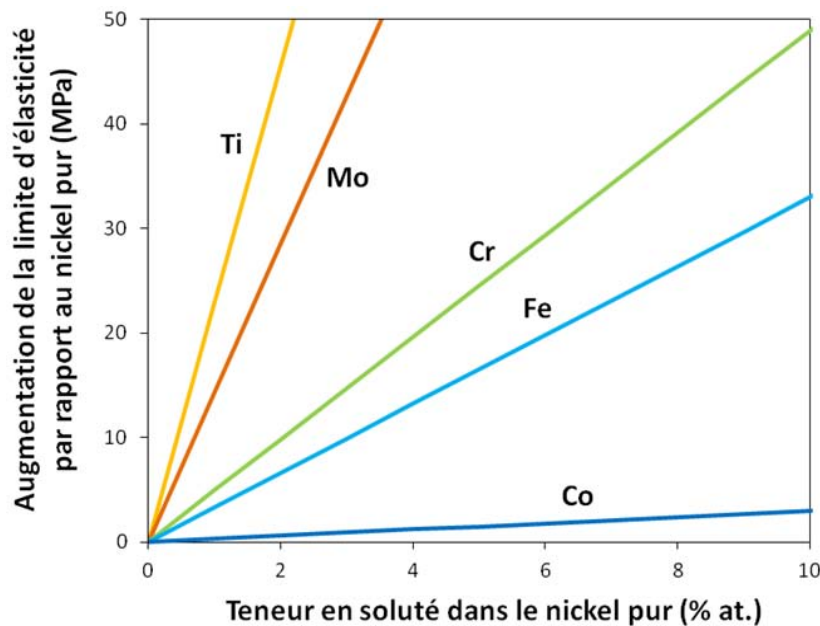


Figure I-12 Représentation du gain en limite d'élasticité à température ambiante en fonction de la teneur en différents éléments d'alliage dans le Ni (Ni pur :  $Rp_{0,2} \approx 150MPa$ ), d'après les données de [Jena 1984]

Ces éléments substitutionnels ont un effet important sur les propriétés mécaniques, que ce soit par effet stérique, effet de module ou effet électronique : ils distordent le réseau de la matrice de nickel et modifient de manière importante la contrainte d'écoulement de l'alliage. Ils agissent également sur l'énergie de faute d'empilement rendant le glissement dévié de plus en plus difficile en facilitant la dissociation des dislocations parfaites. De plus, les éléments réfractaires qui entrent bien souvent dans la composition chimique des superalliages ont un impact important sur les propriétés mécaniques dans les gammes de température plus élevées. Cet effet résulte de l'interaction des éléments en solution avec les dislocations via l'augmentation de la contrainte de trainage et plus globalement, du fait de leur mobilité réduite comparativement aux autres éléments d'alliage.

### I.1.5. Hétérogénéités

Certaines hétérogénéités sont directement héritées de la solidification, parmi lesquelles on peut citer en particulier les « freckles » et les « white spots ».

Les Freckles sont des défauts que l'on trouve en général à mi-rayon des billettes forgées. Il s'agit de longues trainées de grains équiaxes. Dans le cas de l'alliage 718, ils constituent des zones très

enrichies en Nb et sont fortement indésirables car quasiment impossibles à faire disparaître par traitement thermomécanique. Leur origine réside dans la variation de densité du liquide du fait de la ségrégation dans les espaces interdendritiques lors de la solidification du lingot [Fleming 1967].

Les White Spots sont des zones appauvries en éléments solutés, en particulier Nb, Ti et Al pour l'alliage 718. Ils trouvent leur origine dans l'application du procédé VAR. Leur teneur en Nb peut être réduite de moitié par rapport à la teneur souhaitée pour l'alliage. Aussi, lors des traitements thermiques ces zones ne vont pas développer des précipités durcissants dans les mêmes proportions que le reste de l'alliage et ne vont pas présenter des propriétés semblables.

### **I.1.5.1. Teneur en Nb**

Des phénomènes de ségrégation d'éléments d'alliage interviennent lors de la solidification du lingot. Ce sont les éléments dont le coefficient de partage est inférieur à 1 qui ont tendance à ségréger dans les espaces interdendritiques. Ainsi, dans l'alliage 718, les éléments de coefficients de partage proche de 1, tels que Ni (1,00), Fe (1,04) et Cr (1,03), ont très peu tendance à ségréger. A l'inverse pour des éléments tels le Mo (0,82), le Nb (0,48) ou le Si (0,67), les phénomènes de ségrégation sont importants [DuPont 1996].

La ségrégation dans les espaces interdendritiques des éléments d'alliage ayant un coefficient de partage très inférieur à l'unité engendre une hétérogénéité de la composition au sein du lingot inhérente aux processus de solidification. C'est en particulier le cas du niobium dont le coefficient de partage est de 0,48. Il a par exemple été montré par analyses chimiques, que, au terme de la solidification, la concentration en Nb dans les dendrites peut être de l'ordre de 2% massique, alors qu'elle peut atteindre 12% dans les espaces interdendritiques [Radavich 1989].

Ainsi même à l'échelle des grains dans le lingot initial, il existe des différences de compositions locales prononcées en certains éléments. Les températures de solvus des différentes phases sont évidemment affectées par ces différences de compositions locales. A cette hétérogénéité héritée de la phase de solidification viennent s'ajouter des phénomènes de ségrégation intervenant au cours des phases de mise en forme.

#### **I.1.5.1.1. Effet des traitements d'homogénéisation :**

Des traitements d'homogénéisation sont appliqués au lingot afin de remettre en solution les phases de Laves formées lors de la solidification et d'assurer une meilleure redistribution du Nb entre les dendrites et les espaces interdendritiques. L'objectif de ce type de traitement est avant tout de permettre la forgeabilité ultérieure du lingot. S'il est possible via un traitement thermique adapté de remettre en solution les phases de Laves ( $T \approx 1170^\circ\text{C}$ ), il n'est pas possible d'assurer l'homogénéité de la répartition du Nb. En effet, les traitements thermiques à très haute température appliqués au lingot permettent de réduire le gradient de composition entre les cœurs de dendrite et les espace interdendritiques mais par principe, ils ne peuvent pas l'effacer totalement.

### I.1.5.1.2. Effet des traitements de remise en solution

L'exemple de la phase  $\delta$  peut-être parlant : le fait d'avoir des hétérogénéités de composition dans l'alliage, en particulier en Nb entraîne un grand nombre de conséquences. En particulier, la précipitation, inhomogène de certaines phases, telles que la phase  $\delta$  (Figure I-13). La présence de phase  $\delta$  est jugée indésirable dans le cadre de certaines applications (nucléaire par exemple). Ainsi, des traitements de remise en solution de cette phase peuvent s'avérer nécessaires : un maintien à une température supérieure à celle du solvus de la phase delta pendant un temps suffisamment long doit permettre la totale remise en solution de cette phase.

Il est illusoire de penser que le niobium remis en solution va se répartir de façon homogène dans le volume des grains : la zone où se situait l'ex-phase delta restera par la suite une zone fortement concentrée en Nb. De plus, dans la mesure où elle n'est pas répartie de façon homogène au niveau des joints de grains et dans la mesure où le solvus de la phase  $\delta$  est fonction de la composition locale de l'alliage, ce traitement de remise en solution va localement entraîner un grossissement de grains, si bien qu'une microstructure initialement homogène en termes de taille de grains peut devenir hétérogène suite à ce type de traitement.

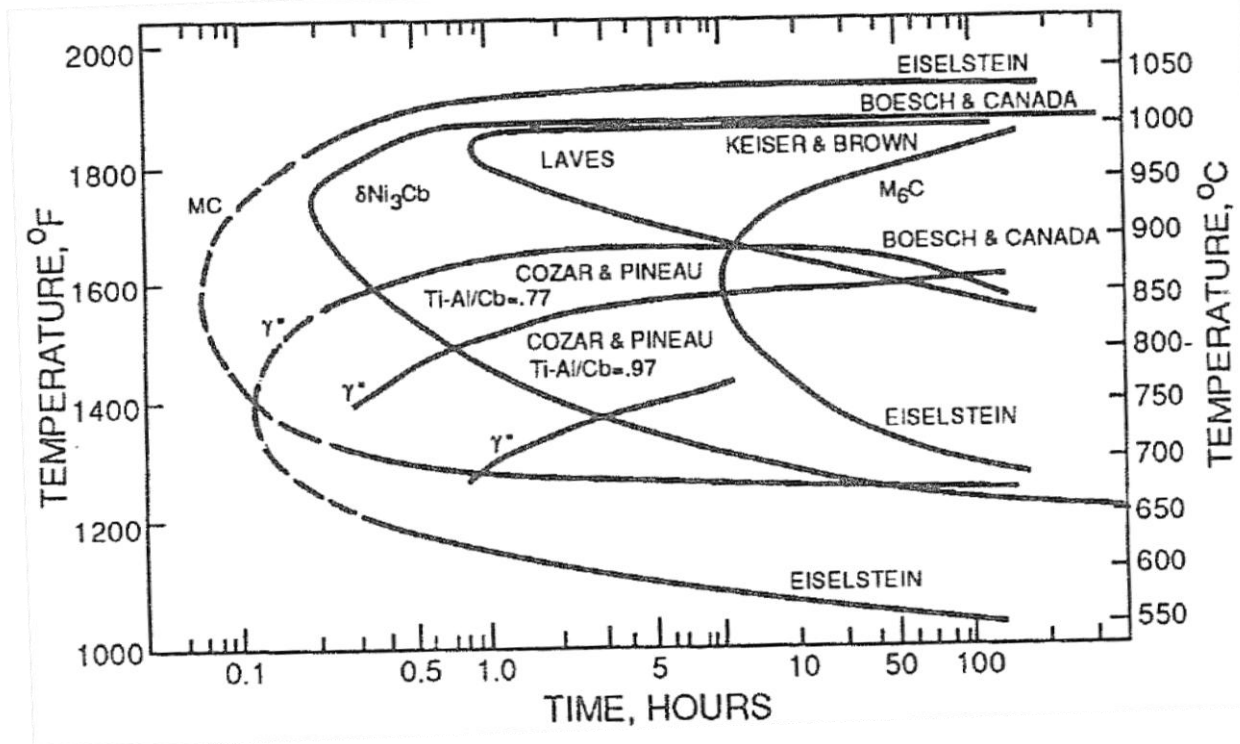


Figure I-13- Diagramme TTT de l'alliage 718 et effet de composition, d'après [Sims 1987]

La phase delta est néanmoins souhaitable pour certains procédés (en forgeage, pour éviter la croissance excessive de la taille de grains), et pour certaines applications en conditions de fluage (pièces tournantes de turbine d'avions par exemple). Sa répartition au niveau des grains et des joints de grains est bien évidemment hétérogène. De plus, il est bien connu que la précipitation de la phase delta s'accompagne de l'existence autour de cette dernière d'une zone appauvrie en Nb et

donc en précipités  $\gamma''$ . Ces zones appauvries, voire dépourvues, en précipités durcissants  $\gamma''$  forment avec la phase delta qu'elles entourent un matériau à caractère localement composite aux propriétés différentes des zones de précipitation homogènes de phase  $\gamma''$ . Ce type de microstructure peut se révéler intéressant pour certaines applications.

### I.1.5.2. Hétérogénéité de tailles de grains

Les tailles de grains sont héritées de l'histoire thermomécanique de l'alliage. Les phénomènes de recristallisation, dynamique ou statique, confèrent à l'alliage des tailles de grains selon leurs taux d'érouissage et la vitesse de déformation à laquelle ils ont été soumis, ainsi que la température à laquelle ils ont été portés et la durée de maintien en température. Les procédés de mise en forme à chaud ou à froid visent à obtenir une microstructure adaptée à l'application à laquelle est destiné le produit fini. Néanmoins, la microstructure présente nécessairement des inhomogénéités. Sur les pièces massives et complexes, les taux de déformation et les températures ne peuvent pas être homogènes, si bien que les microstructures des produits finaux, bien que de mieux en mieux maîtrisées, ne peuvent être parfaitement contrôlées. Il existe ainsi des hétérogénéités de tailles de grains et des gradients de microstructures.

### I.1.5.3. Phénomènes de ségrégation

#### I.1.5.3.1. Ségrégation de mise en forme

Lors de la mise en forme à chaud de l'alliage, d'importants phénomènes de ségrégation interviennent résultant du mouvement des dislocations lors du corroyage et des interfaces lors de la recristallisation qui favorisent un enrichissement des joints de grains du produit fini en différents types de solutés. L'application de traitement d'homogénéisation n'est pas suffisante pour contrecarrer ces effets de ségrégation car les sites occupés sont énergétiquement très favorables et stables.

#### I.1.5.3.2. Ségrégation par diffusion en service

Les surfaces libres, les joints de grains et les dislocations dans l'alliage constituent des sites préférentiels vers lesquels vont migrer les solutés sous l'effet d'une force motrice d'origine élastique (le plus souvent stérique). Pang et al. [Pang 1994] mettent en évidence un très fort enrichissement en Nb des surfaces libres de monocristaux d'alliage 718 portés à haute température (698°C) pendant une heure sous ultra-vide. De même, après un maintien en température dans les mêmes conditions d'un polycristal d'alliage 718 vieilli, ils observent par spectrométrie photo-électronique (XPS) sur des surfaces fraîchement rompues de façon intergranulaire, un enrichissement fort en certains éléments sur les surfaces des grains. La teneur en Nb est multipliée par quatre par rapport à la teneur de la matrice, et celle de Mo est triplée. Ces auteurs proposent que cet enrichissement trouve son origine dans la précipitation préférentielle aux joints de grains de la phase  $Ni_3Nb$ . Gao et Wei [Gao 1995] se sont intéressés à cette précipitation préférentielle de la phase  $\gamma''$  au niveau des joints de grains : par des observations en MET, il ont pu mettre en évidence l'existence d'une précipitation dont les précipités  $\gamma''$  ne présentent pas de relation de plan d'habitat avec aucun des grains adjacents. Ils en



concluent que l'enrichissement en Nb ne s'est pas fait depuis les grains adjacents mais par ségrégation lors des étapes d'élaboration et de mise en forme, puis diffusion le long du joint de grains qui a constitué un site de germination de ces phases  $\gamma'$ . Gao et Wei [Gao 1997] ont également mis en évidence en MET la précipitation discontinue à une échelle très fine de carbures de type NbC le long des joints de grains.

Dong et al. [Dong 1997, Dong 2002] se sont intéressés pour l'alliage 718 à la ségrégation au niveau des joints de grains lors d'une étude par analyse en spectroscopie Auger de surfaces intergranulaires fraîchement rompues sous ultra-vide. Ils confirment la ségrégation de Nb et de Mo, et mettent en évidence la ségrégation du P et, dans une moindre mesure, du S. De plus leurs travaux semblent indiquer une corrélation entre les teneurs en Mo et P, qui suggère une interaction attractive entre ces deux éléments. Une étude plus récente de Ping et al. [Ping 2007] en sonde atomique tomographique 3D et MET sur un disque de turbine en alliage 718 après service montre la ségrégation de différents éléments d'alliage : ainsi, ces auteurs ont pu quantifier des enrichissements au niveau d'un joint de grains des valeurs de P et de B allant jusqu'à 2% atomique, de C jusqu'à 0.2% et de Mo de l'ordre de 8%. La présence de phosphore aux joints de grains est en général souhaitée en faible proportion car elle augmente la résistance à la diffusion intergranulaire de l'oxygène [Sun 1998] et tendrait à inhiber la précipitation de la phase  $\delta$ . Ces auteurs confirment l'idée d'une interaction élémentaire entre P et Mo qui interviendrait sous l'effet des sollicitations thermomécaniques en service.

### I.1.6. Conclusion

La métallurgie des superalliages à base de nickel est par nature complexe. Les procédés d'élaboration et de mise en forme ont été affinés de manière à obtenir une microstructure bien contrôlée en termes de tailles de grains et homogène quant à la répartition des éléments d'alliage, ainsi qu'à s'affranchir de la présence de phases indésirables, nocives à la tenue de l'alliage. Néanmoins, et quelles que soient les précautions prises, des hétérogénéités subsistent et prennent différentes formes que ce soit à l'échelle du lingot initial, à l'échelle des produits semi-finis, à l'échelle des produits finis, et au niveau des pièces en service.

## I.2. Vieillessement dynamique et effet Portevin-le Chatelier

Ce chapitre aborde les notions de vieillissement dynamique en lien avec l'apparition d'instabilités de l'écoulement plastique. Une revue du phénomène d'instabilités plastiques, effet Portevin-Le Chatelier (PLC), dans les alliages à base de nickel, et plus particulièrement dans l'alliage 718 est enfin proposée

### I.2.1. Notion de vieillissement d'un alliage métallique

#### I.2.1.1. Solide cristallin

Lorsqu'un solide cristallin est soumis à une contrainte, il se déforme de façon réversible jusqu'à ce que la contrainte atteigne une valeur critique appelée limite d'élasticité et au-delà de laquelle la déformation devient plastique et irréversible. Dans le cadre d'une sollicitation uniaxiale d'un

matériau métallique, la déformation plastique est en général considérée comme homogène à l'échelle macroscopique : elle ne l'est pourtant pas à l'échelle microscopique, et des phénomènes de localisation de la déformation peuvent apparaître au sein du matériau. D'une part chaque grain de la structure polycristalline de l'alliage est en effet sollicité de façon différente selon son orientation cristalline en regard de la direction des efforts qui sont appliqués à l'échantillon. D'autre part, la déformation plastique peut être localisée à l'échelle même du grain par la formation de bandes de glissement.

L'origine de la déformation plastique de l'alliage réside dans la génération et le déplacement de dislocations. Différents phénomènes physiques peuvent accroître la contrainte d'écoulement d'un matériau métallique, qui résultent de la baisse de mobilité des dislocations lors de la déformation plastique du fait de la présence d'obstacles à leur glissement. Ainsi, divers éléments microstructuraux peuvent intervenir pour freiner le déplacement des dislocations au sein d'un alliage métallique lors d'une déformation plastique tels que :

- des atomes en insertion ou substitution dans le réseau cristallin (durcissement par solution solide),
- des dislocations (durcissement par écrouissage),
- des précipités (durcissement structural),
- les interfaces et joints de grains.

Dans certaines gammes de température et de vitesse de déformation, d'autres paramètres modifiant ces mêmes propriétés mécaniques macroscopiques interviennent, et qui résultent de l'interaction dynamique entre les dislocations en mouvement et les atomes en solution solide diffusant, qu'ils soient interstitiels ou substitutionnels.

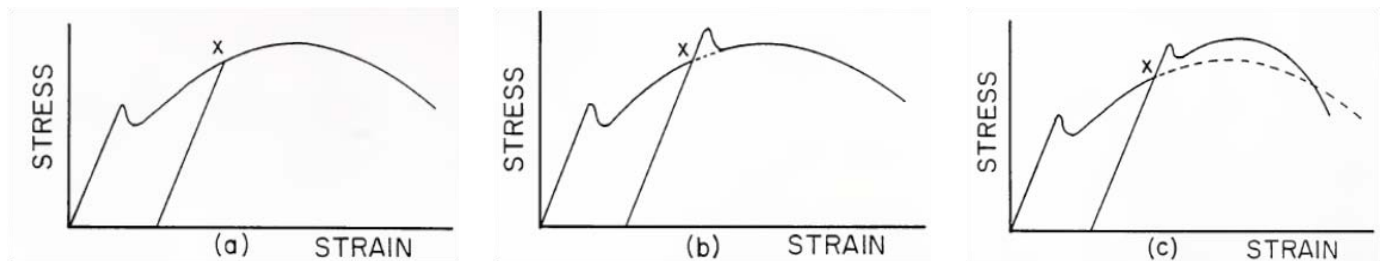
La capacité des atomes en solution dans un alliage à migrer vers les dislocations pour abaisser l'énergie du système a été évoquée dès 1935 par Gorsky [Gorsky 1935]. C'est sur cette approche qu'est basée la théorie du vieillissement des alliages métalliques qui a été plus particulièrement développée à la fin des années quarante par Nabarro [Nabarro 1948] et proposait une explication à différents types d'observations expérimentales de cette époque (vieillissement sous contrainte, plasticité retardée, fragilité au bleu), basée sur l'existence d'un phénomène d'interaction entre les dislocations produites lors de la déformation plastique d'un matériau et les espèces diffusant au sein de l'alliage.

### **I.2.1.2. Vieillissement d'un alliage métallique**

Le vieillissement d'un alliage est un phénomène qui se traduit par une évolution des propriétés de l'alliage, notamment un durcissement, une chute de ductilité et une diminution de la ténacité. Parmi les différents types de vieillissement affectant les matériaux métalliques, dans le cadre de la présente étude, il faut distinguer entre deux formes de vieillissement : le vieillissement statique, qui intervient après la déformation plastique, et le vieillissement dynamique, qui intervient pendant la déformation plastique.

### I.2.1.2.1. Vieillessement statique

Le vieillissement statique peut être illustré de la façon suivante : lorsqu'un matériau métallique est déformé plastiquement avec un couple  $(T, \varepsilon)$  jusqu'à une déformation plastique  $\varepsilon_p$  puis qu'on le décharge en dessous de sa limite d'élasticité pour un maintien isotherme à  $T$  pendant une durée  $t_v$ , temps de vieillissement, alors on observe lors de la remise en charge de ce matériau à la vitesse de déformation initiale une augmentation de la limite d'élasticité (Figure I-14). Lorsque les solutés se trouvent dans le champ de déformation des dislocations, ils peuvent alors contribuer à leur ancrage par déformation du réseau cristallin, contribuant par là même à un ancrage fort de ces dernières, et modifiant par là même les propriétés mécaniques macroscopiques de l'alliage. Les implications industrielles d'un tel phénomène sont nombreuses, puisqu'il peut affecter les opérations de mise en forme même à relativement basse température dans certains alliages en modifiant la ductilité du matériau.



**Figure I-14 : Représentation schématique de différentes phases du vieillissement statique : Temps de vieillissement nul (a), temps de vieillissement court (b), et temps de vieillissement long (c), d'après [Beckerman 1980]**

### I.2.1.2.2. Vieillessement dynamique

Le vieillissement dynamique (DSA = Dynamic Strain Ageing) est un phénomène thermiquement activé qui intervient au cours de la déformation plastique du matériau, et trouve également son origine dans les interactions dislocations/soluté. Il peut être causé par l'interaction entre atomes interstitiels ou substitutionnels et les dislocations lorsque les solutés acquièrent une mobilité suffisante pour interagir de façon dynamique avec les dislocations en mouvement. Ainsi, c'est un phénomène qui intervient dans certaines gammes de températures et de vitesses de déformation. Le vieillissement dynamique est à l'origine d'une modification des propriétés mécaniques macroscopiques de l'alliage selon les conditions thermo-mécaniques de sollicitation auxquelles il est soumis. Une des manifestations les plus connues du phénomène de vieillissement dynamique est l'effet PLC. La compréhension de l'effet PLC nécessite dès lors celle des phénomènes microscopiques à l'origine du DSA.

La première approche en date a été celle de Cottrell [Cottrell 1949a, Cottrell 1947] : elle repose sur l'interaction entre dislocations et solutés au cours de la déformation plastique d'un alliage suite à un phénomène de traînage des atomes en solution solide par les dislocations mobiles qui peut intervenir lorsque les solutés diffusant sont suffisamment mobiles pour être entraînés par les dislocations en mouvement. Les dislocations se déplaçant de manière visqueuse se chargent progressivement en atmosphère de soluté, ce qui tend à les freiner, augmentant de ce fait la contrainte à appliquer pour maintenir leur vitesse de déplacement. On parle souvent de « nuage

de Cottrell » pour désigner cette atmosphère. Cette approche classique repose sur la diffusion à longue distance d'atomes en solution dans l'alliage vers le champ de déformation des dislocations coin. La ligne de dislocation génère en effet un champ de déformation élastique autour d'elles se développant en différentes zones qui sont de compression, de traction, ou de cisaillement tel que représenté sur la Figure I-15. Les solutés provoquent aussi localement une distorsion élastique du réseau hôte. Ainsi, apparaît une énergie d'interaction entre les dislocations et les solutés qui provient de l'interaction entre les champs de déformations élastiques générés par ces deux entités au sein du réseau hôte. La force motrice qui en découle va tendre à faire diffuser préférentiellement les éléments d'alliage depuis le réseau hôte vers la zone en traction du réseau distordu proche le long du cœur des dislocations de manière à abaisser l'énergie élastique du système constitué des entités considérées. Lorsque les solutés se trouvent dans le champ de déformation élastique des dislocations (Figure I-15), ils ont tendance à y rester, et ce même si la dislocation doit se déplacer. Il existe une distance critique entre le cœur de la dislocation et les éléments d'alliage en deçà de laquelle les impuretés sont fortement liées à la dislocation et vont se déplacer avec elle si cette dernière devient mobile : on parle de rayon de capture. Il s'agit de la limite en-deçà de laquelle l'agitation thermique n'est pas suffisante pour que le soluté puisse s'extraire de l'emprise de la dislocation. On considère en général que la limite du rayon de capture d'une dislocation dépend essentiellement de la nature du soluté (ie de son énergie d'interaction avec la dislocation).

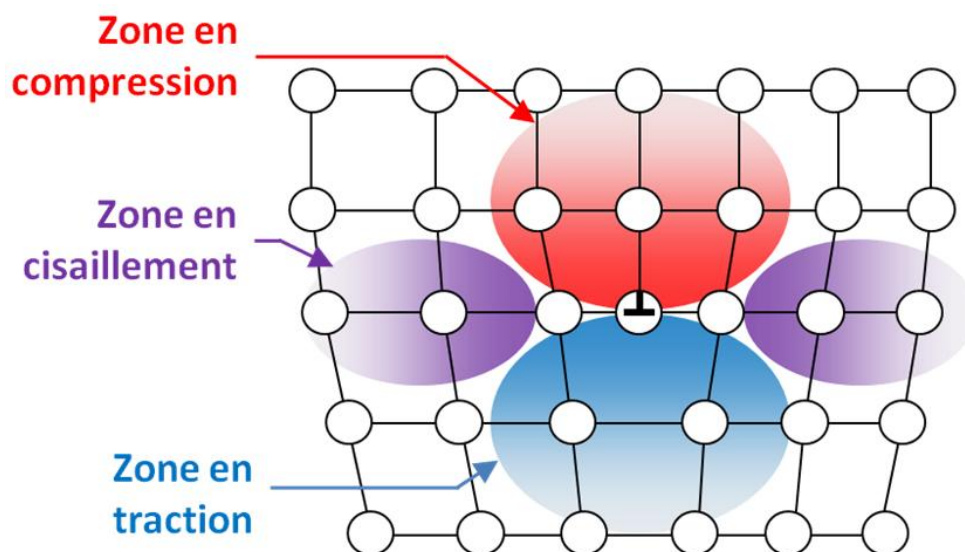
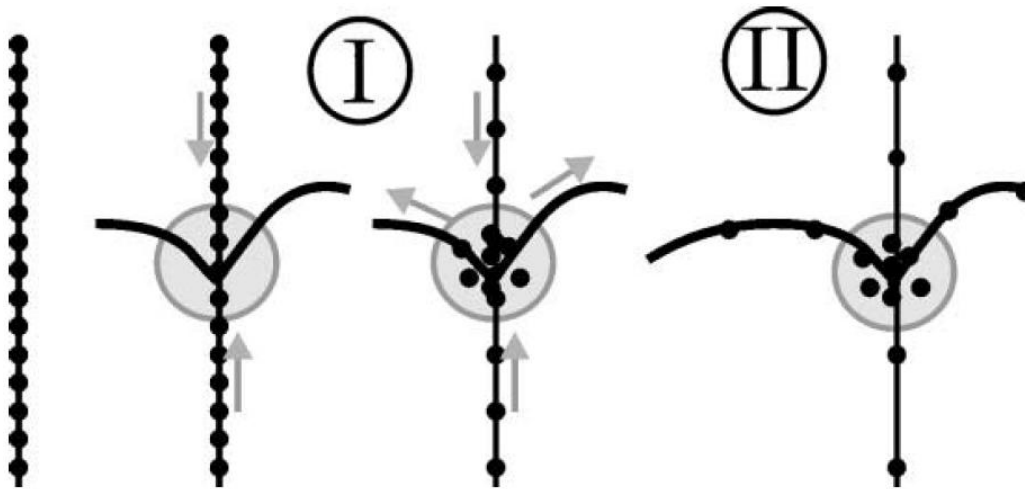


Figure I-15 Représentation schématique des zones de déformation élastiques autour d'une ligne de dislocation coin

Expérimentalement, on constate que le mouvement des dislocations prend un caractère discontinu, et ce même en l'absence de DSA. Sleeswyk [Sleeswyk 1958] est le premier à avoir introduit cette notion de mouvement discontinu des dislocations : les dislocations mobiles alternent ainsi entre des phases de mouvement rapide, que sont les sauts entre obstacles, et des phases d'arrêt sur des obstacles dans leur plan de glissement dans l'attente d'activation thermique suffisante pour le franchissement de ces derniers. Cette approche sera reprise et développée dans différents modèles de vieillissement dynamique proposés par nombre d'auteurs [Cuddy 1972, McCormick 1972, Mulford 1979, Van den Beukel 1975]. Ainsi, le DSA intervient lors de cette

phase d'arrêt des dislocations mobiles sur les obstacles que peuvent constituer des dislocations immobiles, dites « dislocations de forêt ». La diffusion des espèces responsables du DSA n'a alors pas besoin de se faire à grande distance tel qu'envisagée par Cottrell. En effet, les dislocations de forêt dont les lignes sont chargées de solutés vont permettre à ces derniers de diffuser de manière extrêmement rapide au niveau de leurs intersections vers les dislocations mobiles tentant de les franchir, rendant par là même le franchissement plus difficile. La cinétique de diffusion est nettement accrue dans ces zones où le réseau est considérablement distordu et où l'essentiel de la diffusion se fait le long du cœur des dislocations (pipe diffusion) (4 à 7 ordres de grandeur). Klose et al [Klose 2003] proposent un schéma (Figure I-16) représentant les deux types de processus intervenant au niveau de ces intersections entre dislocations mobiles et arbres de la forêt.



**Figure I-16 Schéma des processus de diffusion lors du vieillissement dynamique, illustrant l'intersection strengthening (I) et le line strengthening (II) aux intersections entre dislocations de forêt et dislocation mobile en attente de franchissement (Klose et al [Klose 2003])**

Ainsi peut-on distinguer deux formes de DSA au niveau de ces intersections :

- Le mécanisme dit « intersection strengthening » qui interviendrait pour des températures modérées. C'est l'hypothèse particulièrement développée dans les travaux de Mulford et Kocks [Mulford 1979] qui considèrent que l'effet principal du DSA est d'accroître la force des intersections de forêt.
- Le mécanisme dit de « line strengthening » intervenant quant à lui pour des températures plus élevées, soutenu en particulier par Van den Beukel [Van den Beukel 1975]. Les solutés diffusent alors depuis les intersections vers le cœur des dislocations arrêtées par les obstacles, permettant ainsi leur transport, mais modifiant par là même leur mobilité future.

Ces deux approches se révèlent en fait complémentaires et font l'objet d'un papier commun écrit par leur défenseurs respectifs [Van den Beukel 1982].

Une autre approche ne faisant pas appel à une diffusion à longue distance tel que proposé initialement par Cottrell consiste en un ré-arrangement (reordering) des atomes interstitiels autour des dislocations qui s'apparente à l'« effet Snoek » [Snoek 1941]. Snoek propose en effet dès

1941 que la réorientation d'une paire d'atomes de carbone est à l'origine du frottement interne dans du fer  $\alpha$ . Il s'agit d'une déformation asymétrique du réseau hôte par la diffusion à courte distance de certains interstitiels sous l'effet d'une contrainte appliquée. L'application d'une contrainte aura tendance à abaisser l'énergie de certains sites tétraonaux parmi trois types équiprobablement peuplés par les interstitiels ce qui entraîne une migration préférentielle des interstitiels vers ces sites de plus basse énergie. Cette hypothèse a été reprise et développée par Schoeck et Seeger [Schoeck 1959] dans les années 1960 afin d'expliquer les phénomènes de vieillissement statique et dynamique. Ainsi, y aurait-il formation de tels dipôles dans le champ de déformation hydrostatique des dislocations par mise en ordre à courte distance (Figure I-17), et cette redistribution des interstitiels, qui a tendance à diminuer l'énergie globale du système, tout en distordant de façon asymétrique le réseau, va avoir tendance à accroître la contrainte à appliquer pour que se déplacent les dislocations. Cette interaction par réorientation qui repose sur le déplacement d'un atome interstitiel depuis un site tétraonal vers un site adjacent est, de fait, extrêmement rapide puisqu'il s'agit de diffusion à courte distance.

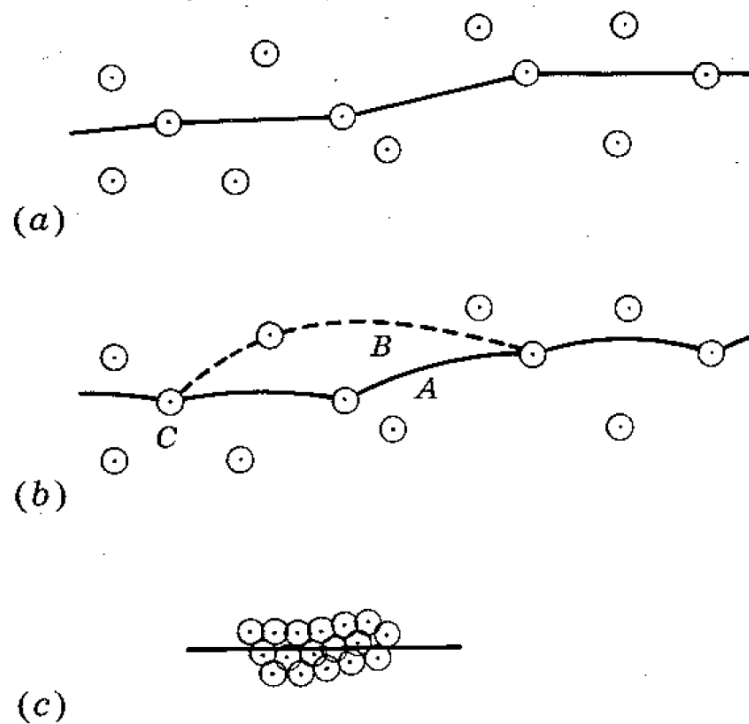


Figure I-17 Interaction entre une dislocation et des atomes solutés, les atomes sont représentés par un point et leur champ de déformation par un cercle, en solution diluée (a), solution diluée sous contrainte (b) et solution concentrée (c), d'après Hirth et Lothe [Hirth 1982]

Un mécanisme semblable est parfois proposé pour expliquer les phénomènes de vieillissement sous contrainte dans les alliages substitutionnels, par association de paires substitutionnel-interstitiel dans la zone de cœur des dislocations. Klueh [Klueh 1978a, 1978b] envisage ainsi un phénomène de vieillissement d'aciers contenant du Mo associé à un durcissement par interaction en solution solide (ISSH = Interaction Solid Solution Hardening) résultant de la formation de complexes ou de petits clusters de formule  $\text{Mo}_2\text{C}$  finement répartis le long des lignes de dislocations. Le concept d'ISSH a été introduit par Baird et Jamieson [Baird 1972] qui ont montré

que ces complexes peuvent former des atmosphères pour les dislocations, limitant leur mouvement et durcissant l'acier.

Ainsi, les mécanismes susceptibles de donner naissance à un phénomène d'écoulement saccadé sont multiples. L'approche généralement retenue est la formation d'un cortège d'atomes dans la zone en traction le long du cœur de la dislocation et ce qu'elle intervienne durant le mouvement visqueux des dislocations ou pendant leur temps d'arrêt sur des obstacles. Quel que soit le mécanisme considéré, cette interaction a pour effet de modifier les propriétés mécaniques macroscopiques du matériau selon la vitesse à laquelle est pratiqué un essai de caractérisation. [Rodriguez 1984].

### I.2.1.3. Sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation

L'évolution de la sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation  $S$  (SRS = Strain Rate Sensitivity) apparaît comme un paramètre essentiel : c'est la mesure de ce paramètre de sensibilité qui permet de déceler l'existence du phénomène de vieillissement dynamique.

$$S = \frac{d\sigma}{d \ln \dot{\epsilon}}$$

Cette équation suppose que la vitesse de déformation peut être décrite sous la forme :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp(-Q/RT)$$

Plus on entre dans le domaine de vieillissement dynamique et plus le paramètre  $S$  voit sa valeur diminuer si bien que dans certaines conditions de sollicitations thermomécaniques, c'est-à-dire dans un domaine de températures et de vitesses de déformation, cette sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation peut devenir négative (Figure I-18), ce qui se traduit par l'apparition d'un phénomène d'instabilités dans l'écoulement plastique du matériau conduisant à un régime de déformation très localisée qu'est l'effet PLC. Il se manifeste macroscopiquement sur les courbes de traction sous forme de décrochements répétés de la contrainte d'écoulement dans le cas d'essais à vitesse de déformation imposée. L'écoulement plastique devient alors hétérogène et caractérisé par l'initiation et la propagation de bandes de déformation. Certains auteurs confondent volontairement les domaines DSA et PLC. Dans ce manuscrit, il sera toujours distingué entre domaine PLC (domaine d'instabilités de l'écoulement plastique) et domaine DSA (domaine d'écoulement plastique continu à haute température). Le domaine d'existence du phénomène de PLC est en fait un sous-domaine du DSA qui peut être schématisé tel qu'il apparaît sur la Figure I-18.

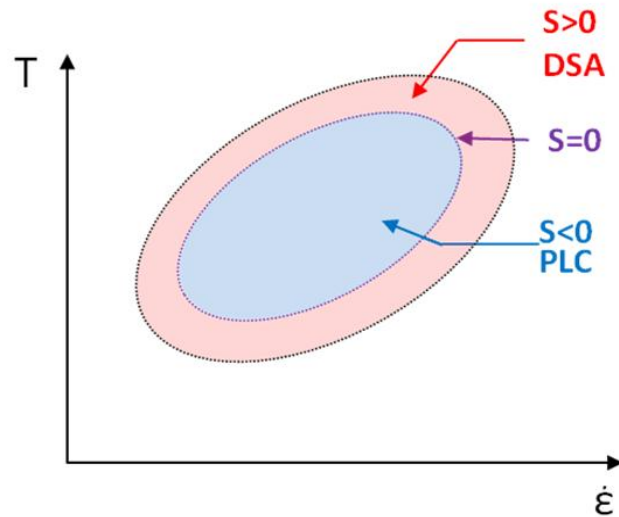


Figure I-18 Schéma des domaines de DSA et d'occurrence de l'effet PLC dans une représentation température – vitesse de déformation en lien avec le paramètre  $S$  de sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation.

#### I.2.1.4. Effet du DSA sur les propriétés mécaniques

L'interaction entre dislocations mobiles et solutés a pour effet de modifier les propriétés mécaniques du matériau selon le couple (vitesse, température) auquel est pratiqué un essai de caractérisation. Parmi les effets observés et attribués au vieillissement dynamique, on peut citer : un maximum de la contrainte d'écoulement du matériau, un minimum local de ductilité, et un minimum local de la sensibilité à la vitesse de déformation de la contrainte d'écoulement, tels que représentés sur la Figure I-19. Si  $S$  devient faiblement négatif, il peut alors y avoir occurrence d'un écoulement plastique saccadé de la matière.

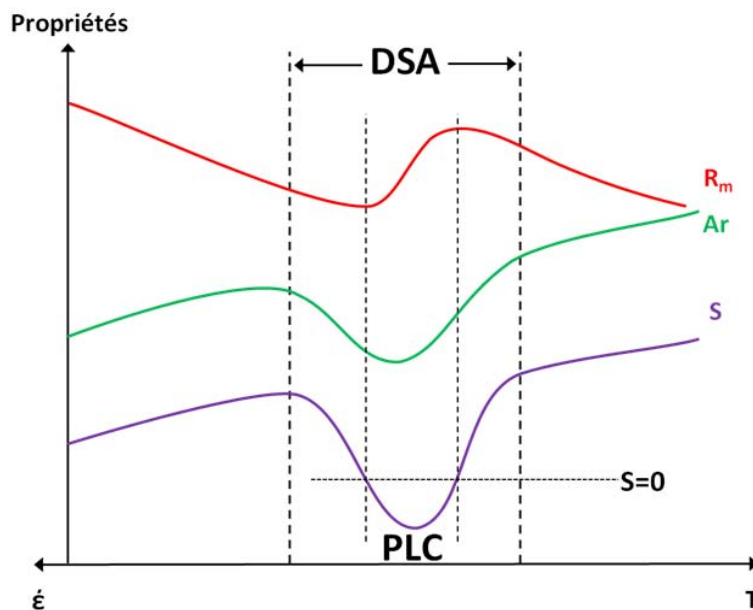


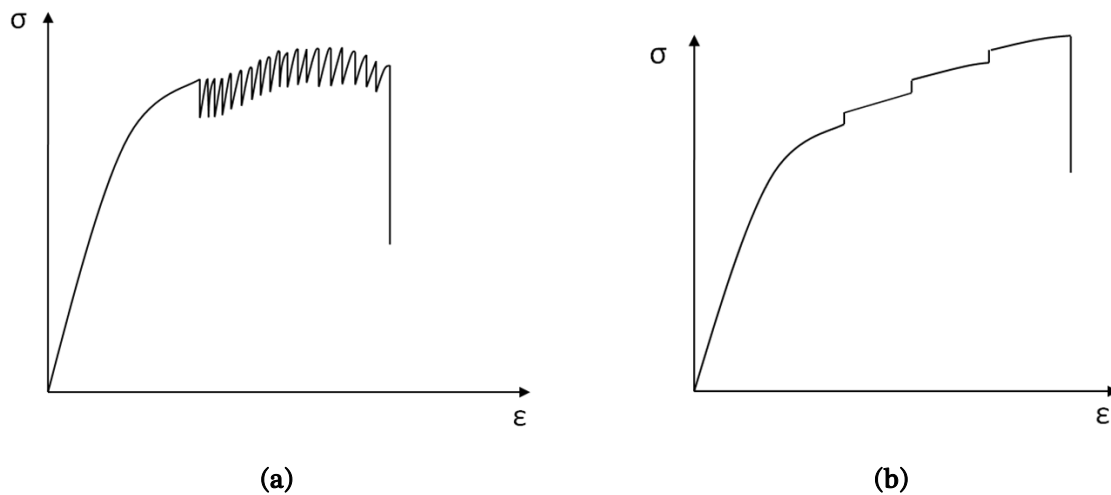
Figure I-19 Représentation de l'évolution en fonction de la température et de la vitesse de déformation des propriétés du matériau : contrainte maximale (rouge), allongement à rupture (vert) et sensibilité à la vitesse de la contrainte d'écoulement (violet)



### I.2.2. Effet Portevin-Le Chatelier

#### I.2.2.1. Manifestations macroscopiques

La première observation détaillée de l'effet Portevin-Le Chatelier a été réalisée par Le Chatelier en 1909 sur des aciers doux. Ce n'est qu'en 1924 que le phénomène prendra son appellation suite aux travaux de Portevin et Le Chatelier [Portevin 1924] concernant l'étude des propriétés mécaniques d'alliages d'aluminium en fonction de leur teneur en éléments d'alliage (cuivre, manganèse, magnésium). Sa manifestation caractéristique lors d'un essai de traction consiste en l'apparition de discontinuités (hachures ou plateaux) de la réponse mécanique dans le domaine plastique. Ainsi, lors d'un essai sur machine de traction à vitesse de traverse imposée (machine dure), l'effet PLC se manifeste par de brusques décharges de la contrainte, alors que pour une machine de traction à contrainte imposée (machine molle), cet effet se traduit par de soudains accroissements de la déformation tel que l'illustre la Figure I-20:



**Figure I-20 Apparence des instabilités de l'écoulement plastique lors d'essais de traction sur machine dure (a), et sur machine molle (b).**

Il existe différents types de PLC qui présentent des caractéristiques spécifiques en termes d'amplitude, de fréquence et de contrainte critique d'apparition des sauts de contrainte associés aux instabilités. Rodriguez [Rodriguez 1984] propose quant à lui une représentation des différents types de PLC, schématisant l'apparence des courbes contrainte-déformation lors du phénomène, la déformation critique de début d'occurrence du phénomène et l'amplitude des chutes de contrainte lors de l'écoulement saccadé, tel que porté sur la Figure I-21.



Certains auteurs [Pink 1982] (Pink et Grinberg, 1982) ont même subdivisé l'effet PLC de type C en deux sous-catégories CA et CB du fait de leur analogie respective avec les types A et B. Néanmoins, les types de phénomènes PLC les plus observés et étudiés sont les types A, B et C.

Chihab et al [Chihab 1987] ont pris des clichés sur la zone de déformation d'éprouvettes de 3 de ces 5 types de PLC dans le cadre d'une étude sur un alliage Al-Mg : on observe à l'échelle macroscopique des bandes de déformation localisées à la surface des éprouvettes et formant un angle de 50 – 55° avec l'axe de traction, tel que représenté sur la Figure I-22.

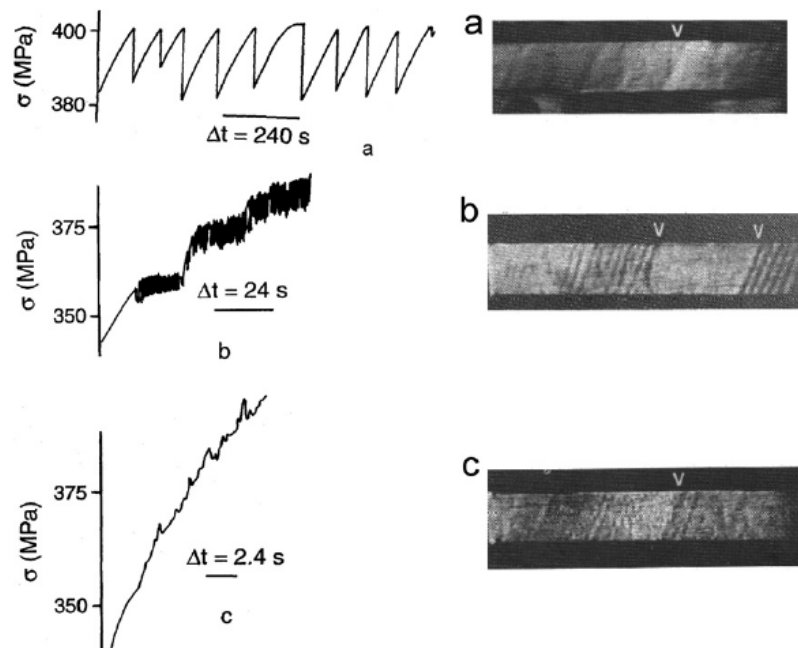


Figure I-22 Courbes de traction présentant différents types d'effet PLC sur un alliage Al-Mg et observations des bandes PLC associées. type C (a), type B (b) et type A (c), d'après Chihab et al [Chihab 1987]

Les différents types d'effet PLC peuvent se succéder sur un même alliage métallique par réduction de la vitesse de déformation ou par augmentation de la température d'essai suivant la transition A → B → C. De plus les domaines de leur occurrence peuvent se recouvrir et il peut y avoir concomitance de type A+B ou B+C.

### I.2.2.2. Considérations mésoscopiques

Si macroscopiquement on observe des chutes de la contrainte d'écoulement à appliquer et des bandes de déformation apparaissant sur la zone utile de l'éprouvette, qu'en est-il du point de vue du polycristal ? De quelle manière une bande est-elle capable de se déplacer de façon apparemment continue le long de la zone utile de l'éprouvette de traction alors que ; d'un point de vue mésoscopique, on ne se trouve pas dans un milieu continu ?

Ranc et Wagner [Ranc 2005] ont mis en évidence le déplacement des bandes de déformation localisée lors de l'occurrence d'instabilités plastiques de type PLC par pyrométrie infrarouge sur un alliage aluminium-cuivre à température ambiante (Figure I-23). Par traitement du signal obtenu, il est possible de remonter à l'échauffement généré par le passage de la bande PLC et de

suivre ainsi son déplacement le long de la zone utile de l'éprouvette de traction. La bande PLC se déplace d'un bout à l'autre de la zone utile traversant ainsi de façon apparemment continue un alliage polycristallin. Ainsi, lors du passage de la bande, chaque grain concerné va développer de manière extrêmement rapide un réseau de bandes de glissement afin d'accommoder cette déformation macroscopique sous forme de bande PLC qui est elle pilotée par la mécanique essentiellement.

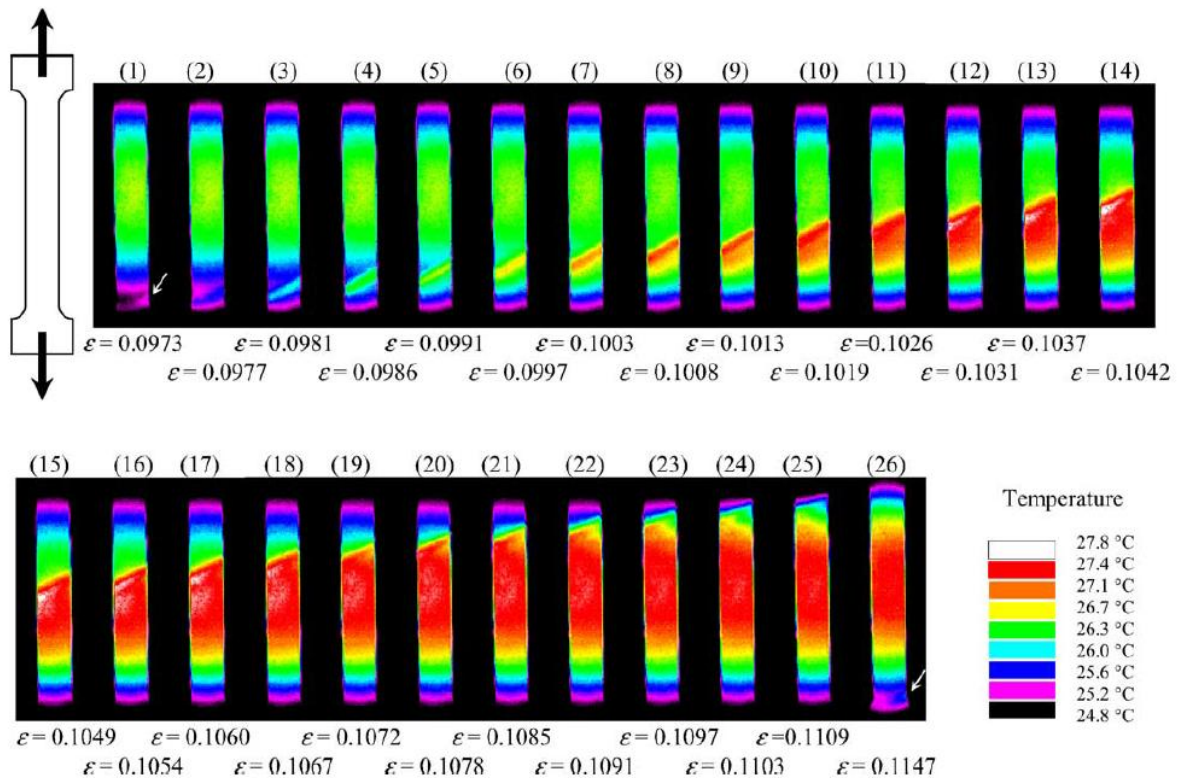


Figure I-23 Thermographes de la zone utile d'éprouvettes de traction en cours d'essai, d'après [Ranc 2005]

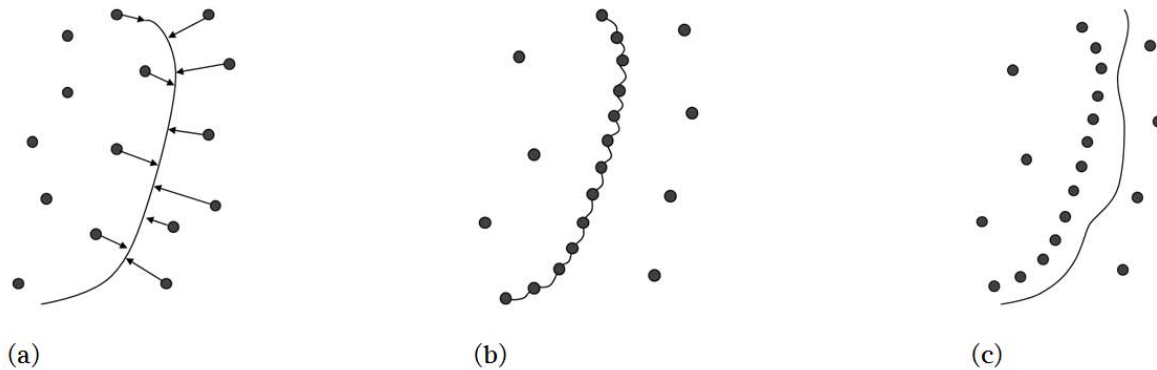
### I.2.2.3. Approche microscopique

Au cours des dernières décennies, différents modèles ont été proposés dans objectif de rendre compte des observations expérimentales relatives à l'occurrence de l'effet PLC dans de nombreux alliages et d'associer aux instabilités d'écoulement des mécanismes à l'échelle microscopique.

#### I.2.2.3.1. Modèle de glissement visqueux

Le premier modèle en date proposant une interprétation microscopique du vieillissement dynamique et son implication directe dans l'occurrence de l'effet PLC est celui proposé Cottrell 1953 [Cottrell 1953]. Il est basé sur l'interaction dynamique entre dislocations mobiles se déplaçant de façon visqueuse, continue, et se chargeant progressivement en solutés diffusant au cours de la déformation plastique. Cottrell envisageait une alternance entre mobilité des dislocations et ancrage par les solutés diffusant vers les dislocations mobiles jusqu'à les épingler avant qu'elles ne s'en libèrent à nouveau. (alternance ancrage / désancrage des dislocations mobiles) tel qu'illustré sur la Figure I-24. Modèle initialement proposé pour les solutions solides d'insertion, il a su s'adapter à la description du comportement de certaines solutions solides de

substitution par une approche lacunaire de l'augmentation des coefficients de diffusion des substitutionnels sous l'effet de la sursaturation en lacunes d'écroissage. Néanmoins, cette approche requiert des sursaturations en lacunes d'écroissage considérables pour rendre compatible la cinétique de diffusion de certains substitutionnels avec l'apparition d'une interaction dynamique avec les dislocations mobiles.



**Figure I-24** Schéma du mécanisme à l'origine de l'effet PLC selon Cottrell [Cottrell 1953], diffusion des atomes solutés vers la dislocation en mouvement (a), ancrage de la dislocation (b) et libération soudaine de la dislocation de son atmosphère de solutés (c) sous l'effet d'une contrainte appliquée croissante

### I.2.2.3.2. Modèles avec temps d'arrêt

Par la suite différents modèles expliquant l'origine d'un écoulement plastique saccadé ont été proposés. Penning en 1972 [Penning 1972] propose un traitement mathématique qui arrive à la conclusion que l'effet PLC trouve nécessairement son origine dans l'existence d'une sensibilité négative de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation. McCormick [McCormick 1972] développe le concept proposé initialement par Sleeswyk [Sleeswyk 1958] d'un mouvement discontinu des dislocations mobiles entre obstacles de la forêt en l'appliquant à l'effet PLC. L'ancrage des dislocations par les solutés ne serait alors pas le résultat d'un phénomène de diffusion dans le volume vers les dislocations en mouvement, mais bien un processus de diffusion depuis le cœur des dislocations de forêt vers les dislocations mobiles lorsqu'arrêtées sur ces obstacles tel qu'illustré par la Figure I-16. Van den Beukel [Van den Beukel 1975] rendra cohérentes ces deux approches en proposant un modèle lacunaire dans lequel le temps d'arrêt des dislocations mobiles sur les obstacles modifie les concentrations de solutés vues par ces dernières. Dans cette approche, la sensibilité à la vitesse se décompose en deux termes l'un ne faisant pas intervenir les phénomènes de DSA et l'autre représentant la contribution de ce dernier : ça n'est alors que lorsque la contribution du DSA est prépondérante que  $S$  devient négative et que l'on peut observer l'effet PLC. Mulford et Kocks [Mulford 1979] quant à eux développeront un modèle d'écroissage, dans lequel la diffusion des atomes n'est pas accélérée par la sursaturation en lacunes produites par la déformation, mais c'est grâce à la présence de courts-circuits de diffusion à la jonction entre dislocations mobiles et arbres de la forêt. Selon ces auteurs, on doit considérer la présence de deux origines en compétition modifiant la sensibilité à la vitesse : une contribution due à l'écroissage de l'alliage (durcissement de forêt) et une contribution due au vieillissement dynamique (intersection strengthening). Selon ces auteurs, ce n'est que lorsque la contribution de

l'écroissage à la contrainte d'écoulement domine que l'on peut avoir une sensibilité négative et voir apparaître le phénomène de PLC. Ces deux approches se sont révélées complémentaires, et ont fait l'objet d'une publication commune [Van den Beukel 1982]. La Figure I-25 représente schématiquement cette approche du mécanisme à l'origine de l'effet PLC.

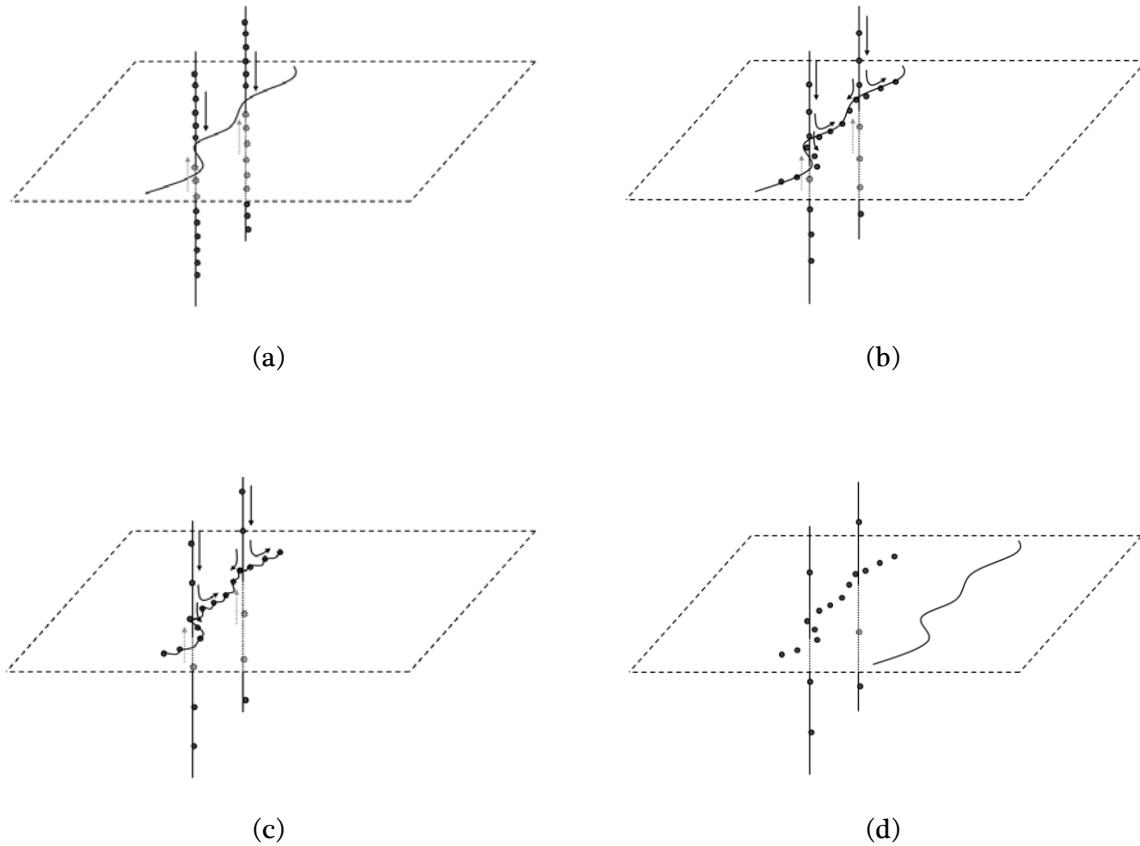


Figure I-25 Schéma du mécanisme à l'origine de l'effet PLC suivant un modèle avec temps d'arrêt sur les arbres de la forêt : dislocation mobile arrêtée sur dislocation de forêt (a), diffusion des solutés depuis les dislocations de forêt vers la dislocation mobile arrêtée (b), ancrage de la dislocation par les solutés (c), et libération soudaine de la dislocation mobile de son atmosphère de solutés (d) sous l'effet d'une contrainte croissante.

#### I.2.2.3.3. Modèle KEMC

Le modèle de Kubin et Estrin [Estrin 1986, Kubin 1990] fait intervenir la variation avec la déformation des densités de dislocations mobiles, mais aussi de celles de la forêt. Ils proposent une approche faisant intervenir des équations différentielles couplées rendant compte de l'évolution de ces deux densités au cours de la déformation plastique. Ces dernières étant liées par la relation  $\omega = b\rho_m\rho_f^{-1/2}$ , qui fait intervenir la grandeur  $\omega$ , qui est l'incrément de déformation produit par un saut simultané de toutes les dislocations ancrées se décrochant d'un obstacle et se déplaçant jusqu'à l'obstacle suivant,  $b$  le vecteur de Burger,  $\rho_m$  la densité de dislocations mobiles et  $\rho_f$  la densité de dislocations de forêt. Le modèle proposé par Mc Cormick [McCormick 1988, Zhang 2001] permet de rendre compte de la modification de la loi de comportement de l'alliage sous l'effet du niveau de saturation en soluté des dislocations lors de leur temps d'attente au niveau d'obstacles dans leur plan de glissement.

Le modèle KEMC est inspiré des modèles proposés par Kubin et Estrin et de la loi de comportement proposée par McCormick. Il s'agit d'un modèle permettant d'intégrer la contribution du DSA sur la contrainte d'écoulement et qui peut être intégré aisément dans du code élément fini. Ce modèle a été très utilisé et s'avère capable de simuler les effets du vieillissement dynamique, en particulier les effets de localisation de la déformation de type bandes de PLC [Belotteau 2009, Graff 2004, Graff 2005, Wang 2011]

### I.2.2.3.4. Traînage et friction

Une approche qu'il convient de garder à l'esprit dans le cadre des travaux présentés dans ce manuscrit est l'interaction qui existe entre phénomènes de traînage des solutés pour des températures élevées et la friction de réseau qui s'exerce sur les dislocations pour les températures plus basses. Une représentation schématique a été proposée par Strudel [Strudel 1979] et qui permet de comprendre intuitivement la possibilité qui est donnée aux dislocations dans certaines conditions de sollicitations thermomécaniques d'accéder à deux gammes de vitesses distinctes à l'extérieur d'une gamme de vitesses de déplacement « interdite ». Le schéma de la Figure I-26 synthétise l'approche proposée.

Le domaine des faibles températures (fortes vitesses de déformation) est caractérisé par le fait que les dislocations se déplacent trop rapidement pour être en mesure de transporter des solutés. Les solutés présents dans le réseau le distordent mais restent immobiles, ne contribuant ainsi au durcissement de l'alliage que par effet de solution solide. Ce domaine est qualifié de mode friction. Le domaine des hautes températures (faibles vitesses de déformation) correspond au mouvement de dislocations coins traînant des atmosphères de solutés, qualifié de mode traînage.

C'est dans le domaine où il y a recouvrement des deux modes de déformation plastique que peuvent intervenir les instabilités de l'écoulement, effet PLC, et qui résultent de la possibilité qu'ont les dislocations de se mouvoir selon deux régimes différents qui leurs sont accessibles : soit en mode traînage, soit en mode friction. L'effet PLC résulte du soudain désancrage de dislocations de leur atmosphère en des zones de concentration de contraintes et qui, de proche en proche, génèrent des phénomènes d'avalanches de dislocations.

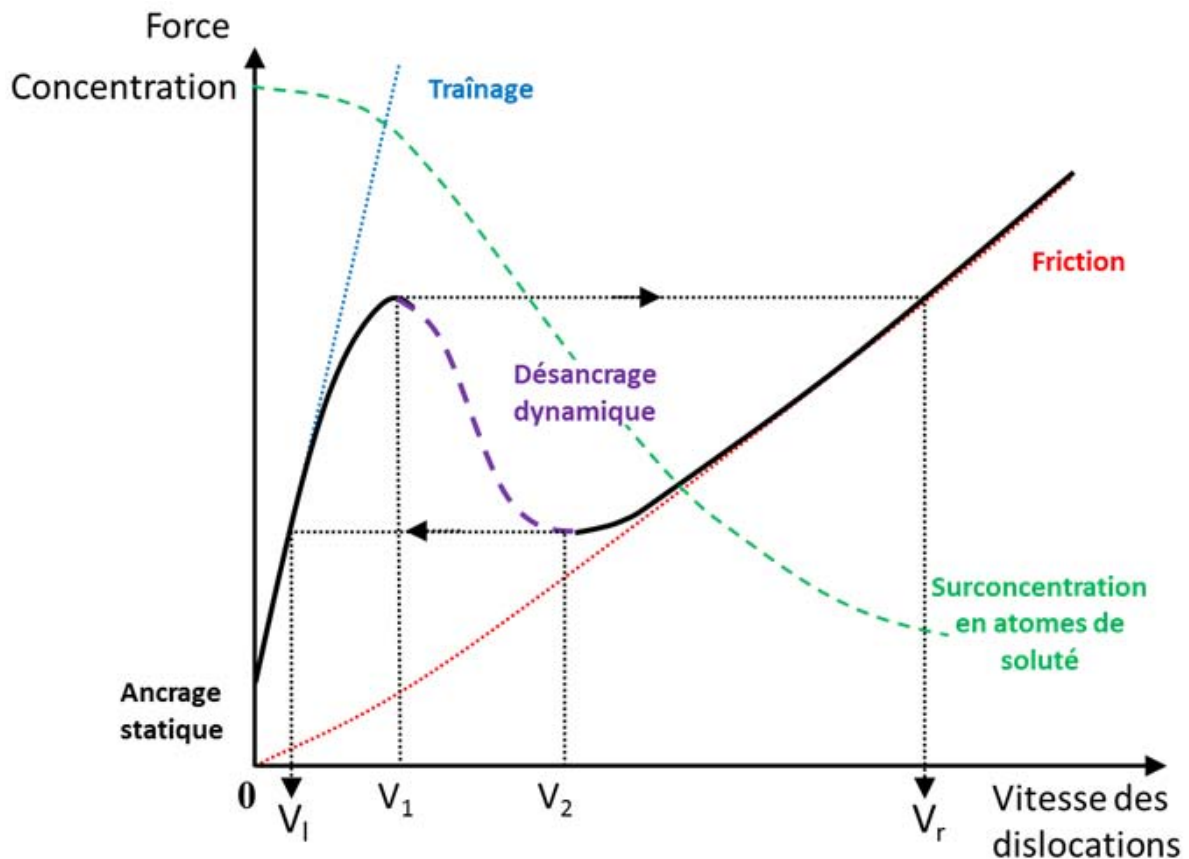


Figure I-26 Représentation schématique des différents modes de déplacement accessibles aux dislocations mobiles (trainage et friction) et du domaine de désancrage dynamique, d'après [Strudel 1979]

Ainsi, dans le domaine où l'effet PLC se manifeste, les conditions de sollicitations thermomécaniques sont telles que la vitesse des dislocations devrait s'établir dans un domaine où elle ne peut pas être stable. La vitesse va alors se décomposer en deux modes, un mode lent (dislocation contenues dans la majeure partie de l'éprouvette) et un mode rapide (dislocations contenues dans la bande).

Dans ce manuscrit, on utilisera pour qualifier le domaine de désancrage dynamique le terme « domaine PLC », et pour désigner le domaine de trainage des solutés le terme « domaine DSA ».

L'effet PLC apparaît dans un grand nombre d'alliages. Nous allons à présent nous intéresser en particulier à son occurrence dans les alliages à base de nickel.

### I.2.3. Effet PLC dans le Nickel et ses alliages

L'effet PLC dans les alliages à base Ni a fait l'objet d'un grand nombre d'études depuis les années 1970-1980 avec différents objectifs : la détermination de la nature des atomes constituant les solutés à l'origine des instabilités, la compréhension des mécanismes physiques à l'échelle microscopique de l'interaction entre solutés et dislocations, et, pour certains types d'alliages, la compréhension de l'origine du comportement inverse de la sensibilité de la contrainte critique d'apparition des instabilités vis-à-vis de la vitesse de déformation et/ou de la température.



La caractérisation de l'effet PLC est en général basée sur la détermination de l'énergie d'activation apparente associée à l'occurrence du phénomène d'instabilité plastique par analyse des courbes contrainte déformation obtenues lors d'essais de compression ou de traction uniaxiale. La comparaison de ces énergies aux énergies de migration de différents solutés dans l'alliage fournit des éléments de réponse quant à la détermination de l'espèce responsable de l'interaction dynamique avec les dislocations en mouvement susceptible de donner naissance à un phénomène d'instabilité plastique dans l'alliage.

### I.2.3.1. Effet PLC dans le Nickel

Nakada et Keh [Nakada 1970] qui ont étudié le comportement mécanique du nickel pur pour différentes teneurs en carbone ont déterminé des énergies d'activation apparentes associées à l'apparition et à la disparition du phénomène d'instabilités plastiques, qui sont respectivement de 63kJ/mol et 109kJ/mol. Ils considèrent ainsi qu'il existe un accroissement de l'énergie d'activation associée au mouvement de la dislocation induit par l'interaction entre le carbone en solution et la dislocation en mouvement. Cet accroissement est de 46kJ/mol. Le carbone est alors considéré comme transporté de manière visqueuse à travers le réseau par les dislocations lors de leur mouvement. Le domaine d'existence des instabilités de l'écoulement plastique sur ce binaire Ni-C est représenté sur la Figure I-27. Blakemore [Blakemore 1970], sur du nickel carburé additionné ou non de certains éléments d'alliage, reprend le modèle proposé par Cottrell et Bilby [Cottrell 1949a] en l'appliquant au nickel : il détermine alors pour des interactions de type atmosphère de Cottrell une énergie d'interaction carbone-dislocation coin de 52kJ/mol. L'énergie de migration du carbone dans le nickel est estimée à environ 140 à 150kJ/mol selon les auteurs [Cribb 1978, Popov 1964, Smithells 1994] . Or, lorsqu'il évalue l'énergie d'activation associée à l'occurrence de l'effet PLC attribué au carbone, il obtient une valeur d'environ 84kJ/mol, il en conclut qu'un mécanisme plus complexe que la simple diffusion dans le réseau hôte intervient, tel que des phénomènes de précipitation de carbures, leur re-dissolution, ou de la diffusion dans le cœur des dislocations.

A la fin des années 70, inspirés par un mécanisme proposé par Rose et Glover [Rose 1966] dans le cas des aciers austénitiques, Cribb et Reed-Hill proposent un modèle d'interaction du carbone avec les dislocations dans le Nickel 200 [Cribb 1978], basé sur la formation de paires carbone-lacune se réorientant dans le champ de contrainte des dislocations. L'argument principal soutenant ce modèle réside dans la rapidité avec laquelle le phénomène de vieillissement statique intervient dans l'alliage considéré qui doit nécessairement faire intervenir une interaction par mise en ordre à courte distance plutôt qu'un phénomène de diffusion sur de larges échelles spatiales.

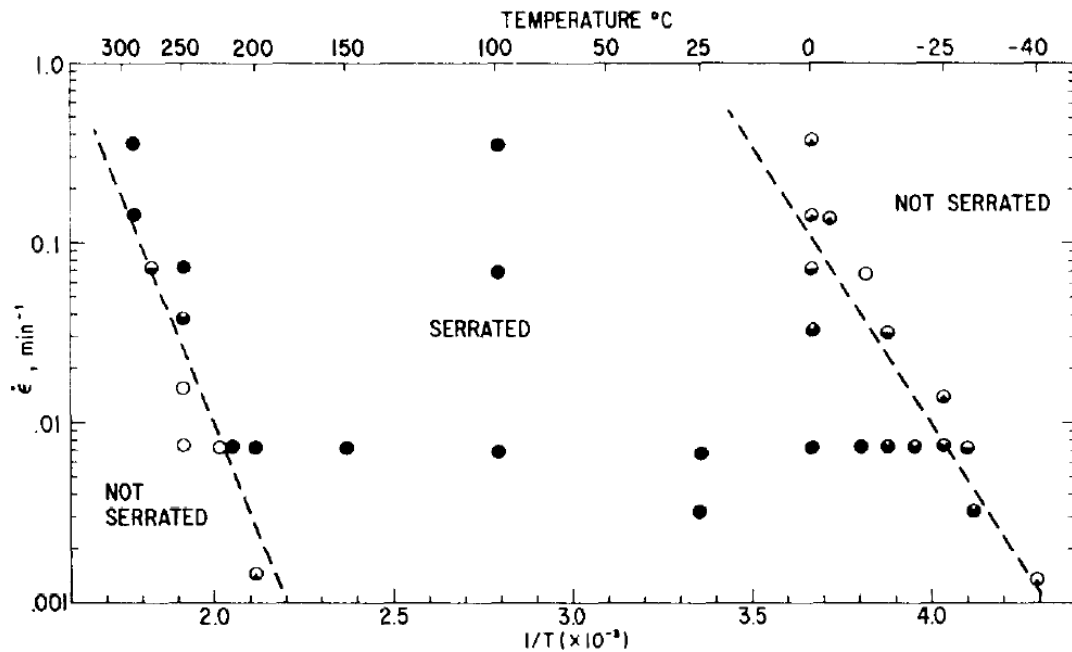


Figure I-27 Domaine d'occurrence de l'effet PLC dans le Nickel comportant du Carbone, d'après [Nakada 1970]

Néanmoins, quel que soit le mécanisme considéré, il est communément admis que l'effet PLC intervenant dans le nickel implique l'interaction dynamique du carbone avec les dislocations mobiles, le cas des alliages à base de nickel s'avère nettement plus complexe, en particulier lorsqu'il s'agit de superalliages.

### I.2.3.2. Effet PLC dans des alliages à base de Ni

Un grand nombre d'alliages à base de Nickel présentent dans certaines gammes de température et de vitesse de déformation des phénomènes d'instabilités de l'écoulement plastique. Ainsi, l'effet PLC a été observé et étudié dans du Waspaloy [Hayes 1982], l'alliage 625 [Chaturvedi 1987, Shankar 2004] dans l'Udimet 720 [Gopinath 2009, Mazière 2008], dans l'Inconel 738 [Sharghi-Moshtaghin 2008], et dans l'alliage 718 [Chen 1997, Dybiec 1991, Hayes 1983, Nalawade 2008]

#### I.2.3.2.1. Origine de l'effet PLC dans les alliages complexes

L'effet PLC dans les alliages complexes trouve son origine dans l'interaction dynamique entre les dislocations mobiles et divers défauts ponctuels présents dans l'alliage, tels que des atomes en solution solide, qu'ils soient interstitiels ou substitutionnels, ainsi que des lacunes. Ces défauts ponctuels peuvent, du fait de leur présence simultanée, avoir des effets combinés qui rendent d'autant plus complexe la compréhension des mécanismes à l'origine du DSA et de l'occurrence d'un écoulement saccadé. Deux catégories de défauts ponctuels peuvent être citées quant à leur implication dans l'occurrence des phénomènes de vieillissement dynamique.

Certaines espèces en solution solide sont impliquées dans l'occurrence du phénomène de DSA par leur capacité à diffuser suffisamment vite à travers le réseau hôte vers les dislocations de manière à les ancrer. Leur efficacité dans ce rôle va dépendre de différents paramètres, tel que leur

solubilité dans l'alliage, leur coefficient de diffusion, leur énergie d'interaction avec les dislocations.

D'autres éléments sont impliqués dans le phénomène de vieillissement dynamique par leur interaction avec les premiers. Cette interaction peut être due à une modification de la mobilité d'une espèce impliquée dans le DSA ou par une diminution de sa teneur en solution par précipitation ou complexation. Ainsi, dans les alliages complexes de type « superalliage », de nombreux éléments sont susceptibles d'avoir des effets combinés. Cette interaction modifie l'étendue des domaines d'existence de l'effet PLC ainsi que les grandeurs qui le caractérisent lors de l'analyse des courbes de traction.

### I.2.3.2.2. Déplacement du domaine d'occurrence des instabilités

Il est à noter qu'à la différence du binaire nickel-carbone, le domaine PLC attribué à l'interaction carbone-dislocation est déplacé vers des températures plus élevées lorsque l'alliage est porteur d'éléments substitutionnels. Ce phénomène peut être illustré par les travaux de Mulford et Kocks [Mulford 1979] qui caractérisent les domaines d'occurrence et d'absence d'effet PLC dans l'Inconel 600 de composition :15,9%at. Cr, 10,1% at. Fe, 0,4%at. C, tel qu'illustré sur la Figure I-28 et dont la comparaison avec ceux du Nickel carboné de Nakada et Keh met bien cet aspect en évidence.

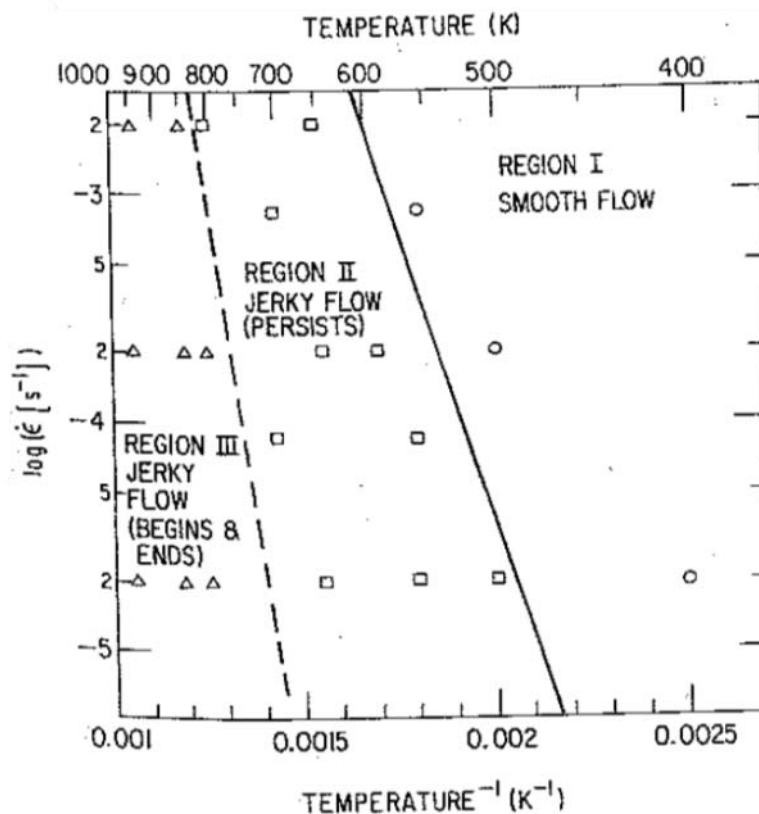


Figure I-28 Domaine d'occurrence de l'effet PLC dans l'alliage 600, d'après [Mulford 1979]

Ce phénomène est vérifié par de nombreux exemples dans les alliages à base de Ni, tels que les alliages Ni-Ti, Ni-Nb ou Ni-Cr. (ainsi que Ni-Zn ou Ni-Cu [Blakemore 1970, Dudova 2008, Matta 1977]). Le fait que le domaine d'existence de l'effet PLC soit déplacé vers les plus hautes

températures et plus faibles vitesses de déformation en présence de substitutionnels est considéré par certains auteurs comme résultant d'une interaction forte entre substitutionnel et interstitiels à l'origine de l'effet PLC. La présence de substitutionnels aurait pour effet de réduire la mobilité du carbone, tel que proposé par Chaturvedi [Chaturvedi 1972]

Certains auteurs invoquent un mécanisme d'interaction entre solutés substitutionnels et interstitiels sur le modèle proposé par Baird et Jamieson [Baird 1971, Baird 1972], et souvent invoqué pour expliquer le durcissement particulier de certains aciers [Jones 1980, Klueh 1978a, 1978b]. Ce mécanisme qualifié d'ISSH (Interaction Solid Solution Hardening) qui résulte de la présence simultanée dans l'alliage de solutés présentant une affinité importante l'un pour l'autre, pourrait agir dans les alliages base Ni et être à l'origine de ce déplacement du domaine PLC en présence de substitutionnels dans l'alliage.

Il est bien connu qu'il existe un effet notable de la présence de la teneur en carbone dans le Ni sur la capacité à diffuser de certains substitutionnels [Andrieu 2009, Heijwegen 1973]. Les éléments d'alliages et leurs interactions constituent donc une base de réflexion à prendre en compte mais il convient également de prendre en considération l'existence d'une déformation plastique critique déclenchant les instabilités.

### I.2.3.2.3. Déformation plastique critique

La déformation plastique critique, notée  $\epsilon_c$ , est la quantité de déformation plastique cumulée lors d'un essai avant de voir se développer un phénomène d'instabilité de l'écoulement plastique de l'alliage, tel qu'illustré sur la Figure I-29.

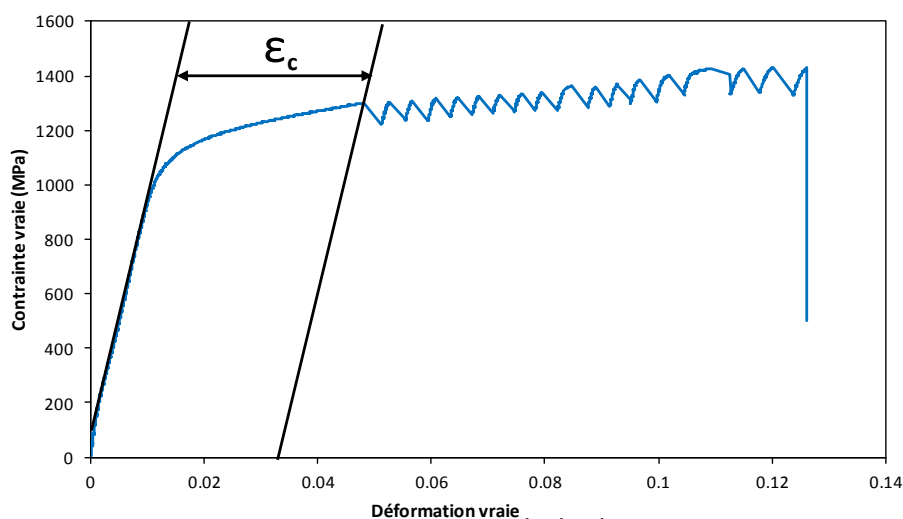


Figure I-29 Courbe contrainte vraie-déformation vraie d'un essai de traction pratiqué à 550°C et  $10^{-4}s^{-1}$  sur l'alliage 718 à l'état vieilli : mise en évidence de l'existence d'une déformation plastique critique  $\epsilon_c$  avant apparition des instabilités de l'écoulement plastique

Si dans les alliages de type solution solide diluée la déformation plastique critique d'apparition de la première instabilité suit une évolution monotone décroissante lorsque la température croît et la vitesse de déformation décroît (comportement dit « normal »), il n'en est pas systématiquement de même dans les solutions solides concentrées et les alliages durcis par précipitation. Ces derniers

## Chapitre I - Bibliographie

---

présentent parfois des évolutions de  $\varepsilon_c$  normales à basse température qui peuvent devenir inverses à plus haute température. Le domaine d'évolution inverse de  $\varepsilon_c$  est caractérisé par le fait que  $\varepsilon_c$  augmente avec une augmentation de la température d'essai (ou une diminution de la vitesse de déformation).

Selon l'approche considérée, l'origine et l'amplitude de la déformation critique peuvent reposer sur plusieurs paramètres :

- Production d'une **sursaturation en lacunes d'écroissage** suffisante pour rendre les coefficients de diffusion de l'espèce responsable d'un vieillissement compatible avec une interaction dynamique avec les dislocations mobiles.
- Atteinte d'une **concentration critique de solutés** dans le champ de déformation élastique des dislocations ces solutés s'accumulent au cours du déplacement des dislocations.
- Génération d'une quantité **suffisante de dislocations de forêt** pour faire obstacle aux dislocations mobiles et assurer une diffusion rapide des solutés vers les dislocations mobile en attente de franchissement de ces obstacles.
- Génération d'une quantité de **dislocations mobiles** suffisante pour que se créent des comportements collectifs dans le mouvement des dislocations avec phénomènes d'ancrage et avalanches lors du désancrage.

Cette évolution de la déformation critique d'apparition de la première instabilité de l'écoulement plastique peuvent être illustrée par les travaux de Hayes et Hayes [Hayes 1982], qui étudient l'effet PLC dans le Waspaloy et constatent, lors d'essais à des vitesses de déformation comprises entre  $3.10^{-1}$  et  $3.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , une dépendance anormale de la déformation critique pour l'apparition des instabilités vis-à-vis de la température. C'est-à-dire qu'à basse température, le comportement est normal ( $\varepsilon_c$  diminue quand  $T$  augmente et quand  $\dot{\varepsilon}$  diminue), alors qu'à haute température, on observe un comportement inverse ( $\varepsilon_c$  augmente quand  $T$  augmente et quand  $\dot{\varepsilon}$  diminue). Ce comportement est illustré par le graphique de la Figure I-30.

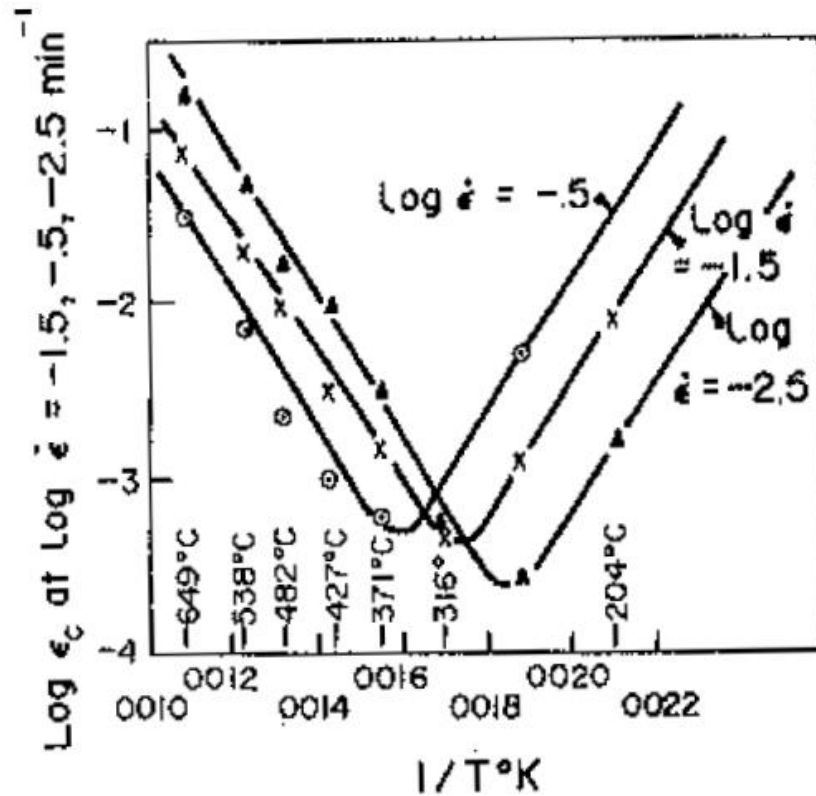


Figure I-30 Evolution de  $\varepsilon_c$  en fonction de la température dans le Waspaloy pour différentes vitesses de déformation : mise en évidence des tendances d'évolutions normale et inverse de  $\varepsilon_c$ , d'après [Hayes 1982]

Ce comportement inverse de l'évolution de  $\varepsilon_c$  a été observé dans de nombreux alliages à base de nickel, et intervient lorsqu'il s'agit de solutions solides concentrées ou d'alliages à durcissement structural. Diverses interprétations ont été données pour tenter de rendre compte de ce comportement que les modèles standards de vieillissement dynamique n'expliquaient pas.

#### I.2.3.2.4. Effet PLC dans l'alliage 718

Dans l'alliage 718, la déformation critique d'apparition de la première instabilité plastique,  $\varepsilon_c$ , est une quantité variable en fonction de la température et de la vitesse de déformation, dont l'évolution peut suivre deux tendances différentes, dites normale et inverse. L'existence de ces deux tendances d'évolution de  $\varepsilon_c$  amène à envisager deux mécanismes différents à l'origine de ces deux comportements à basse et haute température.

Par ailleurs, l'alliage 718 est un alliage à durcissement structural, qui, dans l'état standard de cette étude, c'est-à-dire ayant subi le traitement de vieillissement aéronautique, comporte une fraction volumique de précipités durcissants de l'ordre de 16 %. Les obstacles principaux au mouvement des dislocations mobiles sont les précipités, non les dislocations de forêt. En effet, un rapide calcul de la distance inter-précipités, dans l'hypothèse forte d'une répartition homogène de précipités sphériques d'un diamètre de 30nm, pour une fraction volumique de 16%, conduit à une valeur de distance inter-précipités de l'ordre de 40nm, ce qui est nettement inférieur à la distance entre dislocations de forêt qui, sur un état standard ( $\rho_f = 10^{12} m^{-2}$ ) est, théoriquement, de l'ordre du micromètre.

Chen et Chaturvedi [Chen 1997] ont étudié sur l'alliage 718 l'effet de la dimension des précipités  $\gamma''$ , donc de la distance inter-précipités, sur l'occurrence du phénomène de PLC. Ils notent que  $\epsilon_c$  évolue de façon différente selon la dimension des précipités. pour l'Inconel 718 sous-vieilli, la dépendance de  $\epsilon_c$  est normale quels que soient T et  $\dot{\epsilon}$ , alors que pour l'Inconel 718 sur-vieilli, ils observent une dépendance normale aux faibles T et fortes  $\dot{\epsilon}$  mais une dépendance inverse aux fortes T et faibles  $\dot{\epsilon}$ . Leurs observations sont résumées par la Figure I-31:

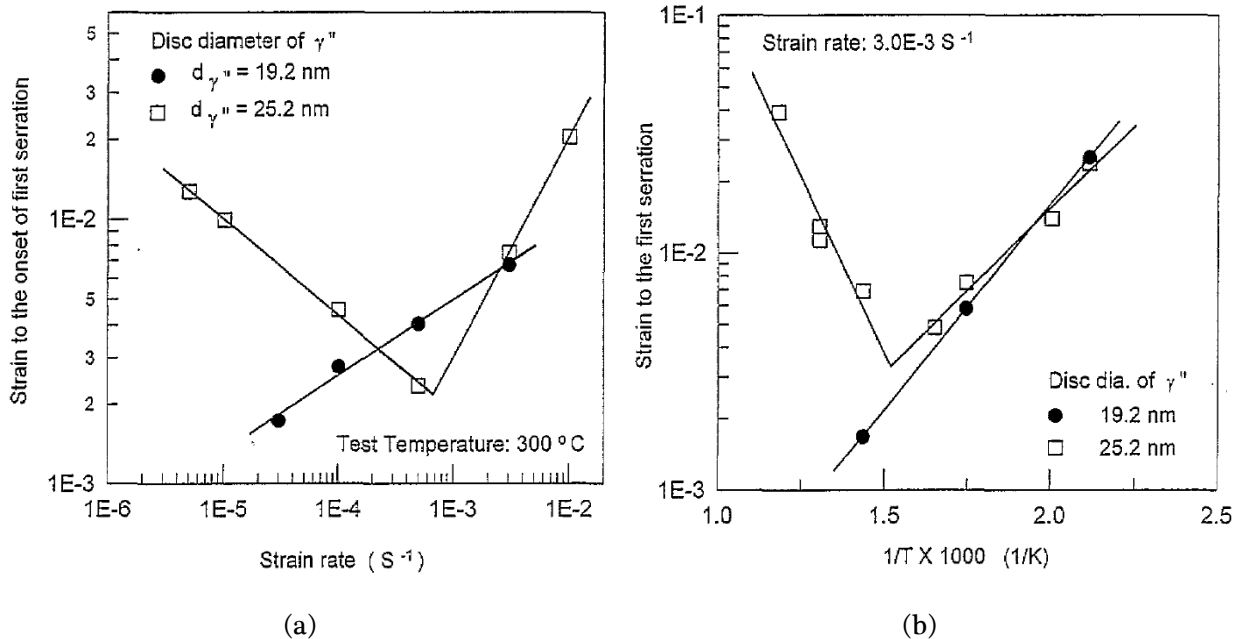


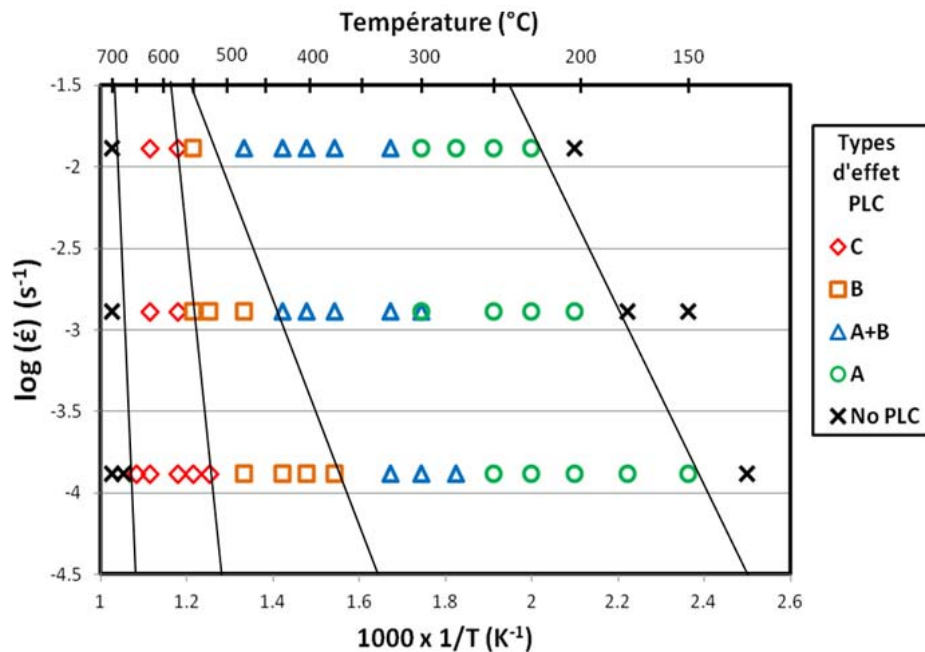
Figure I-31 Evolution de  $\epsilon_c$  dans l'alliage 718 selon la taille des précipités durcissants  $\gamma''$ , en fonction de la vitesse de déformation (a) et de la température (b) d'après [Chen 1997]

Ils attribuent cette différence de comportement à la différence de mode de franchissement des précipités selon leur taille : quand les précipités sont petits (19nm), les dislocations les franchissent par cisaillement :  $\epsilon_c$  diminue avec une augmentation de la distance inter-précipités. Lorsque les précipités sont plus gros (25 nm), le mécanisme par contournement fait que  $\epsilon_c$  augmente avec l'espace inter-précipités. Selon ces auteurs la transition cisaillement/contournement se ferait autour d'une taille de précipités de l'ordre de 23nm.

Ces auteurs proposent que lorsque le mécanisme par cisaillement prévaut, il y a compétition entre cinétique de diffusion des atmosphères de soluté depuis la matrice vers la dislocation arrêtée et la cinétique de diffusion vers le segment de la dislocation en train de cisailier le précipité. Il existerait en effet une force motrice importante pour la diffusion des solutés vers le précipité dans le cœur de la dislocation, dans la mesure où le misfit entre paramètre de maille de la matrice et celui du précipité est d'environ 3% (2.86%). Ainsi, les précipités constitueraient des puits à carbone qui tendraient à absorber les atmosphères des dislocations lorsque ces dernières tentent de les franchir. La compétition entre les deux mécanismes va faire que l'on observera ou non un écoulement saccadé selon leur importance respective. En revanche, lorsque le mécanisme par contournement est prépondérant, la dislocation qui contourne laisse derrière elle après franchissement une boucle autour du précipité, qui sert de réservoir aux atomes de soluté drainés par la dislocation. Selon ces auteurs, aux basses températures, le mécanisme prédominant est la

diffusion des atomes solutés vers la dislocation arrêtée sur les obstacles, alors qu'au-delà d'une certaine température, c'est la ségrégation des atomes solutés depuis la dislocation arrêtée vers les précipités obstacles qui devient prépondérante, et on a une disparition progressive du phénomène de PLC (i.e. déformation critique d'apparition qui devient de plus en plus importante). L'occurrence du phénomène de PLC dépendrait d'un équilibre entre la vitesse de ségrégation des atomes solutés vers le segment de dislocation libéré de la boucle et la vitesse de diffusion des interstitiels vers la région de la boucle autour du précipité.

Lors de travaux sur de l'Inconel 718 SPF, Hale et al [Hale 2001] (2001) se sont basés sur des calculs d'énergie d'activation apparente pour les différents régimes de l'effet PLC pour tenter de déterminer l'espèce responsable de l'occurrence de ce phénomène selon le régime considéré. Sur la base des résultats obtenus à partir de la matrice d'essais ( $T, \dot{\epsilon}$ ), représentée sur la Figure I-32, ces auteurs estiment que les types A et B (basse température) trouveraient leur origine dans la diffusion d'un soluté interstitiel, qu'ils pensent être le carbone, alors qu'à plus haute température, le PLC de type C serait dû à un soluté substitutionnel, qu'ils envisagent comme étant certainement le chrome.

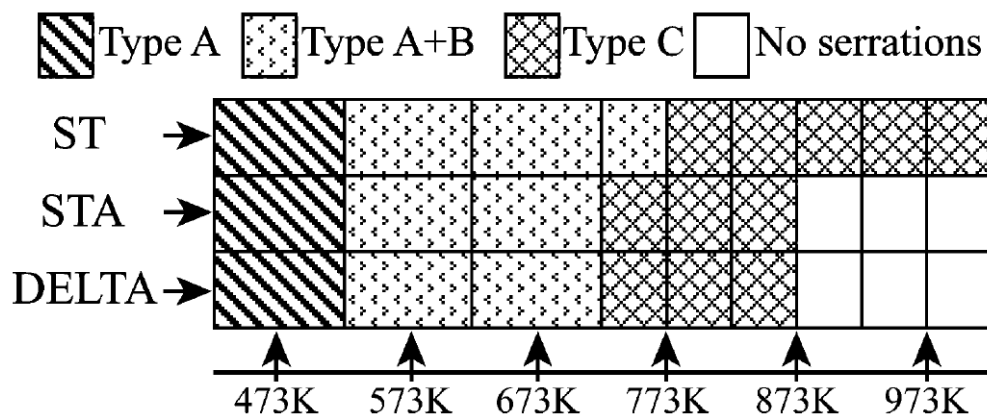


**Figure I-32 Représentation des résultats expérimentaux obtenus par Hale et al. [Hale 2001] concernant la caractérisation en traction de l'alliage 718 SPF mettant en évidence les différents types de d'effet PLC intervenant dans l'alliage selon les conditions de sollicitation thermo-mécaniques.**

Différentes études de l'écoulement plastique saccadé ont ainsi été menées sur l'alliage 718. S'il y a consensus sur le fait que le PLC se manifestant à basse température trouve son origine dans le carbone en solution solide [Chen 1997, Hale 2001, Hayes 1983, Nalawade 2008], la nature exacte de l'élément d'alliage responsable de l'effet PLC à haute température, ainsi que le mécanisme exact expliquant le comportement inverse relatif à l'évolution de  $\epsilon_c$ , sont toujours sujets à controverse. Il est généralement admis que dans ce domaine de comportement inverse de  $\epsilon_c$ , l'espèce responsable est un soluté substitutionnel. Si Hale et al. [Hale 2001] considèrent le Cr comme un candidat potentiel à partir de calculs d'énergie d'activation apparente associés à



l'apparition de l'effet PLC, Hayes [Hayes 1983] considère plutôt qu'il s'agit du Nb, sur la base de la disparition des instabilités plastiques pour de fortes déformations, considérée comme résultant de la déplétion en Nb libre des atmosphères des dislocations du fait de la précipitation de complexes carburés de NbC au cours même de la déformation. Une étude réalisée par Nalawade et al [Nalawade 2008], qui ont travaillé sur différents états métallurgiques de l'alliage 718 (solution solide, vieilli aéronautique, et précipité delta), semble suggérer fortement l'implication du Nb pour expliquer l'effet PLC intervenant à haute température. Ces auteurs tirent cette conclusion en se basant sur l'extension du domaine d'occurrence de l'effet PLC vers les plus hautes températures d'essai pour l'état métallurgique dans lequel la teneur en Nb dans la matrice est la plus élevée. En effet, pour les états vieillis et traités pour faire précipiter la phase delta, le domaine PLC haute température s'étend à moins haute température, tel que l'illustre la Figure I-33. La teneur en Nb en solution solide serait directement liée à la capacité de l'alliage à développer un écoulement saccadé par interaction entre le niobium en solution solide et les dislocations.



**Figure I-33 Effet de l'état métallurgique sur les domaines d'occurrence de différents types d'effet PLC dans l'alliage 718 en fonction de la température d'essai pour une vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} = 6.5 \times 10^{-5} s^{-1}$  (ST = Solution solide, STA = Vieillissement aéronautique et DELTA = précipitation de phase delta)**

Ainsi, certains auteurs attribuent ce changement de mécanisme au changement d'espèce responsable de l'occurrence de l'effet PLC dans l'hypothèse de simple interaction soluté substitutionnel avec les dislocations mobiles. Néanmoins, cette approche ne semble pas à même de rendre compte du fait qu'avec une augmentation de la température, la quantité  $\epsilon_c$  tend à décroître dans le domaine inverse.

### I.2.3.3. Origine de l'existence d'un comportement inverse

Hayes et Hayes [Hayes 1982] ont attribué cette particularité à l'interaction entre les précipités et les lignes de dislocations traînant leur atmosphère de carbone. Les précipités agissent comme des 'pièges à carbone' lorsque la dislocation chargée de son nuage de soluté est arrêtée par ces obstacles. Sont alors en compétition d'une part, la ségrégation du soluté depuis les dislocations immobilisées vers les précipités et d'autre part, la quantité de carbone drainée par et diffusant vers les dislocations mobiles depuis la matrice. Chen et Chaturvedi [Chen 1997] ont également considéré l'importance prise par les phases durcissantes, en particulier la taille de précipités et par là même le mécanisme de franchissement par les dislocations de ces obstacles, et la distance inter-

précipités. C'est la compétition entre la cinétique de diffusion des éléments en solution responsables du vieillissement dynamique depuis la matrice vers les dislocations arrêtées sur des précipités, et la cinétique de diffusion depuis les lignes de dislocation à l'arrêt vers les boucles de dislocation formées autour des précipités qui contrôle l'apparition de l'effet PLC et le développement d'un comportement inverse de  $\varepsilon_c$ .

Certains d'auteurs voient la nécessité de faire intervenir des phénomènes de dissolution de précipités, ou de précipitation [Brechet 1995, Brechet 1996, Hayes 1983] à une échelle très fine dans le champ de déformation des dislocations au cours même de la déformation plastique pour expliquer l'existence d'un comportement inverse de  $\varepsilon_c$ . D'autres auteurs [Hale 2001] invoqueront l'effet de la formation de complexes carbonés lors même de la déformation plastique comme étant à l'origine de ce comportement inverse. Le complexe qui se forme impliquerait alors l'espèce substitutionnelle à l'origine de l'effet PLC haute température. Plus la température de l'essai est élevée et plus la formation de complexes est importante. Les substitutionnels complexés ne disposent plus d'une mobilité suffisante pour engendrer une interaction dynamique avec les dislocations mobiles et engendrer l'effet PLC. Ainsi la quantité de substitutionnels disponible pour engendrer l'effet PLC est abaissée à mesure que la température d'essai augmente. La déformation critique d'apparition des instabilités plastiques est alors augmentée car les atmosphères de substitutionnels requièrent le déplacement des dislocations sur de plus grandes distances pour atteindre la concentration critique en substitutionnels dans leur rayon de capture nécessaire au développement des phénomènes d'ancrage / désancrage dynamiques.

### I.2.4. Résumé

Les phénomènes de vieillissement dynamique intervenant dans les alliages métalliques sont à l'origine d'évolutions importantes des propriétés macroscopiques de ces matériaux. Ce sont des phénomènes largement étudiés du fait de leur importance sur le plan industriel mais pas totalement élucidés du point de vue scientifique, ou du moins sujets à spéculations et à controverses. La manifestation la plus tangible du DSA est l'effet PLC, caractérisé par un écoulement plastique inhomogène de la matière lorsque sollicité dans certaines gammes de vitesses de déformation et de températures.

Dans l'alliage 718, si l'effet PLC intervenant dans des gammes de températures modérées,  $<450^\circ\text{C}$  est en général attribué à l'interaction entre le carbone et les dislocations mobiles, la nature des espèces à l'origine de l'effet PLC intervenant à plus haute température n'est toujours pas clairement identifiée, ni les mécanismes impliqués véritablement élucidés. La multiplicité des interactions entre les différents solutés (interstitiels / substitutionnels), les dislocations mobiles et les obstacles dans leur plan de glissement rendent la compréhension des résultats expérimentaux et l'interprétation par des modèles des plus complexes.

Un domaine qui revêt un intérêt particulier dans le cadre de cette étude est le domaine PLC intervenant à plus haute température, dans la mesure où les essais standard qui permettent de caractériser la sensibilité d'une coulée d'alliage 718 vis-à-vis du phénomène de fissuration intergranulaire assistée par l'oxydation sont pratiqués à des couples  $(T, \dot{\varepsilon}) = (650^\circ\text{C}, 10^{-3}\text{s}^{-1})$  situés, le plus souvent dans le domaine de DSA. Les conditions d'essais sont donc telles que l'on se situe

dans un mode de traînage des solutés impliqués dans l'occurrence de l'effet PLC. En d'autres termes, la détermination de la nature des espèces de solutés responsables de l'écoulement saccadé de l'alliage est susceptible de fournir des renseignements précieux sur les espèces transportées par les dislocations lors des essais de caractérisation pratiqués et contribuer à la compréhension du phénomène à l'origine de la sensibilité particulière à l'oxydation des joints de grains dans l'alliage 718.

### **I.3. Couplage Mécanique–Oxydation dans l'alliage 718**

Lorsque l'on s'intéresse aux interactions qui existent entre déformation, oxydation et rupture, on peut envisager deux types d'interactions, que l'on peut qualifier comme non couplées ou bien couplées. Dans cette partie, on s'intéresse aux phénomènes de couplages, c'est-à-dire à des interactions revêtant un aspect dynamique, c'est-à-dire ne se manifestant que si l'on a simultanément déformation plastique et phénomènes d'oxydation. Il existe différentes manifestations de ces couplages déformation-oxydation qui ne seront pas abordées dans cette partie.

Par exemple lors de la déformation, les phénomènes d'oxydation tendent à évoluer, la génération de courts-circuits de diffusion par l'augmentation de la densité de dislocations ainsi que l'écaillage de la couche d'oxyde formée mettant à nu l'alliage. On observe alors une modification de la nature des oxydes formés au cours du temps du fait de la contrainte appliquée. Un autre exemple est la modification de la loi de comportement d'un alliage en fonction des conditions environnementales dans lesquelles il est sollicité [Dryepontd 2005, Dryepontd 2004]. La nature des premiers oxydes formés peut avoir une influence sur la capacité de « passivation » ultérieure du matériau vis-à-vis de l'oxydation et peut ainsi se révéler déterminante dans la durée de vie de l'alliage. Dryepontd et al ont montré, par des essais de fluage avec changement d'atmosphère que la vitesse du stade secondaire peut varier d'un facteur 6 sur du MC2 lors du passage d'une atmosphère oxydante à une atmosphère non oxydante du fait de la différence de flux d'injection de lacunes dans l'alliage. L'injection de lacunes modifie la composante de restauration impliquée dans le phénomène de fluage. L'atmosphère d'essai modifie donc le comportement macroscopique en fluage de l'alliage.

L'alliage 718 comme la plupart des superalliages à base de nickel, est connu pour être sensible à la fissuration intergranulaire assistée par l'oxydation dans une large gamme de température et de types de chargements. L'objet de cette partie est d'aborder l'aspect couplage entre mode de déformation et mode de rupture (en présence d'oxydation ou pas)

#### **I.3.1. Etat de l'Art**

##### **I.3.1.1. Travaux fondateurs**

L'alliage 718 a été largement étudié afin d'élucider les paramètres liant ses modes de déformation, les mécanismes d'oxydation et les modes de rupture.

L'étude des effets d'environnement sur la vitesse de propagation de fissures ont mis en évidence que l'apparition et la cinétique d'oxydation intergranulaire locale impliquée dans le processus d'endommagement sont largement dépendantes de la nature des oxydes formés dans les premières étapes du processus d'oxydation [Andrieu 1992, Molins 1997]

Molins et al [Molins 1997] ont mis en évidence lors d'essais de propagation de fissures en fatigue ou fatigue-fluage sur éprouvettes CT, à vitesse de déformation locale donnée qu'il existe un effet de l'atmosphère d'essai sur la réponse en terme de mécanisme d'endommagement de l'alliage 718. Pour de faibles pressions partielles en oxygène, la rupture est totalement transgranulaire ductile, alors que pour des pressions partielles élevées, le chemin d'endommagement de l'alliage devient intergranulaire fragile. Une pression partielle critique a été mise en évidence en dessous de laquelle l'oxyde formé est de nature « passivante » vis-à-vis du phénomène d'oxydation intergranulaire ( $Cr_2O_3$ ) [Andrieu 1989] : la propagation de fissure est alors inhibée et la rupture est transgranulaire. Au-delà de cette pression partielle critique, la nature de l'oxyde formé (NiO) ne présente pas une telle propriété protectrice : la propagation de fissure n'est pas inhibée et la rupture présente de larges zones intergranulaires fragiles. Entre ces deux zones, basse  $P_{O_2}$  et haute  $P_{O_2}$ , il existe une gamme de transition où la fissuration est gouvernée par la cinétique d'oxydation intergranulaire de l'alliage par l'oxygène de l'atmosphère. Ces auteurs mettent de plus en évidence que la pression de transition est dépendante de la teneur en Cr de l'alliage.

Dans le cas l'alliage 718, les courbes présentées sur la Figure I-34 mettent en évidence l'évolution de la vitesse de propagation de fissure en fatigue à  $\Delta K$  constant en fonction de la pression partielle d'oxygène. Plusieurs types de cycles de fatigue sont utilisés. On remarque que le mode d'endommagement et la vitesse de propagation associée évoluent brutalement et conjointement dans un intervalle de pression assez réduit

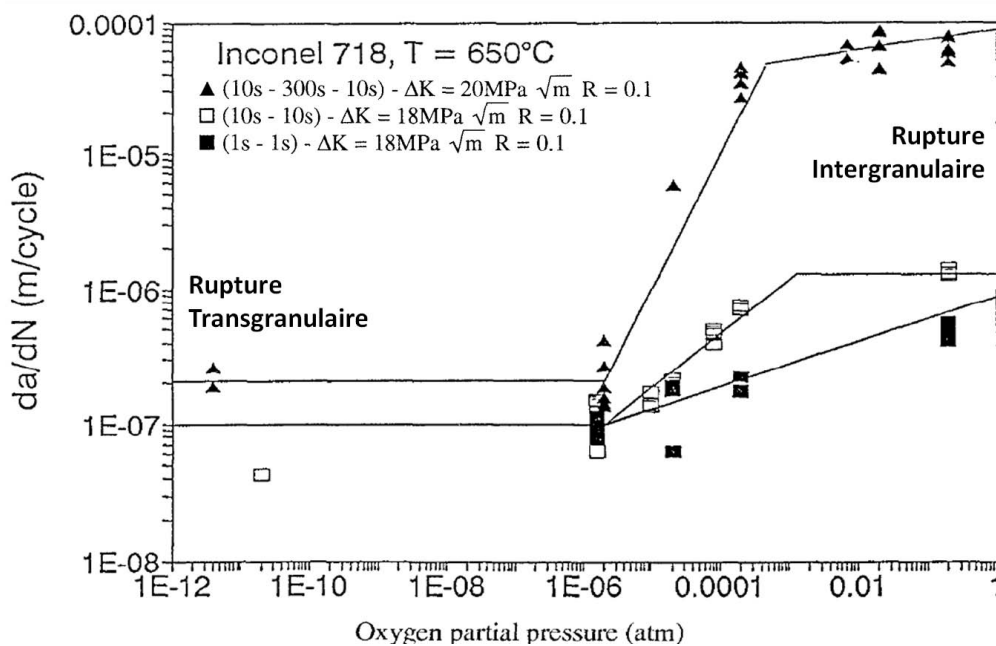


Figure I-34 Effet de la fréquence de chargement sur la courbe de transition de mode d'endommagement en fonction de la pression partielle en oxygène sur l'alliage 718 à 650°C en fatigue et fatigue-fluage, d'après [Molins 1997]

Andrieu [Andrieu 1987], à partir de l'analyse en spectrométrie Auger de la nature des couches d'oxydes formées selon la  $P_{O_2}$ , avait très tôt fourni les observations nécessaires à la compréhension de ce phénomène de changement de mode de rupture : lorsque la  $P_{O_2}$  est élevée, la couche d'oxyde est essentiellement constituée d'oxydes de Ni et de Fe et de leur spinelle, par nature peu protectrice et n'empêchant pas la pénétration de l'oxygène et l'oxydation en pointe de fissure lors de la sollicitation mécanique dans cet environnement. A l'inverse, à basse  $P_{O_2}$ , une oxydation sélective de Cr entraîne la formation d'une couche de  $Cr_2O_3$ , très protectrice et « passivante » qui a pour effet d'empêcher l'oxydation préférentielle du joint de grain en pointe de fissure, inhibant le phénomène de fissuration assistée par l'oxydation sous sollicitation mécanique. Ces observations ont été par la suite confirmées en MET [Andrieu 1992] par l'analyse élémentaire de sections transverses d'alliage 718 oxydé à 650°C et de zones de rupture à caractère IG.

Dans le même esprit, lors d'essais de propagation de fissures en fatigue si l'on fixe la pression partielle en oxygène ( $P_{O_2}=0,2 \text{ Atm}$ ), on peut mettre en évidence qu'il existe une fréquence de sollicitation seuil en deçà de laquelle l'endommagement prend un caractère IG, et au-delà de laquelle le caractère transgranulaire redevient prépondérant. Quand la fréquence du cycle augmente, la vitesse de déformation locale augmente, si bien qu'à partir de certaines fréquences, il n'y a plus compatibilité entre la vitesse de déformation locale, en pointe de fissure, et la cinétique d'oxydation du joint de grain par l'oxygène de l'atmosphère. Le mécanisme gouvernant alors l'endommagement n'est plus la cinétique d'oxydation du joint de grain, et l'endommagement redevient piloté par la mécanique, donc à caractère transgranulaire. La Figure I-35 illustre cet effet de la fréquence de sollicitation sur la vitesse de propagation de fissure, ainsi que les modes de fissuration qui diffèrent selon la fréquence de sollicitation.

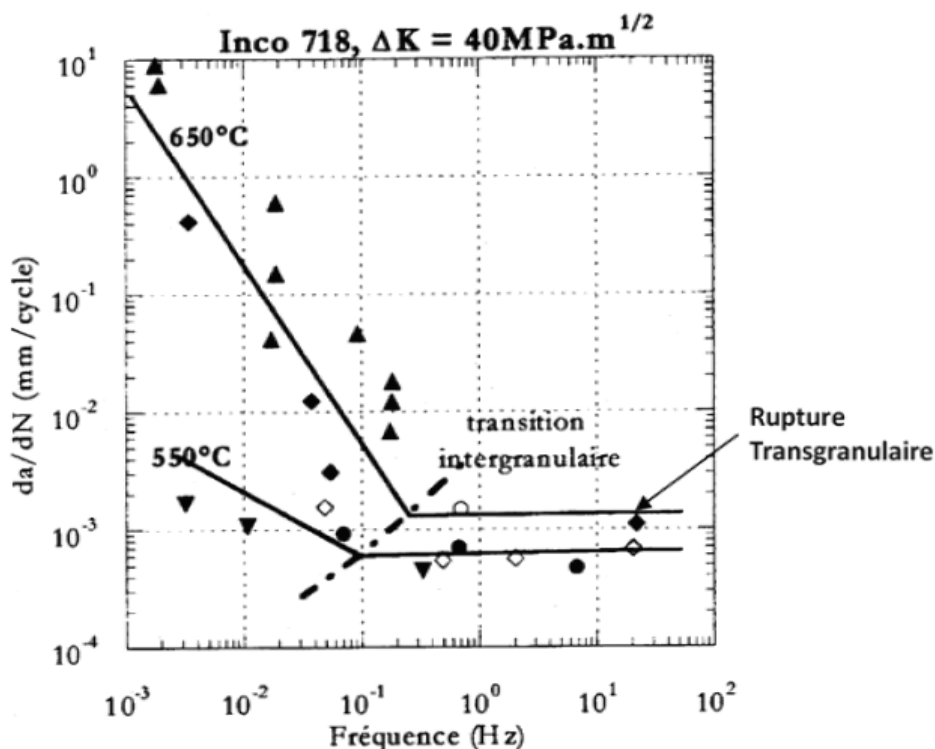


Figure I-35 Effet de la fréquence de chargement et de la température sur la courbe de transition de mode d'endommagement sous air laboratoire ( $P_{O_2}=0,2 \text{ Atm}$ ) sur l'alliage 718 à 650°C [Pedron 1982]

Ces travaux sont confirmés par une caractérisation fine du domaine de transition entre la rupture transgranulaire et la rupture totalement intergranulaire par les travaux de Weerasooriya [Weerasooriya 1987]. Cet auteur met en évidence trois zones de comportement : la zone transgranulaire où la vitesse de propagation de fissure est constante et dépend uniquement des conditions de sollicitation appliquées, la zone totalement intergranulaire où la propagation dépend du temps, et une zone intermédiaire de transition où la rupture est mixte et dans laquelle l'environnement affecte le dommage cyclique et où la rupture intervient par un phénomène de couplage fort entre fatigue et oxydation. La Figure I-36 illustre les domaines de fréquences où interviennent ces différents types de comportements.

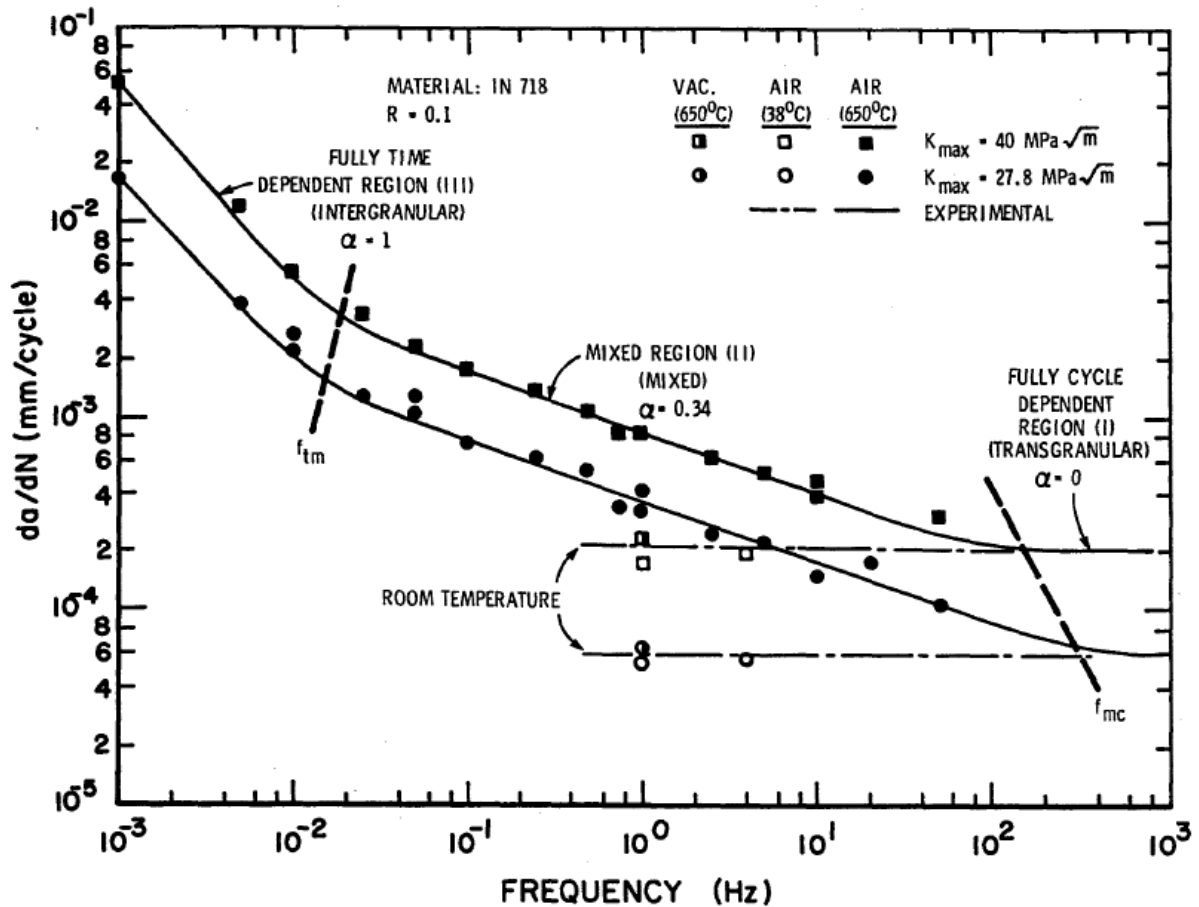


Figure I-36 Vitesse de propagation de fissure ( $da/dN$ ) de l'Inconel 718 en fonction de la fréquence à  $R=0,1$ ,  $T=650^{\circ}\text{C}$  pour deux valeurs de  $K_{max}$  : 27,8 et 40,0  $\text{MPa}\sqrt{m}$ . Les valeurs sous vide à 1Hz et température ambiante sous air sont également présentées.

Ainsi, ces essais mettent bien en évidence le caractère essentiel du couplage qui existe entre la cinétique d'oxydation et la vitesse de sollicitation de l'alliage. Cet exemple porte sur des essais de propagation de fissure sur éprouvette CT, donc repose sur un phénomène local, à l'échelle de la pointe de fissure et des grains environnants.

Qu'en est-il dans un mode de sollicitation réparti de façon plus homogène sur l'ensemble de la microstructure du matériau et l'effet sur l'amorçage ? On peut par exemple s'intéresser aux travaux qui portent sur des éprouvettes plates sollicitées en traction.

### I.3.1.2. Etudes sur les interactions modes de déformation – modes de rupture

L'alliage 718 est un alliage qui présente une sensibilité à la fissuration assistée par l'oxydation (FAO) pour des températures appartenant à la gamme [500 -700°C]. La sensibilité à la fissuration assistée par l'oxydation est caractérisée par la présence des zones intergranulaires fragiles sur le faciès de rupture. En 2001, Fournier et al. [Fournier 2001] mettent en évidence un phénomène notable : en menant des campagnes d'essais de caractérisation de la sensibilité à la F.A.O. sur l'alliage 718 dans la gamme de températures [400-600°C] et pour une vitesse de déformation de  $5.10^{-7}s^{-1}$ , il apparaît que l'occurrence du phénomène de PLC est concomitante de la disparition d'un mode de rupture Intergranulaire Fragile (IGF) sur le faciès des éprouvettes. Selon ces auteurs, la forte localisation de la déformation dans des bandes macroscopiques lors de l'apparition du phénomène de PLC peut générer une vitesse de déformation locale en pointe de fissure trop importante pour être compatible avec la cinétique d'un phénomène de fissuration assistée par l'oxydation : ainsi, la rupture observée sur le faciès prend un caractère totalement ductile.

Cette interaction entre l'effet PLC et le mode de rupture d'un matériau sollicité en traction uniaxiale a été étudiée durant les travaux de thèse de Garat, Deleume et Ter-Ovanessian dans le but de mieux comprendre les mécanismes de couplage impliqués dans ces phénomènes et de les contrôler via des évolutions de microstructure [Deleume 2007, Garat 2008, Ter-Ovanessian 2008].

Lors de ses travaux de thèse, Garat [Garat 2008] explore la gamme de températures [150°C-700°C] et la gamme de vitesses de déformation [ $10^{-5}s^{-1}$ - $10^{-1}s^{-1}$ ] sur une coulée d'alliage 718 dans le but de déterminer le domaine d'existence de fissuration intergranulaire à caractère fragile. Lors d'essais sous air et pour des températures supérieures à 400°C, elle établit une correspondance entre disparition du mode de rupture fragile sur le faciès de rupture et occurrence du phénomène de PLC. Lorsque les essais sont menés sous atmosphère inerte ou sous vide secondaire, la rupture est transgranulaire, qu'il y ait ou non occurrence du phénomène de PLC.

Selon Garat, le déclenchement d'instabilités plastiques de type PLC diminue la contrainte locale au niveau des joints de grains, limitant l'amorçage, ou en pointe de défaut, empêchant la propagation : cet effet inhibe le développement d'un mode de rupture à caractère IGF. Les bandes de PLC dans un alliage comme le 718, réputé pour localiser considérablement la déformation, s'initieraient dans ces zones de forte contrainte / déformation. Ainsi, il existe une taille limite de la zone plastique en fond de fissure au-delà de laquelle l'effet PLC peut se propager sur plusieurs grains, modifiant par là même le mode de propagation du défaut créé : la taille de la zone plastique doit, en effet, être de dimension suffisante (plusieurs grains) afin de permettre une ré-homogénéisation de la déformation plastique entre grains adjacents.

En superposant ses résultats avec ceux de Fournier [Fournier 2001] et de Spilmont [Spilmont 1999], Garat établit une carte mode de rupture / mode d'écoulement apparaissant sur la Figure I-37 ci-après :

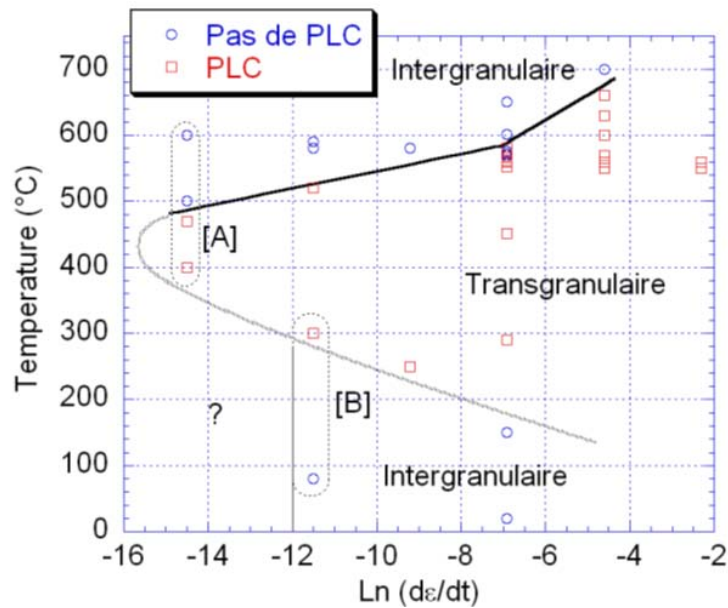


Figure I-37 Carte des modes de rupture et d'occurrence du phénomène de PLC d'une coulée d'alliage 718, d'après [Garat 2008]

Lorsque l'on représente sur un plan température-vitesse de déformation les essais de traction en distinguant selon qu'ils présentent ou non des instabilités de l'écoulement de type PLC, on peut mettre en évidence qu'il existe une transition nette entre les domaines ainsi définis qui peut se matérialiser sous forme d'une droite. Si l'on s'intéresse aux faciès de rupture des éprouvettes testées dans ces différentes conditions de sollicitation thermomécaniques (Figure I-38), on se rend compte que lorsque les essais sont pratiqués sous vide secondaire le faciès de rupture est systématiquement transgranulaire ductile. Par contre, lorsque l'on pratique ces essais sous air laboratoire, on constate que les essais pratiqués dans le domaine d'occurrence des instabilités de l'écoulement plastique de type PLC présentent un faciès transgranulaire ductile, alors que les essais pratiqués dans le domaine d'écoulement non saccadé, domaine de trainage des solutés, présente des zones de rupture à caractère intergranulaire.

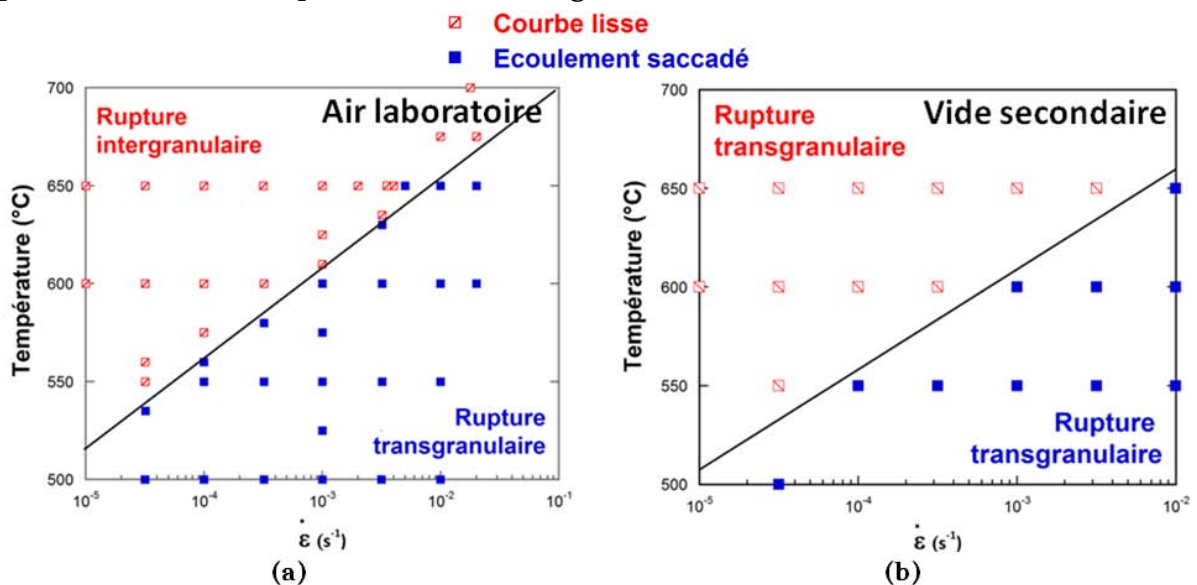


Figure I-38 Frontières entre les différents modes de rupture associés aux modes de déformation plastique (occurrence ou absence d'écoulement saccadé) en fonction de l'atmosphère d'essai de traction : sous air laboratoire (a), ou sous vide secondaire (b)



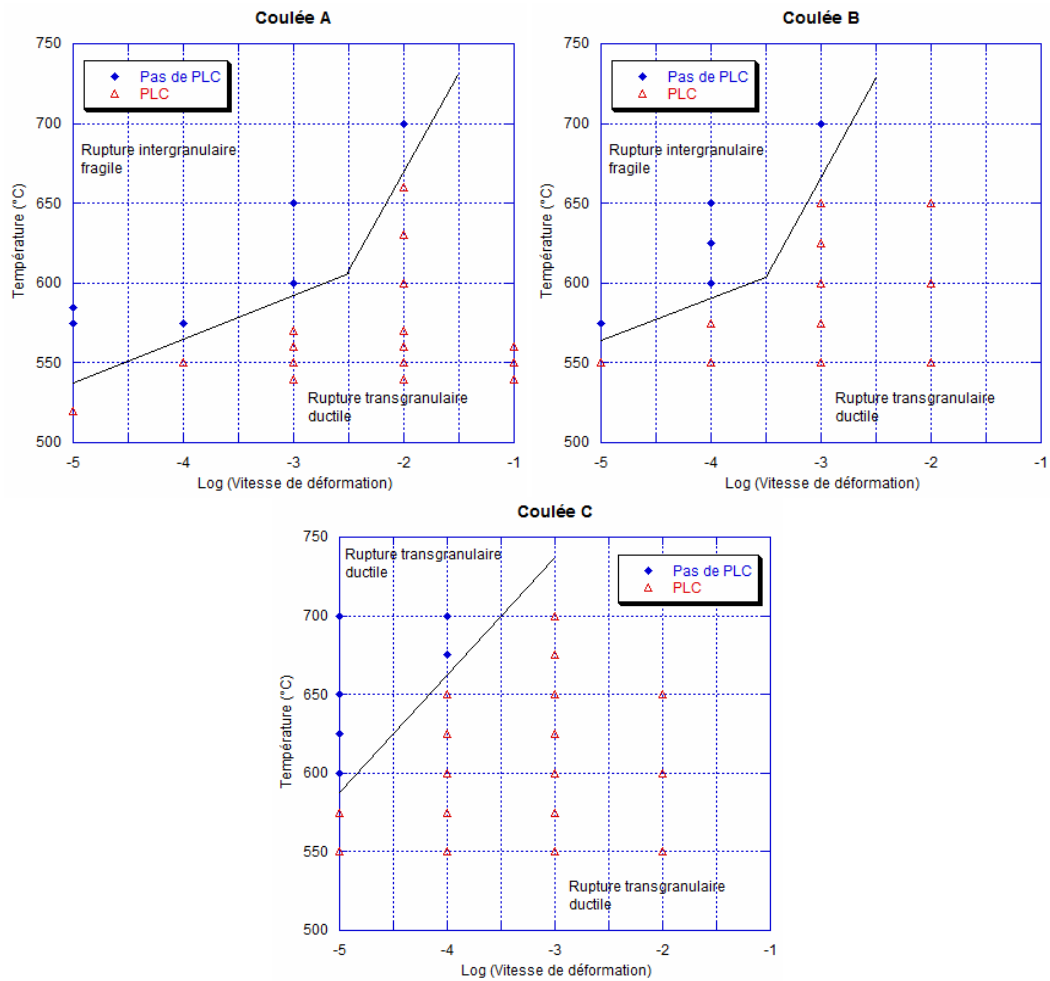
## Chapitre I - Bibliographie

---

Les essais pratiqués sous air montrent que, lorsque, pour une température donnée, on se place à une vitesse de déformation telle que l'on se situe à limite de la frontière qui existe entre PLC et DSA, le faciès de rupture post-mortem de l'éprouvette est totalement Transgranulaire Ductile (TGD). Si l'on pratique un essai à la même température, mais à une vitesse très légèrement inférieure, en mode DSA sans PLC, on observe un faciès de rupture présentant des zones IGF. Or, la variation de vitesse de déformation entre les deux essais est très faible.

Un grand nombre d'essais a été pratiqué qui mettent en évidence la parfaite répétabilité de ce phénomène. Ainsi on peut superposer aux cartes des modes de déformation (DSA ou PLC) la carte des modes de rupture (IG ou TGD) lors d'essai réalisés sous air laboratoire : les frontières entre les domaines sont superposées.

Dans la lignée des travaux de Fournier et de Garat, Deleume [Deleume 2007] réalise pour différentes coulées de l'alliage 718, présentant des indices de sensibilité à la fissuration assistée par l'oxydation différents, des tracés présentant de manière superposée les domaines de rupture TG / IG et les domaines d'occurrence ou non du phénomène de PLC. Les trois coulées A, B et C présentent toutes un domaine d'instabilité plastique type PLC qui est inclus dans le domaine exploré. Deleume montre que pour les coulées A et B le comportement est similaire à celui de la coulée sur laquelle avait travaillé Garat, à savoir que l'occurrence du phénomène de PLC lors de l'essai de traction est systématiquement associée à la disparition du mode IGF sur le faciès de rupture. La différence est que la frontière d'existence des instabilités plastiques est déplacée vers les plus basses vitesses de déformation d'environ une décade pour la coulée B. La coulée C présente quant à elle un faciès qui est systématiquement TGD, indépendamment de l'occurrence ou non du phénomène de PLC. De plus la frontière d'apparition du phénomène de PLC est déplacée vers les plus basses vitesses de déformation d'une décade par rapport à B et il semblerait que la pente soit modifiée, ce qui suggère un changement de mécanisme. Selon Deleume, c'est la forte localisation de la déformation à laquelle est sujet l'alliage 718 qui génère lors de la déformation plastique des zones de concentration de contrainte constituant des sites d'initiation des instabilités plastiques : le passage des bandes de PLC va tendre à décharger ces zones d'incompatibilité de déformation et de concentration de contrainte prévenant de fait l'amorçage de fissures à caractère intergranulaire. Cette idée est confortée par le fait que la coulée C présente quant à elle moins de zone de concentration de contraintes et présente un comportement polycristallin plus homogène que la coulée A.



Coulée	Carbone	Azote	Oxygène	Soufre
	ppm mass.	ppm mass.	ppm mass.	ppm mass.
A	581	87	39	3.3
B	340	69	24	2.4
C	261	42	12	2.6

Figure I-39 Déplacement des domaines de modes de rupture et d’occurrence du phénomène de PLC en fonction de la teneur en interstitiels du matériau, et composition nominale de différentes coulées d’alliage 718, d’après [Deleume 2007, Ter-Ovanessian 2008]

Le problème peut être considéré sous un autre angle : lors de l’apparition de bande de déformation localisée de type PLC, la vitesse de déformation locale dans les bandes est nettement plus élevée que la vitesse de déformation globale à laquelle se déroule l’essai de caractérisation. Cette bande est en fait une bande de striction, formant un angle d’environ 55° avec l’axe de sollicitation. Mais ce phénomène de striction, bien qu’intervenant dans une gamme de sollicitation telle que la sensibilité de la contrainte d’écoulement à la vitesse de déformation soit nulle ou légèrement négative, ne se traduit pas par une rupture immédiate de l’éprouvette. La bande de striction écroute localement le matériau et se propage de proche en proche vers la zone la moins écroutie. La rupture IG nécessite d’une part un endommagement intergranulaire par oxydation (que l’on sait être relativement réduit puisque dans les conditions standard d’essais, quelques centaines de nanomètres sont affectés au niveau du joint de grains lors de la mise en

tension) ainsi qu'une déformation lente qui soit compatible avec la cinétique d'oxydation IG en cours d'essai. Or la vitesse de déformation locale générée par le passage d'une bande PLC s'avère incompatible avec la cinétique du phénomène d'oxydation IG de l'environnement ; elle est de plusieurs ordres de grandeur supérieure à la vitesse de déformation imposée lors de l'essai. Par ailleurs, on peut également envisager que les chutes successives de contrainte caractéristiques de l'effet PLC lors de l'essai de traction peuvent avoir pour effet une mise en compression des zones plastiques générées en pointe de fissure IG s'étant développées dans les premiers pourcents de déformation plastique de l'essai. La mise en compression de ces zones rendrait alors inopérante le phénomène de propagation IG assistée par l'oxydation des amorces, ce qui expliquerait le caractère TGD de la rupture pour un essai dans le domaine d'occurrence de l'effet PLC.

Il apparaît donc que l'effet mécanique du mode de déformation généré par l'effet PLC rend impossible la propagation de fissures à caractère IG dans l'alliage 718. Par ailleurs, dans le domaine DSA, mais en l'absence d'effet PLC, on peut s'interroger sur la nature purement mécanique du phénomène d'endommagement IG dans l'alliage. En effet, une approche plus récente semble mettre en lumière la possibilité d'une origine chimique à la sensibilité du joint de grains à l'oxydation sous contrainte.

Les travaux de Ter-Ovanesian et al [Ter-Ovanesian 2008] ont porté sur l'effet de la teneur en interstitiels (C, N, O) dans l'alliage et sur la réponse en traction en termes de modes de déformation et de modes de rupture. La diminution de la teneur en interstitiels est en correspondance avec la diminution de l'indice de sensibilité et tend à déplacer la frontière d'occurrence du phénomène d'instabilités plastiques type PLC vers les plus basses vitesses de déformation. Ce comportement est mis en évidence par la Figure I-39. Le mécanisme suggéré repose sur la ségrégation aux joints de grains induite par le mouvement des dislocations. Lors du DSA, en l'absence de PLC, les dislocations mises en mouvement par la déformation plastique transportent leurs nuages d'interstitiels jusqu'aux joints de grains, enrichissant ainsi ces derniers. L'interaction entre ces éléments interstitiels et les pénétrations intergranulaires d'oxygène favorise les réactions de décohésion au niveau des joints de grains ce qui, sous l'effet de la forte localisation de la déformation à laquelle est sujet l'alliage 718, favorise la fissuration intergranulaire. A l'inverse, l'occurrence du phénomène de PLC génère un enrichissement moindre des joints de grains en espèces interstitielles, qui est incompatible avec l'endommagement lié au milieu. Cet enrichissement moindre intervient aussi pour l'alliage 718 présentant une teneur en interstitiels inférieure à une valeur seuil, c'est pourquoi pour la coulée C la rupture serait TGD et ce quel que soit le mode de déformation plastique.

Bien sûr, d'autres facteurs peuvent être pris en compte, en particulier le fait que le traitement appliqué pour abaisser la teneur en interstitiels de l'alliage fait évoluer la microstructure de l'alliage. En effet, ce traitement consiste en un maintien prolongé sous un gaz réducteur à une température suffisamment élevée pour faire précipiter de la phase delta. L'effet de ce changement microstructural avant traitement de vieillissement de l'alliage ne peut être négligé dans la réponse de l'alliage en termes de mode de rupture. Néanmoins, il reste que la frontière DSA / PLC se déplace vers les fortes températures et les faibles vitesses de déformation : ce fait expérimental n'est a priori pas imputable à la précipitation de phase delta car il a été montré, dans les travaux

de Nalawade et al. [Nalawade 2008], que la précipitation massive de phase delta ne modifie pas la position de la frontière d'occurrence et d'absence de l'effet PLC.

Si dans l'approche que nous proposons d'avoir dans ce manuscrit, l'effet PLC semble inhiber la rupture à caractère IG bien plus par des considérations mécaniques que par son incapacité à générer un enrichissement suffisant des joints grains, il n'en reste pas moins que dans le domaine DSA et en l'absence de PLC, l'importance prise par les phénomènes de ségrégation induite par la déformation ne peut pas être écartée. En effet, en l'absence d'écoulement saccadé et à haute température, on se situe dans un domaine de traînage des solutés par les dislocations mobiles lors de la déformation plastique. Ainsi, lors de la déformation, l'enrichissement progressif des joints de grains par des espèces en solution est plus que probable. Néanmoins, la nature exacte de ces espèces de solutés n'est pas connue avec certitude.

### I.3.2. Résumé

Les phénomènes de CSC et de fissuration IG assistée par l'oxydation résultent d'un phénomène de couplage dynamique entre la sollicitation mécanique appliquée au matériau et la dégradation produite par un environnement agressif. L'action synergique de ces deux phénomènes peut conduire à un endommagement important et à la ruine prématurée du matériau.

Selon les modes de sollicitation dans le domaine de déformation plastique de l'alliage 718, les modes de déformation vécus par l'alliage peuvent être différents (écoulement classique, ou saccadé). L'étude des interactions qui existent entre mode de déformation et mode de rupture dans cet alliage est donc un moyen d'identifier les variables mécaniques ou métallurgiques ayant une influence sur la sensibilité de l'alliage à ce type de mécanismes d'endommagement.

Deux approches principales peuvent être considérées pour expliquer ces mécanismes d'endommagement, qui sont soit d'origine mécanique, soit d'origine chimique. Si jusqu'ici la nature essentiellement mécanique de l'interaction entre plasticité et oxydation a été considérée comme cruciale, la piste chimique n'est pas à exclure. En particulier les phénomènes de ségrégation au niveau des joints de grains semblent revêtir une grande importance. Si les joints de grains dans l'alliage 718 sont de façon inhérente le siège d'une ségrégation héritée de la gamme de fabrication, il n'en reste pas moins que les conditions de service des pièces de structure sont à même de générer un enrichissement de ces interfaces en divers solutés. Lors des essais de caractérisation des propriétés mécaniques et de tenue à l'oxydation et à la corrosion de l'alliage dans les gammes de température de service (300-650°C) l'interaction entre dislocations mobiles et solutés diffusant est susceptible de permettre un transport à grande distance, depuis le grain vers les joints favorablement orientés. Un enrichissement de certains joints de grains en espèces transportées est donc susceptible d'intervenir lorsque le matériau est sollicité thermo-mécaniquement. Cette modification de la chimie du joint de grains peut le rendre plus sensible aux phénomènes de fissuration IG sous l'effet de l'oxydation.

La détermination de la nature des espèces enrichissant les joints de grains, que ce soit de façon statique ou bien dynamique, revêt donc une importance particulière dans l'objectif de mieux comprendre quels sont les paramètres chimiques présidant à l'endommagement IG dans un mode

## Chapitre I - Bibliographie

---

de dégradation de type CSC ou FAO et par là même proposer des modifications des procédés de fabrication afin de diminuer sa sensibilité à la FAO.





<b>II.</b>	<b>Matériaux et techniques expérimentales .....</b>	<b>61</b>
<b>II.1.</b>	<b>Matériaux d'étude .....</b>	<b>61</b>
II.1.1.	Matériau à la base de l'étude .....	61
II.1.2.	Variations sur le thème « alliage 718 » .....	61
II.1.3.	Mode d'élaboration .....	61
II.1.4.	Fournisseur et état de réception .....	62
II.1.4.1.	Alliage 718 .....	62
II.1.4.2.	Alliage 718-Nb .....	63
II.1.4.3.	Alliage 718 enrichi en Mo .....	65
II.1.4.4.	Alliage 625+ .....	65
<b>II.2.</b>	<b>Procédés d'usinage .....</b>	<b>66</b>
II.2.1.	Découpe des échantillons .....	66
II.2.2.	Rectification des zones affectées thermiquement .....	67
<b>II.3.</b>	<b>Techniques expérimentales .....</b>	<b>69</b>
II.3.1.	Machine de traction environnementale .....	69
II.3.2.	Pendule de Spectroscopie mécanique .....	71
II.3.2.1.	Dispositif expérimental .....	71
II.3.2.2.	Description du pendule de torsion inverse .....	73
II.3.2.3.	Système de soutien anti-vibration .....	74
II.3.2.4.	Système de vide .....	75
II.3.2.5.	Système électroniques .....	75
II.3.2.6.	Système de régulation de température .....	75
II.3.2.7.	Système mécanique .....	75
II.3.2.8.	Principe de mesure .....	77





## Chapitre II : Matériaux et techniques expérimentales

### II.1. Matériaux d'étude

#### II.1.1. Matériau à la base de l'étude

Le matériau de base de cette étude est l'alliage 718. Il se présente sous forme de feuillard ayant subi une gamme d'élaboration et de mise en forme typique de celle utilisée pour les applications nucléaires. Il s'agit d'un feuillard présentant une épaisseur intermédiaire dans la gamme de fabrication des feuillets utilisés pour l'emboutissage des ressorts de grille utilisés dans les REP. Cet alliage présente une microstructure bien recristallisée avec des grains équiaxes. L'alliage ne présente pas de phase delta et est durci par précipitation des phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$ .

Les travaux réalisés dans cette étude ont porté sur quatre alliages de compositions différentes mais présentant des microstructures similaires.

#### II.1.2. Variations sur le thème « alliage 718 »

Les autres alliages utilisés dans cette étude sont des alliages qui présentent des microstructures comparables à celle de l'alliage 718, en termes de tailles de grains, mais comportant des différences en termes de compositions.

Ainsi, les travaux ont porté sur deux alliages industriels (alliage 718 et 625+), et sur deux alliages modèles que sont un alliage de type « 718 enrichi en Mo » (718+Mo) et un alliage de type « 718 sans Nb » (718-Nb).

La composition des différents alliages est précisée dans le Tableau II-1 ci-après.

Tableau II-1- Composition chimique des différents alliages d'étude (%massique)

Élément	Ni	Fe	Cr	Nb	Ti	Al	Mo	Mn	Si	Co	C
Alliage 718	bal.	18.30	18.39	4.94	0.95	0.56	3.0	0.06	0.04	0.02	0.033
Alliage 718 - Nb	bal.	18.47	17.92	<0.001	1.01	0.52	2.92	0.12	0.06	0.044	0.06
Alliage 718 + Mo	bal.	14.44	18.6	5.13	1.01	0.53	4.44	0.1	0.12	0.03	0.03
Alliage 625+	bal.	3.60	21	3.5	1.5	0.2	8.0	0.1	0.05	0.02	0.03

#### II.1.3. Mode d'élaboration

Tous les alliages utilisés dans cette étude ont été élaborés par double fusion VIM puis VAR.

La mise en forme a ensuite été différente pour les alliages industriels et les alliages modèles. Les alliages industriels (718 et 625+) ont subi des étapes de forgeage et de laminage à chaud avant de subir des étapes de mise en forme à froid : laminage multipassé pour l'alliage 718, et étirage pour l'alliage 625+ ; ces étapes sont entrecoupées de recuits de recristallisation et de détensionnement.

Les alliages modèles (718+Mo et 718-Nb) ont été transformés en méplats par forgeage. L'alliage 718+Mo a de plus été laminé à chaud puis recuit.

### II.1.4. Fournisseur et état de réception

#### II.1.4.1. Alliage 718

Le feuillard d'alliage 718 utilisé dans cette étude provient de la coulée HT 0299EK et est produit par Ulbrich (USA). La mise en forme à froid du produit fini utilisé dans cette étude consiste en un laminage multipassé entrecoupé de recuits de recristallisation au défilé sous atmosphère réductrice. Pour des raisons de confidentialité, la gamme exacte ne peut ici être précisée. La dernière étape de recuit de recristallisation à haute température fait que l'alliage à l'état de réception est proche d'un état de solution solide et comporte des grains d'une taille de l'ordre de 10 à 20  $\mu\text{m}$ .

La plupart des essais de traction réalisés l'ont été sur l'alliage 718 dans l'état métallurgique qui est celui de son application industrielle, à savoir un état vieilli. Le traitement de vieillissement de l'alliage, qui lui confère ses excellentes propriétés en service, est le traitement selon le standard aéronautique, qui consiste en le cycle suivant :

- Montée en température depuis l'ambiante jusqu'à 720°C à raison de 30°C/minute
- Maintien à 720°C pendant 8 heures
- Descente en température depuis 720°C jusqu'à 620°C en deux heures (-0.83°C/min)
- Maintien à 620°C pendant 8 heures
- Refroidissement four éteint

Ce traitement assure la germination et la croissance des phases durcissantes  $\gamma'$  et  $\gamma''$  jusqu'à une fraction volumique adaptée, de l'ordre de 16 à 18%, qui confère à l'alliage ses excellentes propriétés en service. La précipitation des phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$  intervient pour l'essentiel lors du premier palier à 720°C ; la fonction du second palier à 620°C est principalement d'assurer l'homogénéisation de la microstructure afin d'accroître la stabilité thermique de la précipitation. Ce traitement permet en outre de ne pas entrer dans le nez de précipitation de la phase  $\delta$  dont la croissance se fait au détriment de la phase  $\gamma''$ . La microstructure de l'alliage à l'état de réception apparaît sur la Figure II-1. La morphologie et la répartition des précipités durcissants est l'objet de la Figure I-4 du Chapitre I.

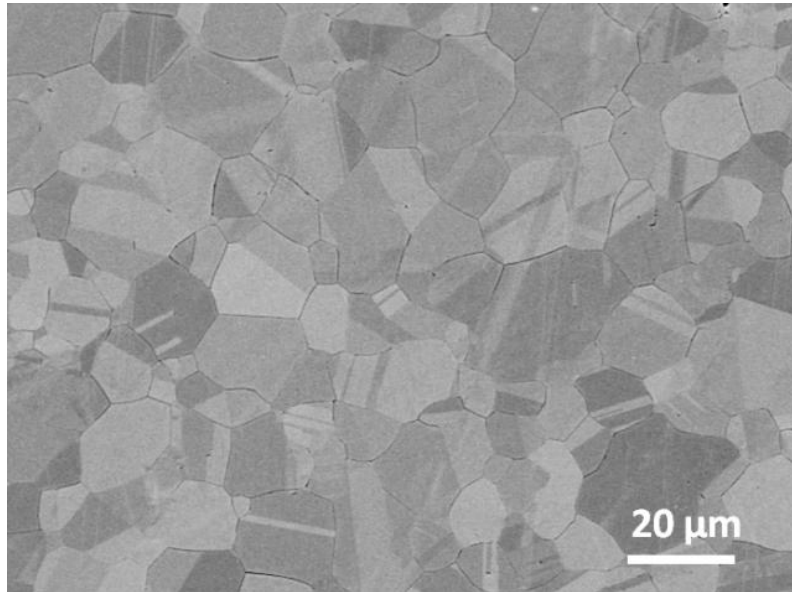


Figure II-1- Microstructure de l'alliage 718 à l'état vieilli, observation en MEB, électrons rétrodiffusés après attaque électrochimique à l'acide oxalique 10% (5V)

### II.1.4.2. Alliage 718-Nb

L'alliage 718-Nb a été approvisionné sous forme de lingots de 25x100x200 mm<sup>3</sup> par Arcelor Mittal, et correspondent à la coulée SV 416. Le matériau a été forgé à chaud au pilon à une température de l'ordre de 1200°C. Cet alliage n'a pas subi de traitement thermomécanique supplémentaire dans sa gamme de fabrication avant réception. La microstructure à l'état de réception est assez éloignée de celle souhaitée. Les grains présentent un mâclage important, ils sont mal recristallisés, et présentent deux populations de tailles : l'une de l'ordre de 20 μm l'autre de l'ordre de 100 μm. Cette microstructure est très différente de celle de l'alliage 718 industriel à l'état de réception, tel que l'illustre la Figure II-2.

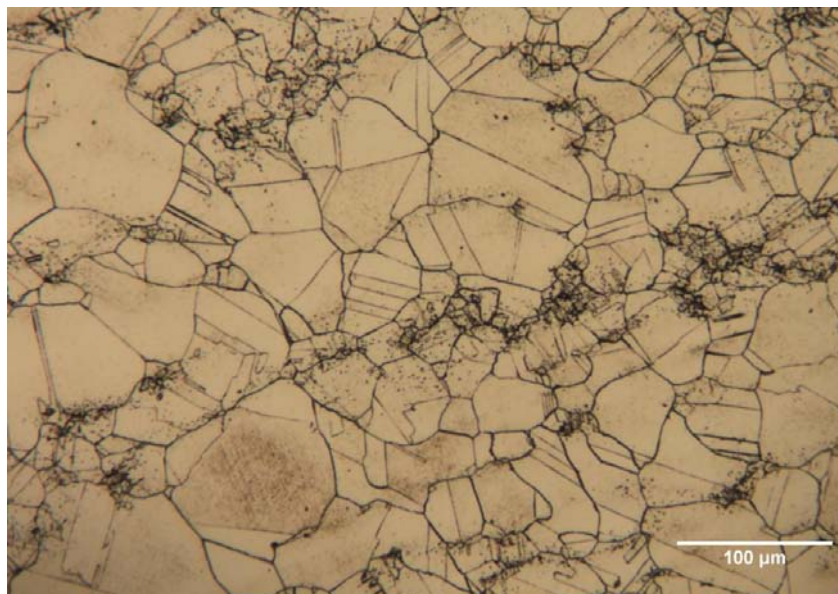
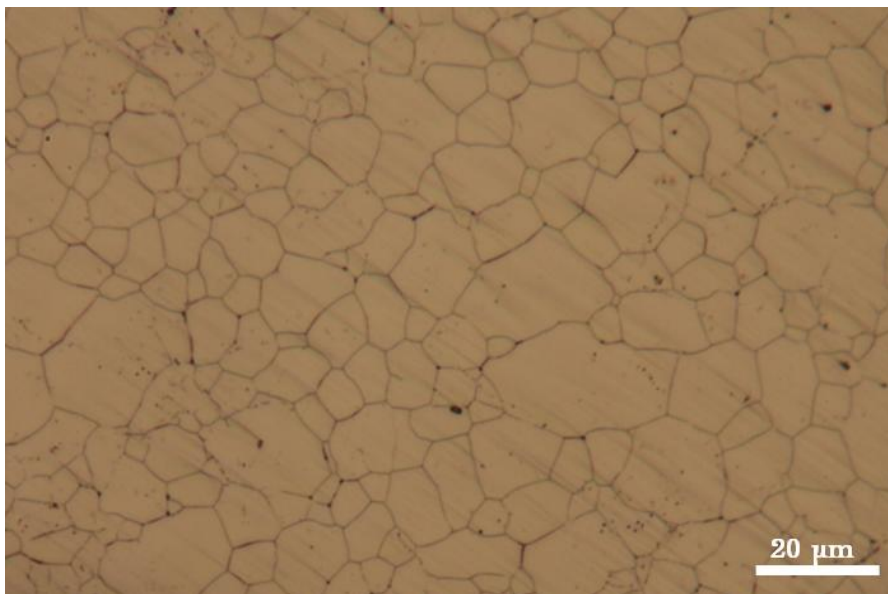


Figure II-2- Microstructure de l'alliage sans niobium à l'état de réception, observation en MO après attaque électrochimique à l'acide oxalique 10% (5V)

Recouvrer une taille de grains comparable à celle de l'alliage 718 industriel requiert l'application de traitements thermomécaniques complémentaires. Le moyen utilisé dans le cadre de cette étude a consisté à appliquer différentes passes de laminage à froid entrecoupées de recuits de recristallisation. Pour l'alliage modèle type 718 sans Nb, après découpe dans le lingot de plats de 2,0mm d'épaisseur, les traitements thermomécaniques (taux de réduction et temps de recuit associés) appliqués dans cet objectif ont été les suivants :

- Réduction d'épaisseur de 2 mm à 1,1mm (45%), puis recuit de 80 secondes à 1080°C
- Réduction d'épaisseur de 1,1 mm à 0,8 mm (27%), puis recuit de 60 secondes à 1080°C
- Réduction d'épaisseur de 0,8 mm à 0,6 mm (25%), puis recuit de 40 secondes à 1080°C

La gamme de traitements thermomécaniques a été ainsi pratiquée avec l'objectif d'obtenir de la matière usinable de 0.6 – 0.7 mm d'épaisseur. La microstructure finale des produits ainsi laminés à froid puis recuits entre passes de laminage est présentée en Figure II-3. Les traitements thermomécaniques appliqués ont permis de réduire la taille de grains de l'alliage même si cette dernière n'est pas parfaitement homogène. En effet on note la présence de plusieurs populations de tailles de grains, dont les tailles sont comprises entre 5 et 40  $\mu\text{m}$ . Néanmoins, la mesure de la taille de grains sur des surfaces suffisamment importantes du matériau indique une moyenne de l'ordre de 15 à 30 $\mu\text{m}$ .



**Figure II-3- Microstructure de l'alliage sans niobium après les étapes de traitements thermomécaniques appliquées, observation en MO après attaque électrochimique à l'acide oxalique 10% (5V)**

### II.1.4.3. Alliage 718 enrichi en Mo

L'alliage 718+Mo a été approvisionné sous forme de plats forgés de 7x105 mm<sup>2</sup> de section par Imphy et correspondant à la coulée TD 707. Les lingots ont été transformés en méplats par forgeage, puis laminés à chaud. Dans son état de réception, il présente une taille de grains de l'ordre de 20 à 40µm, bien recristallisés. On constate néanmoins localement la présence de phase delta, en particulier aux joints de grains. Un traitement de remise en solution lui a donc été appliqué. Cette remise en solution a été effectuée à 1050°C pendant 1 heure. Le traitement de revenu qui lui a été appliqué avant essais de caractérisation est le traitement de vieillissement suivant le standard aéronautique, identique à la gamme présentée pour l'alliage pour l'alliage 718. La microstructure du produit ainsi traité apparaît sur la Figure II-4.

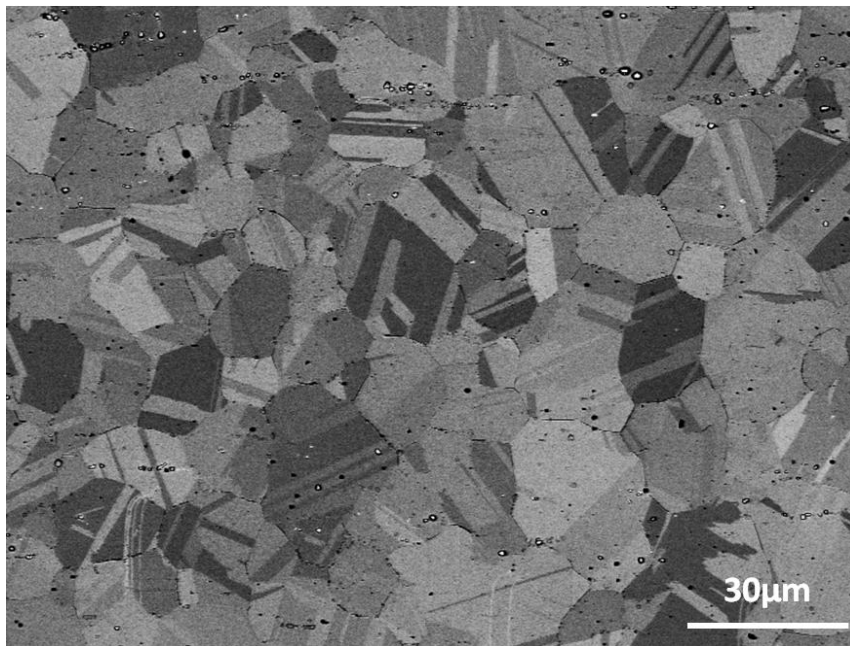


Figure II-4- Microstructure de l'alliage 718 enrichi en Molybdène après remise en solution 1 heure à 1060°C, observation en MEB en électrons rétrodiffusés après attaque électrochimique à l'acide oxalique 10% (5V)

### II.1.4.4. Alliage 625+

L'alliage 625+ est un alliage industriel élaboré par Carpenter et correspond à la coulée 90224. Le lingot a été forgé puis laminé à chaud. Finalement étiré à froid puis recuit 30 minutes à 1000°C, il se présente sous forme de plats de 4x20x800 mm<sup>3</sup> d'épaisseur. La microstructure à l'état de réception comporte des grains bien recristallisés et équiaxes, d'une taille moyenne de l'ordre de 15 à 30µm. Le traitement de revenu qui lui a été appliqué diffère de celui utilisé pour l'alliage 718 standard, il est décrit par le cycle suivant :

- Montée en température depuis l'ambiante jusqu'à 735°C à raison de 30°C/minute
- Maintien à 735°C pendant 8 heures
- Descente en température depuis 735°C jusqu'à 630°C en deux heures (-0.88°C/min)
- Maintien à 630°C pendant 8 heures
- Refroidissement four éteint

La microstructure de l'alliage après ce traitement de vieillissement apparaît sur la Figure II-5.

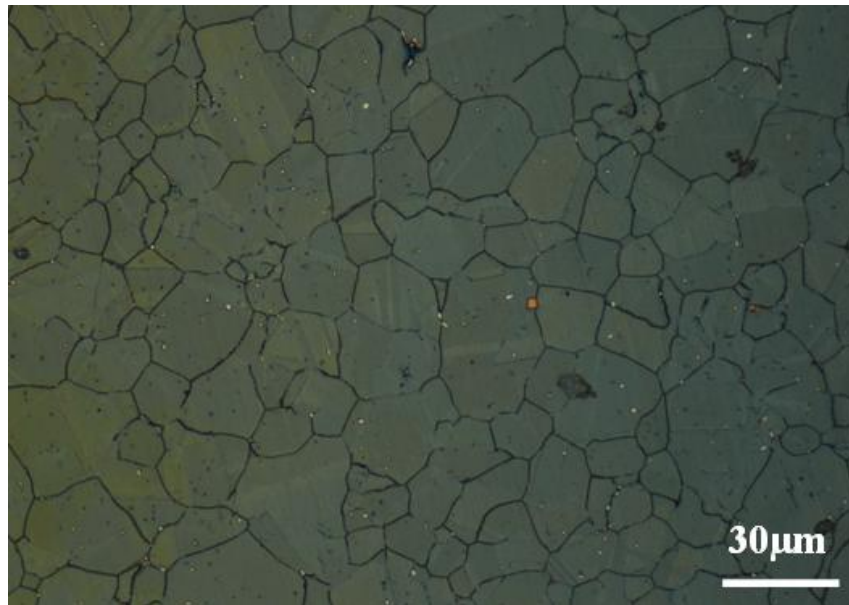


Figure II-5- Microstructure de l'alliage 625+ à l'état vieilli, observation en MO après attaque électrochimique à l'acide oxalique 10% (5V)

## II.2. Procédés d'usinage

### II.2.1. Découpe des échantillons

Comme nous venons de le voir, l'ensemble des matériaux étudiés sont disponibles sous forme de tôles minces (718 et 718-Nb) ou sous forme de plats (718+Mo et 625+). Les échantillons destinés aux différents types d'essais, ont été prélevés dans cet état pour les différents matériaux.

Les éprouvettes destinées à la traction, dont le schéma apparaît en Figure II-6, ont été découpées soit en découpe laser (alliage 718), soit en électroérosion par fil (718-Nb et 718+Mo). Pour l'alliage 718+Mo les éprouvettes ont été débitées en découpe par fil à partir de profils.

Les échantillons de frottement intérieur (FI) sont des lamelles de section 5x50 mm<sup>2</sup>, et d'une épaisseur comprise entre 0,5 et 0,9mm. Ils ont été découpés soit en microtrouçonnage (alliage 718), soit par électroérosion par fil pour tous les autres échantillons.

Pour certains essais de frottement intérieur, sur alliage 718 prédéformé, une géométrie spécifique d'éprouvettes de traction a été conçue, dont la zone utile présente les dimensions d'un échantillon de FI. Cette géométrie apparaît sur la Figure II-7.

### II.2.2. Rectification des zones affectées thermiquement

Toutes les surfaces usinées ont été reprises de façon à éliminer les modifications de surfaces dues à l'usinage. Pour les éprouvettes de traction, cette opération a été effectuée sur la tranche de la longueur utile (en accolant un grand nombre d'éprouvettes sur un outillage spécialement développé). Pour l'alliage 718+Mo, il a également été nécessaire de réaliser une rectification des surfaces planes (faces) en plus des parties latérales des zones utiles. Les faces des éprouvettes ont ensuite été polies au papier SiC aux grades 600 et 1200.

Pour les échantillons destinés au frottement interne, un polissage au papier SiC jusqu'au grade 1200 a été pratiqué sur toutes les faces.

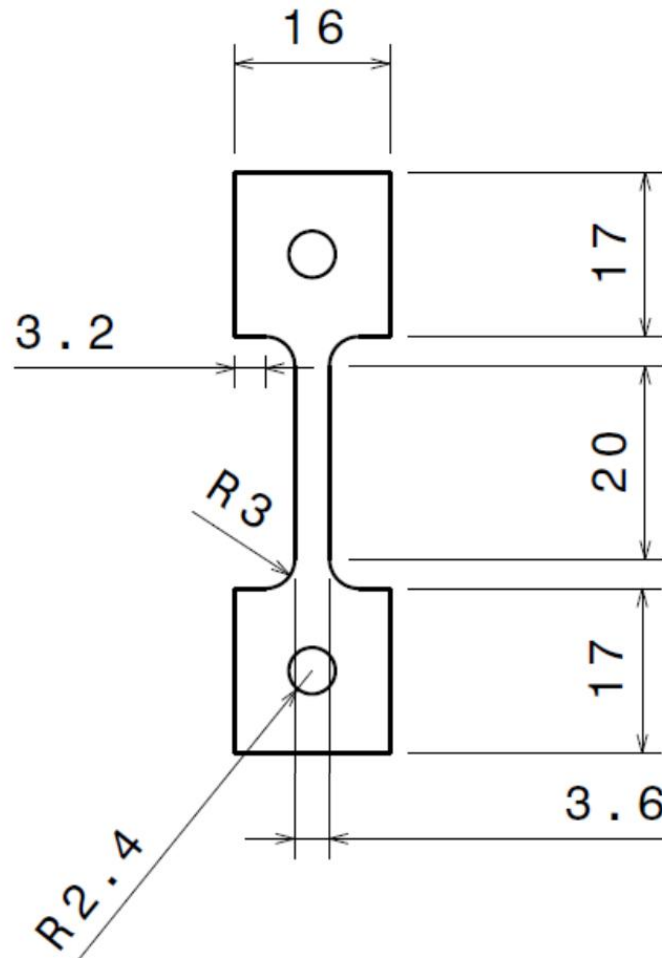
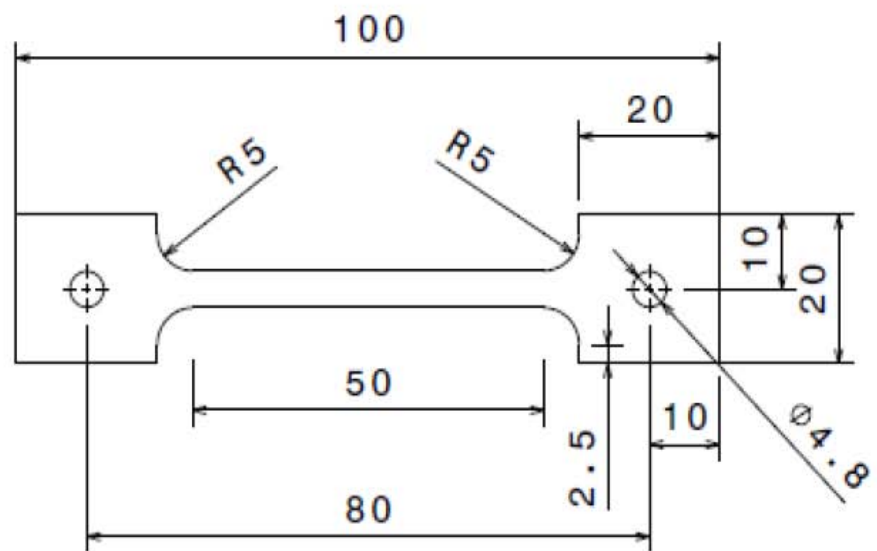


Figure II-6- Géométrie des éprouvettes de traction avant rectification latérale de la zone utile (épaisseur comprise entre 0,5 et 0,8mm)

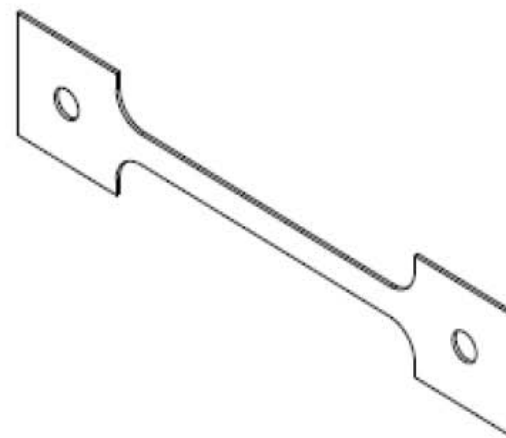




Vue de face  
Echelle : 1:1



Vue de dessus  
Echelle : 1:1



Vue isométrique  
Echelle : 1:1

Figure II-7- Géométrie des éprouvettes de traction en alliage 718 dont la zone utile est un échantillon de frottement interne

## II.3. Techniques expérimentales

### II.3.1. Machine de traction environnementale

Le dispositif utilisé pour la réalisation des essais de traction de cette étude est une machine de traction/compression électro-mécanique MTS™ équipée d'une enceinte environnementale permettant de travailler sous atmosphère contrôlée (vide secondaire ou gaz) et à des températures pouvant aller jusqu'à 1100°C grâce à un four à lampes (image). Le dispositif apparaît sur la Figure II-8. La capacité de la cellule de charge est de 5kN et sa sensibilité de 1N. Les essais sont contrôlés par le logiciel Testworks™. Le déplacement de la traverse est piloté par une vis à bille actionnée par un moteur pas-à-pas. La limite inférieure de vitesse de déplacement traverse est de l'ordre de 0,2µm/s, ce qui correspond, pour la géométrie d'éprouvettes utilisées, à une vitesse de déformation initiale de 10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>. Le suivi de déformation des éprouvettes au cours des essais est réalisé et enregistré au moyen d'un dispositif d'extensométrie laser, mesurant le déplacement relatif de deux drapeaux soudés par points sur les têtes d'éprouvettes (Figure II-9). La régulation thermique et le contrôle de température au niveau de la zone utile de l'éprouvette se font au moyen de deux thermocouples de type K également soudés par points.

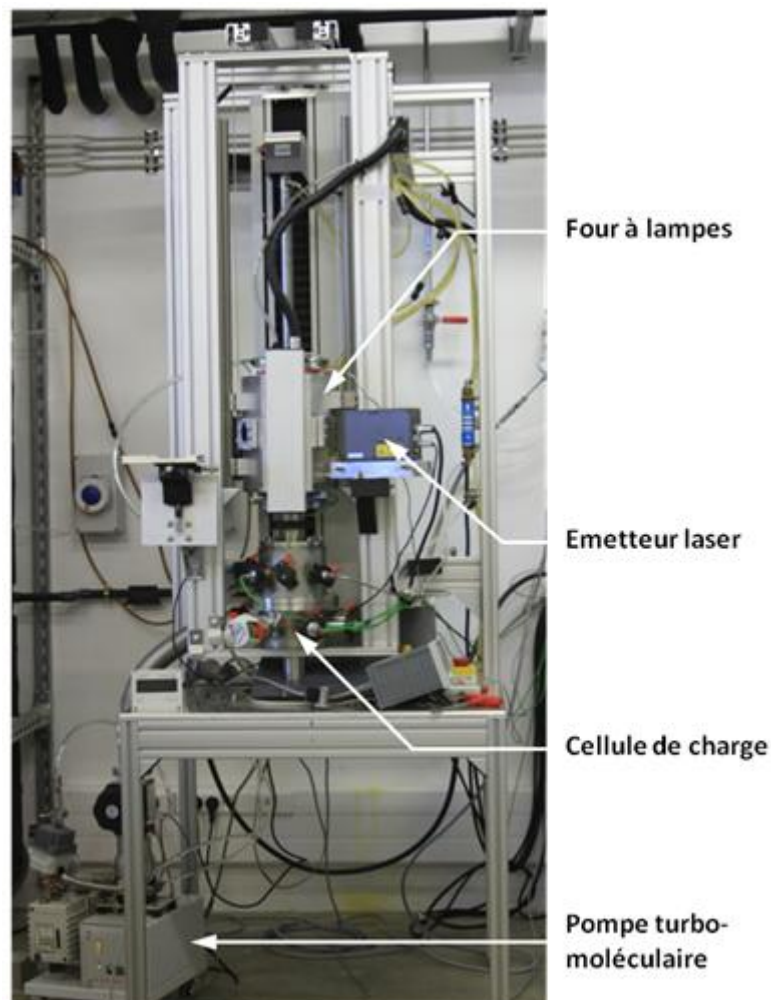


Figure II-8- Machine de traction environnementale haute température

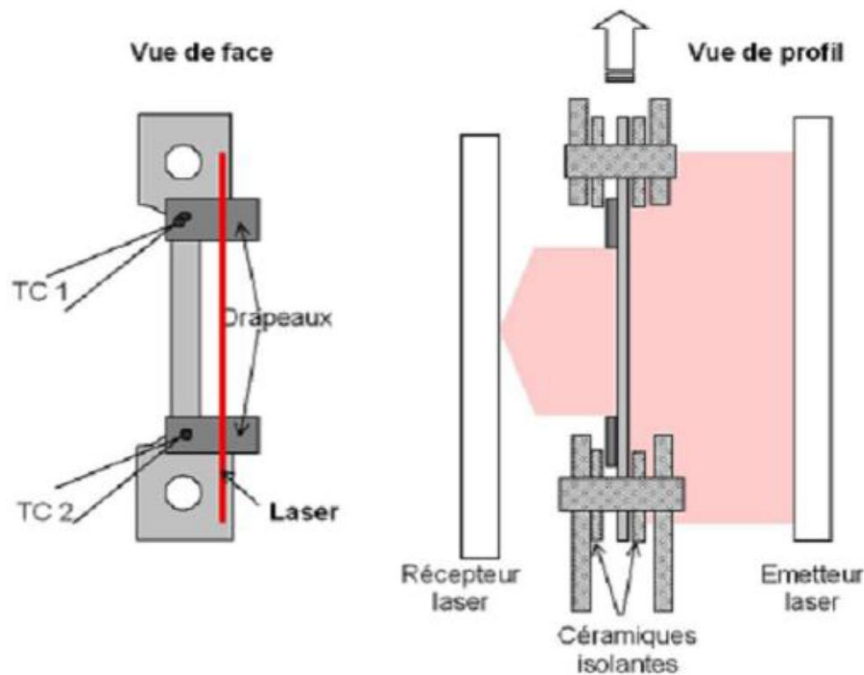


Figure II-9 Principe de la mesure de déformation par extensométrie laser

Les essais pratiqués ont permis d'explorer des gammes de températures de 300 à 700°C et de vitesses de déformation allant de  $10^{-5}$  à  $10^{-1}$  s<sup>-1</sup>. La procédure standard des essais réalisés est la suivante :

- L'éprouvette est maintenue en traction sous un effort réglé de  $F=10N\pm 2N$  durant toute la durée du chauffage. La température de consigne est atteinte avec une vitesse de chauffe de 30°C/min.
- L'éprouvette est maintenue à la température de consigne pendant une durée de 10min±2min, temps nécessaire pour assurer l'homogénéité de température au niveau de la zone utile de l'éprouvette et éviter la dilatation thermique au niveau de la ligne en cours d'essai.
- La vitesse de déplacement de la traverse est fixée de manière à atteindre la vitesse de déformation initiale de l'éprouvette souhaitée
- Le four est éteint à la rupture de l'éprouvette.

Le logiciel Testworks™ permet le traitement des données par la génération d'un fichier texte contenant toutes les variables nécessaires au traitement des essais, en particulier la force  $F$  et le déplacement  $\Delta L$ . Au cours des différents essais, les grandeurs utilisées pour le tracé des courbes de traction exploitées par la suite sont la déformation vraie et la contrainte vraie, données par les formules suivantes :

$$\varepsilon = \ln \left( 1 + \frac{\Delta L}{L_0} \right)$$

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \left( 1 + \frac{\Delta L}{L_0} \right)$$

Où  $S_0$  et  $L_0$  sont respectivement la section initiale et la longueur initiale de la zone utile de l'éprouvette de traction. La limite d'élasticité mesurée,  $\sigma_{el}$ , est la contrainte d'écoulement à 0,2% de déformation plastique.

Ce protocole est généralement utilisé pour tester des éprouvettes plates. Les éprouvettes sont testées en traction jusqu'à rupture. Le faciès de rupture peut alors être analysé par observation au microscope électronique à balayage afin de déterminer le mode de rupture, et mesurer l'indice de sensibilité à la rupture intergranulaire fragile tel que défini dans le chapitre III-C.

La mise sous vide est rendue possible par la présence d'une pompe turbo-moléculaire couplée à une pompe primaire. Le niveau de vide atteint par ce système de pompage est de l'ordre de  $10^{-5}$  mbar à température ambiante, et de l'ordre de  $5 \times 10^{-5}$  mbar à une température de 650°C.

### II.3.2. Pendule de Spectroscopie mécanique

Le pendule de spectroscopie mécanique utilisé est un pendule de type inverse. L'ensemble du dispositif comporte différents éléments qui sont décrits dans ce paragraphe.

#### II.3.2.1. Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental du pendule de frottement interne utilisé dans cette étude apparaît sur la Figure II-10. Les principaux éléments constitutifs de l'installation y sont indiqués.

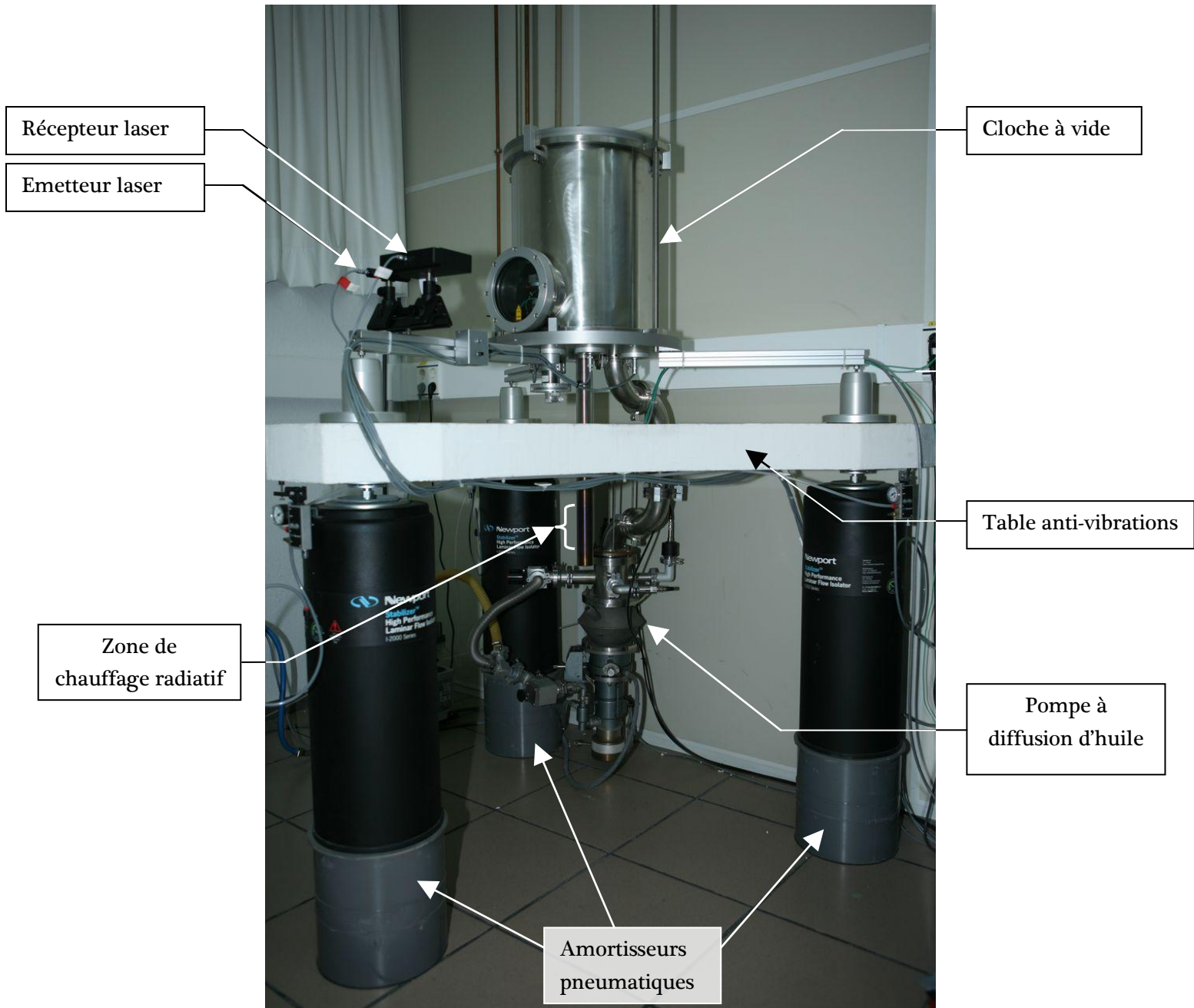


Figure II-10- Dispositif du pendule de frottement interne haute température fermé

L'ouverture de la cloche à vide donne accès à la partie électromécanique du pendule de frottement interne, tel que représenté sur la Figure II-11.

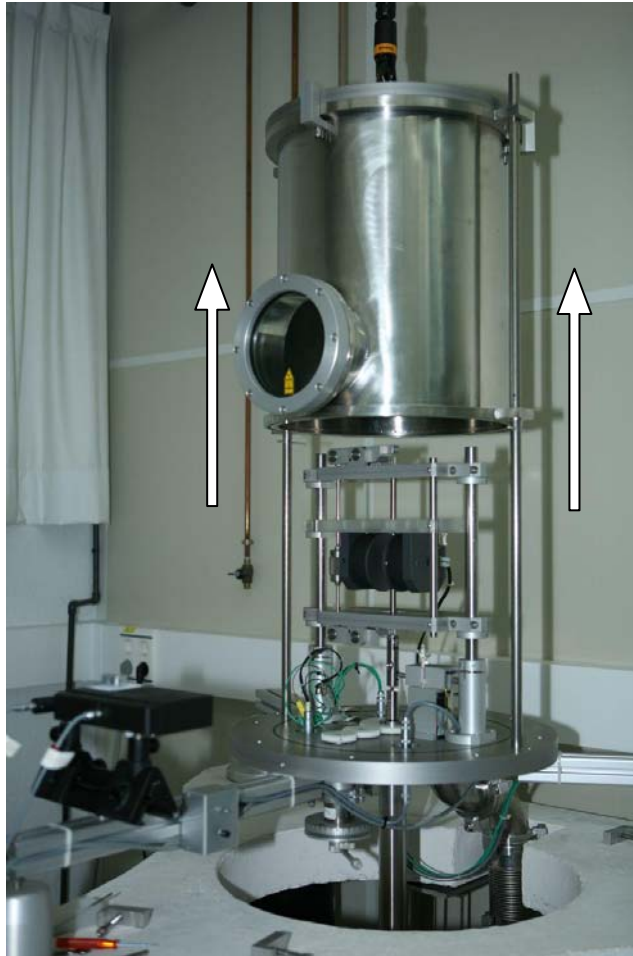


Figure II-11- Partie mécanique du pendule de frottement interne

### II.3.2.2. Description du pendule de torsion inverse

La Figure II-13 est une représentation schématique du principe de fonctionnement du pendule de spectroscopie mécanique. La configuration inversée du pendule de torsion permet d'équilibrer le système au moyen d'un contrepoids qui élimine les contraintes longitudinales sur l'échantillon, ce qui constitue un point critique dans le cadre d'essais à très haute température au cours desquels l'échantillon pourrait être déformé en fluage au cours de la manip avec un montage conventionnel. L'axe d'oscillation du pendule est conçu de manière à ne posséder qu'un seul degré de liberté grâce à un système de rotation et un système de suspension équilibré avec un contrepoids. L'excitation cyclique du pendule est réalisée au moyen d'un système d'aimants permanents et de bobine de Helmholtz, où l'aimant est solidaire de l'axe de rotation et les bobines sont fixes dans le référentiel du laboratoire. L'échantillon fixé sur l'axe d'oscillation du pendule par des mors est lié à la base du système mécanique, de telle manière que lorsque l'on applique une tension alternative dans les bobines, elle est transmise à l'axe à travers l'aimant permanent, si bien qu'une force de torsion est transmise à l'échantillon. La tension appliquée est proportionnelle au courant qui traverse les bobines, et la fréquence d'oscillations de la tige mobile est la fréquence du signal alternatif appliqué. La réponse du système est captée par une cellule photo-électrique par la réflexion d'un faisceau laser dans un miroir de haute qualité optique solidaire de la tige

mobile du système. L'installation travaille sous un vide secondaire poussé, de l'ordre de  $10^{-6}$  mbar, et est munie d'un système de régulation de température de l'échantillon.

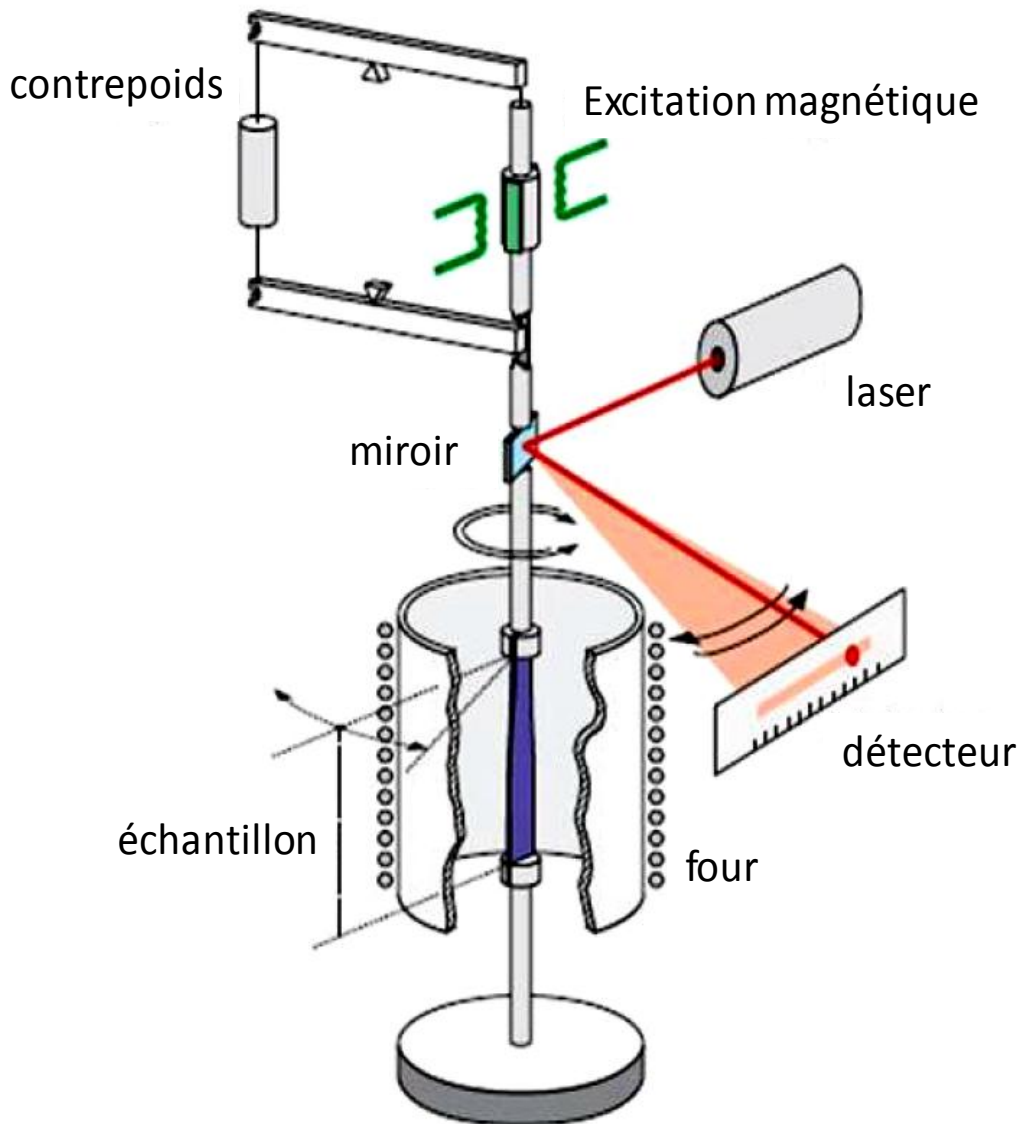


Figure II-12- Schéma des principaux éléments constitutifs et du principe de fonctionnement du pendule de frottement interne, d'après P. de Simas Soto

### II.3.2.3. Système de soutien anti-vibration

Ce système assure la stabilité du dispositif mécanique du pendule. Du point de vue fonctionnel, l'objectif est de filtrer les vibrations et de permettre l'absorption d'efforts mécaniques via deux plaques de marbre et trois amortisseurs pneumatiques situés sur des bases de béton. Les amortisseurs pneumatiques à flux laminaire Newport I-2000 filtrent les vibrations qui proviennent des structures du bâtiment et absorbent les efforts mécaniques à la fois, permettant ainsi de maintenir le pendule à niveau pour assurer une parfaite axialité de la tige d'oscillations.

### II.3.2.4. Système de vide

Les mesures à haute température nécessitent un design d'équipement permettant d'atteindre un vide poussé tout en évitant la surchauffe par convection de la mécanique du pendule, ainsi que la contamination et l'oxydation des échantillons à haute température. De plus, la présence d'un vide poussé minimise le bruit dû à la transmission des vibrations acoustiques provenant de l'extérieur. Le vide est réalisé à l'intérieur d'une cloche qui isole toute la mécanique du système de l'extérieur et vient s'appuyer sur un plateau qui est relié au système de pompage. La cloche se retire du système grâce à un système de palan électrique. Le système de pompage est constitué d'une pompe primaire couplée à une pompe à diffusion d'huile.

Les dispositifs électroniques nécessaires au fonctionnement du pendule apparaissent sur la Figure II-14.

### II.3.2.5. Système électroniques

Le système électronique de génération du signal permet de produire une oscillation du pendule d'amplitude et de fréquence parfaitement contrôlées. Le signal d'excitation est une tension sinusoïdale produite par le générateur intégré dans un analyseur de réponse en fréquence de type Solartron™ 1250E, et transmis vers les bobines de Helmholtz par un amplificateur opérationnel Kepco Bop 20-5M.

L'angle de torsion de l'échantillon est détecté par le suivi du déplacement du faisceau laser réfléchi dans le miroir de haute qualité optique solidaire de la ligne vers une cellule photovoltaïque. Ce signal est filtré et amplifié puis envoyé vers le voltmètre Agilent. L'analyseur de fréquence compare le signal d'excitation et le signal de réponse de manière à déterminer l'angle de déphasage et leur rapport d'amplitudes. La déformation est donnée par la formule  $\varepsilon = \theta d/2l$ , où  $d$  et  $l$  sont respectivement l'épaisseur et la longueur de l'échantillon.

### II.3.2.6. Système de régulation de température

Ce système permet de faire varier la température de l'échantillon de façon contrôlée et est composé d'un four résistif, d'une unité d'alimentation et d'un contrôleur PID. Le chauffage se fait par radiations. Un régulateur Eurotherm™ 3504 adapte la puissance envoyée au four à travers l'unité d'alimentation Delta Elektronika™ SM 300-10 D, de puissance maximale 3 kW. La mesure de température est réalisée via deux thermocouples, un TC de régulation situé au niveau du four, et un TC de contrôle situé au niveau du mors inférieur de l'échantillon.

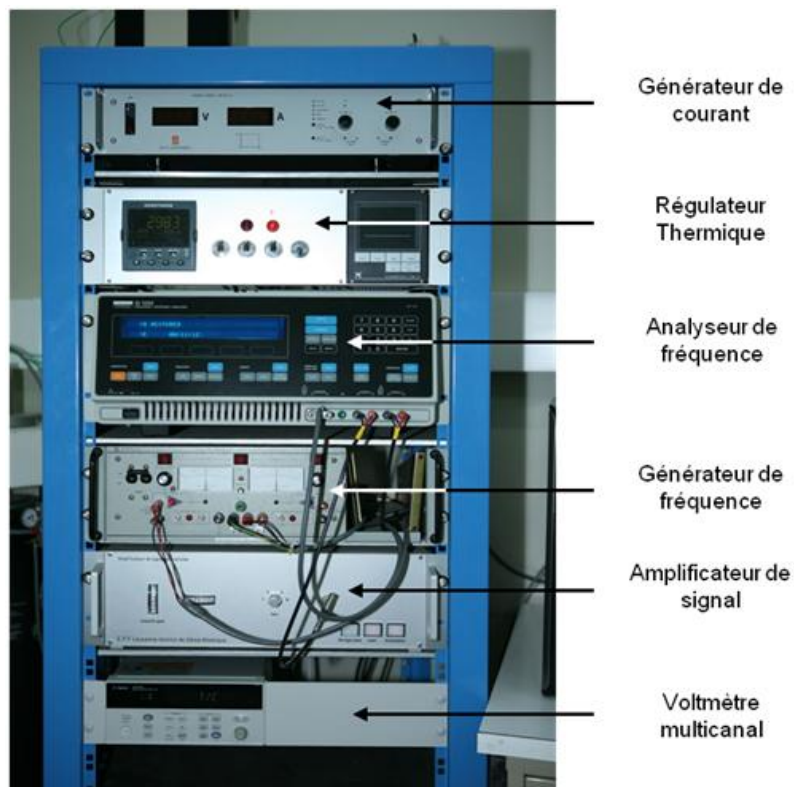
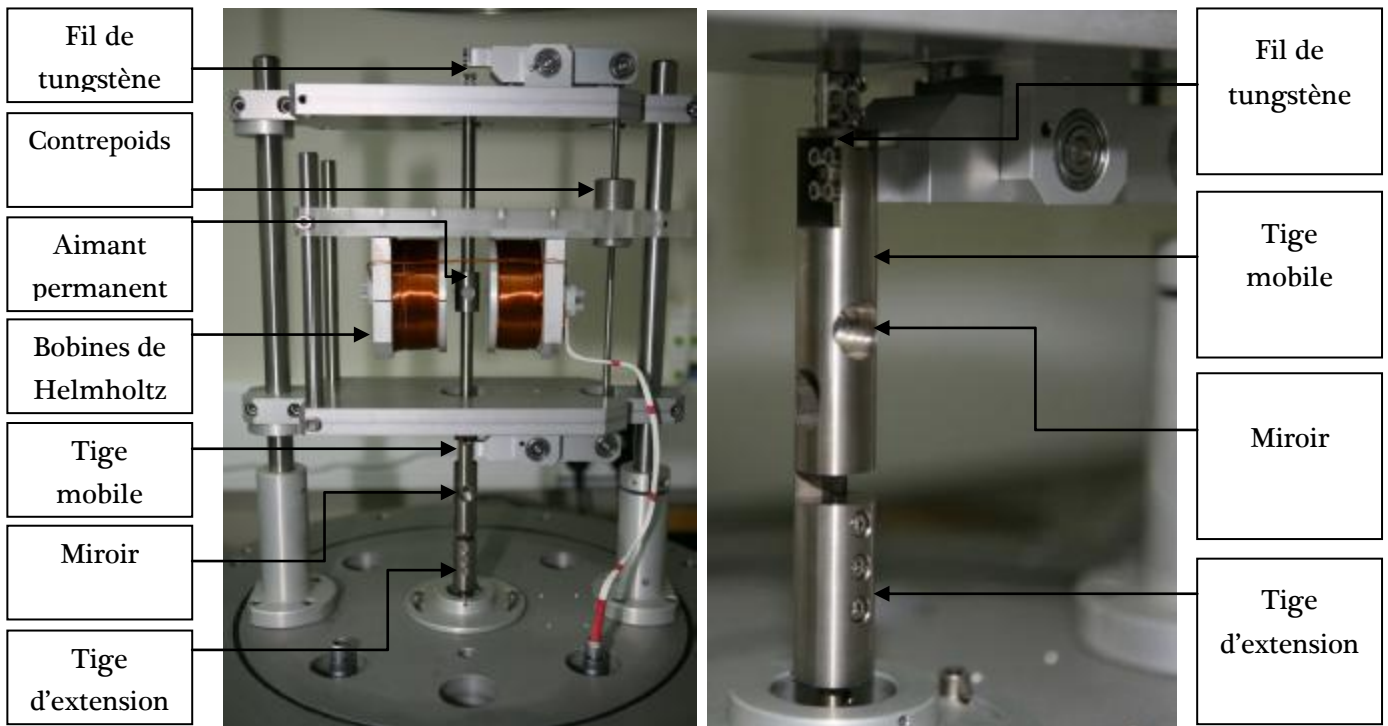
### II.3.2.7. Système mécanique

Le système électromécanique du pendule de frottement interne apparaît sur la Figure II-13. Un système de suspensions, composé de deux dispositifs à bascules, permet de compenser les dilatations thermiques de la tige mobile. La tige mobile est liée à ces deux bascules grâce à deux fils de torsion en tungstène et est équilibrée par un contrepoids qui met le système sous tension, évitant les efforts parasites sur l'échantillon. Le champ magnétique généré au niveau des bobines



## Chapitre II - Matériaux et techniques expérimentales

de Helmholtz agit sur l'aimant permanent solidaire de la canne mobile et applique un couple de torsion sur l'échantillon.



### II.3.2.8. Principe de mesure

Le système de bobines de Helmholtz permet d'appliquer une force qui entraîne la torsion de l'échantillon. La contrainte imposée à l'échantillon est sinusoïdale et d'amplitude contrôlée :  $\sigma^* = \sigma_0 e^{i\omega t}$ , où  $\sigma_0$  est l'amplitude de contrainte et  $\omega$  la pulsation ( $\omega = 2\pi f$ , où  $f$  est la fréquence).

Un système d'émetteur / récepteur laser permet, grâce au miroir fixé sur la ligne une mesure de la déflexion de la ligne et l'accès à la réponse en déformation de l'échantillon. Le matériau étant viscoélastique linéaire, cette déformation résultante sera également sinusoïdale et de même fréquence que la contrainte appliquée, mais présentant un déphasage avec la contrainte d'un angle  $\phi$ . Cette déformation peut donc être écrite de la façon suivante :  $\varepsilon^* = \varepsilon_0 e^{i(\omega t - \phi)}$ , où  $\varepsilon_0$  est l'amplitude de déformation et  $\phi$  l'angle de perte.

L'amplitude de contrainte est adaptée à chaque échantillon de telle manière qu'à température ambiante, l'amplitude de déformation soit de l'ordre de  $\varepsilon_0 = 10^{-5}$ . L'échantillon est donc sollicité avec une amplitude très faible dans son domaine élastique.



<b>III.</b>	<b>Résultats et Interprétations .....</b>	<b>81</b>
<b>III.1.</b>	<b>Analyse des essais de traction .....</b>	<b>81</b>
III.1.1.	Campagne d’essais de traction sur l’alliage 718 à l’état vieilli .....	82
III.1.1.1.	Méthodes de détermination des énergies d’activation apparentes : .....	82
III.1.1.2.	Résumé des résultats expérimentaux.....	93
III.1.1.3.	Interprétation des résultats expérimentaux.....	94
III.1.2.	Campagne d’essais de traction sous vide secondaire .....	96
III.1.3.	Essais de traction sur l’alliage 718 enrichi en Mo, à l’état vieilli .....	97
III.1.3.1.	Résumé des résultats expérimentaux.....	97
III.1.3.2.	Interprétation des résultats .....	99
III.1.4.	Essais de traction sur l’alliage 718 sans Nb .....	100
III.1.5.	Résumé .....	102
<b>III.2.</b>	<b>Spectroscopie mécanique .....</b>	<b>104</b>
III.2.1.	Phénoménologie.....	104
III.2.2.	Frottement Intérieur et Module Dynamique .....	105
III.2.3.	Mécanismes thermiquement activés .....	108
III.2.4.	Processus de relaxation dans les alliages métalliques .....	109
III.2.4.1.	Défauts ponctuels .....	109
III.2.4.2.	Dislocations .....	109
III.2.5.	Spectroscopie mécanique .....	110
III.2.6.	Procédure d’essai .....	111
III.2.7.	Echantillons étudiés en frottement intérieur.....	111
III.2.7.1.	Nature des échantillons étudiés .....	111
III.2.7.2.	Origine du choix des échantillons analysés.....	112
III.2.7.3.	Exemple d’analyse d’un pic de frottement intérieur.....	113
III.2.7.4.	Interprétations.....	121
III.2.8.	Résumé .....	127
<b>III.3.</b>	<b>Couplages Mécanique-Oxydation/Rupture .....</b>	<b>128</b>
III.3.1.	Effet de la vitesse de déformation sur la sensibilité à FIGAO.....	131
III.3.2.	Effet de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique de l’alliage .....	132
III.3.3.	Effet de couplage entre vitesse de déformation et atmosphère d’essai .....	135
III.3.4.	Interaction entre modes de déformation et modes de rupture .....	139
III.3.5.	Changement de régime d’écoulement en cours d’essai : effet sur l’endommagement IG..	141
III.3.6.	Changement de d’atmosphère en cours d’essai : effet sur l’endommagement IG.....	143
III.3.7.	Effet d’un pré-écrouissage avant traitement thermique de vieillissement aéronautique sur la réponse de l’alliage 718 en termes d’indices de sensibilité à la FIGAO et de propriétés mécaniques macroscopiques.....	145
III.3.8.	Résumé .....	148



## Chapitre III : Résultats et Interprétations

### III.1. Analyse des essais de traction

Le détail de l'ensemble des essais de traction réalisés au cours de cette étude est porté en Annexe 1, Tableaux 1 à 3.

L'analyse des courbes contrainte-déformation vraies sur les campagnes d'essais de traction réalisées donne accès à des informations précieuses sur l'évolution du comportement en traction de l'alliage en fonction de la température et de la vitesse de déformation. Dans le cadre de l'étude sur l'effet PLC de l'alliage, différentes grandeurs sont quantifiées de façon à accéder grâce à différents modèles aux énergies d'activation apparentes associées à l'occurrence de l'effet PLC dans l'alliage. Ces énergies sont susceptibles de nous renseigner sur la nature des éléments chimiques impliqués dans l'interaction avec les dislocations mobiles. Les paramètres pris en compte lors du traitement des courbes de traction pour chaque couple  $(T, \dot{\epsilon})$  d'essai sont :

L'absence ou l'occurrence des instabilités de l'écoulement plastique

La mesure de la déformation critique d'apparition des instabilités plastique  $\epsilon_c$

L'amplitude des chutes de contrainte de ces instabilités  $\Delta\sigma$

Dans cette partie, sont décrits les modèles et équations utilisés pour accéder aux énergies d'activation de l'effet PLC ainsi que les résultats expérimentaux issus du traitement réalisé à partir des différents essais. Enfin, une interprétation de ces résultats sera donnée par comparaison des énergies d'activation déterminées par les différentes méthodes avec les énergies de migration de différentes espèces dans l'alliage 718. L'apparence typique des courbes de traction obtenues est portée sur la Figure III-1.

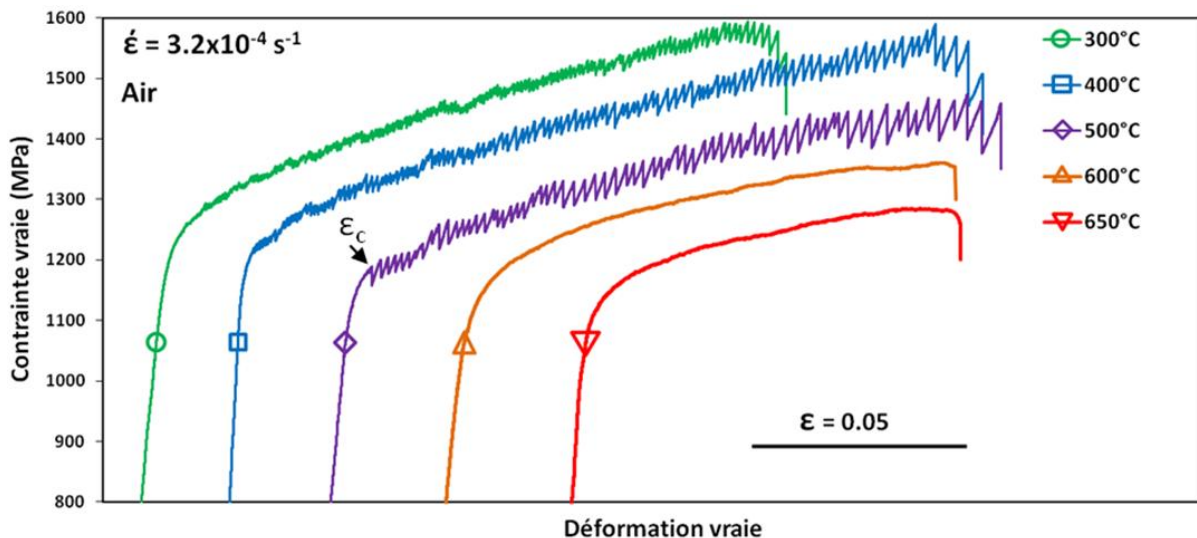


Figure III-1 Courbes de traction de l'alliage 718 à l'état vieilli pour une vitesse de déformation de  $\dot{\epsilon} = 3,2 \times 10^{-4} s^{-1}$  pour différentes températures d'essai. Mise en évidence la déformation plastique critique d'apparition de la première instabilité de l'écoulement plastique  $\epsilon_c$ . Les courbes sont décalées pour une meilleure visualisation.

III.1.1. Campagne d'essais de traction sur l'alliage 718 à l'état vieilli

L'ensemble des essais pratiqués sous air sur l'alliage 718 à l'état vieilli est reporté sur le graphique de la Figure III-2 pour les différents couples température – vitesse de déformation utilisés.

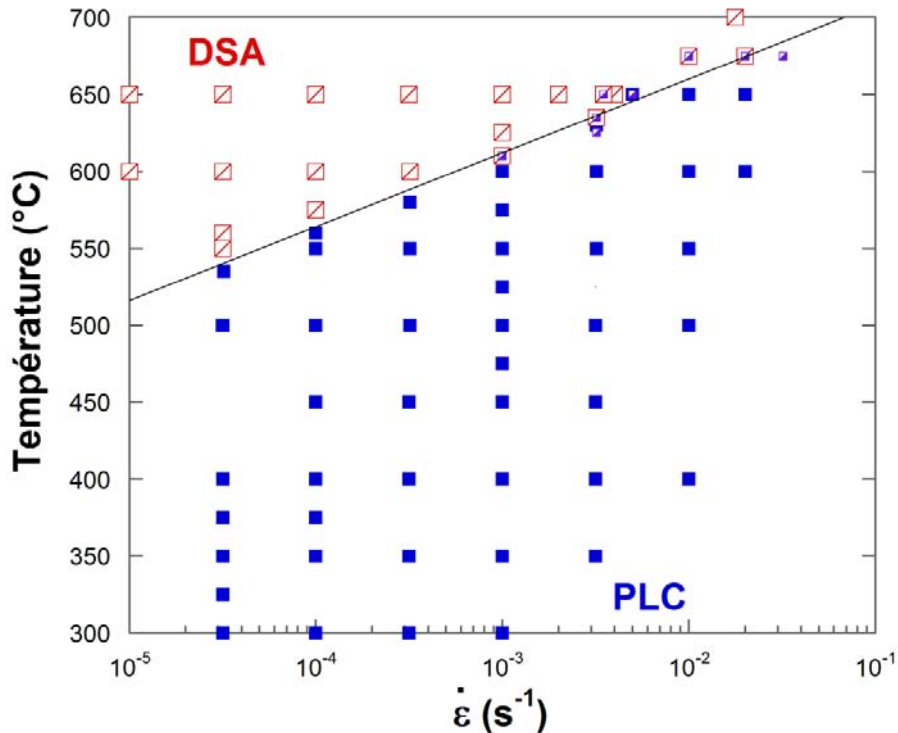


Figure III-2 - Représentation de la campagne d'essais de traction sous air laboratoire pratiqués sur l'alliage 718 à l'état vieilli selon l'occurrence d'effet PLC (carrés bleus), l'absence d'effet PLC (carrés rouges) ou la disparition de l'effet PLC avant la rupture (carrés violets).

III.1.1.1. Méthodes de détermination des énergies d'activation apparentes :

III.1.1.1.1. Méthode type loi d'Arrhenius

La première observation réalisable simplement à partir d'un essai de traction réside dans l'observation de l'allure de chaque courbe associée à un couple température et vitesse de déformation lors de l'essai pratiqué, permettant de définir si l'on se situe dans le domaine d'écoulement saccadé ou non, c'est-à-dire s'il y a absence ou occurrence de l'effet PLC pour le couple T,  $\dot{\epsilon}$  de l'essai.

Dans une représentation des essais dans un plan  $\ln \dot{\epsilon}; 1/T$ , la droite limitant les domaines d'occurrence et absence de l'effet PLC à haute température permet d'accéder à une énergie d'activation apparente associée à l'apparition de l'effet PLC haute température via l'équation (1).

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp(-Q/RT) \quad (1)$$

Cette valeur serait constituée de différentes énergies superposées, à savoir : l'énergie de migration de l'espèce responsable,  $Q_m$ , l'énergie de formation d'une lacune,  $Q_l$ , dans le cas où il s'agit d'un substitutionnel, et une fraction de l'énergie d'interaction entre dislocations et solutés,  $W$ .

Louat, [Louat 1981] dans le cadre d'un développement analytique fondé sur les travaux de Penning [Penning 1972] et de Van den Beukel [Van den Beukel 1975], propose que lorsque l'on se place à la frontière de disparition de l'effet PLC à haute température, c'est-à-dire à la limite entre domaines DSA et PLC, l'énergie d'activation donnée par la droite séparant ces deux domaines sur une représentation dans un plan  $\ln\dot{\epsilon}; 1/T$  présente une pente  $p$  telle que  $Q + \frac{3}{2}W = p \times R$ . Dans cette expression,  $Q$  est l'énergie de migration du soluté responsable de l'effet PLC,  $W$  l'énergie d'interaction entre dislocation et soluté, et  $R$  la constante des gaz parfaits.

L'application de cette méthode à la présente étude permet une représentation telle que proposée sur la Figure III-3 ci-après. De cette représentation des domaines d'occurrence (carrés bleus) ou d'absence (carrés rouges) de l'effet PLC lors des essais de traction on peut accéder à la pente de la droite séparant ces deux domaines, et ainsi quantifier l'énergie d'activation apparente associée à l'effet PLC. D'après ce qui précède, on peut donc écrire :  $Q + \frac{3}{2}W = 320 \text{ kJ/mol}$

$W$  est l'énergie d'interaction qui existe entre le soluté responsable du phénomène de vieillissement dynamique, donc de l'effet PLC, et les dislocations mobiles. Une bonne approximation des énergies d'interaction entre atomes de solutés et les dislocations peut être obtenue grâce au modèle classique utilisé pour la détermination de l'effet de taille par l'approche élastique isotrope linéaire et proposé par Cottrell [Cottrell 1947, Cottrell 1949a]. Ainsi, pour une inclusion sphérique dans une matrice de Ni,  $W$  est donnée par l'équation (2).

$$W = \frac{4}{3} \frac{G\epsilon r^3(1+\nu)}{1-\nu} \quad (2)$$

Avec  $\epsilon = \frac{r_s - r}{r}$ , où  $r_s$  est le rayon du soluté et  $r$  le rayon du nickel,  $G$  est le module de cisaillement qui vaut  $G = \frac{E}{2(1+\nu)}$ ,  $E$  est le module d'Young,  $\nu$  le coefficient de Poisson.

Le module d'Young varie approximativement, entre la température ambiante et 650°C, de 200 à 160GPa. Il a été choisi d'utiliser une valeur moyenne sur l'intervalle de températures considéré de  $E = 180 \text{ GPa}$ . Le coefficient de Poisson vaut quant à lui  $\nu = 0,3$ . Les valeurs de  $W$  obtenues pour les différents solutés substitutionnels présents dans l'alliage 718 sont reportées dans le Tableau III-1.



## Chapitre III – Résultats et Interprétations

---

Tableau III-1- Tableau récapitulatif des énergies d'interaction entre différents types de solutés dans l'alliage 718 et les dislocations (source [Ball 1974])

Elément	Rayon atomique (pm)	W  (kJ/mol)
Ni	124.6	0
Cr	124.9	0,4
Fe	124.1	0,7
Nb	142.9	26,1
Mo	136.2	16,5
Al	143.1	26,4
Ti	144.8	28,8
Mn	124	0,9
Co	125.3	1,0

Ainsi, l'énergie d'activation apparente déterminée par la frontière de disparition de l'effet PLC à haute température est comprise entre :  $Q \in [276; 320] \text{kJ/mol}$

Il est également possible de déterminer une autre frontière séparant deux comportements différents : il s'agit de la frontière qui existe entre comportements normal et inverse de la déformation critique d'apparition de la première instabilité plastique,  $\varepsilon_c$ . Le couple de conditions d'essai où apparaît la transition entre ces deux domaines a été déterminé grâce au graphique de la Figure III-3. Le tracé d'une frontière linéaire entre ces deux domaines permet d'accéder également à une énergie d'activation apparente associée au changement de mécanisme qui est marqué par la transition entre les deux domaines. Cette approche permet de déterminer une énergie d'activation par la pente de la droite valant :  $Q = 109 \text{kJ/mol}$ .

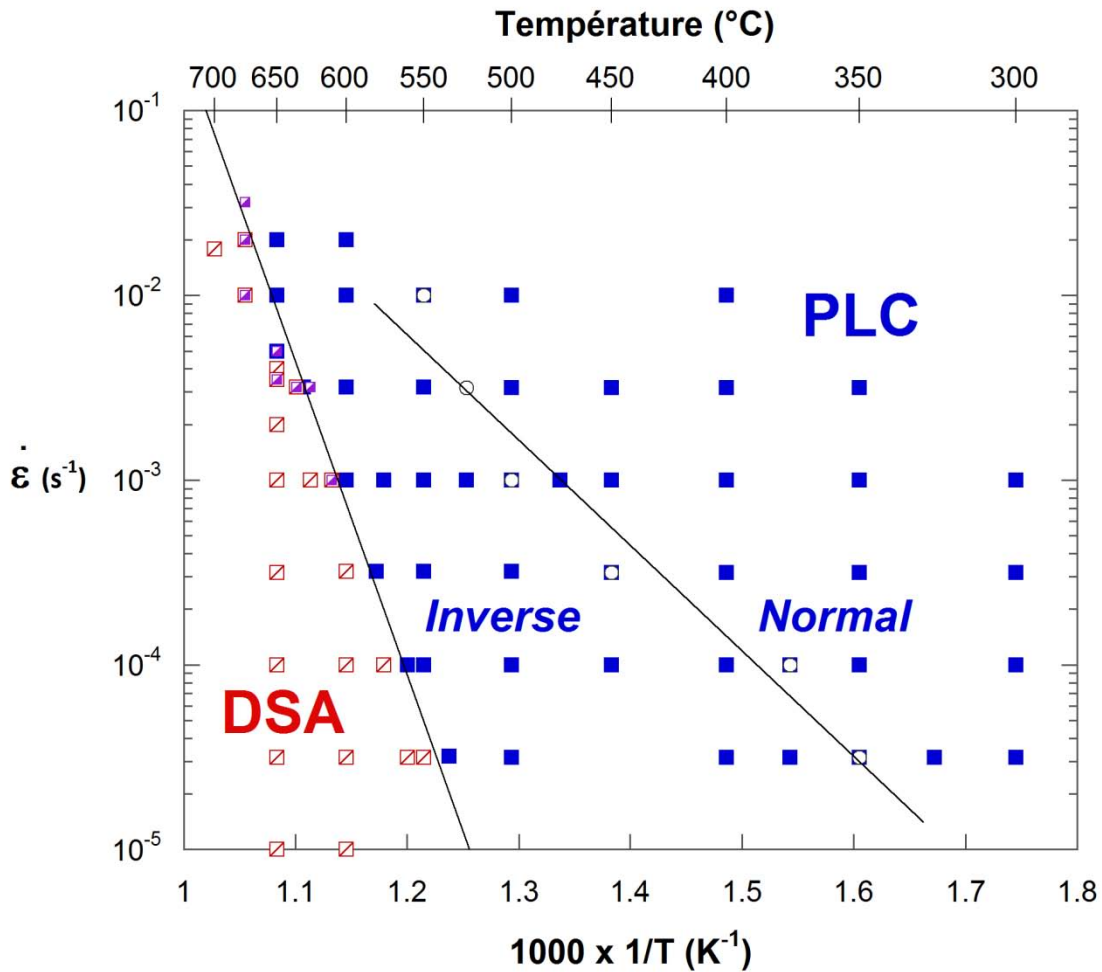


Figure III-3 - Représentation des domaines d'occurrence de l'effet PLC (carrés bleus), d'absence d'effet PLC (carrés rouges), de disparition de l'effet PLC avant rupture (carrés violets) et domaines normal et inverse délimités par un minimum de  $\varepsilon_c$  (cercles blancs).

Les droites bordant le domaine inverse à haute et basse température ainsi définies sur l'alliage 718 à l'état vieilli constituent les limites de références qui serviront ultérieurement de comparatif avec d'autres atmosphères d'essai ou d'autres alliages.

#### III.1.1.1.2. Modèle lacunaire de type Cottrell

De nombreuses études autour de l'occurrence du phénomène de PLC utilisent la dépendance qui existe entre la valeur de la déformation critique d'apparition de la première instabilité,  $\varepsilon_c$ , et les paramètres de l'essai de traction (ou compression) réalisé, c'est-à-dire : la vitesse de déformation,  $\dot{\varepsilon}$ , et la température, T, afin de comprendre le mécanisme impliqué. Cette dépendance peut être exprimée suivant l'équation (3) :

$$\varepsilon_c^{m+\beta} = K_1 \dot{\varepsilon} \exp(Q/RT). \quad (3)$$

Cette équation trouve son origine dans une combinaison de la loi d'Orowan  $\dot{\varepsilon} = \rho b \bar{v}$  avec une équation proposée initialement par Cottrell [Cottrell 1949b, Cottrell 1947] puis par Ham et Jaffrey [Ham 1967] et donnant la vitesse critique des dislocations trainant leur atmosphère de soluté à la

limite de décrochement de cette atmosphère :  $v_c \approx \frac{4D}{r}$  ; r est le rayon de capture de la dislocation, donné pour un type de soluté comme le rapport  $r = Wb/RT$ , et D le coefficient de diffusion du soluté. En introduisant de plus l'augmentation du facteur pré-exponentielle du coefficient de diffusion par la sursaturation en lacunes d'écroissage  $C_v^s$  ( $D_s = C_v^s D_{0s} \exp(-\frac{Q}{RT})$ ) ainsi que les dépendances de la concentration en lacunes et de densités de dislocations mobiles en fonction de la déformation, alors supposées répondre à une loi puissance de la déformation:  $C_v = K\varepsilon^m$  et  $\rho_m = N\varepsilon^\beta$ , on aboutit à une expression proposée par [McCormick 1972] et décrite par l'équation (4) :

$$\varepsilon_c^{m+\beta} = \dot{\varepsilon} \frac{r}{4bKN D_0} \exp(Q/RT) \quad (4)$$

Suivant cette approche, la représentation de  $\ln \varepsilon_c$  en fonction de  $1/T$  à  $\dot{\varepsilon}$  donnée de la Figure III-4 permet d'accéder à l'énergie d'activation apparente associée à l'occurrence du phénomène, où  $Q = p \times (m + \beta) \times R$ .

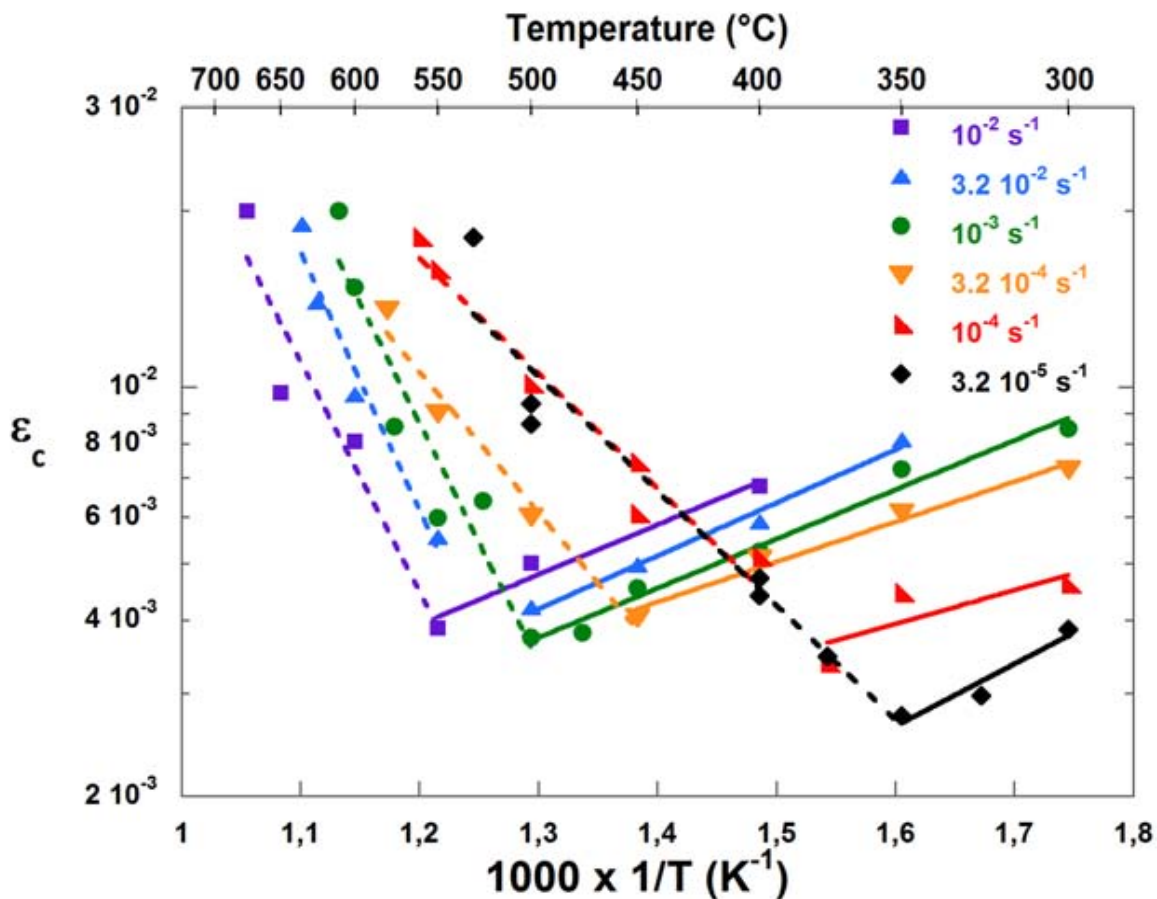


Figure III-4- Graphique représentant  $\varepsilon_c$  en fonction de la température réciproque pour différentes vitesses de déformation

Cette représentation de l'évolution de la quantité  $\varepsilon_c$  met bien en évidence l'existence d'un comportement normal à basse température,  $\varepsilon_c$  diminue lorsque la température d'essais augmente et d'un comportement inverse à haute température,  $\varepsilon_c$  croît avec une augmentation de la température d'essai.

Les valeurs du coefficient  $(m + \beta)$  nécessaire à la détermination des énergies d'activation par cette méthode sont obtenues en représentant  $\dot{\epsilon}$  en fonction de  $\epsilon_c$  pour une température donnée en se basant sur l'équation (3). Il est à noter que cette approche nécessite l'utilisation de valeurs de  $(m + \beta)$  moyennes sur des intervalles de température. Le graphique de la Figure III-5 représentant  $\epsilon_c$  vs  $\dot{\epsilon}$  permet par régressions exponentielles d'accéder aux coefficients  $(m + \beta)$  pour chacune des températures d'essai, dans le domaine normal et dans le domaine inverse d'évolution de  $\epsilon_c$ .

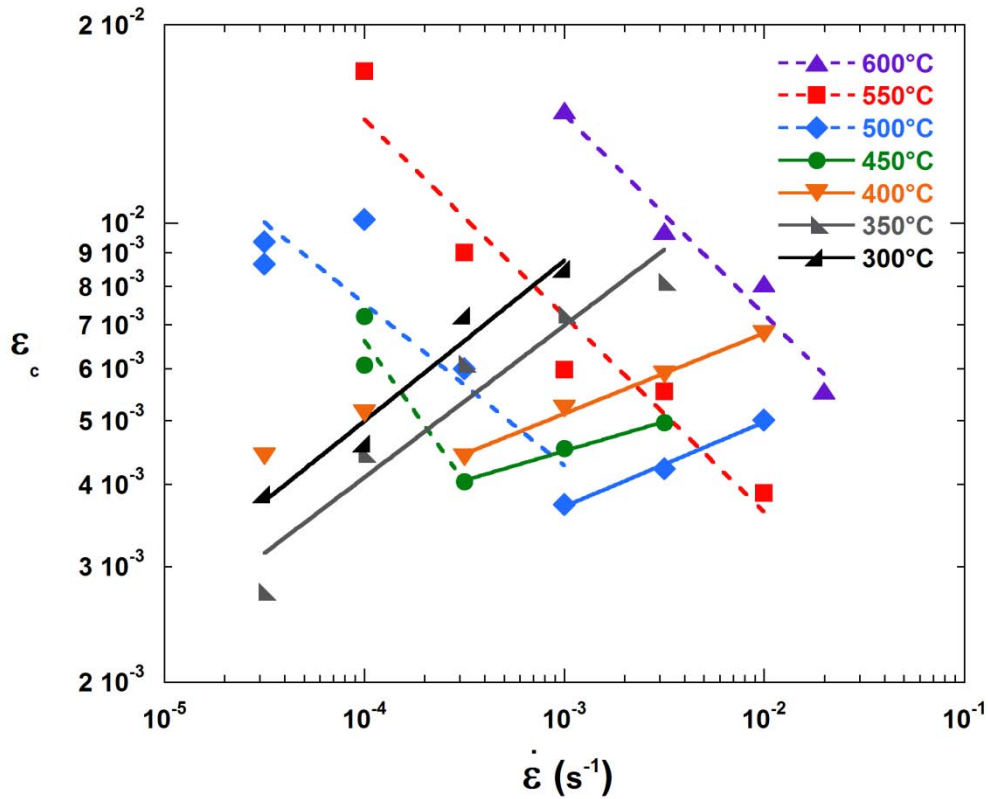


Figure III-5- Graphique représentant  $\epsilon_c$  en fonction de vitesses de déformation pour différentes températures d'essais

Le coefficient  $(m + \beta)$  déterminé par la pente des droites du graphique de la figure 4 est mesuré pour une température donnée. Le Tableau III-2 recense les valeurs mesurées :

Tableau III-2- Valeurs du coefficient  $(m + \beta)$  en fonction de la température et du domaine des instabilités considéré (normal ou inverse)

T (°C)	600	550	500	450	400	350	300
$(m+\beta)_{Inverse}$	-3.17	-3.39	-4.46	-2.02	-	-	-
$(m+\beta)_{Normal}$	-	-	9.7	11.17	11.08	4.02	3.94

Dans le domaine inverse, l'existence d'un coefficient  $(m + \beta)$  de valeur négative n'a pas de sens physique, néanmoins, elle permet de calculer une énergie d'activation apparente associée à l'occurrence de l'effet PLC. L'utilisation de valeurs moyennes du coefficient  $(m + \beta)$  sur différents intervalles de températures est nécessaire lorsque cette méthode est appliquée.

Ainsi, suivant le modèle lacunaire de type Cottrell, les énergies d'activation apparentes obtenues sont les suivantes :

- dans le domaine normal, l'intervalle est  $Q \in [43; 102] \text{kJ/mol}$ ,
- dans le domaine inverse  $Q \in [177; 277] \text{kJ/mol}$ .

Une nette distinction semble ainsi se dessiner entre les énergies d'activation apparentes associées à l'occurrence de l'effet PLC dans les deux domaines de comportement étudiés. Néanmoins, les intervalles d'énergie sont larges et ne permettent pas d'obtenir une valeur précise de l'énergie d'activation à déterminer. L'utilisation d'autres méthodes de quantification devrait alors permettre d'avoir une idée plus précise.

### III.1.1.1.3. Modèle avec temps d'attente de type McCormick

Selon l'approche proposée par McCormick, puis Van den Beukel, le DSA à l'origine de l'effet PLC intervient pendant ce temps d'attente des dislocations lors du franchissement des obstacles coupant leur plan de glissement : la vitesse de déplacement moyenne sur ce cycle est donnée par :

$$\bar{v} = \frac{L}{t_w + t_f}$$

$t_w$  est le temps d'attente (waiting time) de la dislocation bloquée sur un obstacle dans son plan de glissement.  $t_f$  est le temps de vol (time of flight) de la dislocation une fois libérée de son atmosphère jusqu'à ce qu'elle soit arrêtée sur un nouvel obstacle.  $L$  est la distance moyenne entre deux obstacles successifs. Le temps de vol entre les obstacles étant négligeable devant le temps d'attente :  $\bar{v} = \frac{L}{t_w}$ . La loi d'Orowan donnant  $\dot{\epsilon} = \rho b \bar{v}$ , le temps d'attente en fonction de la vitesse de déformation est donné par :  $t_w = \frac{L \rho b}{\dot{\epsilon}}$ ,  $\rho$  étant la densité des dislocations mobiles,  $\bar{v}$  leur vitesse moyenne, et  $b$  la norme du vecteur de Burgers.

La contrainte critique d'apparition des instabilités de l'écoulement plastique est alors telle que l'on a,  $t_w \cong t_a$ , où  $t_a$ , aging time, est le temps nécessaire à ce que la concentration des atmosphères de solutés au voisinage de la dislocation arrêtée sur un obstacle atteigne un niveau critique nécessaire à l'épinglage de la dislocation. Si  $t_w < t_a$ , la dislocation n'est pas arrêtée par l'atmosphère et la courbe de traction est continue. Néanmoins, au cours de la déformation,  $t_a$  diminue du fait de la production de lacunes tandis que  $t_w$  augmente du fait de la multiplication des dislocations. Ainsi, lorsque l'on atteint une déformation critique  $t_a$  devient égal à  $t_w$  : les dislocations non épinglées se multiplient rapidement et on a apparition du phénomène d'écoulement saccadé. Pour résumer, on a instabilité si le temps d'arrêt moyen des dislocations est égal au temps nécessaire à ce qu'une quantité suffisante de soluté diffuse vers les dislocations en attente d'activation thermique pour franchir les obstacles dans leur plan de glissement, ou temps de vieillissement.

On a ainsi une dépendance de  $t_a$  en fonction de la concentration en soluté dans la matrice et au dans le champ de contrainte en traction des dislocations en attente de franchissement, considérant un effet lacunaire affectant la diffusion des atomes solutés, et résumé par l'équation (5) proposée par Friedel [Friedel 1964]:

$$t_a \approx \left(\frac{C_1}{\alpha C_0}\right)^{3/2} \frac{RTb^2}{|W|C_v D_0} \exp(Q_m/RT) \quad (5)$$

$W$  est l'énergie de liaison soluté dislocation,  $C_v$  la concentration de lacunes,  $D_0$  le facteur de fréquence de diffusion,  $Q_m$  l'énergie d'activation de migration du soluté,  $C_0$  est la concentration en soluté dans l'alliage,  $C_1$  celle requise au voisinage de la dislocation pour l'épingler (valant 1 selon Mc Cormick qui considère que c'est lorsque l'on arrive à saturation de la dislocation en soluté que l'on a apparition de l'effet PLC [McCormick 1972], et étant inférieure à 1, typiquement 0,5, pour Van den Beukel [Van den Beukel 1975]).

Une relation peut donc être établie qui lie la déformation critique d'apparition des instabilités et la vitesse de déformation, qui est donnée par l'équation (6):

$$\varepsilon_c^{m+\beta} = \left(\frac{C_1}{\alpha C_0}\right)^{3/2} \frac{\dot{\varepsilon} RTb}{LNK|W|D_0} \exp(Q_m/RT) \quad (6)$$

où  $K$  et  $m$  d'une part,  $N$  et  $\beta$  d'autre part sont respectivement les constantes de la relation entre concentration de lacunes et déformation et entre densité de dislocations mobiles et déformation. McCormick aboutit ainsi à une équation donnant la déformation critique en fonction des paramètres thermomécaniques d'essai :

$$\frac{\varepsilon_c^{m+\beta}}{T} = \dot{\varepsilon} \left(\frac{C_1}{\alpha C_0}\right)^{3/2} K \exp(Q_m/RT) \quad (7)$$

$K$  est une constante,  $\dot{\varepsilon}$  est la vitesse de déformation plastique,  $Q_m$  est l'énergie apparente du processus thermiquement activé responsable de l'écoulement saccadé. Ainsi, ce modèle permet d'accéder à l'énergie d'activation apparente de l'effet PLC par le tracé de  $\ln\left(\frac{\varepsilon_c^{m+\beta}}{T}\right) = f\left(\frac{1}{T}\right)$  après avoir déterminé les coefficients  $m + \beta$ , tel que proposé par Chaturvedi et Kim [Chaturvedi 1987]. L'énergie d'activation est alors liée à la pente  $p$  de la droite issue des points expérimentaux par  $Q = p \times R$ .

Cette méthode présente l'intérêt de permettre d'utiliser pour le calcul des valeurs individuelles du coefficient  $m + \beta$  déterminées pour chaque température. Néanmoins, dans la mesure où les coefficients déterminés sont dispersés, il s'est avéré préférable d'employer des valeurs moyennes sur des intervalles de températures. Les graphiques utilisés pour déterminer les énergies d'activation sont portés sur la Figure III-6. Les valeurs d'énergies d'activations apparentes obtenues sont les suivantes :

- $Q \in [66; 162] kJ/mol$  dans le domaine normal
- $Q \in [120; 233] kJ/mol$  dans le domaine inverse.

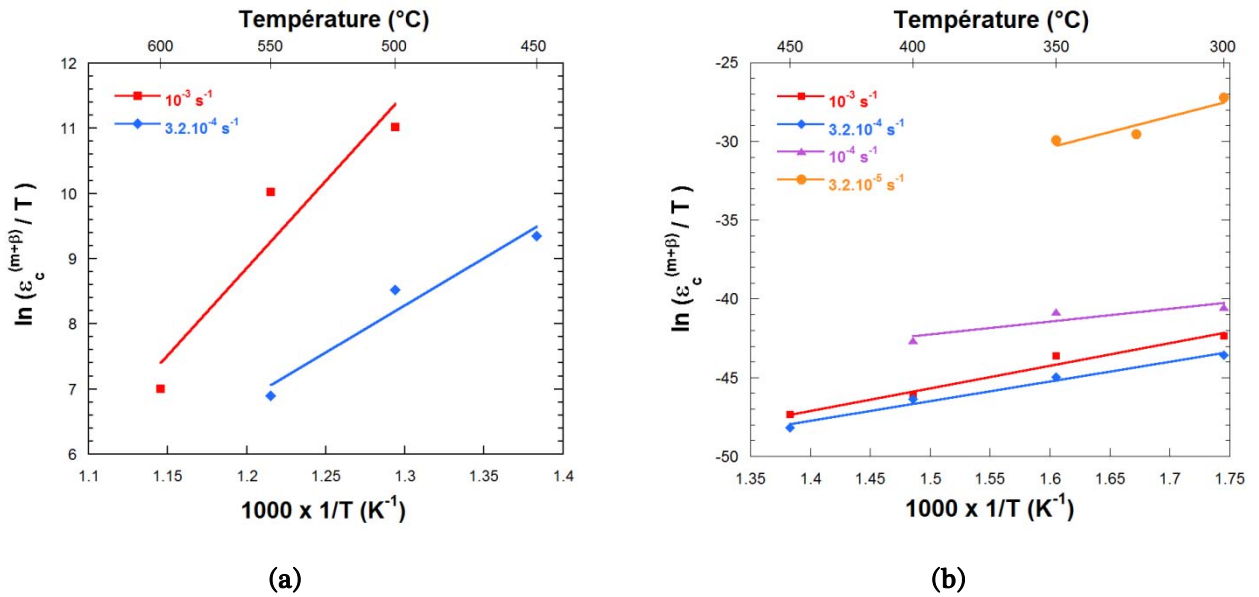


Figure III-6- Graphique  $\ln(\epsilon_c^{m+\beta} / T)$  en fonction de la température réciproque utilisé pour déterminer les énergies d'activation par la méthode de Mac Cormick, dans le domaine inverse (a) et dans le domaine normal (b)

III.1.1.1.4. Méthode des interceptes :

Dans leurs travaux sur le vieillissement dynamique d'alliages de cuivre à 3,1% d'étain, Qian et Reed-Hill [Qian 1983] réfutent les hypothèses à la base des modèles de Cottrell et de MacCormick, en particulier sur les variations  $\epsilon_c$  avec  $\rho_m$  et  $C_v$ . Ces auteurs proposent donc de déterminer les énergies d'activation à partir de couples  $(\dot{\epsilon}, T)$  correspondant à une valeur fixe de  $\epsilon_c$ .

L'utilisation d'une représentation de  $\dot{\epsilon}$  en fonction de  $\epsilon_c$  (Figure III-5) permet d'accéder, grâce à une méthode d'interceptes, aux couples  $\dot{\epsilon}; T$  donnant naissance à une valeur de  $\epsilon_c$  donnée. En reportant ces valeurs obtenues sur un graphique  $\ln \dot{\epsilon}$  en fonction de  $1/T$ , il devient possible d'accéder à une énergie d'activation apparente en mesurant la pente moyenne des droites obtenues par la relation  $Q = p \times R$ . [Mukherjee 1968, Qian 1983].

L'un des intérêts de cette méthode réside dans le fait qu'elle ne fait pas intervenir le coefficient  $m + \beta$ . Les graphiques permettant de déterminer les énergies d'activation apparentes par cette méthode des interceptes apparaissent en Figure III-7.

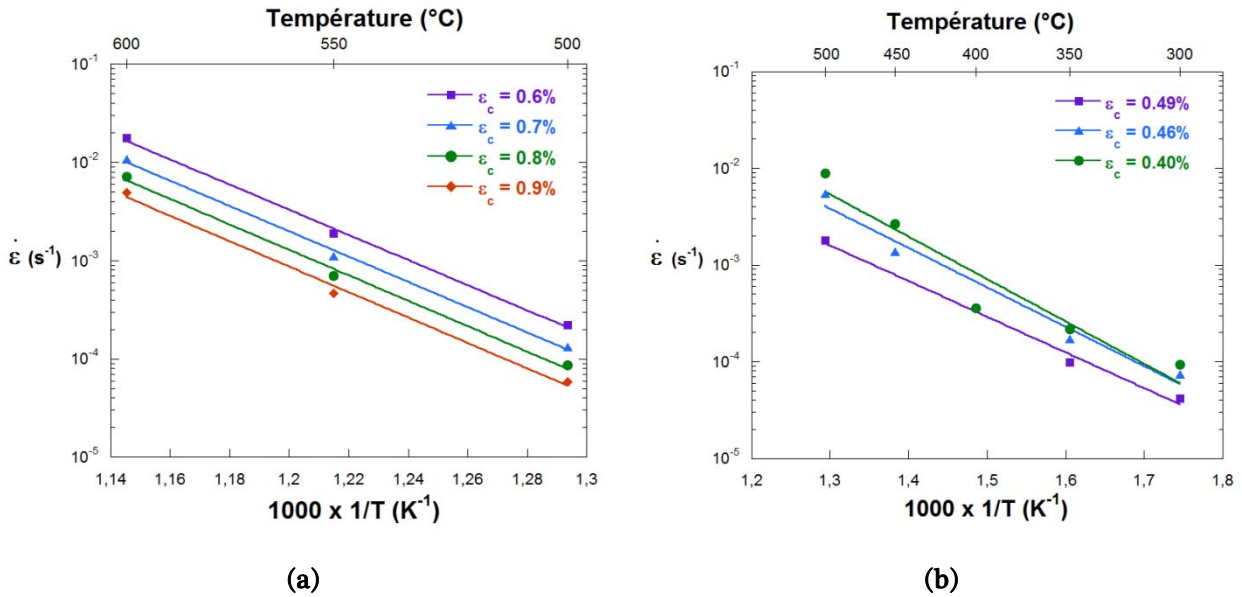


Figure III-7- Graphiques donnant les couples  $(\dot{\epsilon}_i, T_i)$  à l'origine de différentes  $\epsilon_c$  données, sur une représentation  $\dot{\epsilon}$  en fonction de la température réciproque, pour les domaines (a) inverse, et (b) normal.

L'application de cette méthode aux deux domaines d'effet PLC distingués dans cette étude fournit les valeurs d'énergies d'activations apparentes suivantes :

- $Q \in [76; 103] \text{ kJ/mol}$  dans le domaine normal
- $Q \in [244; 248] \text{ kJ/mol}$  dans le domaine inverse.

#### III.1.1.1.5. Méthode des chutes de contraintes

Russel [Russell 1963] est le premier à considérer ce type d'approche. Il envisage alors que l'amplitude des instabilités plastiques est liée à la concentration en solutés dans le rayon de capture de la dislocation. Inspiré par les travaux de Cottrell et Bilby [Bilby 1950, Cottrell 1949a], la dépendance du nombre d'atomes migrant vers les dislocations pour un temps  $t$  et une température  $T$  peut être écrite de la façon suivante :  $n(t) = 3(\frac{\pi}{2})^{1/3} n_0 \rho (\frac{ADt}{RT})^{2/3}$ . Ainsi il en déduit que l'amplitude des chutes de contrainte est proportionnelle à  $(\frac{\exp(-\frac{Q}{RT})}{T})^{2/3}$ . Plus tard et en se basant sur l'approche de Russel, d'autres auteurs [Hayes 1982, Pink 1983, Pink 1981, Pink 1982] fonderont les calculs d'énergie d'activation associée à l'occurrence de l'effet PLC sur la mesure de l'amplitude de ces chutes de contrainte. La méthode comporte différentes variantes, avec la possibilité de prise en compte de la durée inter-instabilités ; néanmoins, Pink et Grinberg montrent que les différentes variantes donnent des résultats sensiblement équivalents en termes d'énergie d'activation. Celle employée dans cette étude a été proposée par Hayes [Hayes 1982], et repose sur l'équation (8) :

$$\Delta\sigma = \left[ K \dot{\epsilon} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \right]_{\epsilon_p} \quad (8)$$

Cette expression est établie pour une déformation plastique donnée. La mesure de l'amplitude  $\Delta\sigma$  des chutes de contrainte lors des instabilités plastiques permet dans un premier temps de



## Chapitre III – Résultats et Interprétations

représenter  $\Delta\sigma$  en fonction de la vitesse de déformation pour différentes températures d'essais. Puis, en se plaçant à amplitude de chute de contrainte donnée, on détermine les couples  $(\dot{\epsilon}, T)$  donnant naissance à cette amplitude  $\Delta\sigma$ . Alors, on peut obtenir l'énergie d'activation apparente associée à l'occurrence de l'effet PLC par le tracé d'un graphique :  $\ln \dot{\epsilon} = f(\frac{1}{T})$ , comme étant liée à la pente  $p$  de la droite passant par les points expérimentaux suivant l'expression :

$$Q = -p \times R.$$

L'amplitude des instabilités de l'écoulement plastique évolue avec la déformation plastique, c'est pourquoi cette méthode nécessite de se placer à déformation plastique donnée. Dans cette étude, il a été choisi de se placer à une déformation plastique de 5% et une moyenne de l'amplitude des chutes de contrainte a été déterminée sur 6 chutes de contrainte autour de cette déformation plastique de mesure. Les graphiques associés à l'application de cette méthode pour les domaines normal et inverse sont consignés dans les Figure III-8 et Figure III-9.

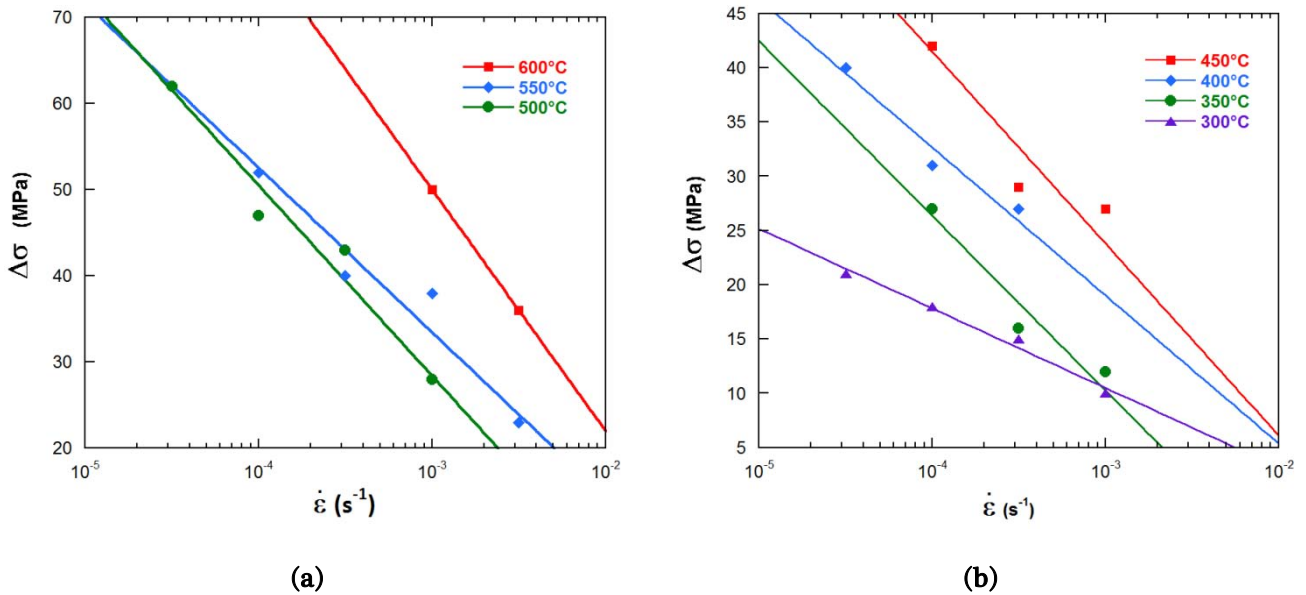


Figure III-8- Evolution de l'amplitude des chutes de contrainte en fonction de la vitesse de déformation pour différentes température d'essais, dans le domaine inverse (a), et dans le domaine normal (b)

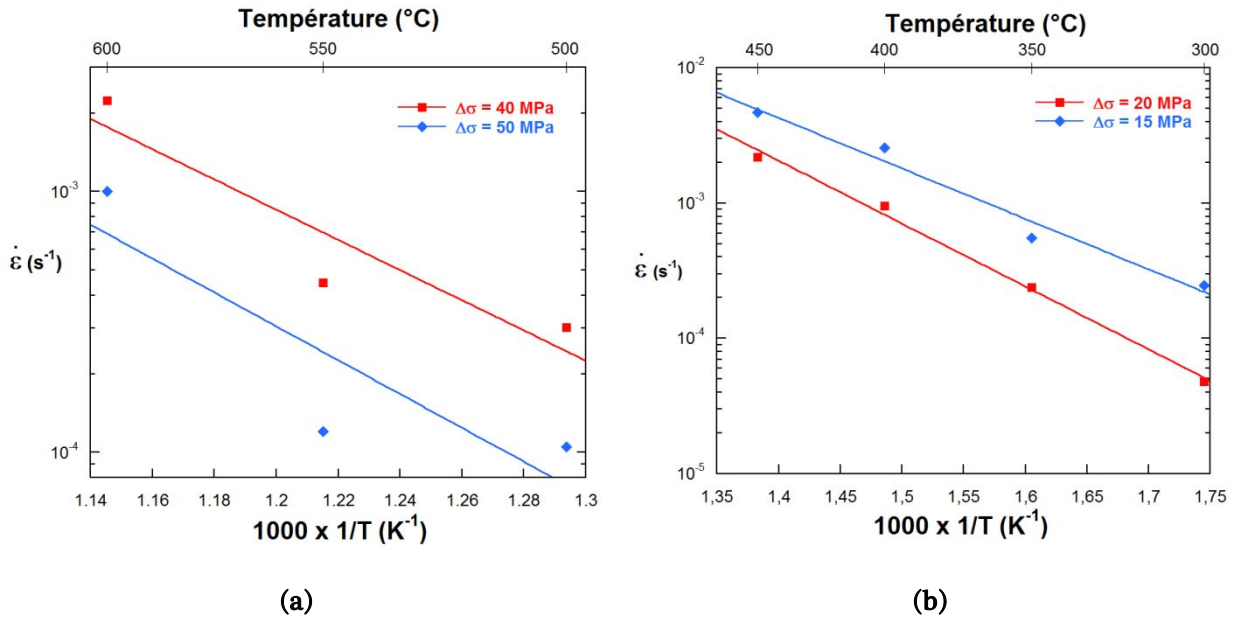


Figure III-9- Graphiques utilisés pour déterminer les énergies d'activation par la méthode des chutes de contrainte lors des instabilités plastique, dans le domaine inverse (a), et dans le domaine normal (b)

Les résultats en termes d'énergies d'activation apparentes obtenues par ces méthodes dans les deux domaines d'effet PLC étudiés fournissent les énergies d'activation suivantes :

- $Q \in [71; 89]kJ/mol$  dans le domaine normal
- $Q \in [110; 124]kJ/mol$  dans le domaine inverse.

Néanmoins, Pink [Pink 1983] remarque que cette méthode n'est apparemment pas adaptée au calcul d'énergie d'activation associée à l'occurrence d'un PLC de type C, qui est celui intervenant dans le domaine inverse. Les valeurs obtenues pour cette énergie d'activation ne sont donc probablement pas pertinentes.

### III.1.1.2. Résumé des résultats expérimentaux

Les différentes méthodes appliquées précédemment aux essais de traction réalisés au cours de cette étude ont permis la détermination d'énergies d'activations apparentes associées à l'occurrence de l'effet PLC dans les deux domaines de comportement, à savoir domaine normal et domaine inverse. Le Tableau III-3 présenté ci-après récapitule les résultats obtenus selon la méthode employée.

Tableau III-3- Energies d'activation apparentes associées à l'occurrence de l'effet PLC dans l'alliage 718 d'étude déterminées par les différentes méthodes, selon le domaine, normal ou inverse, de l'évolution de  $\varepsilon_c$

Méthode	Energie d'activation (kJ/mol)	
	Normal	Inverse
Arrhenius	109	276-320
Cottrell	43-102	177-277
Interceptes	76-103	244-248
McCormick	66-162	120-233
Chute de contrainte	71-89	110-124

### III.1.1.3. Interprétation des résultats expérimentaux

Il est usuel de comparer les valeurs d'énergie d'activation apparente associées à l'occurrence de l'effet PLC avec les énergies de migration de différents solutés dans un alliage afin de déterminer quelle est l'espèce la plus à même d'être impliquée dans l'occurrence de l'écoulement saccadé. Une recherche bibliographique a donc été menée afin de réunir des données associées à la diffusion de différents éléments composants l'alliage 718 et susceptibles d'être à l'origine de l'effet PLC. Les valeurs d'énergies d'activation associées à la diffusion de différents solutés dans le nickel et les alliages à base de Nickel sont reportées dans le Tableau III-4.

Les énergies d'activation présentées dans le tableau 4 sont des énergies d'activation associées à la diffusion d'interstitiels et de substitutionnels dans le nickel et dans les alliages à base de nickel. Elles sont une valeur globale pour des mécanismes de diffusion intervenant à température relativement haute, et donc principalement gouvernés par la diffusion dans le volume de la matrice austénitique de Ni. Bien évidemment, si dans le mécanisme à l'origine de l'effet PLC intervient de la diffusion dans le cœur de dislocations, les énergies d'activation associées à la diffusion sont considérablement diminuées. Il a longtemps été considéré que l'énergie d'activation associée à la diffusion de soluté dans le cœur des dislocations, par pipe-diffusion, était de l'ordre de 50% plus faible que celle dans la matrice. La diffusion dans le cœur des dislocations est en effet de plusieurs ordres de grandeurs plus rapide à la diffusion dans le volume. Hart [Hart 1957] estimait ce gain à environ 5 ordres de grandeur. Ruoff [Ruoff 1963] reprend l'approche de Hart pour développer différents modèles diffusionnels en prenant en compte l'effet des courts-circuits de diffusion (dislocations, joints de grains) : il considère que l'énergie d'activation associée aux phénomènes de diffusion est abaissée de 45% dans le cœur des dislocations par rapport à la matrice, soit le gain de 6 à 7 ordres de grandeurs environ sur les coefficients de diffusion. Cet abaissement important de l'énergie de diffusion est confirmé également par la valeur utilisée par Wuttig et Birnbaum [Wuttig 1966] dans leur travaux sur le Nickel. Les travaux récents de Legros

[Legros 2008] sur un alliage aluminium-silicium, ont permis de calculer, dans cet alliage, l'évolution du coefficient de diffusion du silicium entre matrice et court-circuit de diffusion lors de la dissolution d'un précipité de taille sub-critique au bénéfice de la croissance d'un précipité plus gros connectés par une dislocation. Ces auteurs arrivent à la conclusion que dans leur alliage, le gain est d'environ 3 ordres de grandeur à 350°C, l'effet prépondérant étant l'abaissement de l'énergie d'activation associée à la migration, de l'ordre de 20%, le facteur pré-exponentielle de fréquence de saut n'étant multiplié que par trois ou quatre.

**Tableau III-4- Energies de migration de différents types de solutés dans le nickel et ses alliages.**

Elément	$Q_{matrice}$ (kJ/mol)	Référence
C	168	[Lander 2004]
	161-183	[Čermák 1994]
	138	[Cribb 1978]
O	164	[Park 1987]
Mo	283	[Minamino 1997]
	224	[Divya 2010]
	281	[Karunaratne 2005]
	268	[Campbell 2002]
Nb	203	[Patil 1996]
	257	[Karunaratne 2005]
Cr	170	[Murarka 1964]
	295	[Rothman 1980]
	280	[Pruthi 1977]
	287	[Campbell 2002]
Fe	213	[MacEwan 1959]
	286	[Rothman 1980]
	253	[Smithels 1994]
	282	[Swalin 1956]
Ti	257	[Matan 1998]
	270	[Swalin 1956]
Al	257	[Swalin 1956]
	284	[Engström 1996]
	263	[Karunaratne 2001]

Ainsi, en comparant les résultats d'énergies d'activation apparentes déterminées par le traitement des résultats expérimentaux et les énergies de migration de différents éléments entrant dans la composition de l'alliage 718, les aspects suivants apparaissent :

- Il existe une nette différence d'énergie d'activation apparente associée à l'effet PLC entre les domaines normal et inverse d'évolution de  $\varepsilon_c$

- Dans le domaine normal, l'énergie d'activation est de l'ordre de grandeur de celle associée à la diffusion du carbone dans le nickel par pipe diffusion
- Dans le domaine inverse, l'énergie d'activation est de l'ordre de grandeur de celle associée à la diffusion de différents solutés substitutionnels dans le volume de la matrice austénitique.
- La dispersion expérimentale des résultats ne permet pas de conclure quant à la nature exacte de l'espèce substitutionnelle impliquée.

### III.1.2. Campagne d'essais de traction sous vide secondaire

Une campagne d'essais de traction sous vide secondaire a été pratiquée dans l'objectif d'évaluer le comportement intrinsèque de l'alliage en l'absence de phénomène de fissuration intergranulaire assistée par l'oxydation. Cette campagne d'essais permet de découpler les effets de vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques des effets d'environnement affectant leur perception macroscopique.

Ces essais ont permis de mettre en évidence qu'il n'existait pas, à haute température, d'influence de l'environnement d'essai sur l'occurrence de l'effet PLC, dans la mesure où, par comparaison avec les essais de traction réalisés sous air toutes autres conditions identiques par ailleurs, les paramètres caractéristiques de l'effet PLC (domaine d'occurrence et déformation critique) ne sont pas modifiés par ce changement d'atmosphère. La frontière entre domaines d'occurrence et d'absence de l'effet PLC reste inchangée, tel que le graphique de la Figure III-10 le met en évidence.

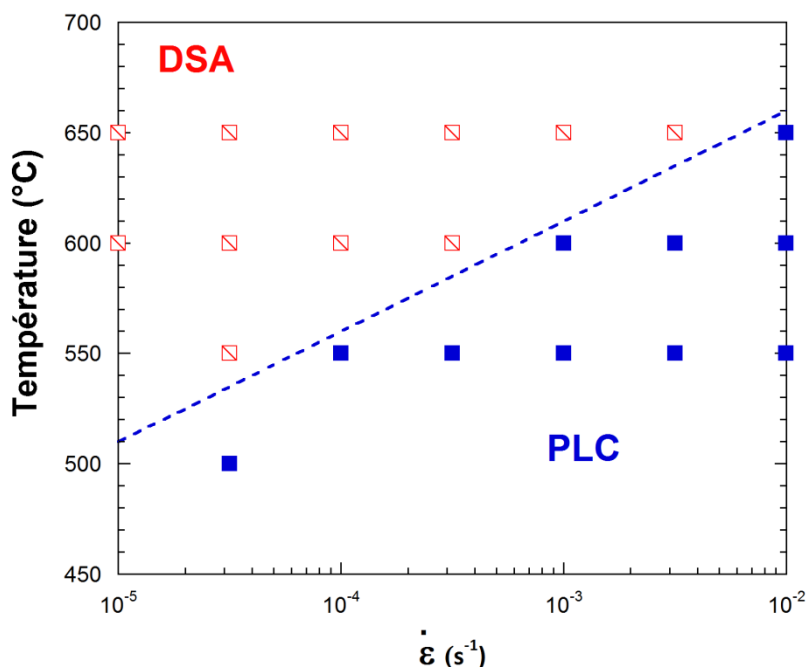


Figure III-10- Campagne d'essais de traction pratiqués sous vide secondaire ( $5 \times 10^{-5}$  mbar) sur l'alliage 718 à l'état vieilli. La frontière représentée est celle définie par les essais pratiqués sous air, et correspond à la transition DSA – PLC sous vide.

Cette campagne d'essais pratiqués sous vide secondaire sera essentiellement exploitée dans la partie suivante de ce chapitre consacrée aux interactions entre modes de déformation-modes de rupture afin de mettre en évidence l'effet de vitesse sur le comportement mécanique de l'alliage 718.

### III.1.3. Essais de traction sur l'alliage 718 enrichi en Mo, à l'état vieilli

Une campagne d'essais de traction sur un alliage modèle de type alliage 718 enrichi en Mo à l'état vieilli a été menée dans le cadre de cette étude. L'objectif est d'évaluer l'effet de la teneur en Mo entre deux alliages microstructuralement proches sur le comportement en traction (étendue du domaine PLC et déformation critique  $\epsilon_c$  en particulier). L'alliage 718 enrichi en Mo comporte environ 50% de Mo en plus que l'alliage de référence. Le détail des essais de traction réalisés sur l'alliage 718+Mo est consigné dans le Tableau 3 de l'annexe 1.

#### III.1.3.1. Résumé des résultats expérimentaux

La campagne d'essais de traction a été réalisée sur un nombre limité d'éprouvettes de traction de géométrie et de taille de grains comparables à celle de l'alliage 718 de l'étude. L'ensemble des couples de conditions thermomécaniques d'essais sont reportés sur le graphique de la Figure III-11 qui permet une comparaison de l'étendue du domaine inverse de l'effet PLC avec le domaine inverse de référence de l'alliage 718 vieilli. La Figure III-12 consigne quant à elle l'évolution de  $\epsilon_c$  en fonction de la température pour trois vitesses de déformation.

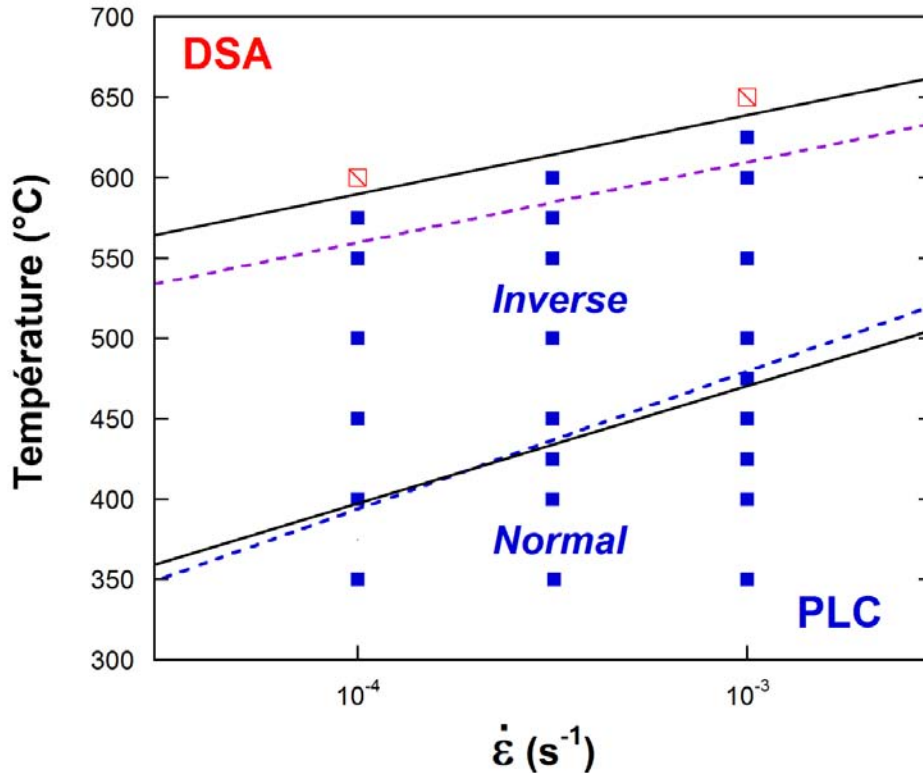


Figure III-11- Représentation pour l'alliage modèle enrichi en Mo des domaines d'occurrence de l'effet PLC (carrés bleus), d'absence d'effet PLC (carrés rouges). La délimitation du domaine inverse pour cet alliage apparaît en traits pleins. La comparaison avec l'alliage 718 à l'état vieilli de référence apparaît en pointillés.

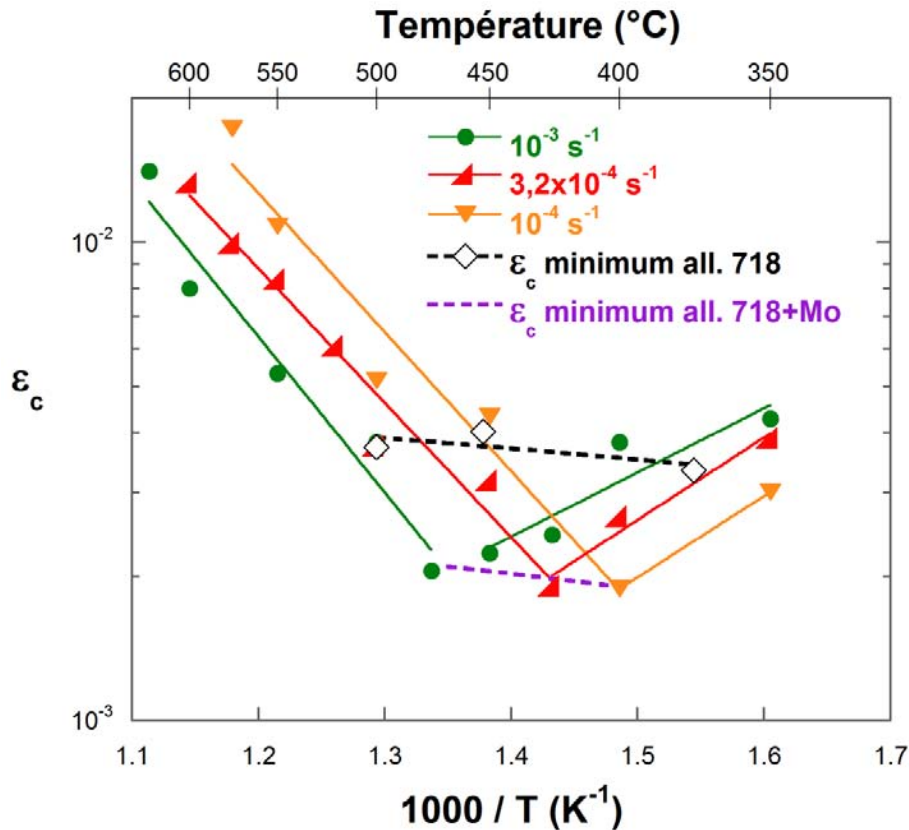


Figure III-12- Evolution de la déformation critique en fonction de la température pour trois vitesses de déformation pour l'alliage modèle enrichi en Mo, comparaison des minima de  $\epsilon_c$ , à la transition entre domaine normal et domaine inverse, entre l'alliage 718 et l'alliage 718+Mo.

La méthode de détermination des énergies d'activation des domaines normal et inverse par la représentation d'occurrence ou d'absence d'effet PLC dans un plan  $(T, \dot{\epsilon})$  fournit les résultats suivants :

- Domaine inverse :  $Q + \frac{3}{2}W = 309 \text{ kJ/mol}$  d'où  $Q \in [265; 309] \text{ kJ/mol}$
- Transition normal / inverse :  $Q = 123 \text{ kJ/mol}$

Le nombre d'essais pratiqués sur cet alliage ne permet pas, tel que pour l'alliage 718, d'appliquer toutes les méthodes permettant de déterminer l'énergie d'activation associée à l'occurrence de l'effet PLC dans les domaines normal et inverse. Seules les méthodes de Cottrell et McCormick ont été appliquées, décrites respectivement dans les paragraphes III.1.1.2 et III.1.1.3. Des exposants  $m + \beta$  moyens ont été utilisés:  $m + \beta = -3,3$  dans le domaine inverse, et  $m + \beta = 5,2$  dans le domaine normal. Les énergies d'activation apparentes ainsi déterminées sont consignées dans le Tableau III-5.

Tableau III-5 Energies d'activation apparentes associées à l'occurrence de l'effet PLC dans l'alliage 718+Mo d'étude déterminées par les différentes méthodes, selon le domaine, normal ou inverse, de l'évolution de  $\varepsilon_c$

Méthode	Energie d'activation (kJ/mol)	
	Normal	Inverse
Arrhenius	123	265-309
Cottrell	122-171	175-205
McCormick	136-176	183-212

### III.1.3.2. Interprétation des résultats

L'alliage 718 enrichi en Mo, bien que de composition calquée sur l'alliage 718 standard, ne présente pas une sursaturation à l'état de réception en les mêmes éléments. De fait, son état de précipitation peut différer de manière conséquente de l'alliage 718 d'étude. Ainsi, on ne peut pas considérer de façon immédiate qu'une teneur globale en Mo 50% plus élevée que pour l'alliage 718 résulte en 50% de Mo de plus en solution solide. Néanmoins, la teneur en Mo en solution doit être plus élevée que sur l'alliage 718 standard, sans qu'on puisse affirmer dans quelles proportions. Cette partie de l'étude revêt donc un caractère plutôt qualitatif et doit être considérée comme élément de réflexion bien plus que comme une tentative d'établissement d'une vérité quant à la nature de l'élément responsable de l'effet PLC haute température. Une comparaison des courbes de traction pour le même couple de conditions expérimentales est proposée sur la Figure III-13.

Pour les deux méthodes appliquées dans le domaine d'évolution inverse de  $\varepsilon_c$ , les énergies d'activation apparentes obtenues sont très dispersées, mais du même ordre de grandeur que celles déterminées pour l'alliage 718 standard.

La comparaison de l'étendue des domaines d'occurrence de l'effet PLC, normal et inverse, ne permet pas d'observer une différence très marquée avec l'alliage 718 standard : il semblerait que pour les deux alliages, on ait des domaines approximativement superposés, néanmoins légèrement plus étendu vers les hautes températures (environ 25°C) pour l'alliage enrichi en Mo. La déformation critique d'apparition de la première instabilité plastique semble sensiblement identique pour les plus hautes températures, c'est-à-dire lorsque l'on entre dans le domaine PLC depuis les hautes températures (domaine DSA de traînage). Néanmoins, on peut constater une différence dans l'importance prise par cette grandeur dans le domaine basse température du domaine inverse, c'est-à-dire à la transition entre domaine normal et domaine inverse. Il apparaît que la déformation critique nécessaire à l'apparition des instabilités plastique est environ deux fois moins importante lorsque l'alliage est enrichi en Mo par rapport à l'alliage 718 standard.



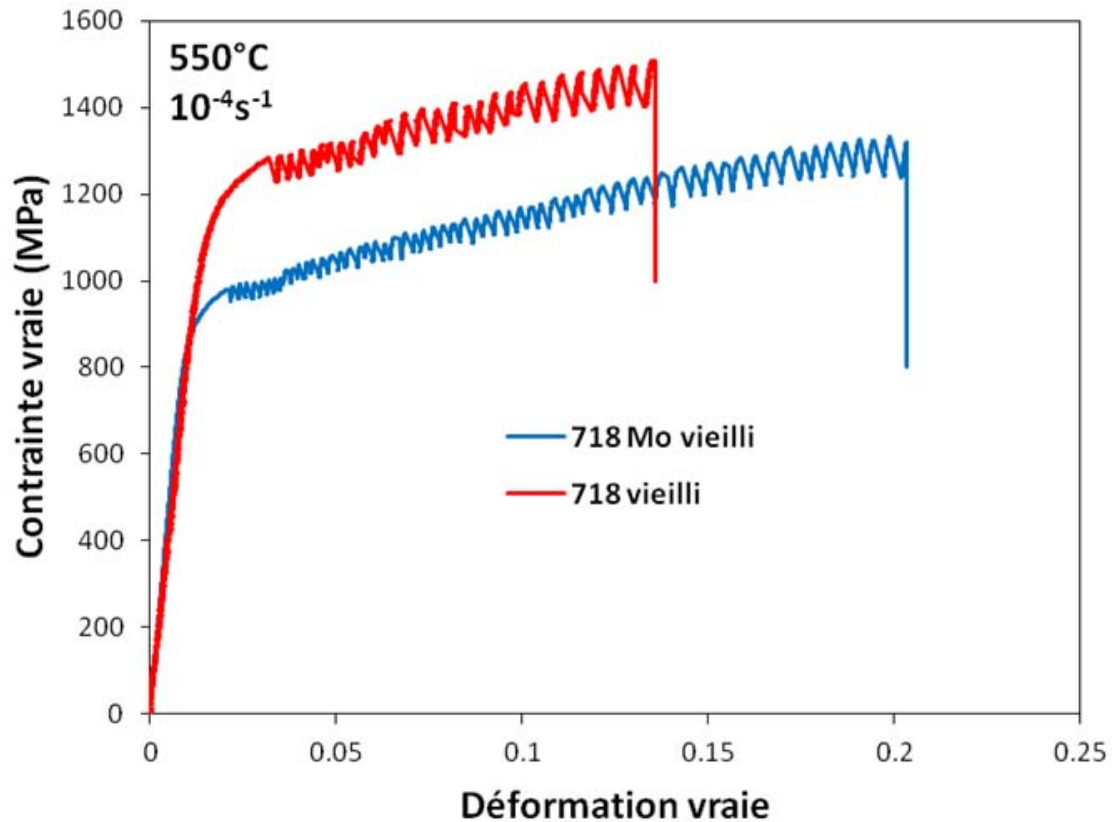


Figure III-13 Comparaison des courbes de traction obtenues sur l'alliage 718 de référence et l'alliage modèle enrichi en Mo vieillis, à 550°C et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  sous air.

Ainsi, pour l'alliage enrichi en Mo, on observe une faible extension du domaine PLC vers les plus hautes températures ainsi qu'une légère diminution de la déformation critique pour l'apparition des instabilités de l'écoulement pour les basses températures du domaine inverse, lorsque comparé à l'alliage 718 standard. Ces différences qui existent entre l'alliage 718 et l'alliage modèle enrichi en Mo ne sont néanmoins pas significatives et ne permettent pas de conclure à l'implication directe du Mo en solution dans l'alliage dans l'occurrence de l'effet PLC. En effet, ces différences dans la réponse du matériau pourraient tout aussi bien être dues à des différences microstructurales qui existent entre ces deux alliages.

#### III.1.4. Essais de traction sur l'alliage 718 sans Nb

Un alliage modèle de type alliage 718 sans niobium a été utilisé dans le cadre de cette étude afin d'évaluer l'occurrence ou non d'un phénomène de PLC à haute température dans cet alliage. Divers essais ont ainsi été pratiqués dans le domaine où le PLC de haute température est susceptible d'intervenir. L'alliage en question, ne comportant pas de Nb, a été testé en traction sous forme de solution solide, et ce dans la mesure où il ne peut pas former de phase  $\gamma''\text{-Ni}_3\text{Nb}$  nécessaire à un durcissement structural. Afin d'avoir un élément de comparaison, il a bien évidemment été comparé à l'alliage 718 n'ayant pas subi préalablement de traitement de vieillissement aéronautique.

Sur l'alliage 718 en solution solide, l'effet PLC se développe jusqu'à plus haute température par rapport à l'alliage à l'état vieilli. Des essais ont été pratiqués sur l'alliage 718 non vieilli afin d'évaluer approximativement la position de la frontière de disparition pour l'effet PLC de haute température. Les résultats sont consignés sur le graphique ( $T, \dot{\epsilon}$ ) de la Figure III-14.

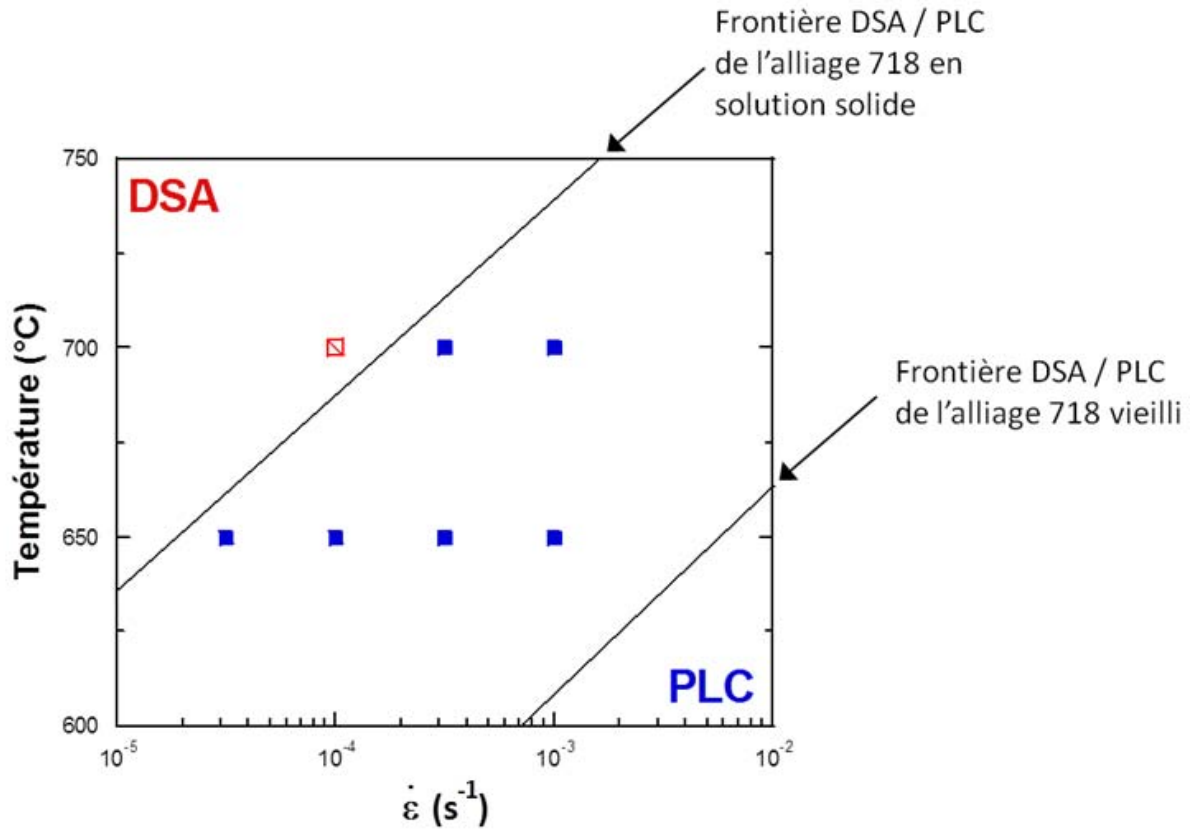


Figure III-14- Position de la frontière entre DSA (Traînage) et PLC (Désancrage dynamique) dans l'alliage 718 en solution solide et comparaison avec la position de la frontière pour l'alliage vieilli

Il a alors été choisi de caractériser le matériau modèle sans Nb avec un couple température – vitesse de déformation qui permettent de se situer dans le domaine haute-température d'occurrence de l'effet PLC. Le choix s'est porté sur le couple 650°C –  $10^4 s^{-1}$ . La courbe typique d'un essai de traction sur le matériau sans niobium dans ces conditions de sollicitation est portée sur la Figure III-15 ci-après, et comparée aux courbes obtenues dans les mêmes conditions de sollicitation thermomécanique pour l'alliage 718 de référence et l'alliage enrichi en Mo non vieillis. Cet essai met en évidence l'existence d'un écoulement à caractère saccadé dans le domaine haute température pour cet alliage pourtant sans Nb. Ainsi, le Nb ne saurait, à lui seul expliquer l'effet PLC intervenant à haute température dans l'alliage 718 en solution solide tel que proposé par certains auteurs [Nalawade 2008].

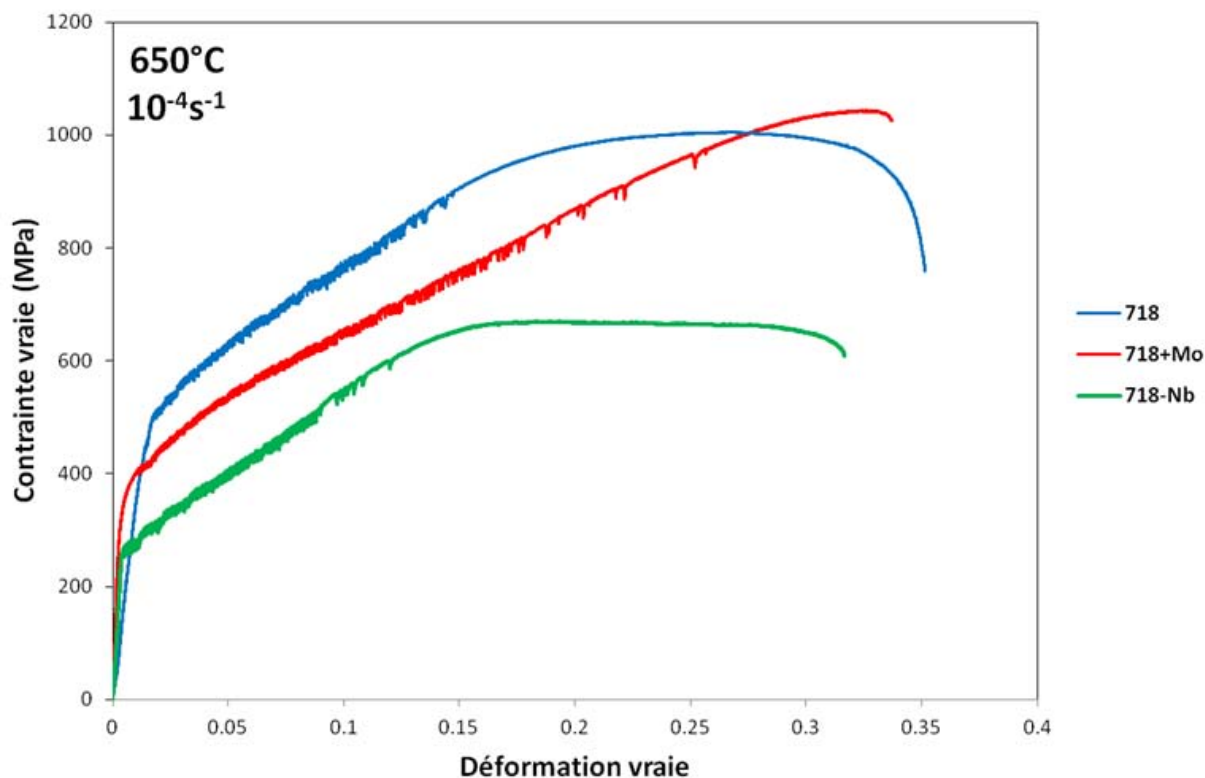


Figure III-15 Courbes contrainte-déformation vraies à 650°C et 10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup> pour les alliages en solution solide : alliage 718 (bleue), alliage enrichi en Mo (rouge) et alliage sans Nb (vert)

### III.1.5. Résumé

Les essais de traction pratiqués sur l'alliage 718 à l'état vieilli ont permis de mettre en évidence l'existence de deux comportements différents en termes d'évolution de la déformation critique d'apparition de la première instabilité plastique dans le domaine PLC : l'un normal, et l'autre inverse. L'existence de ces deux domaines amène à considérer l'existence de deux mécanismes différents à l'origine de l'effet PLC observé selon le régime de sollicitation thermomécanique.

L'approche classiquement utilisée qui consiste, par différentes méthodes, à déterminer des énergies d'activation apparentes associées à l'effet PLC et à les comparer aux énergies d'activation associées à la diffusion de différents solutés met en évidence les aspects suivants :

- L'effet PLC intervenant à basse température, dans le domaine normal, semble dû à l'interaction du carbone avec les dislocations mobiles, mais probablement pas un simple phénomène de diffusion dans le volume.
- L'effet PLC intervenant à plus haute température, dans le domaine inverse, semble trouver son origine dans l'interaction d'un soluté substitutionnel avec les dislocations mobiles. Néanmoins, la dispersion des résultats expérimentaux ne permet pas de conclure quant à la nature exacte de l'espèce impliquée.

Le fait que l'alliage modèle sans niobium à l'état de solution solide présente un effet PLC à haute température tend à infirmer l'idée que le Nb est responsable, à lui seul en tous cas, des instabilités plastiques dans cet état métallurgique de l'alliage 718.

Néanmoins, il est à noter qu'il est difficile de tirer des conclusions par comparaison entre l'alliage à l'état vieilli et l'alliage à l'état de solution solide, dans la mesure où les obstacles au mouvement des dislocations, donc les modes de déformation et, a priori, les mécanismes à l'origine de l'apparition d'un effet PLC sont différents.

Les solutions solides des trois alliages sont comparables en termes de modes de déformation et l'apparence de leurs instabilités d'écoulement plastique est semblable. Ainsi, il est possible de comparer d'une part les alliages vieillis entre eux (alliage 718, et matériau enrichi en Mo), et d'autre part les états en solution (alliage 718, matériau enrichi en Mo et matériau sans Nb).

L'objet de la partie suivante de ce chapitre est une caractérisation en spectroscopie mécanique d'alliages comparables d'un point de vue microstructural à l'alliage 718 d'étude.

## III.2. Spectroscopie mécanique

### III.2.1. Phénoménologie

Dans un matériau parfaitement élastique, la déformation est reliée à la contrainte qui lui est appliquée par la loi de Hooke :  $\varepsilon = J\sigma$ , dans laquelle  $\sigma$  est la contrainte,  $\varepsilon$  la déformation résultante, et  $J$  la souplesse du matériau. Cette relation implique qu'à l'application d'une contrainte, la déformation résultante du solide est instantanée, indépendante du temps.

Les matériaux réels ont un comportement différent : l'application d'une contrainte entraîne l'apparition d'une déformation qui dépend du temps, s'écartant ainsi de la loi de Hooke. Un tel comportement peut être illustré par le graphique de la Figure III-16.

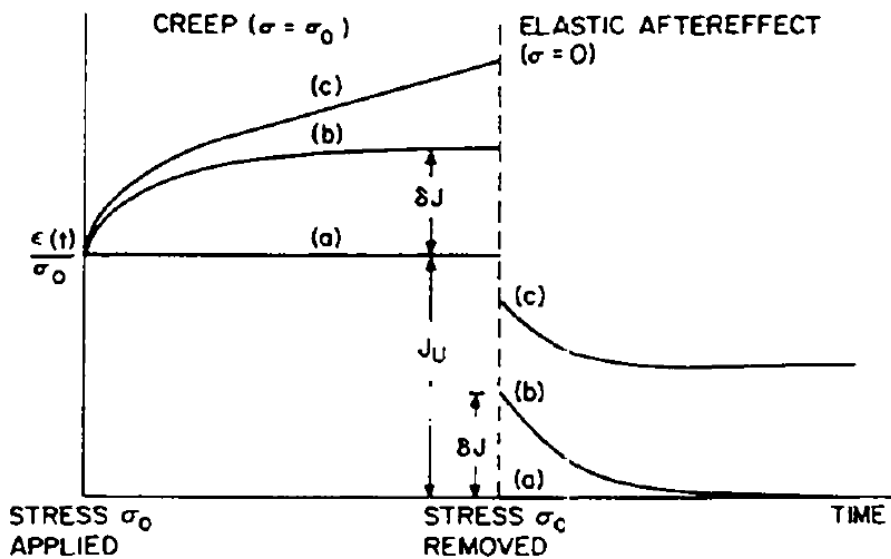


Figure III-16 Réponse en déformation d'un solide soumis à un échelon de contrainte (de faible amplitude) : (a) solide élastique idéal, (b) solide anélastique, et (c) solide viscoélastique, d'après [Nowick 1972]

Le solide réel, sollicité dans son domaine supposé élastique, peut avoir un comportement anélastique ou viscoélastique. Le modèle le plus simple pour rendre compte de ce comportement est celui proposé par Zener [Zener 1948] du solide anélastique standard présenté sur la Figure III-17. L'application d'un échelon de contrainte de faible amplitude à  $t=0$  entraîne une évolution de la déformation au cours du temps, dont la description peut être considérée comme la somme de deux termes : une partie élastique instantanée,  $\varepsilon_{el}$ , indépendante du temps, et une partie anélastique,  $\varepsilon_{an}$ , fonction du temps, qui suit une évolution exponentielle vers sa valeur d'équilibre  $\varepsilon_{an}^{\infty}$  avec un temps caractéristique  $\tau$ .

Dans ce modèle, lorsque l'on atteint l'équilibre, on a :

$$\varepsilon_{totale}^{\infty} = \varepsilon_{el} + \varepsilon_{an}^{\infty} = J_R \sigma \quad (9)$$

$$\varepsilon_{el} = J_N \sigma \quad (10)$$

Où  $J_N$  et  $J_R$  sont respectivement les souplesses non relaxée et relaxée.

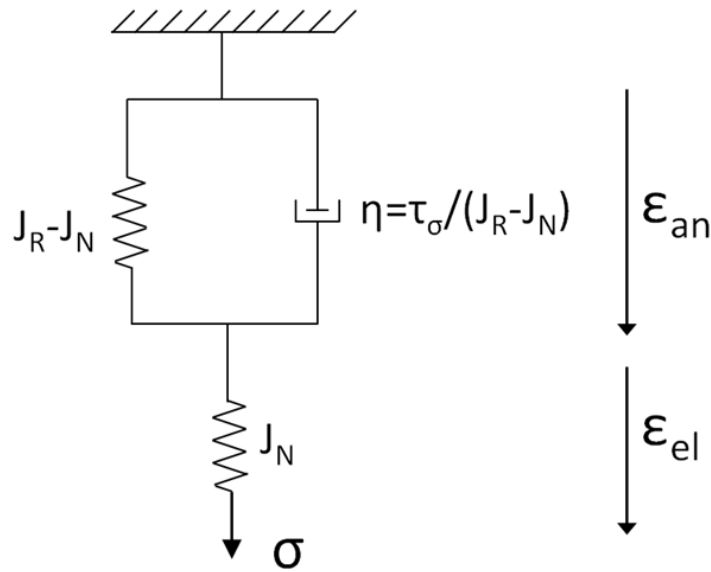


Figure III-17 Modèle rhéologique du solide anélastique standard

Ce phénomène de passage d'un état d'équilibre à un autre du solide sous l'effet de la contrainte appliquée est appelé relaxation anélastique. Il présente deux paramètres caractéristiques :

$$\text{L'amplitude (intensité) de relaxation : } \Delta = \frac{\epsilon_{an}^\infty}{\epsilon_{el}} = \frac{J_R - J_N}{J_N} = \frac{\delta J}{J_N}$$

Le temps de relaxation caractéristique :  $\tau$

On peut alors écrire :

$$\epsilon_{an} = \delta J \sigma (1 - e^{-t/\tau}) = \epsilon_{an}^\infty (1 - e^{-t/\tau}) \quad (11)$$

Ainsi, la déformation totale vaut :

$$\epsilon_{totale} = J_N \sigma + \delta J \sigma (1 - e^{-t/\tau}) \quad (12)$$

On peut alors obtenir l'équation (13) du solide linéaire standard :

$$\epsilon + \tau \dot{\epsilon} = J_R \sigma + \tau J_N \dot{\sigma} \quad (13)$$

Ainsi, on comprend que lorsque l'on s'écarte d'un comportement strictement élastique, la réponse en déformation à l'application d'un échelon de contrainte dans le domaine élastique n'est elle pas instantanée. Néanmoins, les temps de relaxation à l'origine du comportement anélastique peuvent d'avérer bien trop faibles pour qu'on puisse y accéder via des expériences statiques (ie  $\dot{\sigma}_0 = 0$ )

### III.2.2. Frottement Intérieur et Module Dynamique

Au cours des essais dynamiques, une contrainte périodique (ou une déformation) est imposée au système, et le déphasage entre contrainte en déformation est mesuré. En utilisant la notation

### Chapitre III – Résultats et Interprétations

complexe, on peut écrire :  $\sigma^* = \sigma_0 e^{i\omega t}$ , où  $\sigma_0$  est l'amplitude de contrainte et  $\omega$  la pulsation ( $\omega = 2\pi F$ , où  $F$  est la fréquence)

Lorsque cette contrainte sinusoïdale est appliquée à un matériau anélastique ou viscoélastique linéaire, la linéarité de la relation entre contrainte et déformation fait que la déformation résultante est également sinusoïdale, mais présentant un déphasage avec la contrainte d'un angle  $\phi$ . Cette déformation peut donc être écrite de la façon suivante :  $\varepsilon^* = \varepsilon_0 e^{i(\omega t - \phi)}$ , où  $\varepsilon_0$  est l'amplitude de déformation et  $\phi$  l'angle de perte. L'évolution temporelle de la contrainte et de la déformation sont représentées sur la Figure III-18.

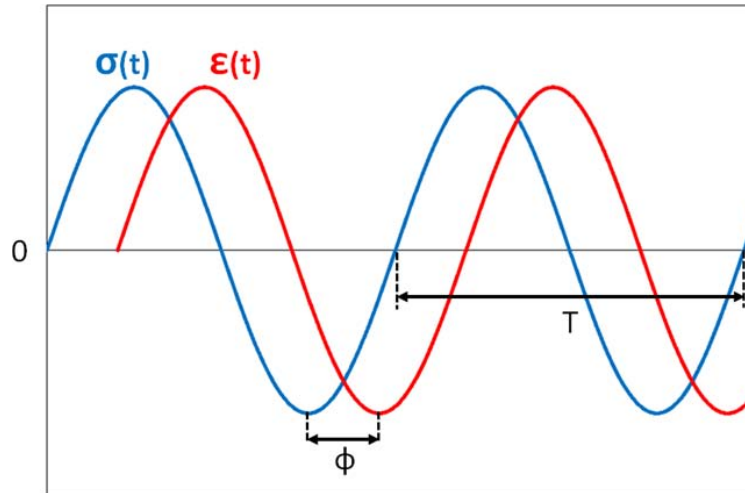


Figure III-18 Représentation du déphasage temporel entre contrainte sinusoïdale et déformation résultante

A partir des équations (12) et (13), on peut écrire l'équation (14) :

$$\varepsilon = \frac{J_R + i\omega\tau J_N}{1 + i\omega\tau} \sigma = (J_1 - iJ_2)\sigma \quad (14)$$

Soit  $\varepsilon = J^*(\omega)\sigma$ , où  $J^*(\omega)$  est la souplesse complexe du matériau, dont les parties réelle et imaginaire sont respectivement données par:

$$J_1 = J_N + \frac{J_R - J_N}{1 + \omega^2\tau^2} \quad (15)$$

$$J_2 = (J_R - J_N) \frac{\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2} \quad (16)$$

Les équations (15) et (16) sont connues comme Equations de Debye.

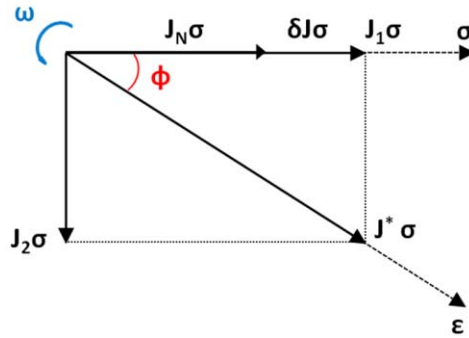


Figure III-19 Diagramme vectoriel montrant la relation de phase entre la contrainte, la déformation et la souplesse complexe. Le diagramme tourne autour de son origine à une fréquence angulaire  $\omega$

Ainsi, le frottement intérieur,  $Q^{-1}$ , est la tangente de l'angle de déphasage  $\phi$  :

$$Q^{-1} = \tan(\phi) = \frac{J_2}{J_1} \quad (17)$$

D'où, avec  $\delta J = J_R - J_N \ll J_N$ , on obtient :

$$Q^{-1} = \Delta \frac{\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2} \quad (18)$$

où  $\Delta = \frac{J_R - J_N}{J_N}$  est l'intensité de relaxation, et  $Q^{-1}$  est le facteur de frottement intérieur.

Une autre grandeur d'intérêt est donnée par l'évolution de la norme du module de raideur dynamique

$$|E^*(T)| = \frac{1}{|J^*(T)|} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0(T)} \quad (19)$$

La Figure III-20 représente l'apparence typique de l'évolution avec la température du spectre de frottement intérieur  $Q^{-1}(T)$  et du module dynamique  $E(T)$ . L'analyse des résultats par traitement mathématique ultérieur nécessitera une représentation en  $1/T(K)$ , [SanJuan 2001].

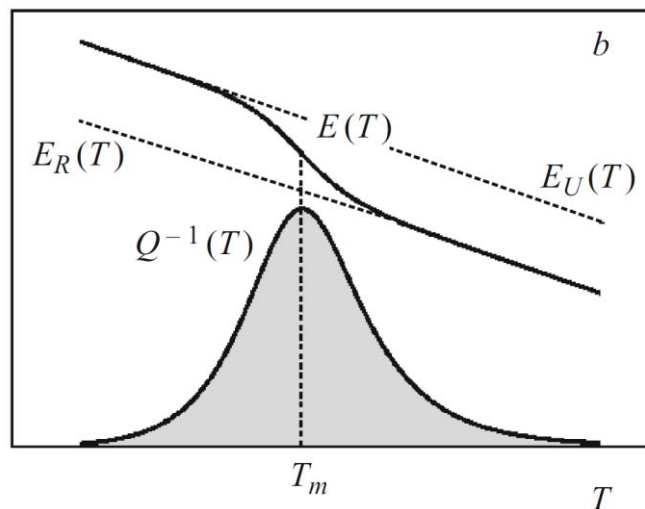


Figure III-20- Représentation du facteur d'amortissement  $Q^{-1}(T) = \tan\phi(T)$  et de la norme du module dynamique  $E(T)$ , d'après [Weller 2001].



### Chapitre III – Résultats et Interprétations

Le facteur de frottement intérieur constitue une mesure de la dissipation d'énergie au cours d'un cycle de déformation du matériau. On peut montrer que :

$$Q^{-1} = \tan \phi = \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta W}{W} \quad (20)$$

Où  $\Delta W$  est l'énergie dissipée par cycle de vibration, et  $W$  l'énergie maximale emmagasinée au cours d'un cycle.

L'équation (18) présente un maximum en fonction de  $\omega\tau$  : il s'agit du pic de frottement intérieur qui est centré sur  $\omega\tau = 1$ , de hauteur  $Q_{max}^{-1}$ , et dont les grandeurs caractéristiques sont les suivantes :

- L'intensité de relaxation :  $Q_{max}^{-1} = \frac{\Delta}{2}$
- Le temps de relaxation caractéristique  $\tau$  qui, pour le maximum du pic, doit vérifier:  $\omega\tau = 1$

Le temps de relaxation fournit des informations sur la nature des défauts responsables du phénomène de relaxation étudié. L'intensité de relaxation peut renseigner sur le nombre de défauts relaxants par unité de volume, et, dans certains cas, permet d'obtenir une information quantitative sur la concentration atomique des défauts mobiles.

#### III.2.3. Mécanismes thermiquement activés

Le mouvement des défauts microstructuraux responsables des processus de relaxation est, dans la plupart des cas, thermiquement activé. Ainsi, la fréquence de saut d'un défaut pour franchir une barrière d'énergie séparant deux états d'équilibre est donnée par l'équation :  $\nu = \nu_0 \exp(\frac{-G_0}{kT})$ , où  $\nu_0$  est le facteur pré-exponentiel de fréquence de saut lié à la vibration intrinsèque du défaut, correspondant à la fréquence à laquelle le défaut tente de franchir la barrière énergétique, et  $\exp(\frac{-G_0}{kT})$  représente la probabilité pour que le défaut ait une énergie thermique suffisante pour la franchir. Le temps de relaxation du processus est donc le temps entre deux sauts consécutifs, et s'exprime suivant l'équation :  $\tau = \tau_0 \exp(\frac{G_0}{kT})$

Une représentation schématique de la déstabilisation des niveaux d'énergie et des puits de potentiels accessibles à un défaut au cours d'une déformation cyclique est représentée sur la Figure III-21.

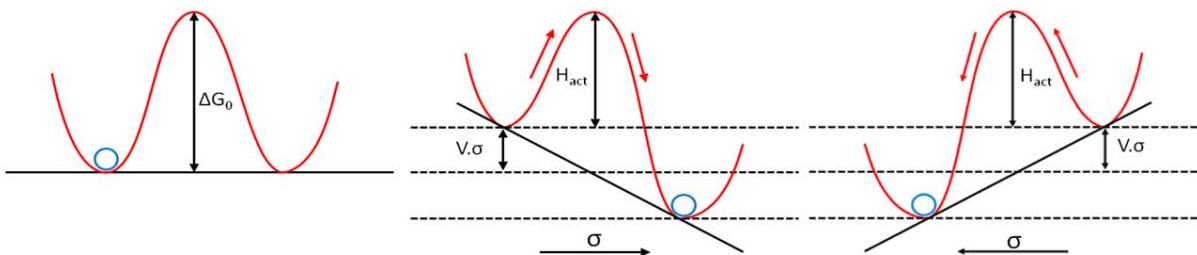


Figure III-21- Schéma des sauts thermiquement activés d'un défaut à travers une barrière d'énergie déstabilisée par application cyclique d'une contrainte mécanique d'après [SanJuan 2001]

Ainsi, dans le cas d'une mesure par spectroscopie mécanique, l'application d'une contrainte cyclique d'amplitude  $\sigma$  à une fréquence  $\omega$  va produire une déstabilisation progressive des niveaux d'énergie dans une direction, puis dans l'autre alternativement au cours d'un cycle. Lors de ce processus, la barrière énergétique à franchir pour atteindre la position de plus basse énergie est abaissée par rapport à l'état initial.

Dans la mesure où, dans le cadre de tels processus, on peut négliger la variation d'entropie, on peut écrire :  $\Delta G_0 = \Delta H_0 - T\Delta S_0 \cong \Delta H_0$ . Ainsi, la mesure de l'enthalpie d'activation associée au processus de relaxation  $\Delta H_0 = H_{act}$  donne accès à l'énergie d'activation libre du processus  $\Delta G_0 = G_{act}$ .

Le temps de relaxation est ainsi donné par la relation :  $\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{H_{act}}{kT}\right)$ , dans laquelle  $\tau_0$  et  $H_{act}$  sont les paramètres caractéristiques du mécanisme microscopique de relaxation.

### III.2.4. Processus de relaxation dans les alliages métalliques

#### III.2.4.1. Défauts ponctuels

L'introduction d'un défaut ponctuel dans le réseau cristallin d'un métal crée une distorsion élastique locale. Ainsi, le défaut interagit avec le champ de contrainte généré à l'intérieur du matériau lorsque lui sont appliquées des forces extérieures. Un défaut seul n'entraîne d'absorption d'énergie que si sa symétrie est inférieure à celle du réseau hôte. Le phénomène de diffusion sous contrainte apparaît dans le champ de contrainte variable ainsi généré entraînant la transformation d'énergie élastique des oscillations en énergie thermique.

La relaxation causée par la diffusion d'atomes sous contrainte appliquée est un exemple classique d'anélasticité dans les solutions solides. Elle peut se manifester par différents effets :

- Effet Snoek (migration d'interstitiels dans le réseau CC) [Snoek 1941].
- Effet Zener (migration de paires substitutionnel-substitutionnel, ou substitutionnel-interstitiel) [Zener 1947].

Une revue des processus de relaxation due aux défauts ponctuels est proposée dans [Weller 2001].

#### III.2.4.2. Dislocations

Dans les métaux, les mesures d'amortissement se révèlent très sensibles à l'état d'écrouissage du matériau, du fait de l'importance prise par la densité de dislocations dans les phénomènes de frottement intérieur. Les dislocations constituent en effet, des défauts linéaires dans la structure du réseau cristallin auxquels est associée une énergie. Lors de l'application d'une force à l'échantillon, la ligne de dislocation va s'incurver, puis lorsque la contrainte est relâchée, la ligne de dislocation revient dans une position d'énergie minimale sous l'effet de la tension de ligne, en minimisant sa longueur. Ce phénomène d'oscillation des dislocations autour d'une position d'équilibre va engendrer un phénomène d'anélasticité lors de l'application d'une contrainte cyclique / périodique, créant un déphasage entre la contrainte appliquée et la déformation effective mesurable du fait de la dissipation d'énergie occasionnée.

Différents pics de frottement intérieur attribués aux dislocations ont été mis en évidence que ce soit à basse température (pic de Bordoni [Bordoni 1954, Seeger 1956]), ou bien à des températures au-dessus du 30% de la température de fusion [Rivière 1997, Woirgard 1976]. On peut distinguer différents types de phénomènes anélastiques impliquant des dislocations parmi lesquels :

- Mouvement des dislocations autour d'une position d'équilibre (pic de Bordoni, de Niblett-Wiles, ...) [Bordoni 1954, Niblett 1960]. Une revue de ce type de phénomènes est proposée dans [Fantozzi 1982].
- Traînage des solutés par les dislocations (pics d'Hasiguti) [Hasiguti 1962, Hasiguti 1972, Hasiguti 1959, Okuda 1963]. Une revue de ce type de phénomènes est proposée dans [Gremaud 2001].
- Interactions entre défauts ponctuels (interstitiels) et dislocations (pic Snoek-Köster) [San Juan 1987, Schoeck 1963, Seeger 1979, Wang 1994, Weller 1983]

### III.2.5. Spectroscopie mécanique

Dans la mesure où elle est liée au mouvement des défauts autour de leur position d'équilibre, l'analyse de la contribution anélastique à la déformation est d'un grand intérêt. Son étude donne accès à des informations sur les mécanismes microscopiques de mobilité des défauts et aux microstructures qui les conditionnent. Néanmoins, cette analyse est d'une grande difficulté expérimentale du fait que ces processus peuvent intervenir dans des gammes de fréquence et de température très larges, et le domaine des déformations anélastiques liées au mouvement de défauts ou d'unités microstructurales est toujours accompagné par des déformations élastiques qui sont en général de plusieurs ordres de grandeur supérieures en amplitude, en particulier dans les matériaux cristallins. Pour que la contribution anélastique soit représentative de ces processus, la déformation doit être totalement réversible du fait qu'il ne doit pas y avoir de déformation résiduelle, donc la composante plastique doit être nulle. Dans ce cas, seules les composantes élastique et anélastique contribuent à la réponse en déformation du solide à une sollicitation.

L'étude de ces mécanismes de mobilité des défauts par application d'une contrainte cyclique est connue sous le nom de spectroscopie mécanique [SanJuan 2001] et permet d'accéder à l'information microstructurale par des essais macroscopiques non destructifs. Cette technique consiste en l'application d'une contrainte mécanique qui agit comme une sonde qui stimule le mouvement local des unités microstructurales autour de leur position d'équilibre moyennant la dissipation d'une énergie et que l'on appelle frottement intérieur. De ce fait, le frottement intérieur d'un matériau est une grandeur physique intensive de la dissipation d'énergie sur un cycle du fait du comportement anélastique du matériau, qui, du point de vue expérimental, peut être mesuré avec une grande précision par les techniques de frottement intérieur.

Les mêmes défauts peuvent causer de l'anélasticité ou de la plasticité selon le niveau de contrainte, ainsi la connaissance des mécanismes anélastiques peut aider à comprendre les mécanismes plastiques.

### III.2.6. Procédure d'essai

La méthode utilisée est la « méthode sous-résonnante » de spectroscopie mécanique, qui permet d'obtenir des spectres en fonction de la température et de la fréquence, soit en forçant les oscillations à une fréquence inférieure à la fréquence de résonance du système, dans la gamme  $10^{-4}$  à 10 Hz, soit en fonction de la température à une fréquence déterminée grâce à un système de chauffage et de contrôle de la température. Le principal intérêt de la méthode sous-résonnante, ou d'oscillations forcées, dans l'objectif d'étudier le comportement anélastique d'un matériau à haute température, réside dans le fait qu'à travers cette méthode il est possible d'étudier les processus de relaxation dans un spectre large et continu de fréquences, et d'observer les processus thermiquement activés à plus basse température avec une baisse de la fréquence d'oscillations.

Dans cette étude, nous avons choisi de travailler à différentes fréquences fixées, et de réaliser un suivi du frottement intérieur lors de montées en température depuis la température ambiante. Nous obtenons un spectre à amplitude et fréquence d'oscillations constantes en fonction de la température  $T$ . La fréquence que nous imposons au système est dans la gamme de fonctionnement du pendule avec la limitation de temps de mesure et de fréquence de résonance du système. Nous pouvons ainsi obtenir différents spectres en température pour une série de fréquences d'oscillations,  $\omega_i = cte$ .

Selon l'échantillon, en particulier sa géométrie et ses propriétés mécaniques, on impose une tension sinusoïdale donnée au niveau des bobines de Helmholtz, dont l'amplitude est paramétrée de manière à obtenir une réponse en déformation dont l'amplitude à température ambiante est de l'ordre de  $\varepsilon_0 = 10^{-5}$ . Une fois l'oscillation démarrée, l'ensemble de la procédure est automatisé : le déphasage est mesuré à intervalles réguliers en faisant la moyenne sur un nombre de cycles variable selon la fréquence de sollicitation sinusoïdale appliquée à l'échantillon. Obtenir des informations précises nécessite une montée en température lente, qui est en général de 1°C par minute (parfois 1,5°C/min.). Une description de l'équipement utilisé apparaît dans le chapitre II « Matériaux et techniques expérimentales », et a également été développée de façon détaillée par [Gutierrez-Urrutia 2004].

### III.2.7. Echantillons étudiés en frottement intérieur

#### III.2.7.1. Nature des échantillons étudiés

La liste des échantillons caractérisés en frottement intérieur est la suivante :

- Alliage 718 en solution solide (état de réception)
- Alliage 718 à l'état vieilli (vieillessement standard aéronautique)
- Alliage 718 à l'état vieilli, pré-déformé en traction à 4% plastique dans le domaine DSA [Conditions de traction : 600°C,  $10^{-4}$ s<sup>-1</sup>]
- Alliage 718 à l'état vieilli, pré-déformé en traction à 4% plastique dans le domaine PLC [Conditions de traction : 600°C,  $3,2 \cdot 10^{-4}$ s<sup>-1</sup>]
- Alliage 718-Nb en solution solide
- Alliage 718+Mo, à l'état vieilli
- Alliage 625+, à l'état vieilli

## Chapitre III – Résultats et Interprétations

Un récapitulatif de cette liste comportant les états métallurgiques est consignée dans le Tableau III-6.

Les compositions massiques en différents éléments des alliages étudiés sont portées dans le Tableau II-1.

Tableau III-6- Nomenclature des échantillons étudiés en frottement intérieur

Références des échantillons	Nature	Traitement thermique de revenu	Traitement thermomécanique avant essai
IN718SS-1	Alliage 718	Non traité	-
IN718P-1	Alliage 718	720°C/8h, 620°C/8h	-
IN718DSA-9	Alliage 718	720°C/8h, 620°C/8h	écroui 4% en traction en mode DSA
IN718PLC-7	Alliage 718	720°C/8h, 620°C/8h	écroui 4% en traction en mode PLC
IN718NbF-1	Alliage 718-Nb	Non traité	-
IN718Mo-1	Alliage 718+Mo	720°C/8h, 620°C/8h	-
IN625-1	Alliage 625+	735°C/8h, 630°C/8h	-

### III.2.7.2. Origine du choix des échantillons analysés

Les recherches bibliographiques n'ont pas permis de trouver d'étude en frottement intérieur à haute température sur des superalliages à base de nickel, et donc sur l'alliage 718. Les travaux revêtent un aspect s'apparentant donc à du « défrichage », c'est pourquoi il a été naturellement choisi de caractériser l'alliage 718 d'étude à l'état de réception, proche d'une solution solide, et le même alliage ayant subi le traitement de vieillissement aéronautique standard.

Dans la mesure où la technique de frottement intérieur permet d'accéder à des données sur les phénomènes de relaxation intervenant au sein du matériau lors d'une sollicitation cyclique, qui peuvent être des phénomènes associés à des défauts ponctuels, à leurs interactions avec les dislocations, au mouvement des joints de grains autour d'une position d'équilibre, ou tout autre phénomène thermiquement activé et donnant lieu à une dissipation d'énergie dans la matière, il a été jugé pertinent de caractériser le comportement d'échantillons pré-écrouis afin de se donner une idée de l'interaction entre dislocations et défauts microstructuraux dans le matériau. Soupçonnant une différence dans les mécanismes d'interaction entre solutés et dislocations dans le cadre de deux modes de déformation plastique, à savoir absence ou occurrence de l'effet PLC lors des essais de traction utilisés pour la pré-déformation, deux types d'échantillons ont été préparés pour les essais de FI et qui ont été préalablement déformés à la même température (600°C), mais à des vitesses différentes, quoique proche, l'une permettant de se trouver dans un régime d'écoulement classique ( $10^4 \text{s}^{-1}$ ) et l'autre dans un régime d'écoulement saccadé ( $3.2 \times 10^4 \text{s}^{-1}$ ).

Dans la mesure où de récentes études semblaient mettre en évidence le fait que le niobium jouait un rôle important dans l'occurrence de l'effet PLC dans la gamme haute température pour

l'alliage 718, nous nous sommes intéressés à son effet sur le comportement en FI de l'alliage. C'est pourquoi l'alliage modèle 718-Nb a fait l'objet d'une caractérisation en spectroscopie mécanique.

Les essais pratiqués sur l'alliage 718+Mo et 625+ ont pour vocation d'évaluer l'effet de la teneur en Molybdène sur la réponse en frottement intérieur des échantillons. Ils constituent en effet avec l'alliage 718 de référence, une gamme de matériaux d'état microstructuraux comparables, mais présentant des teneurs en Mo échelonnées. (3, 4,4 et 8% en masse)

### III.2.7.3.Exemple d'analyse d'un pic de frottement intérieur

Dans cette partie, et du fait que les analyses mathématiques, se font en  $1/T(K)$ , les températures seront exprimée en Kelvin plutôt qu'en degrés Celcius.

Un premier aspect important à noter réside dans le fait que pour chaque échantillon testé, on observe systématiquement **un seul et unique pic de frottement intérieur** dans la gamme de températures et de fréquences de travail. L'apparence typique sur la courbe brute de ce pic de frottement intérieur est présenté sur la Figure III-22 pour un balayage en température depuis la température ambiante jusqu'à 1080K et une fréquence de 1Hz. Le spectre présenté est celui obtenu sur l'alliage 718 à l'état vieilli, sur lequel on distingue le pic de frottement interne proprement dit, et le fond continu haute température.

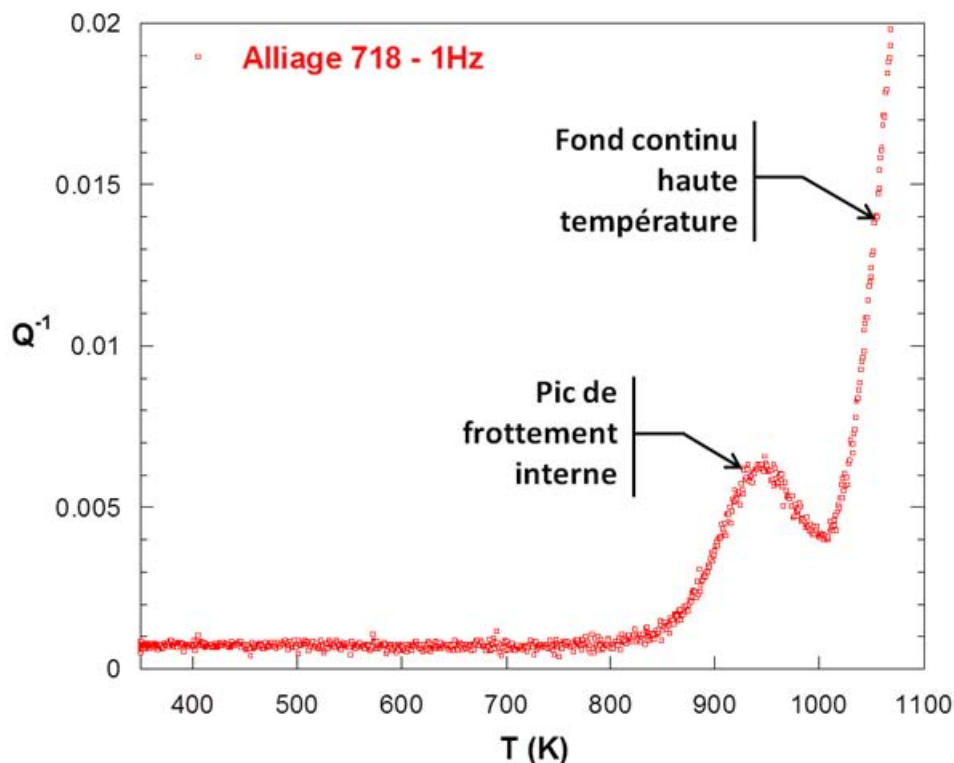


Figure III-22- Spectre de frottement intérieur brut typique de l'alliage 718 par balayage en température pour une fréquence d'oscillations de 1Hz

Dans ce paragraphe, un exemple de traitement d'un pic de frottement intérieur est proposé afin de clarifier la méthodologie employée pour obtenir les grandeurs caractéristiques qui lui sont associées.

### III.2.7.3.1. Détermination de l'énergie d'activation et du temps caractéristique associé au processus de relaxation

Dans le cadre d'essais avec balayage en température, on travaille à différentes fréquences d'oscillations forcées. La gamme de fréquences usuellement employée pour une telle caractérisation est : [3Hz, 1Hz, 0.3Hz, 0.1Hz, 0.03Hz, 0.01Hz]. L'objectif est de mesurer le déplacement en température des pics à caractériser. On peut ainsi suivre le déplacement du pic sur deux décades et demi de fréquences ce qui permet d'assurer une détermination pertinente de l'énergie d'activation.

Cet exemple porte sur l'alliage 718 à l'état vieilli. Chaque courbe apparaissant sur la Figure III-23 porte sur le balayage en température à une fréquence donnée. On note que plus la fréquence augmente et plus le pic se décale vers les hautes températures. Le fond continu de haute température se déplace également selon la fréquence de sollicitation de l'échantillon, mais évidemment de façon différente du pic.

La première étape de traitement des spectres de frottement intérieur obtenus consiste à soustraire le fond continu pour chacune des fréquences d'étude.

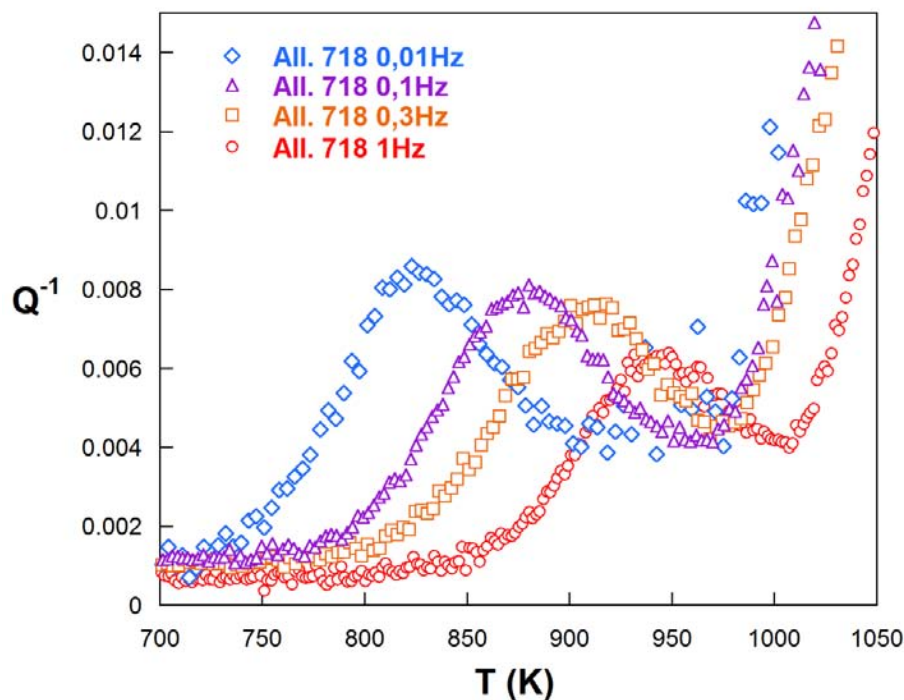


Figure III-23- Spectres de frottement intérieur bruts sur l'alliage 718 vieilli par balayage en températures pour différentes fréquences d'oscillations : mise en évidence du déplacement en température du maximum du pic.

#### III.2.7.3.1.1. Soustraction du fond continu haute température

Le fond de frottement à haute température (HTB = High Temperature Background), généralement appelé « fond continu », est un phénomène classique qui intervient en général à partir des températures de l'ordre de 50% de la température de fusion et qui est observé dans de

nombreux matériaux, comme les céramiques ou les métaux. Le fond continu est thermiquement activé tel qu'on peut le décrire comme un processus de relaxation très distribué en termes de temps de relaxation et de d'énergie d'activation et présentant une intensité de relaxation très élevée et un maximum du pic en température, pour une fréquence donnée, si haut qu'il pourrait se situer au-delà de la transition solide-liquide dans un diagramme de phases. Le fond continu peut être approximé de deux façons différentes : (i) en considérant qu'il est lié au début d'un pic de frottement intérieur classique du côté « basses températures », donc présentant, en début de croissance, une enveloppe exponentielle [Friedel 1955], (ii) en considérant que le comportement du matériau est viscoélastique de type maxwellien, avec une intensité de la relaxation présentant une croissance exponentielle. Dans les deux cas on peut décrire le frottement intérieur continu HTB de la façon suivante  $an\phi_{HTB} \approx A(\omega) \cdot \exp\left(\frac{-H_{act}}{kT}\right)$ , et dont la méthode de soustraction a été décrite dans [Nó 1988a, Nó 1988b].

La courbe de la Figure III-24 présente le spectre de frottement intérieur dont la ligne de base a été ramenée à zéro, avec une représentation du fond continu qui lui est associé, en bleu.

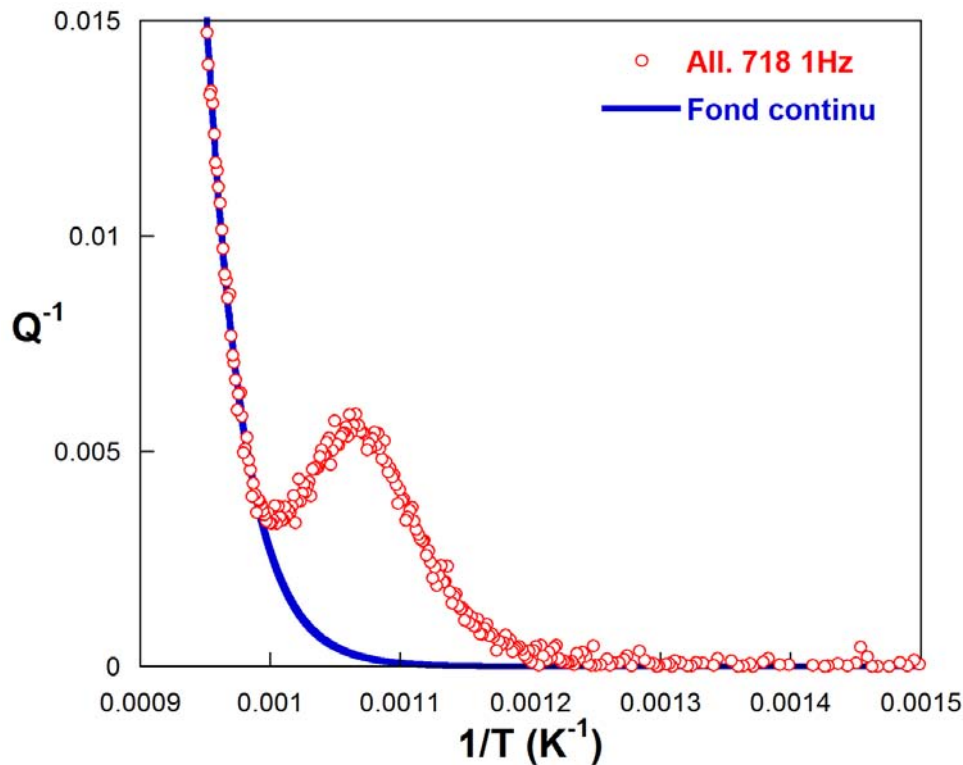


Figure III-24- Représentation du spectre de frottement intérieur corrigé et modélisation du début du fond continu haute température (HTB) par une exponentielle (bleu)

En soustrayant le fond continu ainsi modélisé au spectre de frottement intérieur, on obtient le spectre corrigé qui apparait en Figure III-25. L'application de cette soustraction du fond continu pour les différentes fréquences d'essai permet d'obtenir les pics de frottement intérieur obtenus sur la Figure III-26.



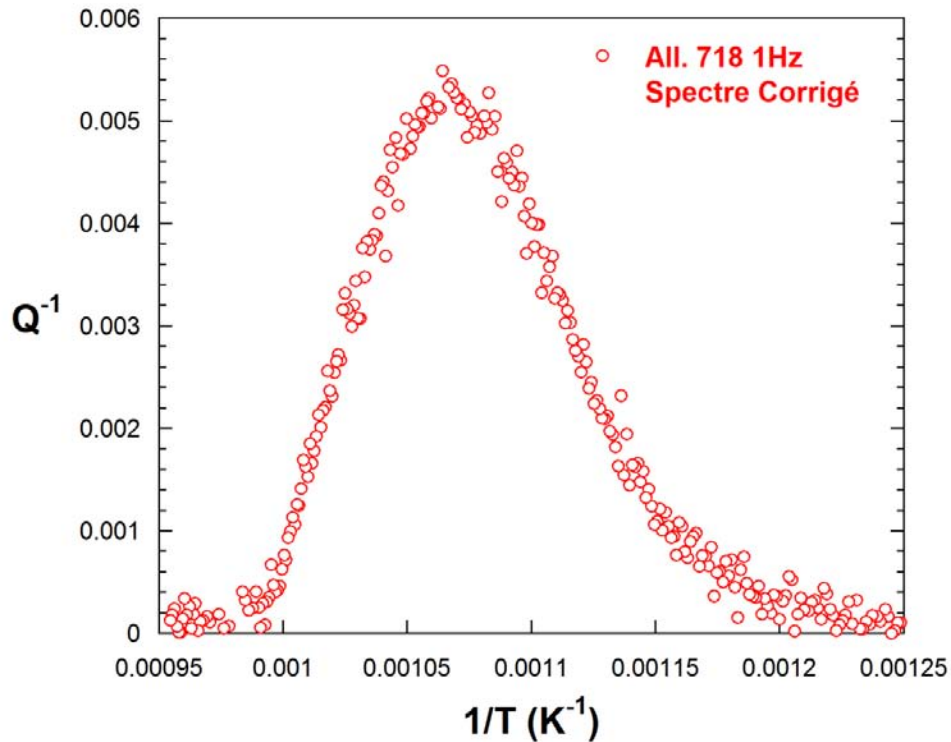


Figure III-25- Pic de frottement intérieur après soustraction du fond continu

### III.2.7.3.1.2. Détermination de l'énergie d'activation du processus de relaxation

Une première méthode générale consiste à déterminer la température  $T_p$  du maximum des pics de frottement intérieur, chacun des pics étant associé à une fréquence d'essai  $F$ . Le tracé de  $\log(F) = f(\frac{1}{T_p})$  donne accès à l'énergie d'activation associée au processus de relaxation à l'origine du pic de frottement intérieur étudié, [Nowick 1972, SanJuan 2001]. Dans la mesure où il s'agit d'un phénomène thermiquement activé, son temps caractéristique est tel que :  $\tau = \tau_0 \cdot \exp(\frac{\Delta G_0}{kT})$ . Or, comme pour chaque spectre de FI on travaille à fréquence (donc à pulsation) constante, on a :  $\omega\tau = \omega\tau_0 \cdot \exp(\frac{\Delta G_0}{kT})$ .

D'où,

- en négligeant la variation d'entropie, ie  $\Delta G_0 = \Delta H_0 - T\Delta S_0 \cong \Delta H_0$
- en prenant  $\omega = 2\pi F$ ,
- et avec  $\omega\tau = 1$  au maximum du pic de FI

On obtient, au maximum du pic de FI, les équations (21) et (22) :

$$1 = \omega\tau_0 \cdot \exp(\frac{\Delta H_0}{kT_p}) \quad (21)$$

$$\log(F) = -\log(2\pi \cdot \tau_0) - \frac{H_{act}}{2.3026 \cdot k} \cdot \frac{1}{T_p} \quad (22)$$

La détermination de la valeur  $T_p$  du maximum en température du pic pour chacune des fréquences d'essai, permet de reporter sur un graphique  $\log(F) = f(\frac{1}{T_p})$ , une série de points dont la

régression linéaire génère une droite d'équation  $\log(F) = -\log(2\pi \cdot \tau_0) - \frac{H_{act}}{2.3026 \cdot k} \cdot \frac{1}{T}$ , où  $k$  est la constante de Boltzmann ( $8.617 \times 10^{-5} \text{ eV} \cdot \text{K}^{-1}$ ).

Cette droite a donc pour pente  $-\frac{H_{act}}{2.3026 \cdot k}$ , et son ordonnée à l'origine est  $-\log(2\pi \cdot \tau_0)$

La Figure III-26 présente le déplacement observé du pic de frottement intérieur pour différentes fréquences de sollicitation de l'alliage 718 vieilli lors du balayage en température après soustraction du fond continu.

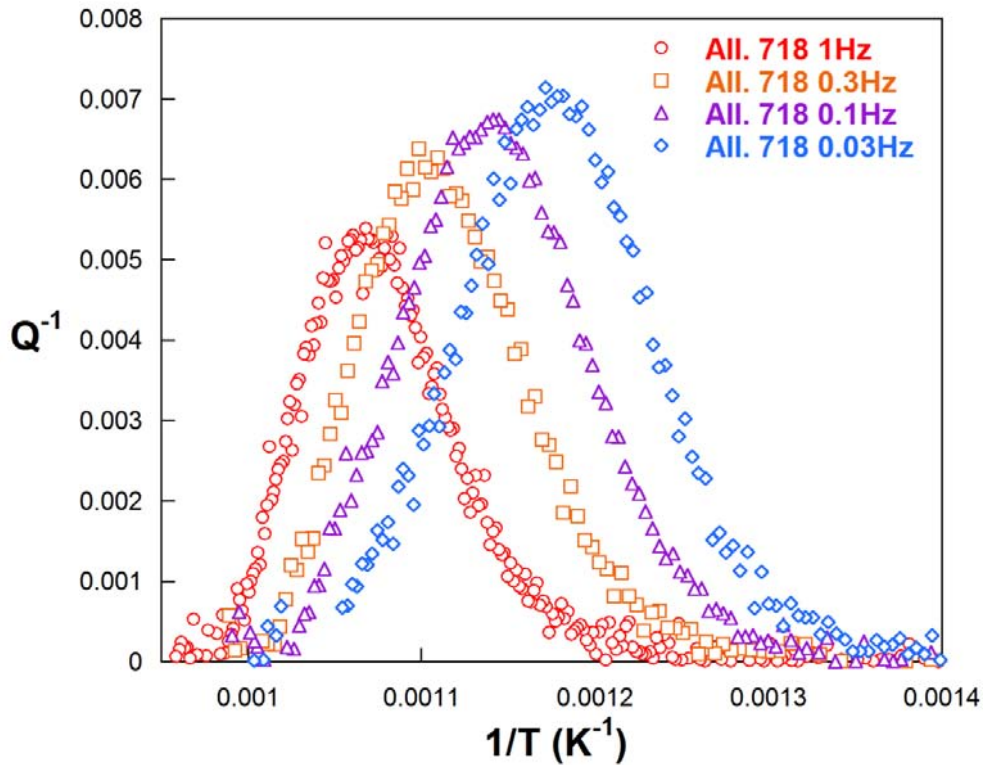


Figure III-26- Pics de frottement intérieur sur l'alliage 718 vieilli pour différentes fréquences après soustraction de leur fonds continus respectifs.

Ainsi, pour le cas présenté et en utilisant toutes les fréquences pour lesquelles le spectre de FI a été déterminé pour cet état métallurgique de l'alliage, on obtient la droite tracée sur la Figure III-27:

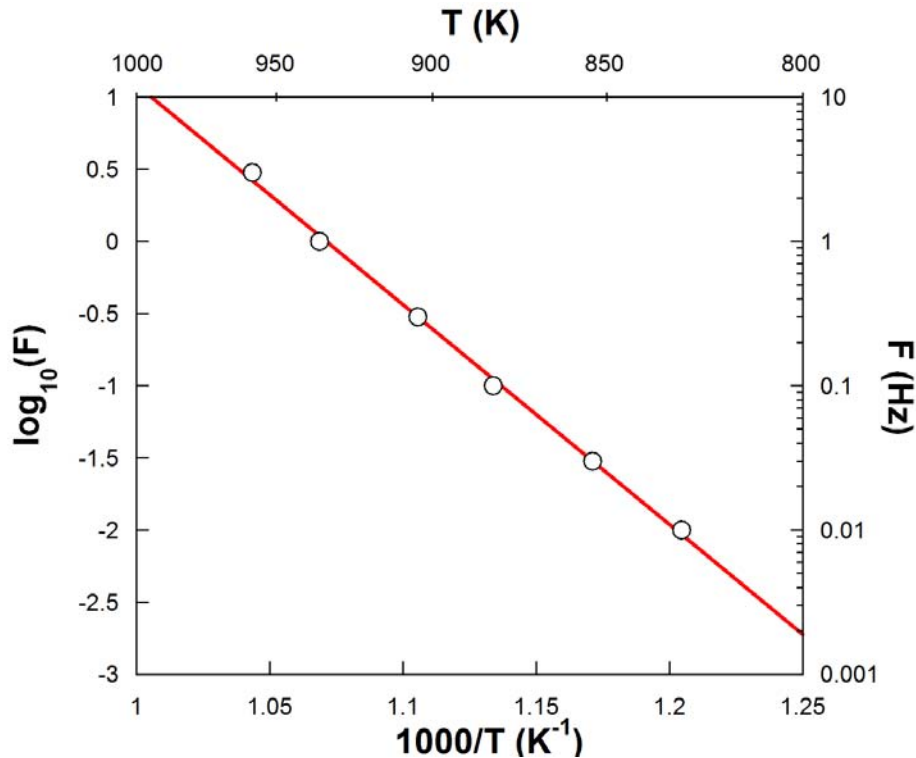


Figure III-27- Droite de régression linéaire sur les points expérimentaux donnant le maximum en température des pics de frottement intérieur en fonction de la fréquence d'essai, et permettant de déterminer l'énergie d'activation apparente associée au processus de relaxation à l'origine du pic de frottement intérieur étudié dans l'alliage 718 à l'état vieilli.

On en déduit les grandeurs caractéristiques associées au pic :

$$H_{act} = 3,02eV = 292 \text{ kJ/mol}, \text{ et } \tau_0 = 9.8 \times 10^{-16} \text{ s}$$

Il est à noter qu'un fort crédit peut être accordé à la valeur d'énergie d'activation, dans la mesure où elle est donnée par la pente de la droite de régression linéaire dont le coefficient de corrélation est très bon ( $R^2 > 0.998$ ). Le temps de relaxation caractéristique est donné par l'ordonnée à l'origine de la même droite de régression linéaire. Cette ordonnée à l'origine se trouve à une distance telle des points expérimentaux que la moindre erreur de pente de la droite se traduit par une modification très importante de la valeur déterminée. Ainsi, ne constitue-t-il qu'un ordre de grandeur du temps caractéristique réel associé au processus de relaxation intervenant.

### III.2.7.3.2. Détermination du facteur d'élargissement du pic

Un traitement plus affiné des spectres obtenus permet de comparer la largeur du pic expérimental à une courbe dite 'de Debye' et associée à l'occurrence d'un unique processus de relaxation (ie temps de relaxation unique), suivant l'équation (23) [SanJuan 2001] :

$$\tan\phi = \tan\phi_{max} \cdot \cosh^{-1} \left[ \frac{H_{act}}{r_2(\beta) \cdot k} \cdot \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_p} \right) \right] \quad (23)$$

Dans cette expression, le facteur  $r_2(\beta)$  d'élargissement du pic renseigne sur l'écart à l'idéalité, c'est-à-dire sur la répartition des temps de relaxation associés au processus étudié.

Le traitement des courbes pour accéder à cette information est le suivant :

- Passage à une courbe de Frottement intérieur en fonction de  $1/T(K)$
- Mise à zéro de la ligne de base et détermination puis soustraction de l'enveloppe du fond continu
- Comparaison du pic corrigé avec un pic de Debye et détermination du facteur d'élargissement du pic par rapport à un pic idéal.

On peut à présent comparer le spectre expérimental corrigé à des courbes de Debye. Une telle comparaison est réalisée sur le graphique de la Figure III-28, où sont représentés le pic de frottement intérieur corrigé, la courbe de Debye idéale ( $r_2(\beta) = 1$ ) et une courbe de Debye 'élargie' permettant d'approcher au mieux le pic expérimental. Sur cet exemple, le facteur d'élargissement du pic permettant de correspondre au mieux au pic expérimental est de  $r_2(\beta) = 1,2$ .

Ainsi, il est généralement admis que lorsque le facteur d'élargissement du pic est faible, typiquement inférieur à 1,5, le processus de relaxation impliqué dans son apparition met en jeu des défauts ponctuels uniquement (migration à courte distance, réorientation de dipôles). A l'inverse, lorsque ce facteur est plus important, typiquement supérieur à 2, on considère que le processus de relaxation implique des dislocations (oscillation autour de leur position d'équilibre, interactions avec des solutés...).

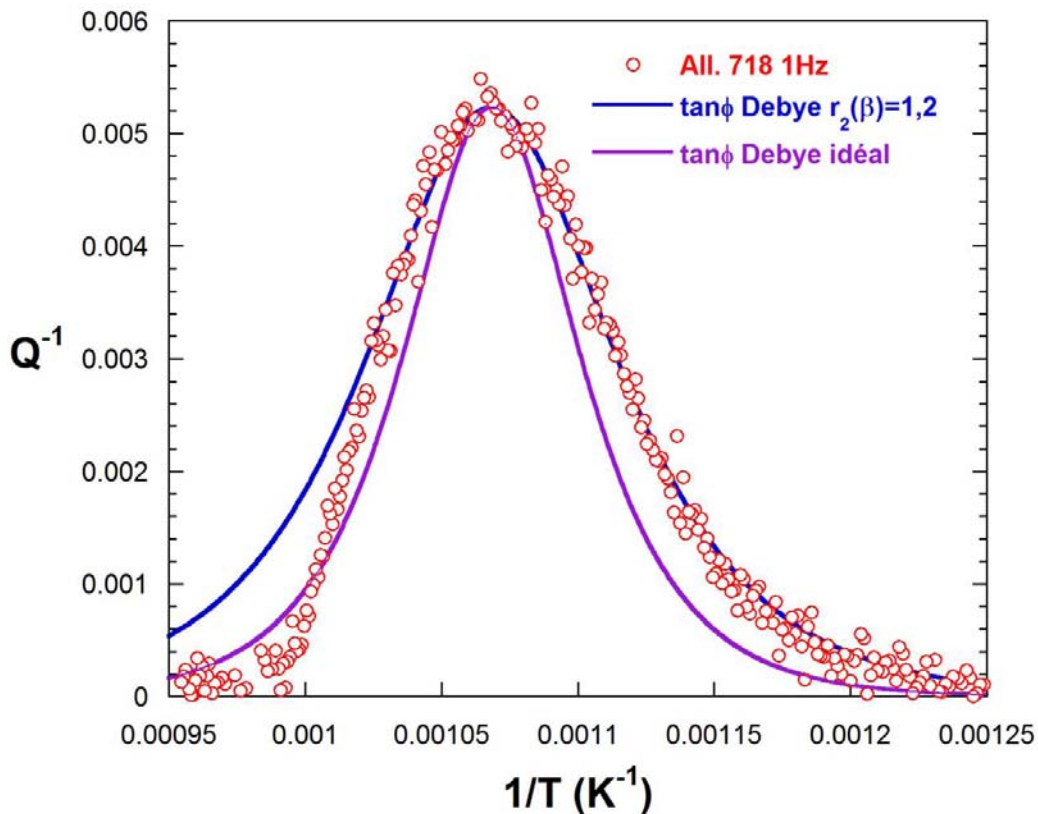


Figure III-28- Comparaison du pic de frottement intérieur obtenu pour l'alliage 718 à 1Hz et le un pic idéal de Debye (violet), ou un pic de Debye présentant un facteur d'élargissement de  $r_2(\beta) = 1, 2$

### III.2.7.3.3. Résultats

La liste des échantillons testés en frottement intérieur est portée en Annexe 2. Il est à noter que, quel que soit l'état métallurgique étudié, un seul et unique pic a été systématiquement obtenu dans la gamme de températures balayée. Ce pic a été caractérisé en termes d'**énergie d'activation**, de **temps de relaxation caractéristique**, d'**écart à un pic idéal** pour un processus de relaxation unique : il s'avère qu'il s'agit du **même processus de relaxation** quel que soit l'échantillon analysé.

Pour les différents états métallurgiques, les résultats d'**énergie d'activation** et de **temps de relaxation caractéristiques** figurent dans le Tableau III-7.

Le facteur d'élargissement du pic pour chacun des alliages étudiés est de l'ordre de  $r_2(\beta) = 1,2 \text{ à } 1,3$ , donc typique d'un processus de relaxation dont la distribution de temps caractéristique est peu étalée, ce qui mène à considérer un mécanisme impliquant des défauts ponctuels et non pas un processus impliquant l'oscillation de dislocations autour de leur position d'équilibre.

Par ailleurs, il est à noter que la série d'essais de frottement intérieur avec balayages en températures est réalisée sur un même échantillon. Or, sur un même échantillon et pour la quasi-totalité d'entre eux, on n'observe pas d'évolution du pic de FI entre le premier balayage en température et le dernier balayage à la même fréquence. Ce point est important et signifie qu'il n'y a pas d'évolution microstructurale de l'alliage impactant le frottement intérieur au cours de différentes mesures réalisées. Une très légère évolution du pic a été néanmoins observée pour les alliages pré-déformés en DSA ou en PLC : le pic est légèrement plus haut pour le premier balayage à la fréquence de 1Hz, et plus large ( $r_2(\beta) = 1,6$ ), et est revenu au niveau de l'alliage non pré-déformé au dernier balayage à cette même fréquence.

**Tableau III-7- Energies d'activation, temps de relaxation caractéristique et facteur d'élargissement du pic de frottement intérieur déterminés pour les différents échantillons testés en spectroscopie mécanique**

Echantillon	$Q_{act}$ (kJ/mol)	$\tau_0$ (s)	$r_2(\beta)$
IN718SS-1	269	$1,9 \times 10^{-16}$	1,3
IN718P-1	292	$9,8 \times 10^{-16}$	1,2
IN718DSA-9	299	$1,3 \times 10^{-16}$	1,3
IN718PLC-7	303	$2,0 \times 10^{-18}$	1,3
IN718NbF-1	300	$4,9 \times 10^{-17}$	1,3
IN718Mo-1	291	$1,0 \times 10^{-17}$	1,3
IN625-1	294	$3,0 \times 10^{-18}$	1,2

Il est important de noter que pour l'alliage en solution solide, IN718SS1, la détermination du maximum du pic en température a été faite sans correction du fond continu haute température. Ceci est dû au fait que nous avons souhaité éviter d'exposer l'échantillon à des températures trop élevées de façon répétée lors des balayages en température successifs pour chacune des fréquences d'essais. L'objectif étant d'éviter une évolution de sa microstructure en cours d'essais (précipitation). Ainsi, la valeur figurant dans le Tableau III-7 en première ligne n'est pas comparable aux autres. Pour les autres échantillons, nous avons évalué que la différence existant

entre les énergies d'activation déterminées sur les spectres bruts est d'environ 25 à 30 kJ/mol inférieure à celle déterminée sur les spectres corrigés (ie, dont a été soustrait le fond continu haute température). Ce qui signifie que si l'on souhaite comparer l'énergie d'activation obtenue pour l'échantillon d'alliage 718 en solution solide, IN718SS1, à celles des autres échantillons il faut lui ajouter 25 à 30kJ/mol, ce qui l'amène à  $Q = 294$  à  $299$  kJ/mol. Pour ce même échantillon, le facteur d'élargissement du pic de frottement intérieur  $r_2(\beta)$  a été déterminé sur les derniers essais pratiqués à faible fréquence, pour lesquels il a été possible de voir le fond continu de haute température sans porter l'échantillon à des températures excessives entraînant une évolution microstructurale.

Cette approche permet de mettre en évidence le fait que pour tous les échantillons testés, le processus de relaxation met en jeu une énergie d'activation apparente du même ordre de grandeur.

On notera tout de même que la méthode de détermination de l'énergie d'activation n'est pas unique. Une méthode existe, décrite dans [SanJuan 2001] qui est basée sur la quantification du déplacement en température d'un point du spectre à mi-hauteur du pic de frottement interne côté basse température en fonction de la fréquence, et qui se révèle moins sensible au traitement de soustraction du fond continu sur l'énergie d'activation mesurée qu'elle permet de déterminer. L'application de cette méthode donne des valeurs d'énergie d'activation sensiblement plus faibles. La méthode employée dans cette étude tend donc probablement à surestimer quelque peu l'énergie d'activation associée au processus de relaxation donnant naissance au pic que l'on cherche à caractériser.

### III.2.7.4. Interprétations

Les calculs d'énergies d'activation du processus de relaxation à l'origine du pic observé donnent des valeurs qui sont comparables aux énergies d'activations associées à la diffusion d'un soluté **substitutionnel** (Tableau III-4).

La condition nécessaire pour qu'apparaisse une relaxation mécanique est la présence d'un défaut avec une symétrie inférieure à celle du cristal hôte. Ainsi, les sites vacants n'en produisent pas, même s'ils génèrent une déformation locale, car cette dernière a même symétrie que le réseau hôte. Des substitutionnels n'en produisent pas non plus lorsqu'ils remplacent un atome, même s'ils génèrent une dilatation ou une contraction de la maille du fait de leur rayon atomique différent du métal hôte. Néanmoins, si les impuretés sont assez concentrées ou ont une énergie de liaison suffisamment importante, elles peuvent s'associer par paires qui ont une déformation anisotrope donnant lieu à un dipôle élastique de déformation du réseau et peuvent alors générer de la relaxation mécanique.

Dans cette étude, les temps caractéristiques associés au processus de relaxation ainsi que l'approche du pic de Debye nous invitent à considérer un mécanisme lié à des **défauts ponctuels**. On est donc en présence d'un pic de type « pic de Zener ». Un pic de Zener, selon le modèle proposé par Zener [Zener 1943, 1947], trouve son origine dans la réorientation du dipôle élastique constitué par deux atomes en substitution proches voisins sous l'effet de la contrainte cyclique

appliquée à l'échantillon par échange de l'un des substitutionnels avec une lacune, tel qu'illustré par la Figure III-29.

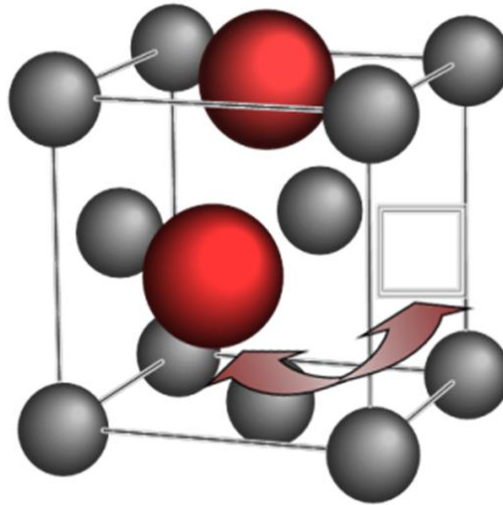


Figure III-29- Mécanisme à l'origine du pic de Zener par réorientation du dipôle mécanique constitué de deux substitutionnels proches (rouge) par échange de l'un d'eux avec une lacune proche voisine dans la maille élémentaire de Nickel- $\gamma$  sous l'action d'une contrainte mécanique cyclique , d'après Zener [Zener 1943]

Dans le cas d'un pic de Zener, il est généralement admis que l'intensité de relaxation, en lien avec la hauteur du pic, est proportionnelle au carré de la concentration  $c$  de l'atome en solution solide à l'origine de ce pic tel que mis en évidence par Seraphim et Nowick [Seraphim 1961, Seraphim 1964] :  $\Delta \propto c^2 \cdot \exp\left(\frac{B}{kT}\right)$ ,  $C$  étant la concentration en l'espèce à l'origine du processus de relaxation engendrant le pic de frottement intérieur,  $B$  correspondant à une énergie de liaison,  $k$  et  $T$  ayant leur signification usuelle. Cette relation est vérifiée dans les solutions solides binaires diluées, mais également concentrées jusqu'à des teneurs importantes (30%). Son applicabilité à des alliages plus complexes que des binaires n'est toutefois pas mentionnée dans la littérature à disposition. Dans les alliages plus complexes tel que les superalliages, et qui plus est ceux à durcissement structural tel que l'alliage 718, aucune relation n'a été proposée pour lier l'intensité de relaxation avec la teneur en soluté responsable du pic de frottement intérieur. Néanmoins, la hauteur de pic doit varier avec la concentration dans l'alliage de l'élément responsable du processus de relaxation impliqué. Ainsi, si l'un des éléments d'alliage en substitution est effectivement responsable seul du pic de frottement intérieur observé, et ce dans des proportions raisonnables, il devrait être possible de s'en rendre compte par comparaison des hauteurs de pics de frottement intérieur des différents alliages employés dans cette étude.

Un première comparaison a été faite entre l'alliage 718 en solution solide, l'alliage 718 à l'état vieilli et l'alliage 718-Nb, et est illustrée par la Figure III-30 ci-après. Dans la mesure où l'alliage 718 vieilli présente une hauteur de pic légèrement plus élevée que pour la solution solide (Figure III-30 (a)), ce pic a pour origine un **soluté substitutionnel dont la concentration au sein de la matrice est plus importante dans l'état vieilli**. Le fait que les solutions solide de l'alliage 718 et de l'alliage 718-Nb aient une même intensité de relaxation (Figure III-30 (b)) tend à prouver que **le Nb n'est pas l'élément substitutionnel impliqué** dans l'occurrence de ce pic de Zener dans l'alliage 718.

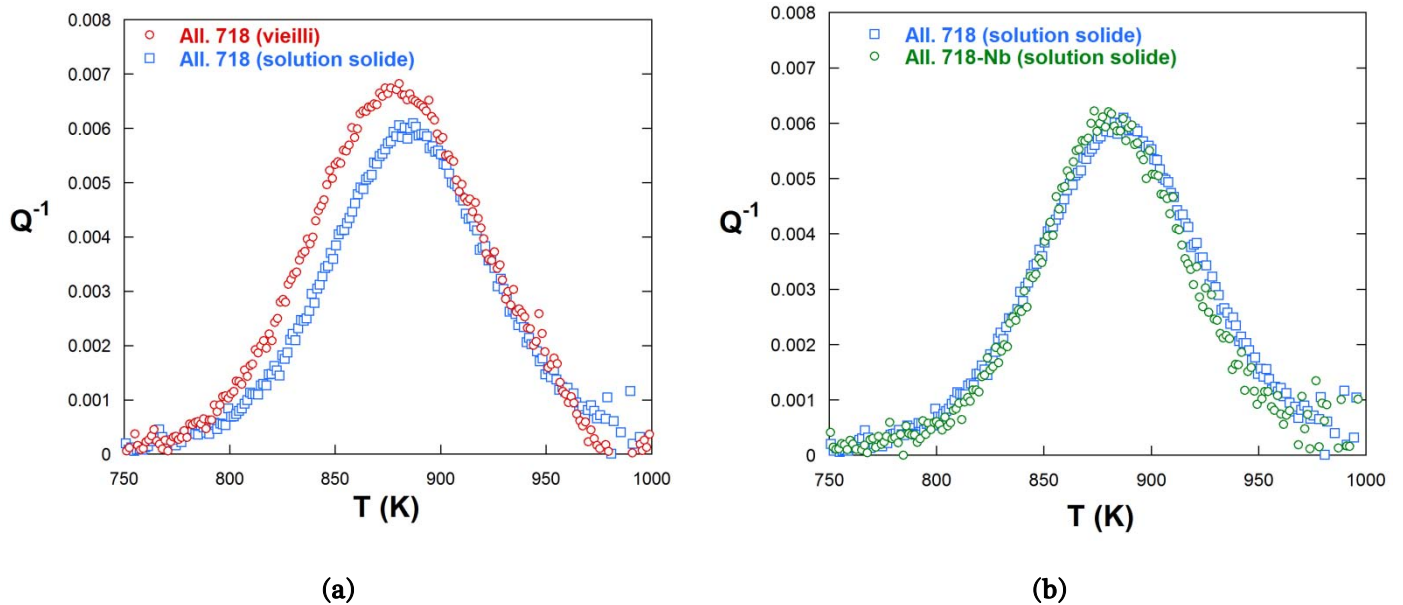


Figure III-30- Comparaison des pics de frottement intérieur corrigés, pour une fréquence de 0,1Hz, de l'alliage 718 en solution solide (bleu) avec l'alliage 718 à l'état vieilli (rouge) (a) et avec l'alliage 718- Nb (vert) (b)

Pour aller plus loin, d'après les travaux de Miller et al. [Miller 2002] par sonde atomique tomographique visant à caractériser la teneur de la matrice en certains éléments en fonction de l'état de précipitation de l'alliage 718, on peut considérer les proportions relatives de différents substitutionnels recensées dans le Tableau III-8.

Tableau III-8- Teneur relative de certains éléments substitutionnels dans la matrice de l'alliage 718 selon l'état métallurgique : solution solide ou après vieillissement aéronautique, d'après [Miller 2002]

	Elément	Fe	Cr	Nb	Ti	Al	Mo	Ni
Solution solide	% at. matrice	21,47	19,61	3,24	1,2	1,27	1,76	Bal
Vieilli aéro	% at. matrice	26,92	25,25	0,99	0,2	0,34	2,5	Bal

En toute logique, les atomes en solution dont la concentration au sein de la matrice varie fortement entre le matériau à l'état vieilli et le matériau en solution solide ne constituent pas de bons candidats pour expliquer le pic de frottement intérieur observé dans les différents états métallurgiques étudiés, puisque la hauteur du pic mesuré devrait varier fortement d'un échantillon à l'autre. Ainsi, le **Titane** et l'**Aluminium** ne sauraient être à l'origine du phénomène de relaxation étudié. Il en va de même du **Niobium** pour cette même raison, et surtout du fait que le matériau sans niobium en solution solide présente également le même pic de frottement intérieur. Les atomes substitutionnels de l'alliage 718 susceptibles de générer le pic de frottement intérieur observé sont donc le Fer, le Chrome et le Molybdène. Un élément pouvant nous renseigner sur la capacité d'un atome à générer du frottement intérieur est sa capacité à distordre le réseau hôte constitué par la matrice austénitique de Nickel. Les rayons atomiques ne sont en effet pas suffisants pour évaluer les interactions qui existent entre les substitutionnels et le réseau hôte. Les travaux de Jena et Chaturvedi [Jena 1984] sur les superalliages à base de nickel, et en particulier sur l'évolution du paramètre de maille de la matrice austénitique de Ni lors de l'ajout



### Chapitre III – Résultats et Interprétations

---

de différents teneurs en substitutionnels, tel que le représente la Figure I-11, fournissent des informations sur ces interactions, quelle que soit leur nature exacte.

Suivant ces considérations, il apparaît peu probable que le **Fer** et le **Chrome** soient en mesure de générer une distorsion du réseau cristallin susceptible d'engendrer un pic de frottement intérieur d'amplitude telle que celle observée dans l'alliage 718. Le **Molybdène**, en dépit de sa faible diffusivité dans les alliages base nickel constitue donc un candidat potentiel sérieux pouvant être à l'origine du processus de relaxation donnant naissance au pic de frottement intérieur étudié et, par extension d'un processus anélastique au comportement plastique du matériau, à l'origine du phénomène de PLC intervenant à haute température dans l'alliage 718.

Un autre aspect à mentionner réside dans le fait que le spectre de frottement intérieur ne semble que relativement peu affecté par le pré-écrouissage de l'alliage, qu'il ait été réalisé en mode DSA ou en mode PLC. En effet, le pic de FI présenté par le matériau pré-déformé est légèrement plus élevé que sur l'alliage non pré-déformé, tel que l'illustre la Figure III-31. De plus, le fait d'écrouir le matériau ne génère pas de pic supplémentaire (Cold Work peak, pic d'écrouissage). Ce type de pic traduit l'apparition d'une population de dislocations générant un phénomène d'amortissement lors de la sollicitation anélastique du matériau, par interaction avec des solutés. Or, on sait qu'il existe une telle interaction entre dislocations et solutés dans la mesure où l'alliage présente un effet PLC en traction à haute température.

Le fait que le pic de frottement interne soit plus élevé lorsque l'on a préalablement écroui l'alliage met néanmoins en évidence l'existence d'une interaction entre les dislocations et des solutés. De plus, ce pic sensiblement plus élevé lors du premier balayage en températures revient au même niveau que pour l'alliage non pré-déformé lors des balayages suivants. Ceci indique que l'écrouissage préalable a modifié les populations d'espèces capables d'interagir (solutés et dislocations). La situation est restaurée lors de la première montée en température.

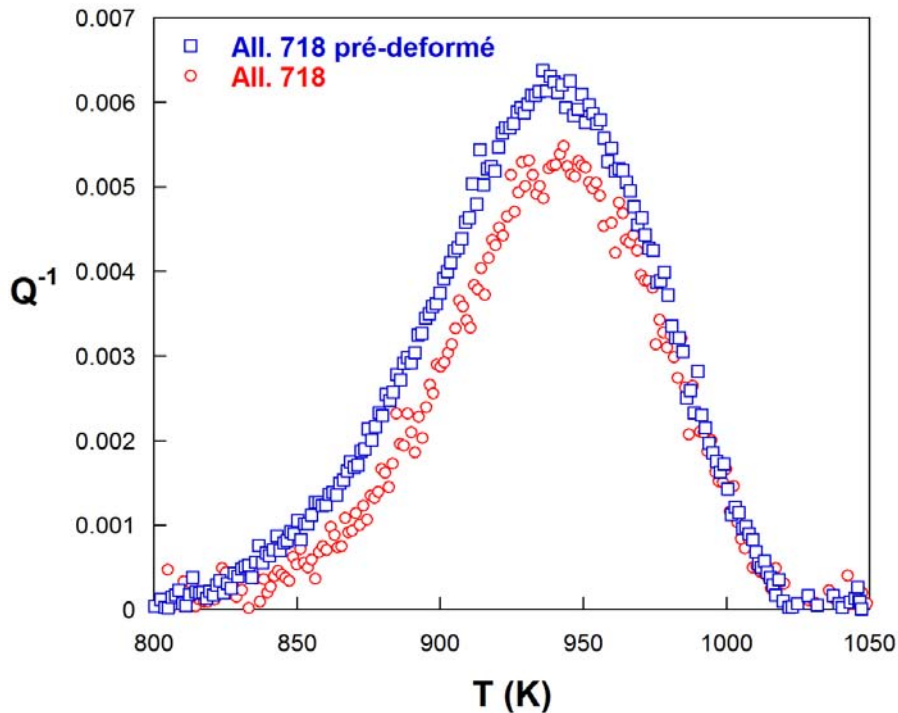


Figure III-31- Comparaison entre les pics de frottement intérieur de l'alliage 718 vieilli et du même alliage pré-déformé de 4% (domaine de DSA) lors du premier balayage en température à 1Hz

Une comparaison intéressante peut être faite de la hauteur de pic de frottement intérieur de trois alliages de microstructures comparables et de compositions échelonnées en Mo

- L'alliage 718 ( %mass.=3%Mo)
- L'alliage 718+Mo ( %mass.=4,4%Mo)
- L'alliage 625 + ( %mass.=8%Mo)

Dans les alliages 718+Mo et 625+, les caractéristiques de ce pic de FI sont semblables à celles de l'alliage 718 vieilli classique : c'est un pic de type pic de Zener, c'est-à-dire associé à la réorientation de défauts ponctuels de type substitutionnels sous l'effet de la contrainte cyclique dans le réseau austénitique.

L'intensité de relaxation est liée au nombre d'unités microstructurales relaxant dans l'alliage et peut être observée simplement puisque liée à la hauteur du pic analysé. Cette comparaison permet de mettre en évidence qu'il existe effectivement une différence notable d'intensité du pic de frottement intérieur lorsque l'on compare ces trois alliages. Le Mo est en effet le seul élément contenu dans ces trois alliages dont la variation de la concentration entre chaque alliage est bien en correspondance avec la variation de la hauteur du pic d'amortissement caractérisé. Plus la teneur en Mo est élevée dans l'alliage et plus le pic est haut, donc plus l'intensité de relaxation est importante. L'évolution des hauteurs de pics respectifs des différents alliages pour deux fréquences de sollicitation est représentée par les spectres de frottement intérieur corrigés portés en Figure III-32 et Figure III-33.

### Chapitre III – Résultats et Interprétations

Ces essais mettent donc en évidence le rôle du Mo dans le processus de relaxation associé au pic de frottement intérieur observé dans l'alliage 718. Le mécanisme à l'œuvre est un mécanisme de réorientation de dipôle élastique constitué par deux atomes de Mo proches voisins par échange d'un des deux atomes de Mo avec une lacune proche voisine de ce dernier sous l'effet de la contrainte cyclique appliquée lors de l'essai de spectroscopie mécanique.

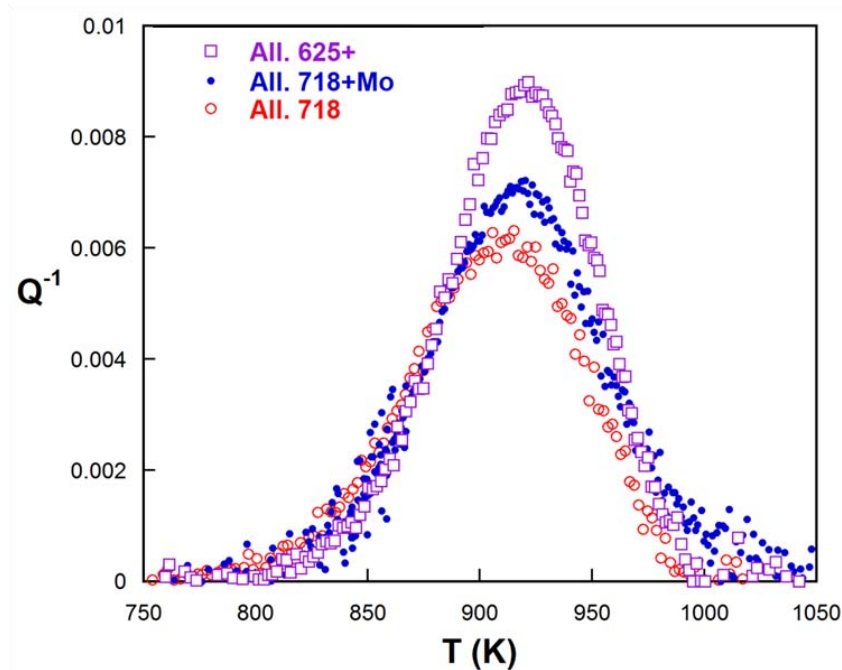


Figure III-32- Comparaison des pics de frottement intérieur à 0,3Hz de trois alliages à l'état vieilli : alliage 718 (rouge), alliage modèle enrichi en Mo (bleu) et alliage 625+ (violet)

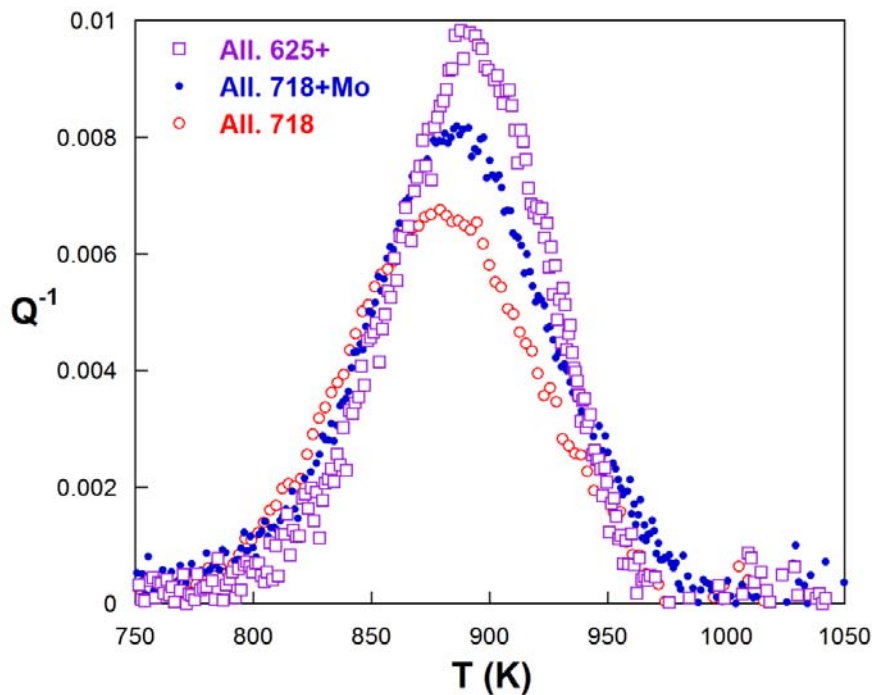


Figure III-33- Comparaison des pics de frottement intérieur à 0,1Hz de trois alliages à l'état vieilli : alliage 718 (rouge), alliage modèle enrichi en Mo (bleu) et alliage 625+ (violet)

### III.2.8. Résumé

Dans l'alliage 718 et des alliages microstructuralement proches, on n'observe qu'un seul pic de frottement intérieur dans la gamme de température étudiée, 20 à 825°C. Ce pic de frottement intérieur trouve son origine dans l'existence d'un processus de relaxation de type « relaxation de Zener ». Il s'agit d'un mécanisme de réorientation de dipôles élastiques constitués de deux atomes substitutionnels associés sous l'application d'une contrainte de torsion cyclique. Cette diffusion à courte distance, d'un site de substitution à un site proche voisin, se fait par échange avec une lacune. Ce substitutionnel semble présenter une interaction notable avec les dislocations produites lors d'un pré-écrouissage. Enfin, le substitutionnel impliqué est très certainement le Mo.

On s'intéresse dans la partie suivante à un ensemble d'essais visant à fournir des informations sur les phénomènes de couplages entre sollicitation mécanique et phénomènes d'oxydation dans l'alliage 718.

### III.3. Couplages Mécanique-Oxydation/Rupture

L'alliage 718 présente une sensibilité à la fissuration intergranulaire lorsqu'il est soumis aux effets synergiques d'un milieu oxydant (Fissuration assistée par l'Oxydation, FAO) ou corrosif (Corrosion sous contrainte) et d'une sollicitation mécanique, qui, appliqués indépendamment, n'engendreraient pas de phénomène de dégradation. Leur action conjointe conduit à un phénomène d'amorçage de fissures intergranulaires fragiles puis à leur propagation, conduisant ainsi à la ruine partielle ou totale de la pièce de structure concernée. Ce couplage qui existe entre la sollicitation mécanique et l'action du milieu agressif rend complexe l'étude du phénomène.

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à la sensibilité de l'alliage 718 vis-à-vis du phénomène de FAO. Tous les résultats présentés dans ce paragraphe ont donc été obtenus sur des échantillons d'alliage 718 présenté au paragraphe II.1.4.1. La caractérisation de cette sensibilité est réalisée par observation au microscope électronique à balayage du faciès de rupture d'éprouvettes de traction. Les essais de traction sont réalisés sous air laboratoire, à une température de  $650^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ , et à une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . On considère que l'étape limitante du processus de dégradation est l'étape dite d'amorçage de fissure. Cette caractérisation de la sensibilité à la Fissuration Intergranulaire Assistée par l'Oxydation (FIGAO) repose dès lors sur un critère d'amorçage. C'est pourquoi un indice dit « de sensibilité à la fissuration intergranulaire assistée par l'oxydation » a été défini, tel que représenté sur la Figure III-34. Il est donné par le rapport entre la longueur cumulée des zones amorcées présentant un caractère intergranulaire et la longueur totale du périmètre du faciès de rupture de l'éprouvette, suivant l'équation (24).

$$I_{\text{FAO}}^{\text{Lin}} = \frac{\sum_{i=1}^{i=n} L_i}{L_{\text{tot}}} \quad (24)$$

L'apparence typique des différents modes de rupture observés sur les faciès post-mortem est présentée en Figure III-35 (a) et (b).

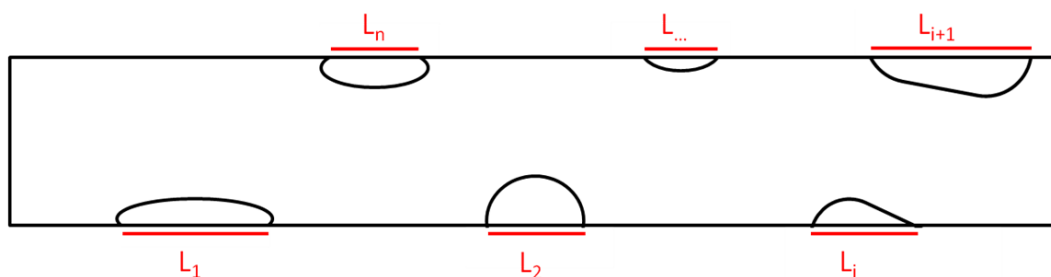


Figure III-34 Représentation de la procédure d'exploitation d'un faciès de rupture d'une éprouvette plate de traction pour déterminer l'indice de sensibilité  $I_{\text{FAO}}$ .

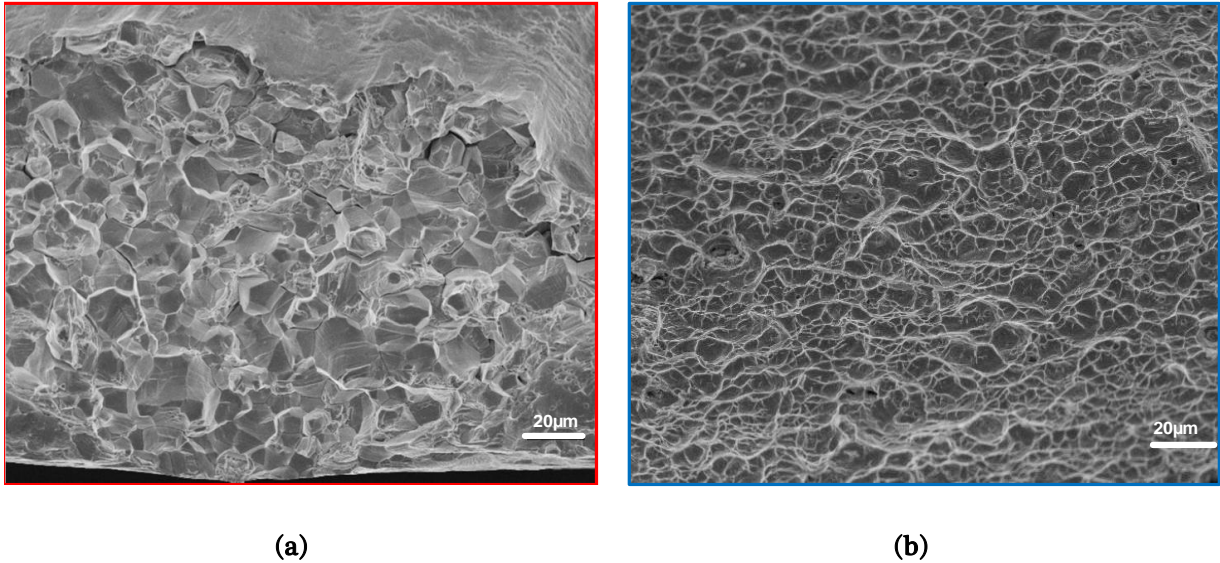


Figure III-35 Modes de rupture observés post-mortem sur le faciès d'une éprouvette de traction (essai réalisé à 650°C/10<sup>-3</sup>s<sup>-1</sup>) : zone à caractère intergranulaire fragile (a) et zone à caractère transgranulaire ductile (b)

Si cet indice de sensibilité de type linéique est adapté pour rendre compte de l'amorçage, on peut s'interroger sur sa pertinence quant à la caractérisation de fissures ayant eu le temps de propager dans l'alliage, donc pour des vitesses de déformation faibles. Caractériser le phénomène de propagation d'un défaut dans une éprouvette peut être réalisé par la définition d'un indice de type surfacique, c'est-à-dire prenant en compte le rapport des surfaces à caractère intergranulaire fragile sur la surface totale du faciès de rupture.

$$I_{FAO}^{Surf} = \frac{\sum_{i=1}^n S_i}{S_{tot}} \quad (25)$$

Cette sensibilité du matériau vis-à-vis du phénomène de FAO a un impact important sur la réponse mécanique des éprouvettes en alliage 718. Cet impact est d'autant plus mesurable que le rapport surface / volume de la structure est important. La fissuration intergranulaire de la partie extérieure de la structure, en contact avec le milieu agressif, peut tendre à réduire la section portante des pièces ou à transformer l'éprouvette lisse qui était considérée comme un élément de volume en une véritable structure endommagée. Evidemment, le type de distribution associée à l'endommagement sur l'ensemble de la surface exposée i.e statistiquement réparti ou localisé peut amener à considérer l'éprouvette respectivement comme une éprouvette plate plus mince ou une structure fissurée. Dans les deux cas, les contraintes vues par la partie saine s'en trouvent accrues et la réponse mécanique macroscopique modifiée.

La sensibilité au phénomène de fissuration assistée par l'oxydation peut être mise en évidence par de simples essais de traction sur produits fins pratiqués dans les mêmes conditions de température et de vitesse de déformation, mais sous des atmosphères de travail différentes en termes de capacité oxydante. La figure suivante représente les courbes contrainte vraie / déformation vraie pour des essais de traction pratiqués sur même géométrie d'éprouvettes, de section 3.3mmx0.65mm, soit sous air labo, soit sous vide secondaire (5x10<sup>-5</sup> mbar). Il est immédiat de constater la différence d'allongement à rupture. L'endommagement intergranulaire qui résulte

du phénomène d'oxydation ne peut absolument pas être négligé sur ce type de géométrie d'autant plus qu'il conduit à une rupture très prématurée du matériau comme l'illustrent les courbes de traction présentées sur la Figure III-36 suivante.

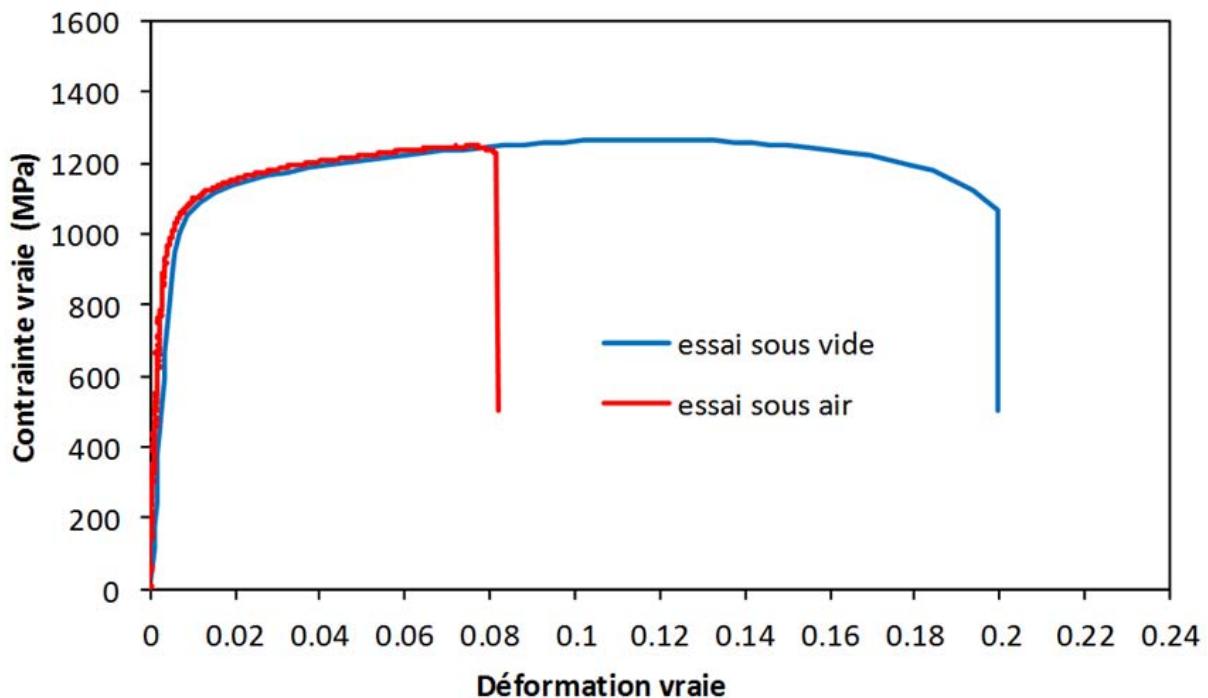


Figure III-36 Comparaison du comportement mécanique en traction de produits fins (0,64mm) à 650°C et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  selon l'atmosphère d'essai : sous vide secondaire (bleu) ou sous air laboratoire (rouge)

Ainsi, l'essai de traction sous air à 650°C et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  sur produit fin ne permet de caractériser que partiellement les propriétés mécaniques intrinsèques de l'alliage dans la mesure où le phénomène d'endommagement lié au milieu est exacerbé par la géométrie. En revanche, ce à quoi on accède est la réponse du matériau au couplage de la sollicitation mécanique et de l'effet du milieu d'essai. Dans le cas présent, on ne distingue pas d'effet de l'oxydation sur la loi d'écoulement ou d'abatement de la contrainte d'écoulement qui pourrait attester de l'existence d'une zone non porteuse mécaniquement. Ce constat n'est pas surprenant dans la mesure où la cinétique d'oxydation est relativement lente à cette température, du moins pour ce qui concerne l'état stationnaire. En effet, le régime transitoire qui précède conduit à une phase d'oxydation intergranulaire qui est en revanche très rapide pour générer un endommagement intergranulaire sur une profondeur qui atteint très rapidement 50 à 100 nm et se stabilise à cette profondeur lors de la phase correspondant au régime stationnaire d'oxydation.

L'observation post-mortem des éprouvettes dans le cas des essais pratiqués sous ces deux types d'atmosphères donne bien évidemment des résultats très différents. Si dans le cas d'un essai pratiqué sous air le faciès est mixte, présentant un caractère globalement ductile avec des zones à caractère intergranulaire fragile, il n'en est pas de même des fractographies obtenues pour les éprouvettes testées sous vide qui présentent un paysage totalement transgranulaire ductile.

Il apparaît dès lors intéressant de mettre en regard l'évolution de l'allongement à rupture d'éprouvettes rompues en traction sous air laboratoire à différentes vitesses de déformation et les

indices de sensibilité mesurés par observation au MEB des faciès de rupture de ces éprouvettes. L'allongement à rupture du matériau saurait-il constituer un critère de sensibilité à la FIGAO ?

### III.3.1. Effet de la vitesse de déformation sur la sensibilité à la FIGAO

Nous avons ainsi pratiqué des essais de traction sur une même géométrie d'éprouvette, à 650°C et pour différentes vitesses de déformation. Dans la mesure où l'endommagement intergranulaire fragile résulte de l'action de l'oxygène sur la décohésion du joint de grains, on s'attend légitimement à une différence dans la valeur de l'indice de sensibilité mesuré en fonction de la vitesse de sollicitation.

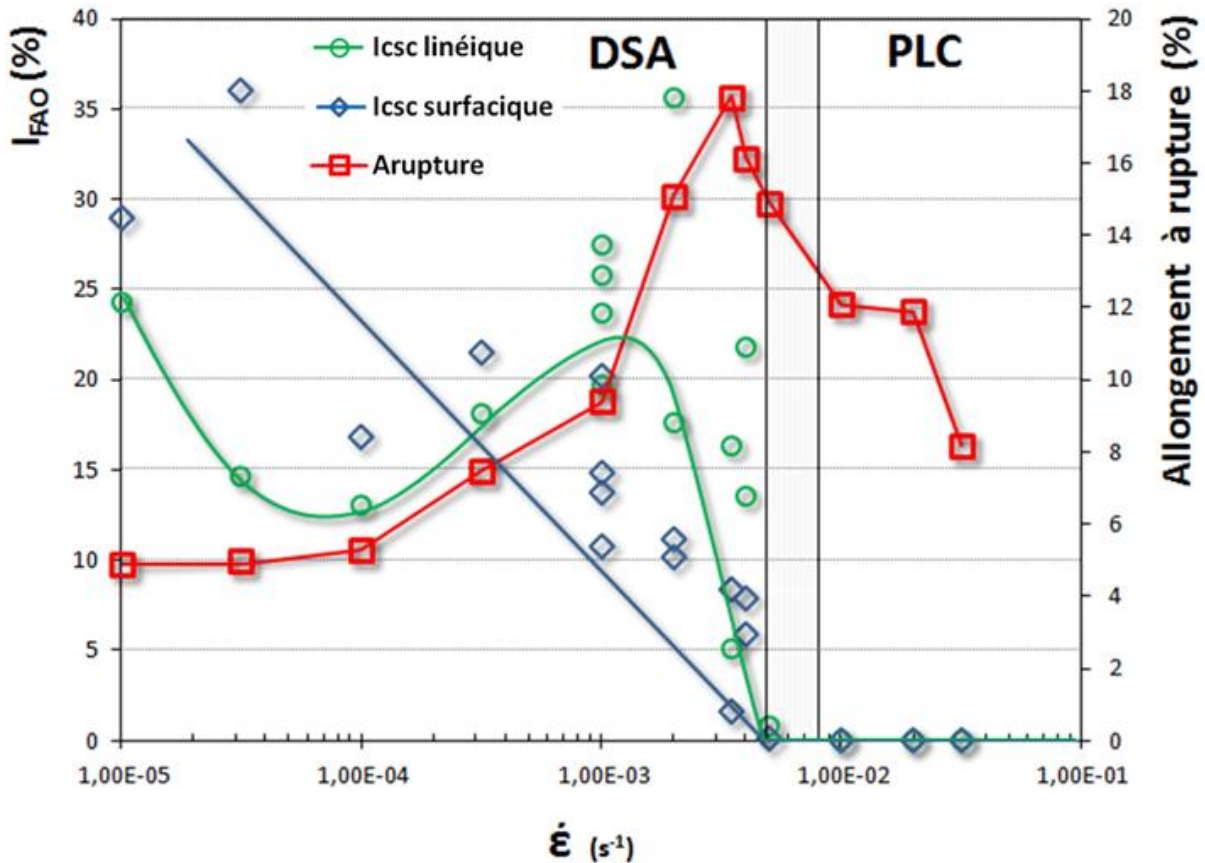


Figure III-37 Représentation de la réponse du matériau constitutif de la coulée d'étude suite à des essais de traction à 650°C sous air laboratoire en termes de : allongement à rupture (carrés rouges), indices de sensibilité à la fissuration assistée par l'oxydation : indice surfacique (losanges bleus) et indice linéique (cercles verts) et leur tendance d'évolution

Lorsque les essais sont conduits sous air et en température, la vitesse de déformation définit au premier ordre la durée maximale de l'essai. C'est dire que, inévitablement, le temps laissé au processus d'oxydation pour générer l'endommagement intergranulaire est contraint par la durée de l'essai. C'est donc la cinétique du transitoire d'oxydation occasionnant le dommage intergranulaire qui peut devenir le paramètre limitant du couplage. Ce scénario suppose bien entendu qu'il n'y a pas d'effet de la vitesse de déformation sur la cinétique d'oxydation. La caractérisation de l'effet de l'oxydation sur la tenue mécanique de l'éprouvette peut se mesurer via l'évolution de l'indice de sensibilité à la FIGAO : l'évolution apparaît comme non monotone sur



## Chapitre III – Résultats et Interprétations

---

l'intervalle de vitesses de déformation considéré  $3,2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  à  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  pour une température de  $650^\circ\text{C}$  tel que l'illustre la Figure III-37, sur laquelle est reportée également l'évolution de l'allongement à rupture. On note également que le lien entre endommagement par FIGAO, c'est-à-dire l'indice de sensibilité mesuré, qu'il soit linéaire ou surfacique, et l'allongement à rupture n'est pas tel qu'on pourrait intuitivement l'envisager : il est possible d'avoir un allongement à rupture important bien que l'indice soit élevé. Ce constat illustre, à notre sens, la compétition entre les deux mécanismes d'endommagement l'un purement mécanique affectant le volume de l'échantillon et l'autre résultant du couplage oxydation-déformation affectant la surface. C'est dire que l'allongement à rupture ne saurait donc à lui seul constituer un critère macroscopique de caractérisation de la sensibilité à la FIGAO.

De même, si intuitivement on pourrait envisager que l'indice évolue de façon monotone dans le domaine de vitesses où intervient le DSA, on se rend bien compte que les résultats expérimentaux ne vont pas dans ce sens.

Il est à noter que l'indice de sensibilité surfacique reste inférieur à l'indice linéique tant que l'on travaille à des vitesses supérieures à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  dans le domaine DSA, alors que pour des vitesses de déformation inférieures, l'indice surfacique devient plus important. On peut donc considérer que pour des vitesses supérieures à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , le critère linéique conduit à déterminer un majorant de la sensibilité du matériau, et est proche, tel qu'on le souhaite, d'un critère d'amorçage. Dans le cas où l'on travaille à des vitesses inférieures à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , le fait que le critère surfacique devienne plus important doit mener à s'interroger sur la pertinence de l'indice linéique, dans la mesure où l'on conçoit aisément que la propagation de fissures joue à présent un rôle prépondérant. Ainsi du point de vue de la mécanique, la propagation d'un défaut s'accompagne de l'allongement de sa trace en surface de l'échantillon dans la mesure où il adopte une forme quasi elliptique. Il paraît donc important de moduler le calcul de l'indice en prenant en compte le nombre de défauts.

Le fait que l'allongement à rupture ne suive pas une tendance d'évolution inverse à celle vécue par les indices de sensibilité à la FIGAO est symptomatique du fait que la contribution des deux modes d'endommagement attendus i.e en volume et en surface est fortement dépendante de la vitesse de déformation. De plus, d'autres considérations interviennent qui reposent sur les effets de vitesse sur les propriétés mécaniques macroscopiques du matériau mesurées lors des essais de traction. Evidemment, les deux effets agissent de manière simultanée, et dissocier leurs impacts nécessite de découpler leur action respective. C'est pourquoi des essais de traction ont été conduits sous vide secondaire afin de s'affranchir de l'effet endommageant lié au milieu oxydant, et d'accéder à l'évolution des propriétés intrinsèques du matériau avec la vitesse de déformation pour une température d'essais donnée.

### III.3.2. Effet de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique de l'alliage

Les essais de traction réalisés à  $650^\circ\text{C}$  et à différentes vitesses de déformation ont permis de tracer l'ensemble de courbes de traction porté sur la Figure III-38.

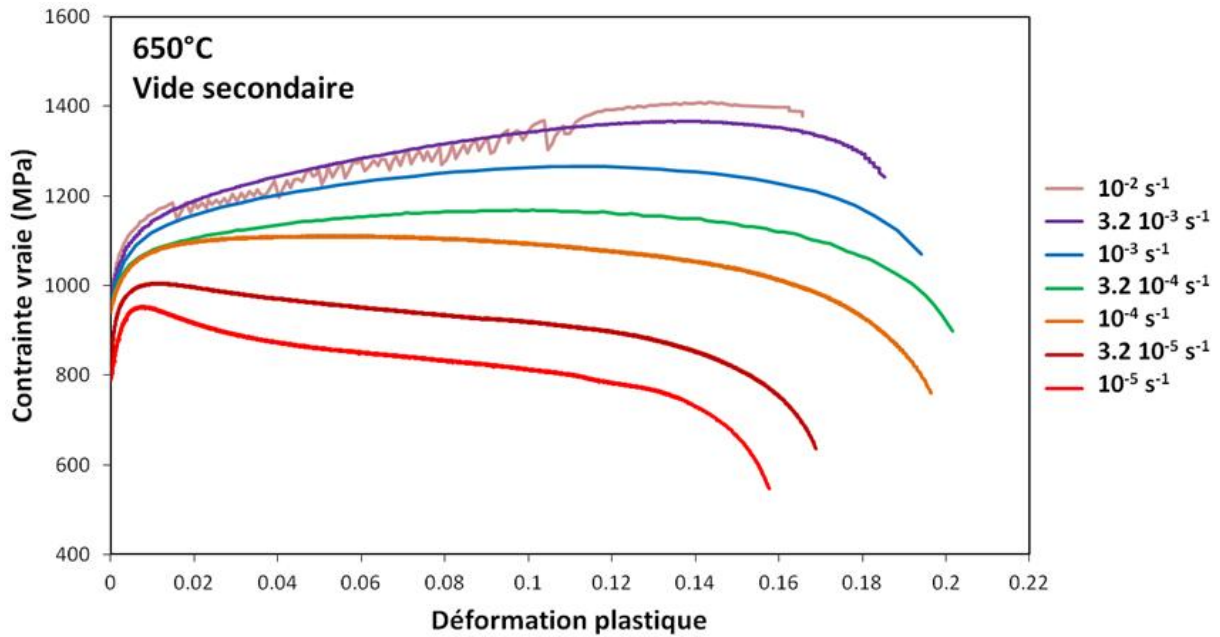


Figure III-38 : Evolution du comportement mécanique en fonction de la vitesse de déformation pour des essais pratiqués sous vide secondaire à une température de 650°C

La tendance naturelle de l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la vitesse de déformation est bien respectée : plus la vitesse de déformation est élevée et plus la contrainte d'écoulement est élevée lorsque l'on se trouve dans le domaine DSA. L'évolution de l'allongement à rupture mérite également un peu d'attention. Une représentation de l'évolution conjointe de l'allongement à rupture sous vide, de la limite d'élasticité et de la contrainte à rupture, en fonction de la vitesse de déformation est donnée sur la Figure III-39. Il est intéressant de constater que le maximum d'allongement à rupture du matériau intervient dans une gamme de vitesses intermédiaire au sein du domaine de DSA, entre  $3,2 \times 10^4 \text{ s}^{-1}$  et  $10^4 \text{ s}^{-1}$ . Cette courbe en cloche traduit probablement l'effet endommageant de la localisation de la déformation induit par le phénomène d'adoucissement pour les faibles vitesses et les bandes de type PLC pour les fortes vitesses. Pourtant, bien que l'on soit pour ces deux vitesses extrêmes dans des modes d'écoulement très différents, les faciès de rupture sont similaires, totalement transgranulaires ductiles.

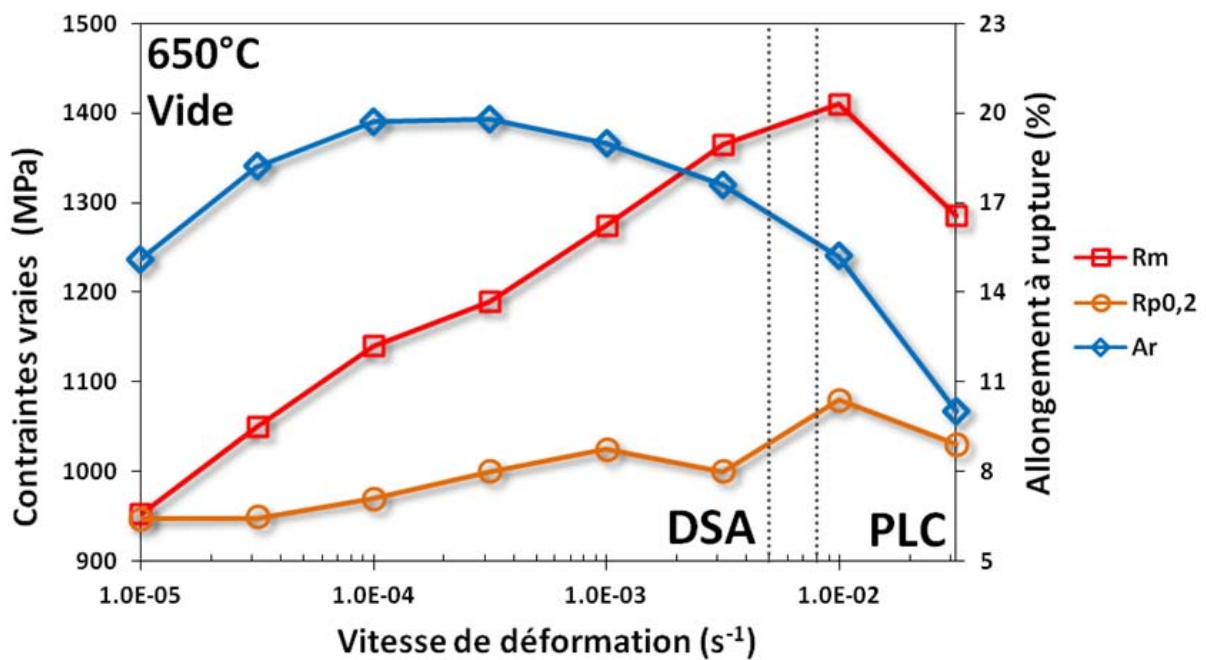


Figure III-39 Evolution des propriétés mécaniques de la coulée d'étude en fonction de la vitesse de déformation pour des essais pratiqués sous vide secondaire à une température de 650°C

En premier lieu, on peut noter qu'un essai de traction sous air à 650°C sur produit mince ne permet de caractériser que partiellement les propriétés mécaniques de l'alliage à cette température dans la mesure où le phénomène d'endommagement lié au milieu est exacerbé par la géométrie. Seul un essai sous vide permet d'accéder aux propriétés intrinsèques du matériau.

En second lieu, le faisceau de courbes présenté sur la Figure III-38 atteste de l'existence des trois types de comportement rhéologique de cet alliage dans ce domaine de température et de vitesse de déformation. On notera une forte composante adoucissante pour les faibles vitesses de déformation probablement liée à la part importante prise par la composante visqueuse et des instabilités d'écoulement type PLC pour les vitesses les plus élevées. Pour les vitesses de déformation intermédiaires l'alliage présente un écrouissage modeste mais progressif.

Lorsque les mêmes essais sont conduits sous atmosphère oxydante, tel que l'illustre la Figure III-40 on constate une évolution significative de l'allongement à rupture comparativement aux résultats obtenus en atmosphère inerte. Pour ce qui concerne les autres grandeurs caractéristiques, leur évolution est directement impactée par la réduction de l'allongement à rupture sous air du moins lorsque une réduction est constatée.

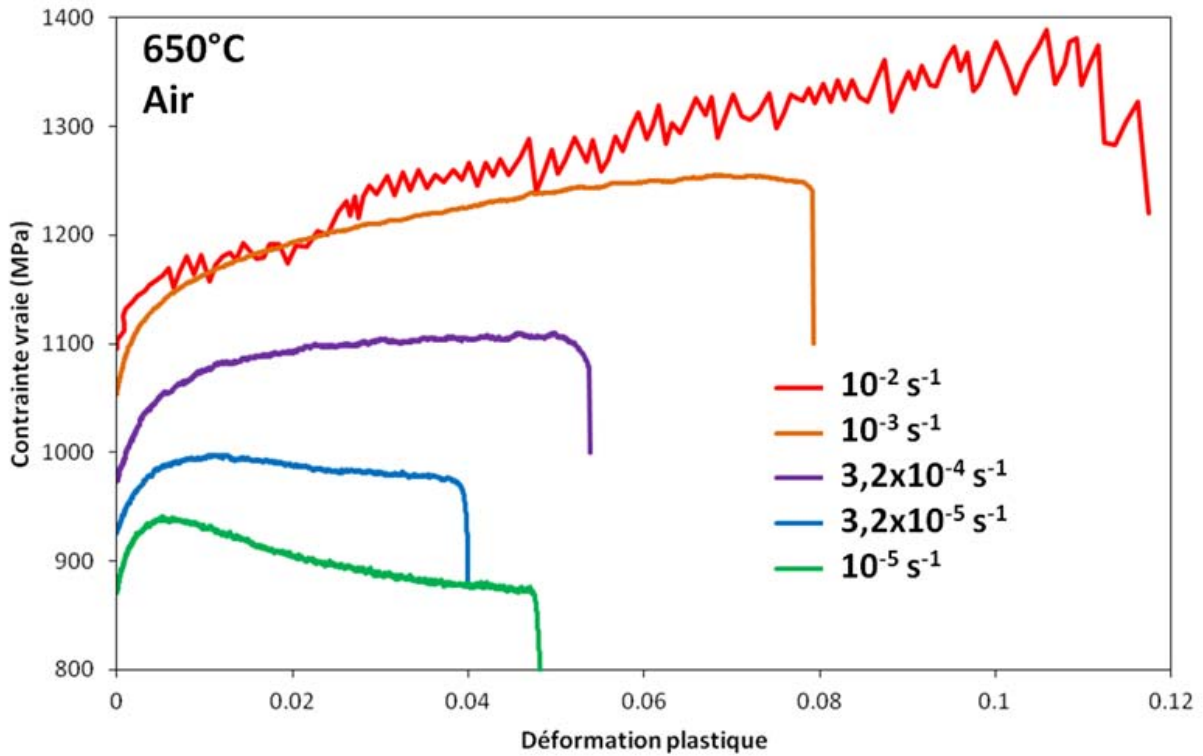


Figure III-40 Evolution du comportement mécanique en fonction de la vitesse de déformation pour des essais pratiqués sous air laboratoire à une température de 650°C

### III.3.3. Effet de couplage entre vitesse de déformation et atmosphère d'essai

En reportant sur un même graphique les évolutions de l'allongement à rupture sous vide et sous air en fonction de la vitesse de déformation, on peut illustrer l'effet de la fissuration IG Assistée par l'Oxydation en fonction selon la vitesse à laquelle est pratiqué l'essai de traction, pour une température de 650°C, tel que représenté sur le graphique de la Figure III-41.

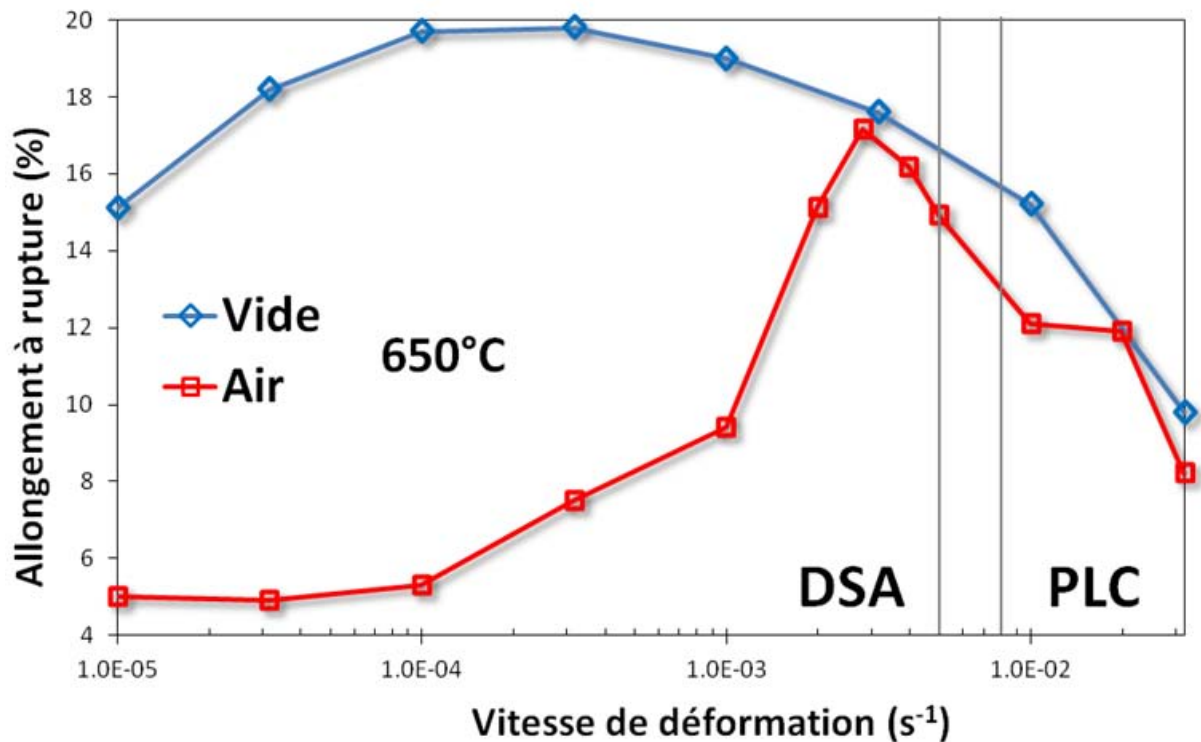


Figure III-41 Comparaison de l'allongement à rupture lors d'essais de traction pratiqués à 650°C selon l'atmosphère d'essai : vide secondaire (bleu) ou air (rouge)

On constate, que, si dans le domaine des plus fortes vitesses de déformation, les allongements à rupture sont sensiblement équivalents quelle que soit l'atmosphère d'essai, il n'en est pas de même lorsque l'on diminue la vitesse de déformation. Plus la vitesse de déformation de l'alliage est lente, et plus l'allongement à rupture lors d'essais sous air à 650°C diminue. L'effet de l'oxydation devient alors de plus en plus important dans le mécanisme d'endommagement de l'alliage, et devient prépondérant en regard du mode de rupture comparé à l'évolution des propriétés intrinsèques du matériau dans ces conditions de sollicitation. Afin de compléter la base de données relative aux effets couplés de l'oxydation et du mode de sollicitation mécanique sur les modes de rupture, une série d'essais a été réalisée à une température de 600°C.

Les graphiques des Figure III-42, Figure III-43, Figure III-44 et Figure III-45 reportent des résultats comparables à ceux des Figure III-38, Figure III-39, Figure III-40 et Figure III-41, mais pour une température de 600°C.

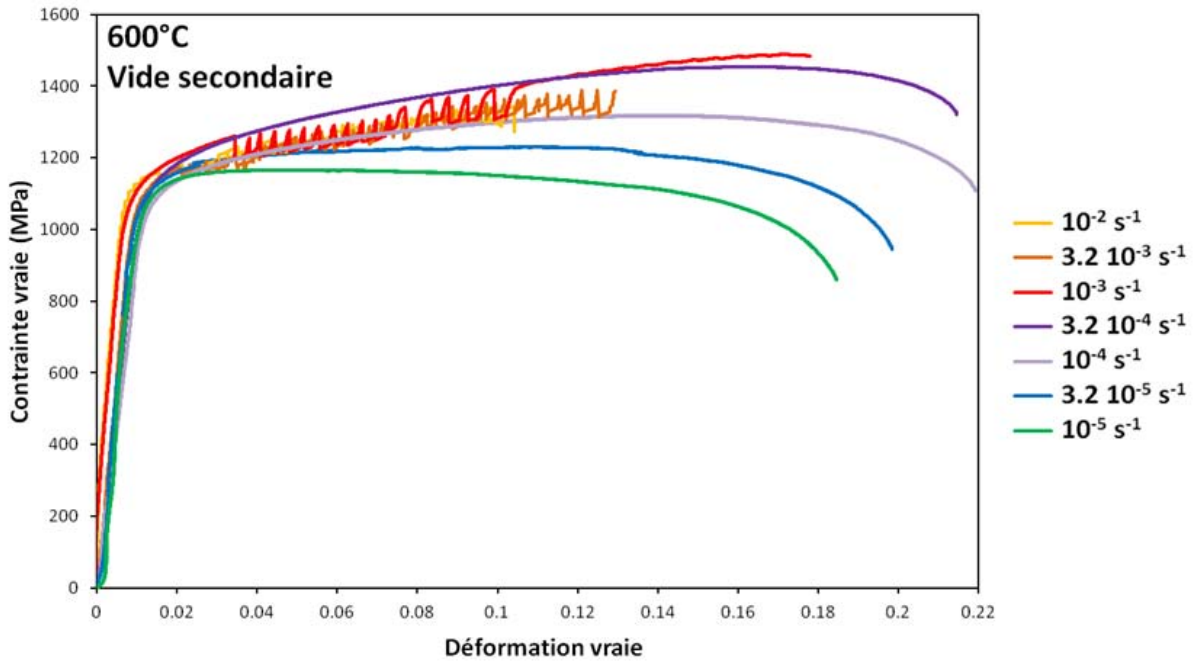


Figure III-42 Evolution des courbes de traction de la coulée d'étude en fonction de la vitesse de déformation pour des essais pratiqués sous vide secondaire à une température de 600°C

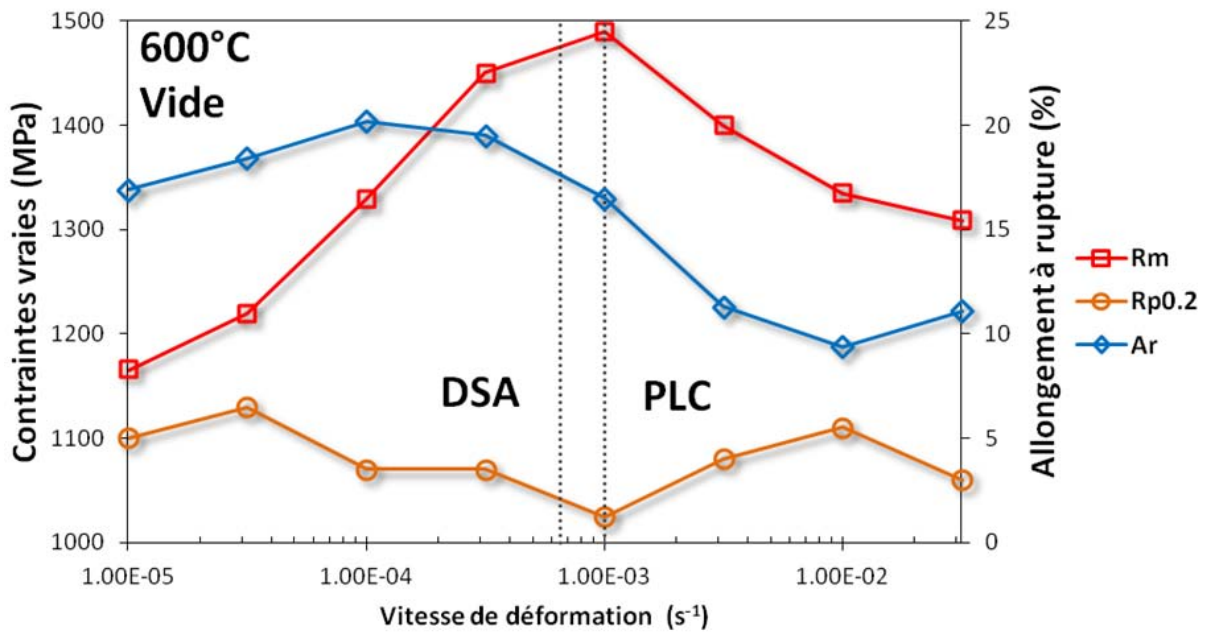


Figure III-43 Evolution des propriétés mécaniques de la coulée d'étude en fonction de la vitesse de déformation pour des essais pratiqués sous vide secondaire à une température de 600°C

Pour ce qui concerne le comportement mécanique, on retrouve les mêmes tendances qu'à 650°C. L'allongement à rupture évolue à nouveau suivant une courbe en cloche traduisant très probablement des problèmes liés à la localisation de la déformation.

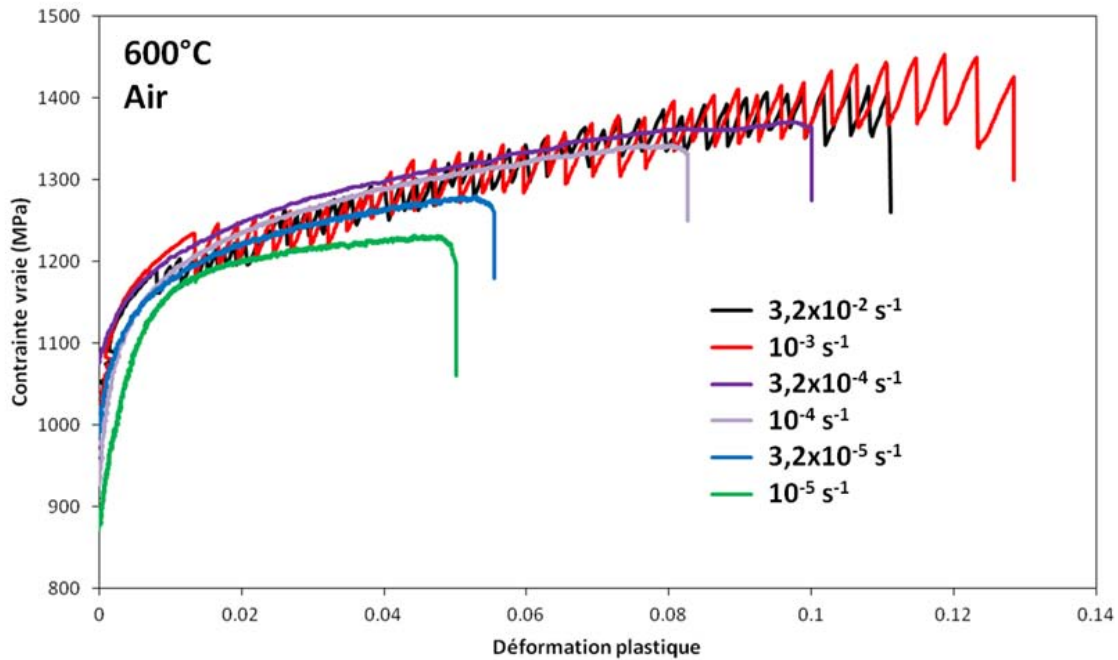


Figure III-44 Evolution des courbes de traction de la coulée d'étude en fonction de la vitesse de déformation pour des essais pratiqués sous air laboratoire à une température de 600°C

Cette même courbe établie à partir d'essais réalisés sous air laboratoire est présentée sur la Figure III-45. Cette présentation permet de préciser le domaine de vitesse au sein duquel le couplage oxydation-déformation conduit à un endommagement dont la cinétique prend le pas sur celle liée à la déformation. Bien évidemment, cet effet est d'autant plus visible que les éprouvettes sont minces.

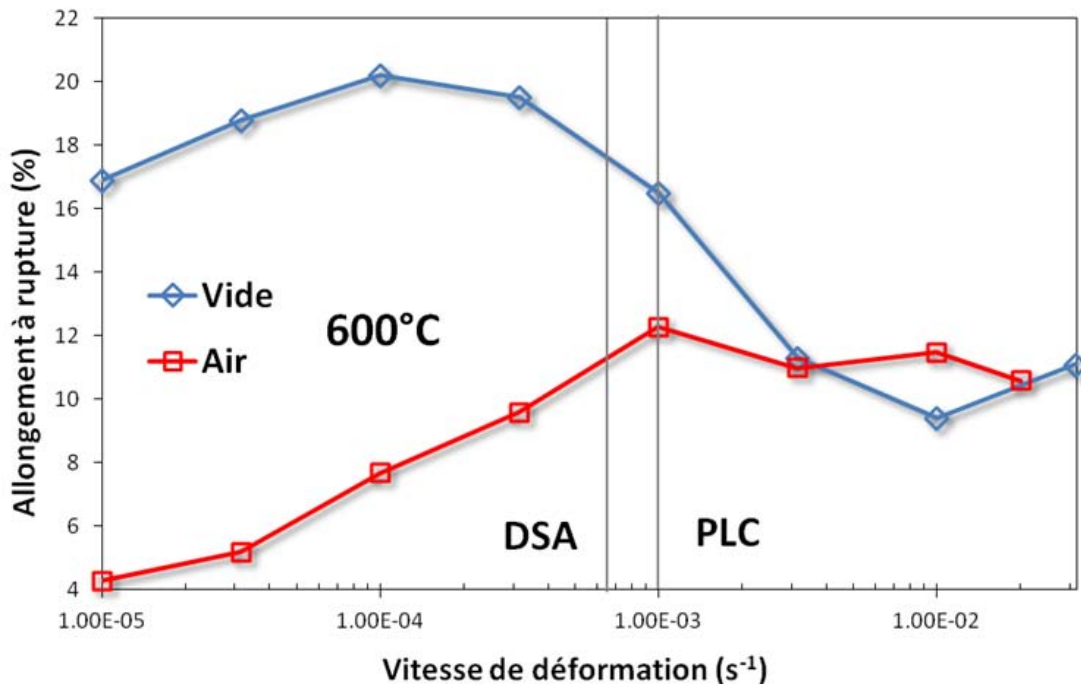


Figure III-45 Comparaison des allongements à rupture lors d'essais de traction pratiqués à 600°C selon l'atmosphère d'essai : vide secondaire (bleu) ou air (rouge)

### III.3.4. Interaction entre modes de déformation et modes de rupture

Tel qu'il a été précisé précédemment, si dans le domaine de DSA on observe un effet de la vitesse de déformation sur la réponse du matériau en termes de propriétés mécaniques (contrainte d'écoulement, allongement à la rupture) et de sensibilité à la fissuration intergranulaire assistée par l'oxydation, il est un domaine de vitesse de déformation pour une température donnée où intervient un phénomène affectant l'écoulement plastique du matériau, le rendant saccadé, et qualifié d'effet PLC. Un grand nombre d'essais de traction réalisés sur des éprouvettes de faible épaisseur, ont mis clairement en évidence le fait que, dans ce domaine particulier de vitesse de déformation, que l'essai soit conduit sous air laboratoire ou sous vide secondaire, la rupture s'opère de façon purement transgranulaire ductile. L'examen détaillé du faciès de rupture par MEB révèle l'absence de zone à caractère intergranulaire fragile sur toute la périphérie de la zone rompue. .

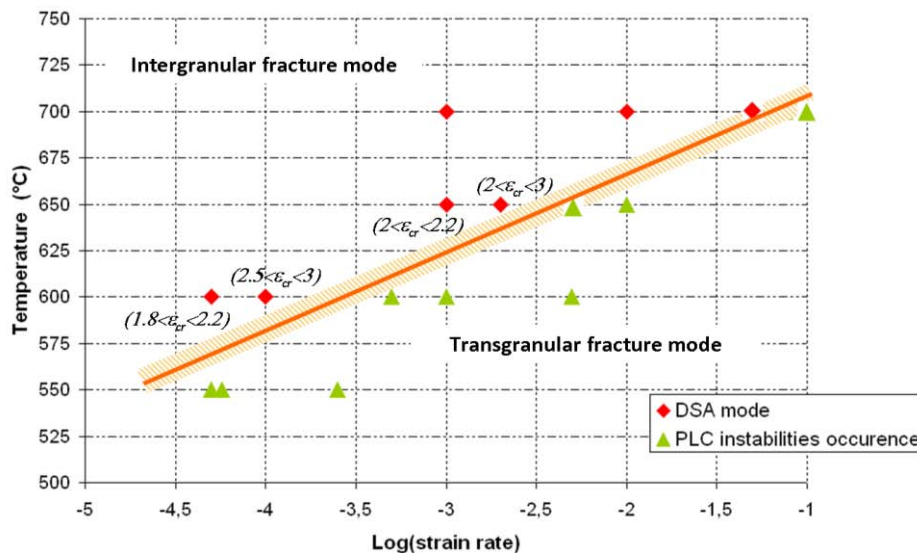
L'approche jusqu'ici communément proposée par les auteurs ayant abordé ce sujet relatif à l'interaction entre plasticité et oxydation de l'alliage se fonde sur des critères à caractère strictement mécanique. Néanmoins, depuis les travaux de Ter-Ovanessian en 2008 [Ter-Ovanessian 2008] qui a mis en évidence, pour une coulée d'alliage 718 traitée de manière à modifier sa teneur en interstitiels, que plus la teneur en interstitiels est faible et plus la frontière DSA / PLC est déplacée vers les fortes températures et les faibles vitesses de déformation, une contribution d'origine chimique à cette interaction entre modes de déformation et modes de rupture est envisagée. Cette approche, inspirée de la métallurgie physique, repose sur l'idée de l'enrichissement possible des joints de grains en éléments en solution solide dans l'alliage sous l'effet du drainage de solutés depuis le grain par les dislocations mises en mouvement lors de la déformation plastique de l'alliage. Cet enrichissement pourrait contribuer à augmenter la sensibilité à l'amorçage de fissures intergranulaires dans cet alliage en modifiant la réactivité de ces interfaces vis à vis de l'oxygène. A cette notion de flux d'éléments en solution associé à la densité de dislocations mobiles, il faut également ajouter un seuil d'enrichissement au-delà duquel l'interface est réputée sensibilisée à l'amorçage de fissure. Ce seuil est bien entendu dépendant de la déformation cumulée à l'échelle locale et, par là même, atteint par une population grandissante de joints de grains au fur et à mesure de la déformation.

La question du cumul de déformation nécessaire en DSA pour induire l'amorçage de la fissuration assistée par l'oxydation de l'alliage se pose:

Dans le cadre de ses travaux de thèse, Ter-Ovanessian a mis en évidence l'existence d'un paramètre important à prendre en compte dans le cadre de l'étude de la durabilité des pièces réelles. Il s'agit de l'historique de chargement mécanique en termes de déformation plastique cumulée et de vitesse de déformation. Les travaux de Ter-Ovanessian [Ter-Ovanessian 2012] sur la dépendance à la vitesse de déformation de la sensibilité à la F.A.O. le conduisent à ne plus considérer seulement l'intersection du domaine de vitesses de déformation compatibles avec les cinétiques de dégradation environnementales et du domaine de vitesses de déformation où n'apparaissent pas les instabilités plastiques pour caractériser le rôle du chargement mécanique sur l'amorçage de fissures intergranulaires. En effet, l'ensemble des essais interrompus qu'il conduit sur éprouvettes plates l'amène à introduire la notion de cumul de déformation plastique



critique à vitesse de déformation donnée nécessaire à cet amorçage : en d'autres termes, pour développer de la fissuration à caractère IG, l'alliage 718 doit localement être soumis à une vitesse de déformation qui soit compatible avec les cinétiques d'endommagement liées au milieu sans entrer dans le domaine de vitesses d'occurrence du phénomène de PLC à la température donnée, mais doit également cumuler une déformation plastique critique  $\epsilon_{cr}$ , elle-même dépendante de la vitesse de déformation plastique. Le graphique de Figure III-46 illustre les domaines où interviennent les différents modes de rupture et modes de déformation, ainsi que la quantification des déformations critiques d'apparition des premières amorces de fissures,  $\epsilon_{cr}$ . Deux explications possibles à ce phénomène sont proposées : d'une part, la nécessité de drainer une quantité suffisante d'interstitiels au niveau des joints de grains jusqu'à une concentration critique permettant une interaction décohésive des interfaces constituées par les joints de grains et d'autre part, la nécessité de développer une contrainte critique dans la zone de pénétration intergranulaire d'oxydes qui soit compatible avec le phénomène de décohésion des joints de grains.



**Figure III-46** Cartographie des modes de déformation et des modes de rupture de l'alliage 718 dans le domaine de températures 550-700°C, établie sur éprouvettes plates issues de feuillard testées sous air laboratoire. En italique, sont reportées les intervalles de déformation plastique cumulée nécessaires à l'amorçage de fissures IG, d'après Ter-Ovanessian [Ter-Ovanessian 2012]

Cette cartographie réalisée sur éprouvettes plates associée aux simulations par éléments finis du comportement mécanique de l'éprouvette en V permet d'interpréter les résultats obtenus sur éprouvettes en V en termes d'amorçage de fissures intergranulaires. En effet, Ter-Ovanessian montre qu'une éprouvette en V ayant rompu dans un domaine de vitesse de déformation supérieur à la vitesse limite d'interaction mécanique-environnement, donc dans un domaine réputé non sensibilisant à la fissuration IG, peut présenter un faciès de rupture soit totalement TG, soit affecté par des zones IG. L'explication réside alors dans l'existence d'un paramètre important à prendre en compte dans le cadre de l'étude de la durabilité des pièces réelles qui est l'historique de chargement mécanique en termes de déformation plastique et de vitesses de déformation.

En se fondant sur l'idée d'un enrichissement potentiel des joints de grains en éléments d'alliage en solution lors de la déformation plastique dans un domaine où les dislocations sont susceptibles de transporter ces solutés, une série d'essais a été réalisée, dans l'objectif de fournir des éléments de compréhension des mécanismes mis en jeu dans ces phénomènes.

Ces différents essais ont consisté à modifier le mode d'écoulement plastique en cours d'essai par changement de vitesse de déformation, à modifier l'atmosphère en cours d'essai ou encore à pré-écrouir le matériau avant traitement de vieillissement aéronautique. Les paramètres pris en compte lors de l'analyse des essais ont été l'allongement à rupture et l'indice de sensibilité à la fissuration assistée par l'oxydation ( $I_{FAO}$ ).

### III.3.5. Changement de régime d'écoulement en cours d'essai : effet sur l'endommagement IG

Lors d'une étude récente, nous avons constaté que, sur produits minces, pour des essais à 650°C, une déformation plastique de 2% génère des fissures de taille comparable à la taille de grains sur le fût de l'éprouvette, que cette déformation soit réalisée en mode DSA ou en mode PLC.

Afin de commencer à explorer l'effet de l'histoire de chargement sur la FAO, nous avons réalisé une série d'essais au cours desquels le mode de déformation change, pour une déformation cumulée donnée, du DSA à PLC ou l'inverse. Les réponses mécaniques de ces essais conduits sous air laboratoire à une température de 650°C sont présentées sur les Figure III-47 et Figure III-48. En première analyse, ces essais permettent de mettre en évidence deux aspects importants :

L'essai débuté en mode PLC, au cours duquel la vitesse de déformation évolue soudainement de manière à changer le mode d'écoulement de PLC à DSA, requiert approximativement la même quantité de déformation plastique cumulée en mode DSA avant rupture que si l'intégralité de l'essai s'était déroulée en mode DSA. La déformation plastique cumulée lors de l'écoulement plastique instable ne semble pas être comptabilisée vis à vis d'un critère d'amorçage de fissures intergranulaires. Le faciès de rupture présente en périphérie des zones à caractère fragile au sein d'un paysage globalement ductile en proportion comparable à celle observée lors d'un essai qui se serait déroulé intégralement en mode DSA. Une courbe de traction correspondant à ce type d'essai est portée en Figure III-47.

L'essai débuté en mode DSA, jusqu'à un niveau de déformation plastique suffisant pour que l'on soit certains d'avoir des amorces de fissures sur le fût de l'éprouvette, et dont on augmente soudainement la vitesse de déformation de manière à passer en mode d'écoulement saccadé jusqu'à rupture est présenté sur la Figure III-48. L'examen détaillé du faciès de rupture révèle l'absence de zone de propagation IGF. D'ailleurs, l'allongement à rupture est de l'ordre de celui d'un essai qui se serait déroulé intégralement en mode PLC. L'endommagement généré lors des premiers pourcents de déformation plastique ne semble donc pas pouvoir se propager lorsque l'on passe en domaine PLC.

Ainsi, le mode de déformation macroscopique qui intervient lors de l'occurrence de l'effet PLC semble, par nature, ne pas permettre la propagation des fissures amorcées. La localisation de la

déformation plastique sous forme de bandes produit des vitesses de déformations locales trop élevées pour être compatibles avec les cinétiques d'endommagement résultant de l'oxydation intergranulaire.

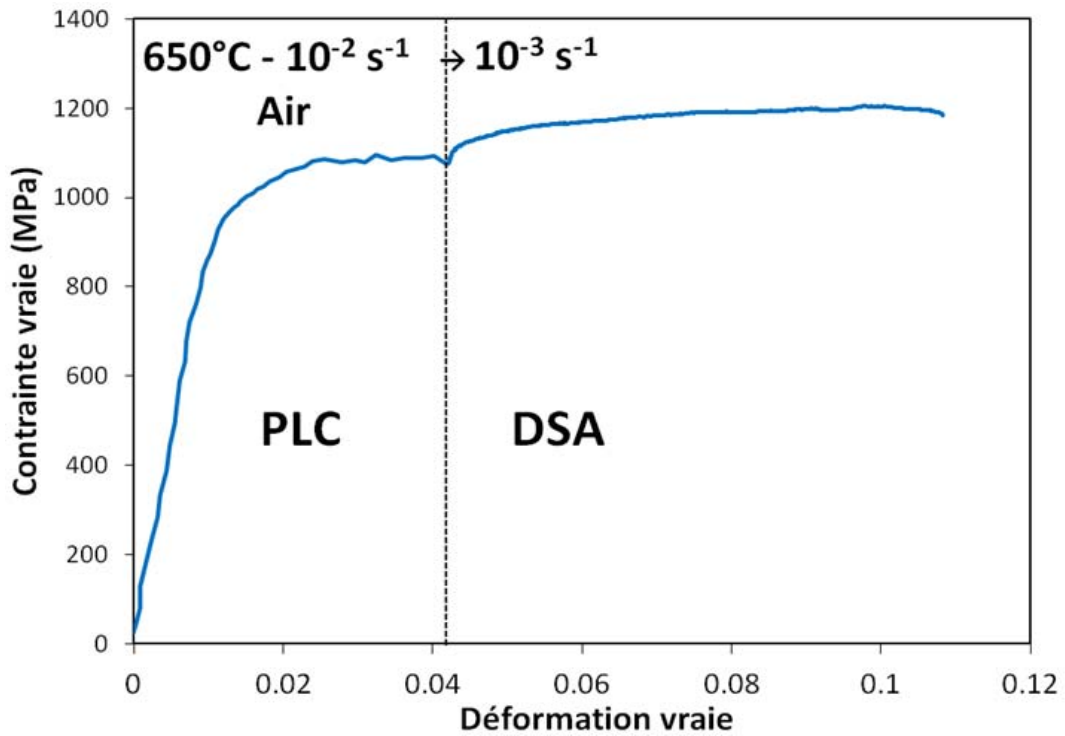


Figure III-47 Essai de traction à 650°C sous air avec changement de vitesse et changement de mode de déformation PLC puis DSA

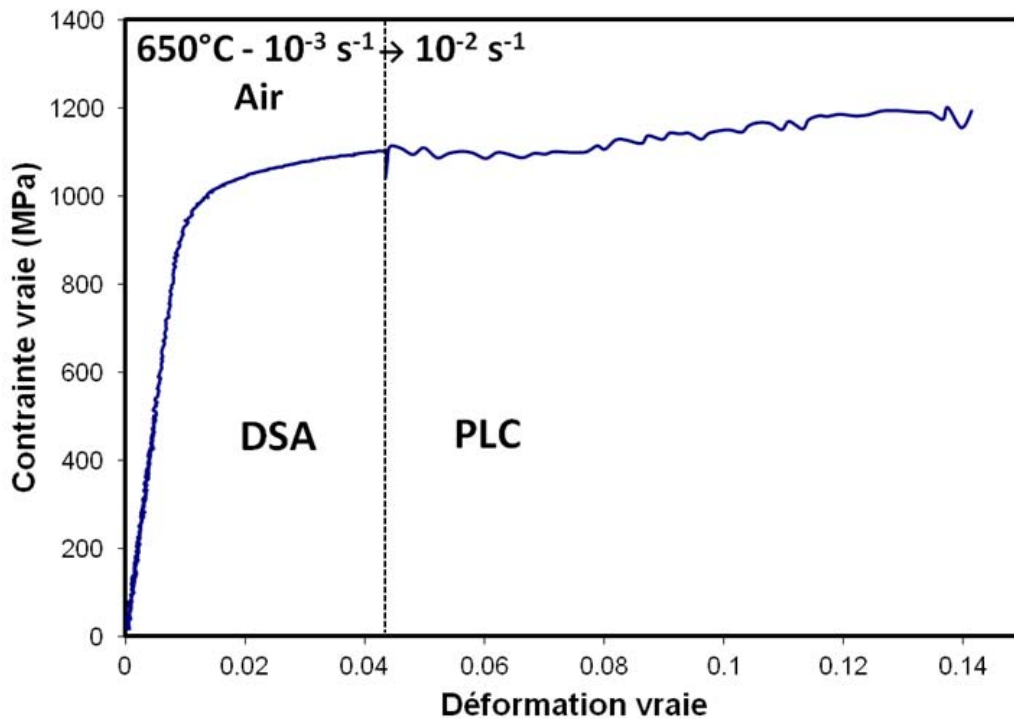


Figure III-48 Essai de traction à 650°C sous air avec changement de vitesse et changement de mode de déformation DSA puis PLC

Néanmoins, cet effet inhibant dû au phénomène PLC ne permet pas d'expliquer pourquoi en l'absence d'instabilité plastique, dans le domaine de DSA (trainage des solutés), on puisse avoir une contribution chimique à la sensibilité des joints de grains vis-à-vis du phénomène d'oxydation. Les essais présentés dans le paragraphe suivant ont pour objectif de fournir des éléments de réponse sur cet aspect.

### III.3.6. Changement de d'atmosphère en cours d'essai : effet sur l'endommagement IG

Dans le cadre des présents travaux, des essais avec changement d'atmosphère en cours d'essai ont été réalisés à 650°C et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (domaine DSA). La déformation cumulée sous vide secondaire avant changement d'environnement a été définie de manière à correspondre à la déformation maximale cumulable sous air avant qu'il y ait rupture. A l'issue de la première étape de cet essai, l'éprouvette a été déchargée le temps de repasser sous une atmosphère d'air laboratoire. L'éprouvette a, après quelques minutes, été remise en charge jusqu'à rupture. La courbe de traction correspondant à ce type d'essai apparaît en Figure III-49. Durant cette deuxième phase, on constate qu'il est possible de poursuivre la déformation de l'éprouvette sans provoquer une rupture prématurée de l'éprouvette. Là encore, il faut cumuler une quantité de déformation plastique avant rupture sensiblement égale à celle nécessaire à la rupture si l'essai s'était déroulé intégralement sous air laboratoire.

Dans l'hypothèse de l'origine chimique de l'endommagement IG envisagée dans cette étude, on conçoit qu'à la fin de la phase sous vide secondaire, les joints de grains devraient être chargés en espèces solutés responsables de leur fragilisation. On aurait alors pu envisager une oxydation rapide de ces espèces accumulées avec une ouverture rapide des fissures IG lors du passage sous air. Cela ne semble pas être le cas. Plusieurs hypothèses peuvent être envisagées pour expliquer cette réponse de l'alliage. Par exemple, la nécessité d'un équilibre entre la cinétique de l'oxydation dans le joint de grain et la cinétique d'enrichissement du joint de grain en espèces réactives. Dans ce cas, le facteur limitant de l'endommagement IG par oxydation est la cinétique de pénétration de l'oxygène. Une autre hypothèse qui sera discutée plus loin, consiste à associer une distribution de contraintes intergranulaires dans le polycristal pour chaque niveau de déformation. Cette distribution pourrait être fonction du taux d'écroissage de sorte que, une fois passés les premiers pourcents de déformation, il est difficile d'atteindre la contrainte de décohésion des interfaces et l'amorçage de fissure n'opère plus.

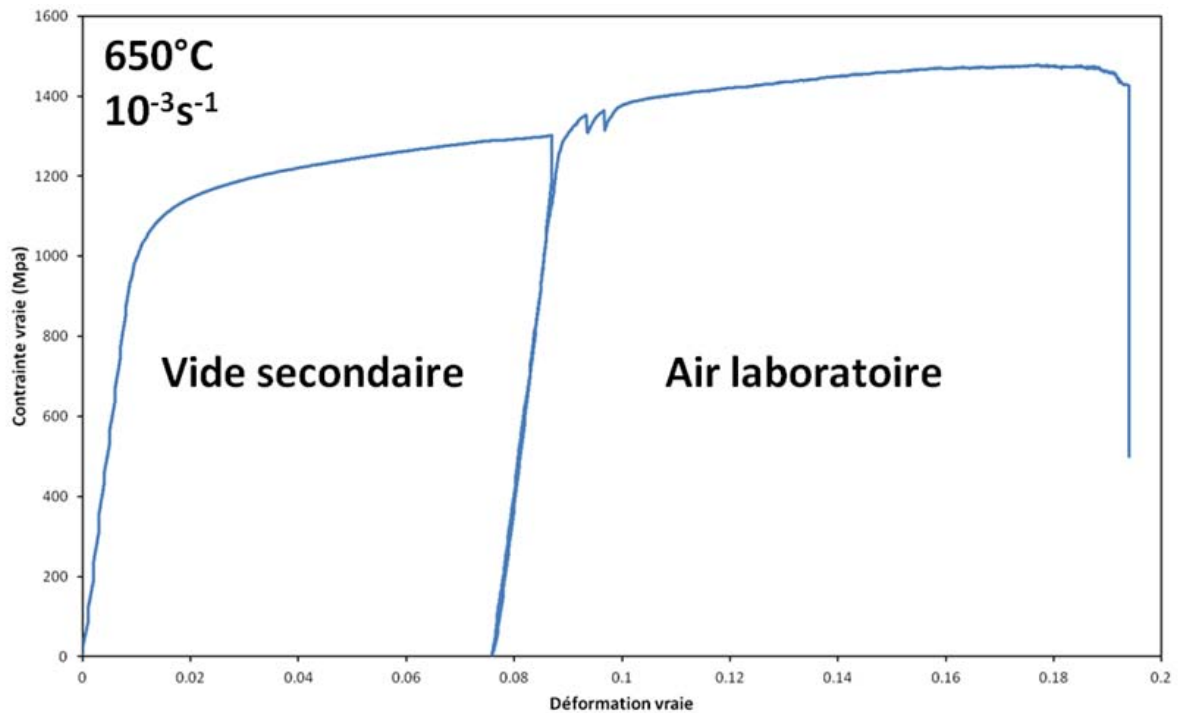


Figure III-49 Courbe de traction associée à un essai avec changement d'atmosphère en cours d'essai : vide secondaire puis air laboratoire.

L'observation du faciès de rupture correspondant à ce type d'essai met en évidence l'absence de zones de rupture à caractère IGF. Un tel faciès apparaît sur la Figure III-50. Cette observation amène une nouvelle hypothèse : on peut se demander si, lors de la phase d'essai de traction sous vide secondaire, la formation d'un oxyde de type Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> protecteur vis-à-vis des phénomènes d'oxydation intergranulaire ultérieurs de l'éprouvette, « passivant » du fait de son imperméabilité à l'oxygène, ne serait pas capable d'inhiber l'effet endommageant du couplage oxydation intergranulaire – déformation.

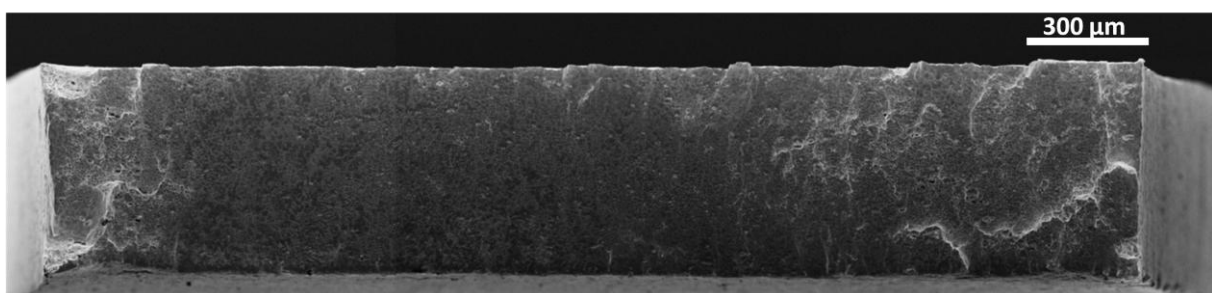


Figure III-50 Faciès de rupture typique d'un essai pratiqué avec changement d'atmosphère vide-air : la rupture est transgranulaire ductile.

Un essai semblable a été pratiqué, mais interrompu après la phase de déformation plastique sous vide secondaire pour repolir l'éprouvette sur une épaisseur de quelques dizaines de microns sur chacune des faces, l'objectif étant de retirer l'oxyde formé sous vide secondaire. Le résultat de cet essai est le même que sans repolissage, c'est-à-dire qu'après passage sous air, il est nécessaire de cumuler une grande quantité de déformation plastique avant rupture : la rupture n'est pas prématurée. La courbe de traction correspondant à cet essai est portée en Figure III-51.

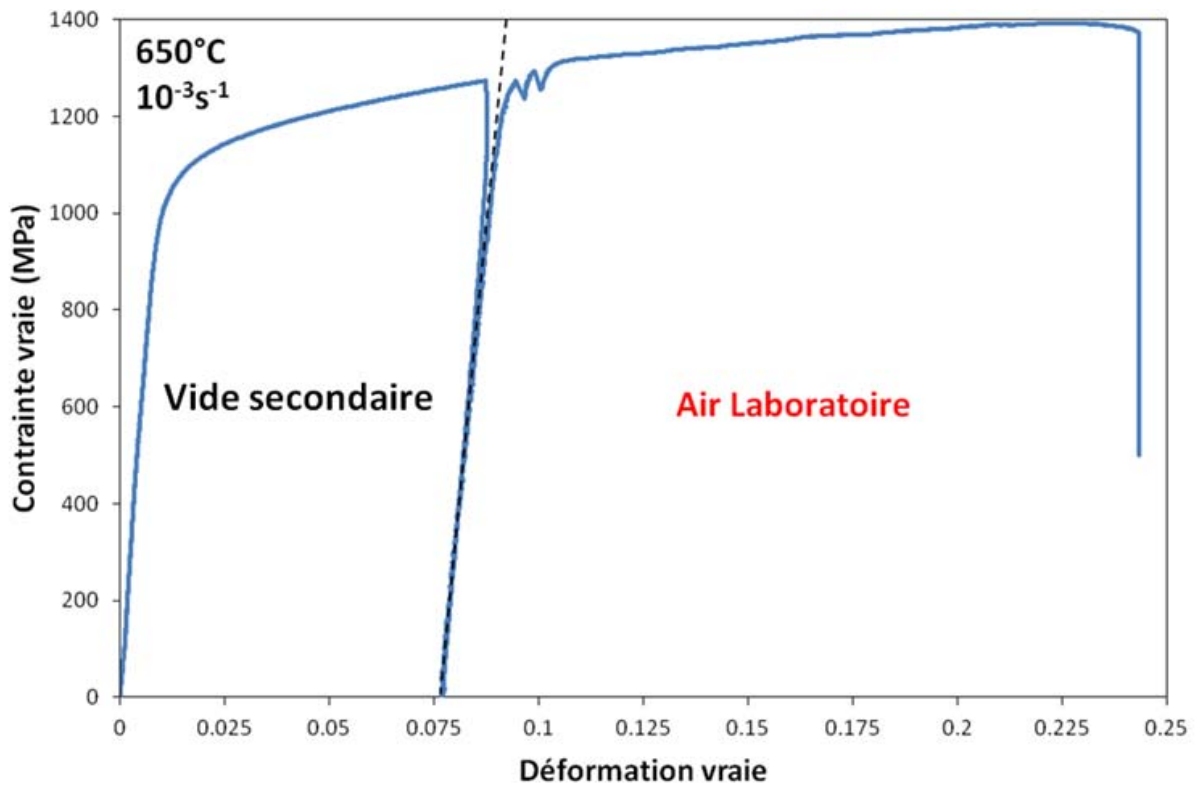


Figure III-51 Essai de traction à 650°C et 10<sup>-3</sup>s<sup>-1</sup> avec changement d'atmosphère en cours d'essai : vide secondaire puis air laboratoire et polissage de l'éprouvette entre les deux phases d'essai.

L'observation systématique lors de la remise en charge de l'éprouvette après interruption de l'essai d'un phénomène d'instabilité plastique très ponctuel invite à penser que, pendant le temps de déchargement ou l'éprouvette est encore en température, des phénomènes de migration importante de solutés vers les dislocations interviennent. L'enrichissement d'un nombre statistiquement suffisant de dislocations lors de cette phase intermédiaire suffit à ancrer des groupes de dislocations qui vont se libérer lorsque l'on repasse en régime d'écoulement plastique, générant un phénomène de désancrage dynamique ponctuel.

### III.3.7. Effet d'un pré-écrouissage avant traitement thermique de vieillissement aéronautique sur la réponse de l'alliage 718 en termes d'indices de sensibilité à la FIGAO et de propriétés mécaniques macroscopiques

L'idée que l'écrouissage du matériau peut influencer sa sensibilité vis-à-vis des phénomènes de CSC / FIGAO n'est pas nouvelle. Néanmoins, les travaux menés sur le sujet donnent des résultats variés selon l'alliage à base de nickel considéré.

Des études du comportement en CSC de l'alliage 600 en milieu REP simulé ont été nombreuses sur le rôle de l'écrouissage sur la vitesse de propagation de fissures de CSC. L'alliage 600 semble vivre une propagation de fissures en milieu REP simulé plus rapide s'il a préalablement été écroui. Ainsi, Yamazaki et al [Yamazaki 2008] montrent que la vitesse de propagation de fissures en CSC gagne un ordre de grandeur et demi entre le matériau de base et le matériau pré-déformé à 8%, et deux ordres de grandeur et demi si on porte la pré-déformation à 20%. Les travaux de Rebak et al [Rebak 1995] montrent quant à eux que plus le taux de pré-écrouissage est important

### Chapitre III – Résultats et Interprétations

---

et plus l'énergie d'activation apparente pour la croissance de fissure (CGR) est faible. Raquet et al [Raquet 1999] confirment par leurs travaux l'aspect néfaste d'un pré-écrouissage superficiel sur la propagation IG de défauts de corrosion sous contrainte. Ces travaux se sont intéressés aux effets de l'écrouissage sur la sensibilité à la CSC sur l'alliage 600.

Bien que peu d'études sur l'effet d'un tel pré-écrouissage sur le comportement de l'alliage 718, objet de cette étude, aient été menées, il apparaît que sa réponse en termes de sensibilité vis-à-vis de l'endommagement par phénomène de CSC soit tout à fait différente de celle de l'alliage 600 décrite précédemment. En effet, les travaux de Tsubota et al [Tsubota 1986] sur la sensibilité de l'alliage 718 et de l'alliage X-750 en eau sous pression (288°C, 80atm) ont permis de comparer la profondeur de fissure de CSC par des essais sur des poutres en flexion pré-corrodées (CBB=Creviced Bent Beam) pour différents taux de pré-écrouissages de l'alliage 718 avant traitement thermique de vieillissement standard aéronautique pour des immersions de 500 heures. Ces auteurs montrent suivant cette méthode de caractérisation que la sensibilité de l'alliage vis-à-vis du phénomène de CSC connaît un minimum pour une pré-déformation de l'alliage avant traitement de vieillissement comprise entre 10 et 20%.

Les mécanismes d'endommagement étant considérés comme comparables entre phénomènes de CSC et phénomènes de FAO, nous nous sommes intéressés à l'effet d'un pré-écrouissage avant traitement thermique de vieillissement sur la sensibilité à la FAO.

Des travaux menés au CIRIMAT sur l'effet d'une pré-déformation en traction de l'alliage 718 avant traitement de vieillissement aéronautique ont montré qu'il existe un domaine de taux de pré-déformation, proche de 12%, pour lequel l'indice de sensibilité vis-à-vis du phénomène de FIGAO devient nul. Plus récemment, il a été mis en évidence l'effet de l'application de différents taux de pré-écrouissage par laminage avant traitement de vieillissement selon le standard aéronautique pour des essais de caractérisation à 650°C et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . L'application d'un pré-écrouissage sur tôles minces par laminage a été jugée plus pertinente que par traction du fait de son caractère plus homogène. Différents taux de pré-déformation ont été appliqués, à savoir 5, 9, 13, 18, 21 et 24%. Les faciès de rupture des éprouvettes ont été caractérisés par observation MEB afin de déterminer l'évolution de l'indice de sensibilité à la FAO. Il apparaît que l'indice de sensibilité à la fissuration assistée par l'oxydation diminue progressivement à mesure que le taux de pré-écrouissage augmente, jusqu'à atteindre une valeur systématiquement nulle pour des pré-écrouissages supérieurs à 18%. Ce comportement est illustré par l'histogramme présenté sur la Figure III-52. Les courbes de traction correspondant à chaque taux de pré-déformation appliqué sont portées en Figure III-53.

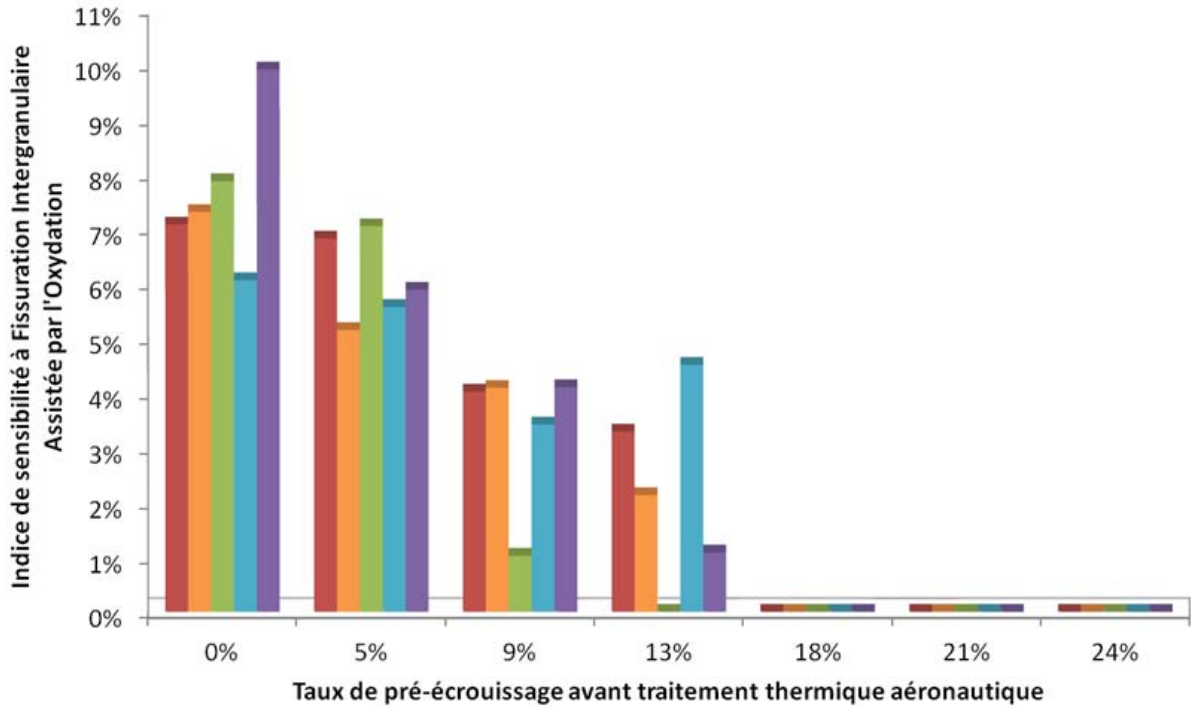


Figure III-52 Evolution de l'indice de sensibilité à la fissuration assistée par l'oxydation pour différents essais de caractérisation en traction à 650°C et  $10^{-3}s^{-1}$  sous air en fonction du taux de pré-écrouissage avant traitement de vieillissement de l'alliage d'étude

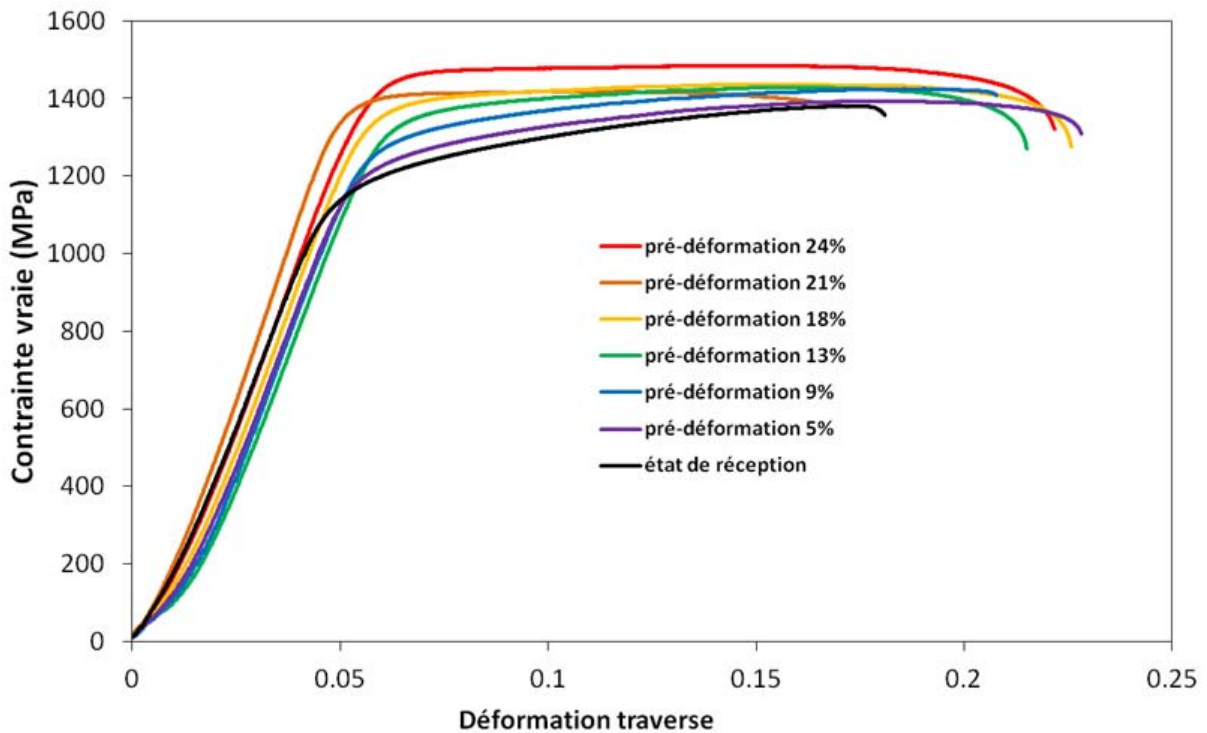


Figure III-53 Courbes de traction caractéristiques des essais réalisés sur l'alliage 718 pré-écroui avant traitement thermique de vieillissement, à 650°C et  $10^{-3}s^{-1}$ , par suivi de déformation à partir du déplacement de la traverse.



Ces résultats peuvent être interprétés de la manière suivante : la formation d'un réseau de dislocations suffisamment dense au sein de l'alliage avant traitement de vieillissement génère un grand nombre de sites vers lesquels vont migrer et ségréger préférentiellement les solutés. Les dislocations générées pendant la déformation vont ainsi piéger certains éléments en solution qui ne vont alors plus être disponibles pour être transportés lors de la déformation plastique de l'essai de caractérisation de la sensibilité de l'alliage à la FAO. Ainsi, plus il y a de dislocations créées avant traitement de vieillissement aéronautique et moins grande est la quantité de solutés transportée par les dislocations mobile lors de l'essai. Si bien qu'il existe une pré-déformation critique au-dessus de laquelle les joints de grains ne peuvent plus être enrichis de façon suffisante en solutés, la sensibilisation des joints de grains n'est alors pas suffisante pour entraîner une décohésion sous l'effet conjugué de l'oxydation et de la contrainte intergranulaire. Dans ce cas, la rupture ne peut plus être que transgranulaire.

### III.3.8. Résumé

L'ensemble des essais réalisés à haute température et présentés dans cette partie permet de mettre en évidence l'effet de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques de l'alliage lors d'essais sous atmosphère non oxydante, ainsi que sur la morphologie de l'endommagement par fissuration intergranulaire assistée par l'oxydation sur le faciès de rupture dans le cas d'essais sous air laboratoire. Lorsque l'on s'intéresse à l'allongement à rupture, l'effet de l'environnement apparaît comme négligeable dans le domaine d'instabilité plastique, alors qu'il devient prépondérant à mesure que la vitesse de déformation décroît dans le domaine de vieillissement dynamique, ce qui se traduit par un allongement à rupture de plus en plus prématuré pour les faibles vitesses de déformation.

Pour qu'il y ait endommagement intergranulaire fragile, il faut qu'il y ait simultanément un environnement suffisamment oxydant et une sollicitation mécanique à vitesse compatible avec la cinétique d'oxydation. En cela, l'effet PLC inhibe la propagation de fissures à caractère IGF lorsqu'il intervient car ses caractéristiques le rendent incompatible avec la cinétique d'oxydation nécessaire à la fissuration intergranulaire assistée par l'oxydation.





<b>IV.</b>	<b>Discussion .....</b>	<b>153</b>
<b>IV.1.</b>	<b>Relations entre le comportement mécanique en traction et le frottement interne .....</b>	<b>153</b>
IV.1.1.	Essais de traction uniaxiale.....	153
IV.1.2.	Essais de frottement interne .....	154
IV.1.3.	Mobilité du Molybdène.....	155
<b>IV.2.</b>	<b>Aspects chimiques et métallurgiques des interactions .....</b>	<b>157</b>
IV.2.1.	Existence d'un comportement inverse d'évolution de $\epsilon_c$ .....	157
IV.2.2.	Sur la position de la frontière.....	158
IV.2.2.1.	Déplacement du domaine.....	158
IV.2.2.2.	Déplacement de la frontière entre désancrage dynamique et trainage des solutés ...	159
<b>IV.3.</b>	<b>Interactions entre modes de déformation et modes de rupture .....</b>	<b>161</b>
IV.3.1.	Rupture sous vide secondaire .....	161
IV.3.2.	Rupture sous air.....	162
IV.3.2.1.	Vitesse de propagation maximale d'une fissure.....	162
IV.3.2.2.	Oxydation des interfaces .....	162
IV.3.2.3.	Amorçage.....	163
IV.3.2.4.	Phase de striction.....	166



## Chapitre IV : Discussion

### IV.1. Relations entre le comportement mécanique en traction et le frottement interne

La diversité des essais pratiqués au cours de cette étude aboutit à un ensemble de résultats impliquant différentes échelles et différents éléments de la microstructure. L'exploitation de ces résultats et l'occurrence d'éventuelles relations issues de leur comparaison peut permettre de révéler parmi les mécanismes potentiellement impliqués celui ou ceux qui semblent piloter le comportement aux différentes échelles.

#### IV.1.1. Essais de traction uniaxiale

L'étude de l'effet PLC via des essais de traction uniaxiale sur l'alliage 718, a essentiellement été réalisée sur l'alliage dans son état vieilli, c'est-à-dire à l'état durci par précipitation. Dans cet état métallurgique la déformation plastique de l'alliage est inhomogène et localisée dans des bandes de glissement se développant à travers les grains tel que l'illustre le cliché en microscopie optique de la Figure IV-1. Les dislocations, vecteurs de la déformation plastique, sont confinées dans des bandes de glissement. L'interaction entre solutés et dislocations mobiles va donc intervenir dans ces zones et non dans la totalité du volume des grains.

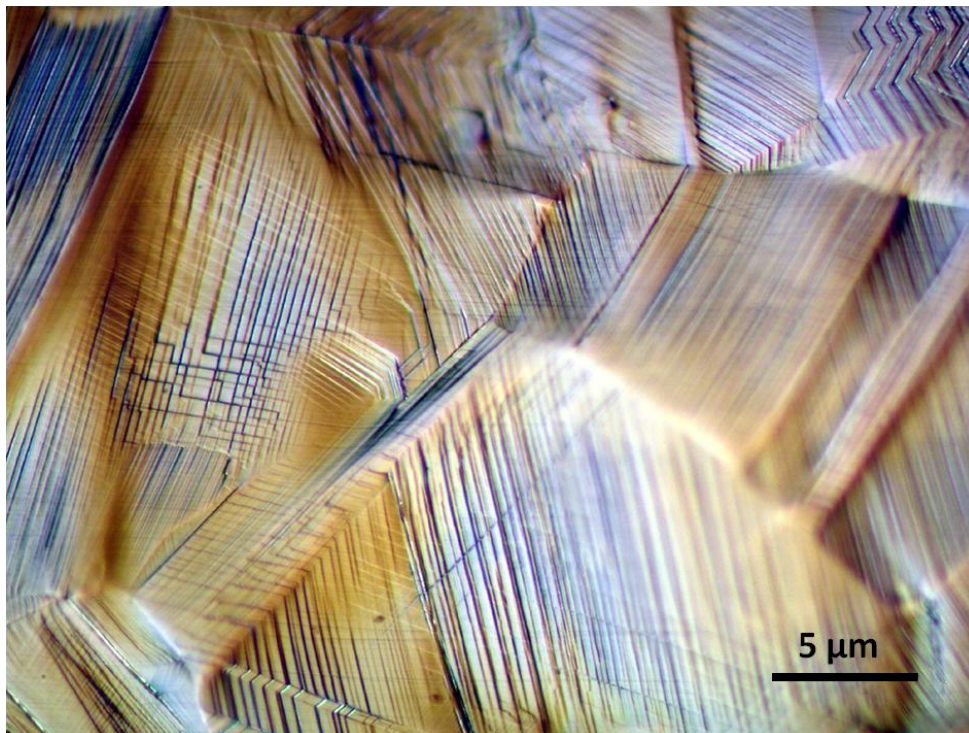


Figure IV-1 : Mise en évidence des bandes de localisation de la déformation dans l'alliage 718 d'étude à l'état vieilli et fortement déformé, en microscopie optique en lumière polarisée et contraste interférentiel Nomarski. Cliché par M.-C. Lafont.

Ces essais ont permis de mettre en évidence un effet significatif de la température sur les conditions de déclenchement des instabilités d'écoulement. Ces résultats expérimentaux révèlent l'occurrence de différents mécanismes à l'origine des instabilités de l'écoulement plastique selon la température d'essai. S'il est communément admis que l'effet PLC intervenant à basse température trouve son origine dans l'interaction entre carbone libre et dislocations mobiles, la nature exacte de l'espèce en solution responsable de l'effet PLC intervenant à haute température n'est pas clairement identifiée. Néanmoins, les présents travaux grâce aux calculs d'énergie d'activation associée à l'occurrence de l'effet PLC haute température tendent à confirmer que cette interaction impliquerait un élément substitutionnel. Ce substitutionnel formerait alors des atmosphères plus ou moins complexes dans le champ de contrainte associé aux dislocations mobiles et pourrait être transporté par ces dernières dans certaines gammes de températures et de vitesses de déformation. Il convient de mentionner ici que cette vision assez simpliste se complexifiera inévitablement du fait de la composition de l'alliage qui s'éloigne d'un alliage binaire ou ternaire. En effet, comme indiqué plus haut, la localisation du glissement implique un effet d'histoire dans la constitution de « l'atmosphère » trainée par la dislocation. On peut imaginer cette notion en parlant de coups de balai successifs dans le plan de glissement induisant des atmosphères différentes pour les dislocations glissant les unes à la suite des autres.

### IV.1.2. Essais de frottement interne

Les essais de frottement interne sont des essais de torsion pratiqués à de très faibles amplitudes de déformation. On se situe dans ce cas dans le domaine de déformation élastique de l'alliage. Dans ce cas, le volume de matière impliqué dans la réponse macroscopique est probablement plus important que celui associé à la déformation plastique dans la mesure où il implique à la fois des mouvements atomiques à très courte distance dans le volume et des interactions entre atomes en solution et dislocations existantes ancrées ou non.

Ces essais ont permis de mettre en évidence l'existence d'un pic de Zener dans l'alliage. Ce pic de frottement interne trouve son origine dans l'existence d'un mécanisme de réorientation d'un dipôle constitué de deux atomes substitutionnels de Molybdène par échange de l'un d'entre eux avec une lacune lors de l'application d'une contrainte cyclique de torsion. Ce mécanisme élémentaire se répète cycliquement en accompagnant l'oscillation du pendule. Il s'agit dans ce cas de diffusion à très courte distance, par saut atomique depuis un site de substitution vers un site vacant proche voisin (lacune) générant une déformation anisotrope du réseau. L'amortissement est alors engendré par le franchissement cyclique de la position de col, d'un point de vue énergétique, associé au chemin emprunté par l'atome pour changer de site. C'est un processus qui intervient dans tout le volume des grains et n'est pas un phénomène localisé.

Dans le matériau à l'état vieilli la densité de dislocations n'est bien évidemment pas nulle. Cependant ces dislocations ont été générées avant le traitement de vieillissement alors que l'état métallurgique de l'alliage correspondait à une solution solide. Dans cet état, l'alliage est moins sensible à la localisation du glissement et les dislocations sont plutôt statistiquement réparties. Dans ces conditions, une fois l'alliage vieilli, ces dislocations sont ancrées sur des précipités et leur contribution sur l'amplitude du pic de frottement interne peut être difficilement perceptible.

En revanche, les essais de frottement interne qui ont été réalisés sur des matériaux pré-déformés plastiquement dans l'état vieilli ont montré une augmentation très légère de ce pic de frottement interne. Dans ce cas, la localisation de la déformation dans quelques plans de glissement conduit à une augmentation locale de la densité de dislocations dans les plans actifs plus élevée que pour une déformation homogène. L'augmentation de l'amplitude du pic de frottement intérieur observé montre bien le lien entre le pic de Zener étudié et les variations de densité de dislocations.

### IV.1.3. Mobilité du Molybdène

Les essais de frottement interne pratiqués renseignent sur la capacité d'un dipôle constitué de deux atomes de Mo à se réorienter sous l'effet d'une contrainte cyclique appliquée. Ce à quoi on accède ici, c'est une information sur la capacité de l'espèce Mo à effectuer un saut atomique, donc à devenir mobile, dans une certaine gamme de température, variable en fonction de la fréquence de sollicitation mécanique de l'échantillon. Il est à noter que cette gamme de température où le Mo devient mobile correspond à la gamme de température dans laquelle intervient l'effet PLC haute température que l'on peut observer en traction.

Bien que les mécanismes de déformation soient différents dans les deux types d'essais considérés dans cette étude, la mise en relation des résultats obtenus en frottement interne avec ceux obtenus via les essais de traction fournit des éléments de réflexion importants permettant, peut être, d'éclaircir le mécanisme d'interaction entre solutés et dislocations mobiles dans le régime de déformation plastique du matériau.

Cette capacité du Mo à se mouvoir à courte distance dans le cas de la réorientation de dipôles en frottement interne met en évidence la gamme de température dans laquelle le Mo devient mobile dans l'alliage.

Les énergies d'activation déterminées par les deux techniques d'analyse, spectroscopie mécanique et essai de traction, sont différentes : 290 à 300 kJ/mol en frottement interne, et, de façon moins précise, 200 à 300 kJ/mol en traction ; la tendance des résultats semble néanmoins indiquer que les énergies d'activation apparentes déterminées en traction sont plus faibles que celle déterminées en frottement interne.

En fait, on est en présence de deux mécanismes différents :

- D'une part, la réorientation d'un dipôle de Mo dans le volume de la matrice,
- D'autre part, la diffusion d'atomes de soluté (interstitiels, substitutionnels ou bien un complexe des deux) dans le champ de déformation des dislocations en mouvement

Ces deux mécanismes élémentaires n'ont pas de raison d'avoir des énergies d'activation identiques : la réorientation du dipôle d'atomes de Mo correspond à une énergie d'activation, qui a été évaluée par calculs ab-initio à 298kJ/mol (Damien Connetable, communication privée). L'énergie d'activation de l'espèce substitutionnelle responsable de l'effet PLC dans le champ de déformation de dislocations mobiles est quant à elle plus difficilement quantifiable, mais est très certainement une fraction de l'énergie d'activation associée à la diffusion du substitutionnel, dans la mesure où il s'agit de la diffusion de l'espèce substitutionnelle dans un réseau déformé en



traction avec une composante hydrostatique dilatant la maille comparativement au réseau non déformé. Comme les résultats des essais de frottement interne sur matériaux pré-déformés suggèrent une interaction de cette espèce avec les dislocations, le Mo semble constituer un excellent candidat pour expliquer l'occurrence du PLC haute température.

Les résultats issus de la caractérisation de l'effet PLC dans l'alliage 718 enrichi en Mo font apparaître des différences comparativement à l'alliage 718 de référence. Le domaine d'existence de l'effet PLC est plus étendu vers les plus hautes températures, c'est-à-dire que la transition entre désancrage dynamique et traînage des solutés se fait à plus haute température. Par ailleurs, dans la partie basses températures du domaine de comportement inverse, les instabilités de l'écoulement plastique apparaissent pour une déformation critique plus faible dans l'alliage 718 enrichi en Mo que dans l'alliage 718 classique. Ces deux observations sont à nuancer dans la mesure où les variations sont de faible amplitude : un décalage de l'ordre de +25°C de la transition entre désancrage dynamique et traînage, et un facteur deux sur la déformation plastique cumulée avant l'apparition des instabilités plastiques dans la partie basses température du domaine PLC inverse.

On peut légitimement se demander si ces variations ne trouveraient pas leur origine dans des différences microstructurales entre les deux alliages, en particulier en termes de tailles de grains. En effet, la taille de grains de l'alliage 718 enrichi en Mo est de l'ordre de 20-30 $\mu\text{m}$ , alors que l'alliage 718 présente une taille de grains de l'ordre de 15 à 20 $\mu\text{m}$ . Or, Mannan et al. [Mannan 1982] ont mis en évidence qu'une augmentation de la taille de grains entraîne la nécessité d'un cumul de déformation plastique plus important avant le déclenchement des instabilités de l'écoulement plastique. La variation de taille de grains ne semble donc pas constituer un facteur susceptible d'expliquer les différences observées entre ces deux alliages, puisqu'elle va à l'encontre de ce qui est observé pour l'évolution de  $\varepsilon_c$ , dans la mesure où, dans l'alliage contenant plus de Mo, la concentration critique de substitutionnels dans le champ de contrainte des dislocations nécessaire au déclenchement des instabilités de l'écoulement plastique est atteinte pour une déformation plastique plus faible.

Pour ce qui est du décalage vers les plus hautes températures de la frontière entre traînage des solutés et domaine de désancrage dynamique dans l'alliage contenant plus de Mo par rapport à l'alliage 718 de l'étude, cette observation semble aller dans le sens d'une implication du Mo dans l'occurrence de l'effet PLC haute température. En effet, le fait de travailler sur un alliage présentant en solution solide une teneur plus importante en l'espèce substitutionnelle responsable de l'effet PLC observé doit se traduire par une modification de l'étendue du domaine des instabilités plastiques vers les hautes températures, sur des considérations de mobilité de l'atmosphère de soluté ressentie par les dislocations. Cet aspect sera discuté plus en détail dans la partie suivante.

## IV.2. Aspects chimiques et métallurgiques des interactions

Au cours des travaux présentés ici, il a pu être établi qu'il existe deux domaines distincts d'instabilités de l'écoulement plastique, distingués par une modification de l'évolution de la déformation critique d'apparition de la première instabilité plastique,  $\varepsilon_c$ . Un domaine basse température, qualifié de normal, au sein duquel  $\varepsilon_c$  diminue lorsque T augmente (ou lorsque  $\dot{\varepsilon}$  diminue), et un domaine dit inverse, dans lequel  $\varepsilon_c$  augmente lorsque T augmente (ou lorsque  $\dot{\varepsilon}$  diminue). Ces deux domaines d'évolution de  $\varepsilon_c$  ont été caractérisés et présentent des énergies d'activation apparentes différentes qui ont été comparées aux énergies d'activation associées à la diffusion de différents éléments présents dans l'alliage. Pour les plus basses températures, dans le domaine normal, les résultats semblent confirmer l'idée que le mécanisme à l'origine de l'apparition de l'écoulement saccadé est le résultat d'une interaction dynamique entre le carbone et les dislocations mobiles. Dans le domaine inverse, pour les températures les plus élevées, les résultats des calculs d'énergies d'activation apparentes suggèrent l'interaction d'un substitutionnel avec les dislocations mobiles, sans pour autant permettre de conclure définitivement quant à sa nature.

### IV.2.1. Existence d'un comportement inverse d'évolution de $\varepsilon_c$

L'explication la plus crédible de l'origine du comportement réside dans l'existence d'un phénomène de formation de complexes entre substitutionnels et interstitiels transportés par les dislocations mobiles au cours de la déformation plastique.

L'interaction entre substitutionnels et interstitiels n'a rien de surprenant dans la mesure où l'alliage est bien connu pour former naturellement des carbures avec le Cr, le Nb et le Mo mais également des nitrides. L'interaction qui existe en particulier entre C et Nb ou C et Mo dans des gammes de température plus basses peut être confirmée par différentes études : en effet, la teneur en C dans l'alliage 718 a un effet direct sur la cinétique de précipitation de la phase  $\delta$  [Andrieu 2009], mais également sur la cinétique de diffusion du Mo [Heijwegen 1973]. On peut ainsi légitimement envisager que, dans la zone en traction du champ de déformation des dislocations mobiles, l'environnement rassemble plusieurs espèces susceptibles de réagir les unes avec les autres : à savoir un substitutionnel et le carbone.

Dans la mesure où ces espèces sont amenées dans la zone en traction à proximité de la dislocation, et qu'il s'agit d'une zone présentant un réseau localement expansé, les phénomènes de diffusion y sont exacerbés et les espèces en solution sont très proches les unes des autres si bien qu'elles peuvent former des complexes, ou de très fins clusters qui tendent à les rendre moins mobiles. Ces espèces complexées ne sont alors plus en mesure de suivre la dislocation dans son déplacement et ne contribuent plus au phénomène de vieillissement dynamique.

Ainsi dans le domaine de comportement inverse de l'évolution de  $\varepsilon_c$  on se trouve en mode de traînage pour le carbone et en mode de désancrage dynamique pour le substitutionnel. Le carbone tend à saturer rapidement la zone de traction des dislocations du fait de sa plus grande

mobilité. Le substitutionnel tente de faire sa place dans la zone de transport en traction autour de la dislocation. Il tend à former des complexes avec le carbone, qui eux ne sont pas assez mobiles pour suivre la dislocation dans son déplacement. Or, il est nécessaire d'atteindre une concentration critique en substitutionnel dans le voisinage des dislocations afin de déclencher des instabilités de l'écoulement plastique. Ainsi, la dislocation se charge progressivement en espèce substitutionnelle, mais cette espèce tend à se complexer avec le carbone, perdant par là même en mobilité. Ainsi, peut-on envisager une compétition entre la cinétique d'enrichissement en substitutionnel de l'atmosphère et la cinétique de déplétion par formation de complexes. La cinétique de formation de complexes est d'autant plus importante que la température augmente alors que la cinétique d'enrichissement de la dislocation en substitutionnels dépend statistiquement de la distance parcourue par les dislocations mobiles et de leur temps d'attente au niveau des obstacles qu'elles ont à franchir dans leur plan de glissement. Cette concurrence entre mécanismes peut constituer une explication de l'existence du comportement inverse de  $\epsilon_c$ , caractérisé par le fait qu'il faut, à mesure que la température augmente, cumuler une déformation plastique de plus en plus importante avant de voir apparaître les instabilités de l'écoulement plastique.

### IV.2.2. Sur la position de la frontière

#### IV.2.2.1. Déplacement du domaine

La position du domaine d'existence de l'effet PLC est liée à la composition de l'alliage. Il existe des interactions entre éléments d'alliages qui ont pour effet de déplacer les domaines d'instabilités selon la composition de l'alliage. Ce fait peut être illustré par la représentation de l'extension du domaine d'occurrence de l'effet PLC lorsque l'on compare par exemple un binaire Ni-C [Nakada 1970] et un alliage à base de nickel comportant des substitutionnels, par exemple Ni-Cr-Fe-C [Mulford 1979] tel que l'illustrent les domaines d'instabilité plastique représentés sur la Figure IV-2. Ainsi, le fait de trouver simultanément dans l'alliage du carbone et des éléments substitutionnels tend à modifier l'extension du domaine d'occurrence de l'effet PLC.

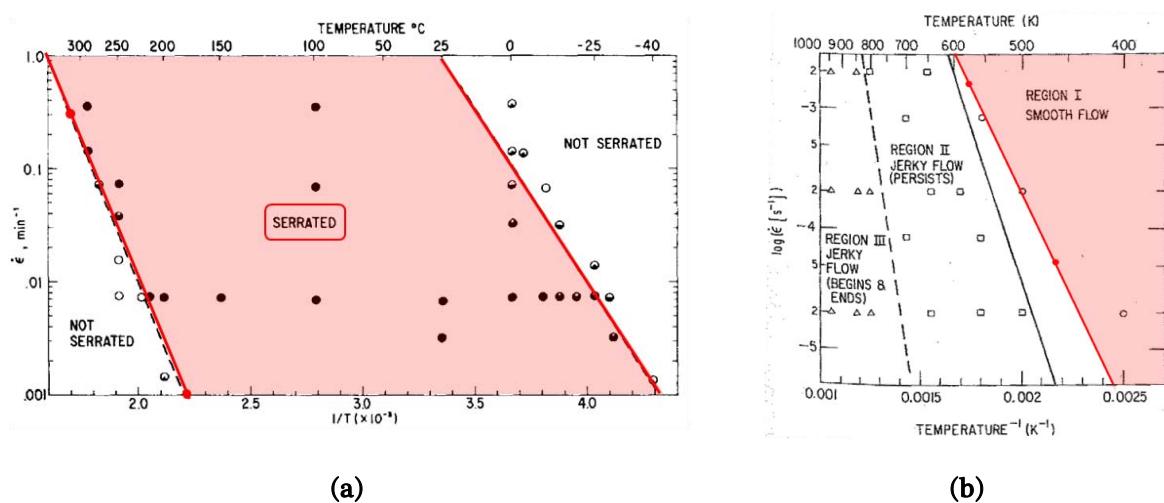


Figure IV-2 Mise en évidence du déplacement du domaine d'occurrence des instabilités de type PLC dans le cas de deux alliages à base de Nickel : (a) un binaire Ni-C, d'après [Nakada 1970], et (b) un alliage 600 (Ni-Cr-Fe-C), d'après [Mulford 1979]

De même l'augmentation de la teneur en C d'un alliage présentant un effet PLC dû à un substitutionnel modifie la position de ce domaine. Les travaux de Jenkins [Jenkins 1969] sur des austénites Fe-Ni additionnées de Cr, de C, ou bien de Cr et de C, mettent bien en évidence le fait que si deux éléments d'alliage générant chacun un effet PLC dans des domaines de températures et de vitesses de déformation sont présents en même temps, le domaine d'effet PLC résultant n'est pas la somme des effets de chacun des éléments pris séparément. Ces observations sont résumées par le graphique de la Figure IV-3. Le domaine PLC de ce type d'alliage plus complexe est un domaine continu et déplacé par rapport aux domaines de différents solutés pris indépendamment. Ceci confirme clairement l'interaction entre espèces responsables d'effets PLC dans des gammes de sollicitations thermomécaniques distinctes.

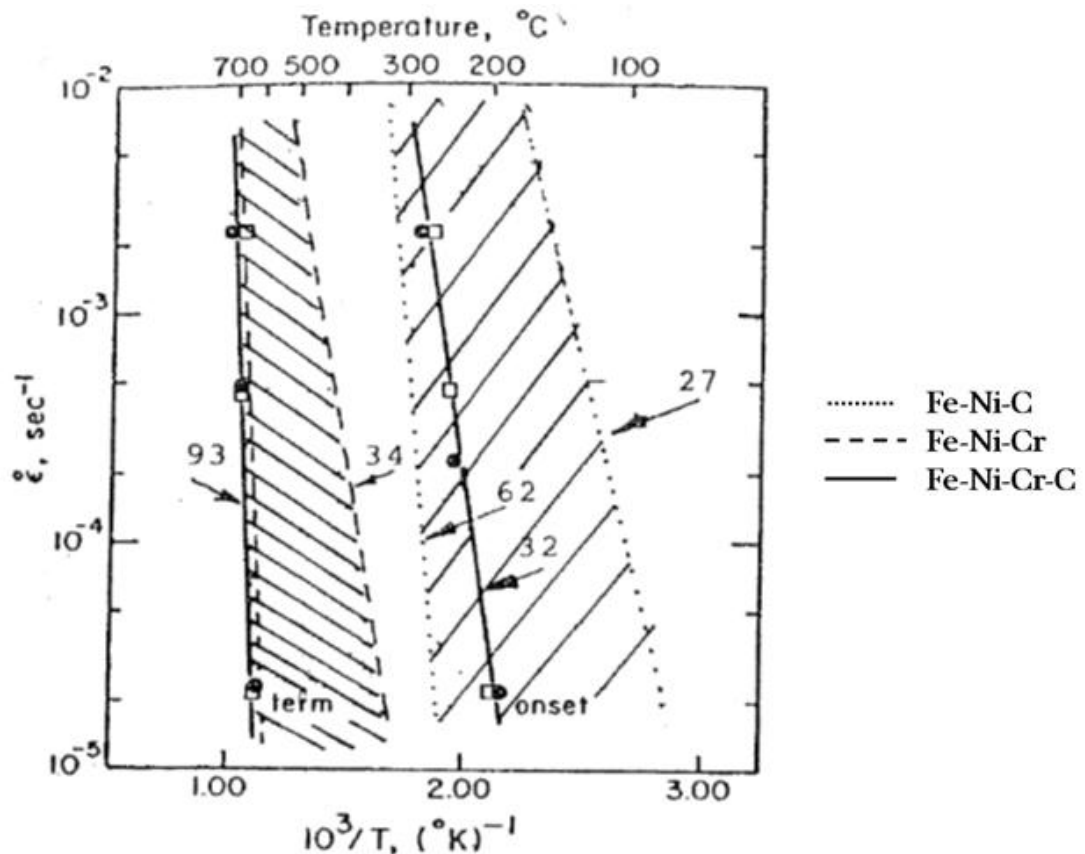


Figure IV-3 Domaines d'existence du phénomène PLC et énergies d'activation associées (en kcal/mol) pour trois aciers austénitiques, d'après [Jenkins 1969]

#### IV.2.2.2. Déplacement de la frontière entre désancrage dynamique et traînage des solutés

Les travaux de Deleume et de Ter-Ovanessian [Deleume 2007, Ter-Ovanessian 2008] qui ont mis en évidence le déplacement de la frontière vers les plus hautes températures et les plus basses vitesses de déformation lorsque la teneur en interstitiels diminue fournissent des éléments d'interprétation importants. En effet, si la frontière se déplace vers les plus hautes températures ou vers les plus basses vitesses, cela signifie que lorsque l'on diminue la teneur en éléments interstitiels, les dislocations mises en mouvement lors de la déformation plastique voient une

## Chapitre IV – Discussion

---

atmosphère moins mobile. La frontière entre DSA et PLC à haute température est la frontière entre les domaines de traînage et de désancrage dynamique des solutés depuis les atmosphères des dislocations. Cela signifie que les dislocations décrochent de leurs atmosphères pour des températures plus élevées ou des vitesses plus basses.

Comprendre ce phénomène requiert de considérer que l'atmosphère n'est pas formée d'une unique sorte d'espèce de soluté. Ainsi, si on considère un substitutionnel et un interstitiel dans le champ de contrainte des dislocations mobiles, dans le domaine de traînage des deux espèces, l'écoulement ne présente pas d'instabilité plastique. Lorsque l'on atteint le domaine de désancrage dynamique de l'espèce la moins mobile, le substitutionnel, l'écoulement devient saccadé et on se trouve dans le domaine d'évolution inverse de  $\epsilon_c$ . La transition entre traînage et désancrage dynamique intervient lorsque le substitutionnel responsable de l'effet PLC à haute température n'a plus assez de mobilité pour diffuser suffisamment rapidement de manière à suivre de façon permanente les dislocations en mouvement.

C'est la mobilité globale de l'atmosphère qui va définir les couples température et vitesse de déformation pour lesquels les dislocations vont être capables de décrocher.

Ainsi, lorsque la teneur en carbone est élevée les dislocations sont rapidement saturées par cet interstitiel. De plus, la distribution du carbone dans le matériau, par hypothèse homogène, contribue au « piégeage » des substitutionnels via la formation de complexes de mobilité réduite. L'atmosphère est donc constituée majoritairement de carbone et de peu de substitutionnels, si bien que l'atmosphère est « légère » et mobile. En d'autres termes, le carbone induit un phénomène d'écrantage des sites disponibles dans la zone en traction du champ de déformation des dislocations qui limite la présence de substitutionnels transportés et interagissant avec les dislocations mobiles.

A l'inverse, dans le cas où le carbone est en très faible quantité, les dislocations ne sont pas saturées par cet interstitiel, et leur champ de contrainte dispose de place pour constituer une atmosphère comportant une part importante de substitutionnels : cette atmosphère est alors « lourde » et peu mobile. Ainsi, les dislocations vont s'en libérer pour des températures plus élevées et des vitesses de déformation plus faibles. La frontière entre désancrage dynamique et traînage des solutés est alors déplacée vers les vitesses plus faibles et les plus hautes températures.

Suivant ces considérations, on comprend bien que dans l'alliage de composition standard en carbone, de l'ordre de quelques centaines de ppm massiques, la déformation plastique dans le domaine de DSA met en mouvement des dislocations qui forment des atmosphères largement composées de carbone et sont capables de les transporter sur de grandes distances. Le carbone est en effet extrêmement mobile dans la gamme de températures où le domaine de traînage se développe. Si le substitutionnel responsable de l'effet PLC est également dans son domaine de traînage, il peut être transporté jusqu'aux joints de grains. Néanmoins, il est peu probable que ce substitutionnel soit à lui seul responsable de la sensibilité du joint de grains vis-à-vis de la fissuration assistée par l'oxydation : en effet, un certain nombre de substitutionnels ségrègent naturellement au niveau des joints de grains lors des étapes d'élaboration de l'alliage et ce malgré les traitements d'homogénéisation.

Ainsi, l'origine chimique de la plus ou moins forte sensibilité des joints de grains vis-à-vis de la fissuration assistée par l'oxydation tiendrait plutôt de leur enrichissement en carbone plutôt qu'en substitutionnel. Sa concentration au niveau de certains joints de grains peut localement devenir nettement plus élevée (d'un ordre de grandeur) qu'au sein de la matrice [Ping 2007].

### IV.3. Interactions entre modes de déformation et modes de rupture

#### IV.3.1. Rupture sous vide secondaire

Lors d'essais pratiqués sous vide secondaire, les fractographies mettent en évidence un faciès entièrement transgranulaire ductile, que les essais aient été pratiqués dans le domaine d'écoulement continu ou dans le domaine d'écoulement saccadé. Il peut être a priori surprenant de constater que l'on se trouve dans ces deux domaines à iso-mécanisme de rupture, transgranulaire ductile, alors que l'on a des modes de déformation différents.

L'essentiel des mécanismes présidant à la rupture finale intervient tardivement au cours des essais de traction, lorsque la déformation se localise. Cette localisation de la déformation permet de générer des contraintes locales suffisamment élevées pour entraîner la rupture d'une population importante d'inclusions de petites tailles générant des cavités dont la croissance plastique conduit à la rupture finale.

Il existe une contrainte critique ressentie par l'éprouvette de traction à partir de laquelle les cupules autour des plus petites inclusions s'ouvrent. Cette contrainte critique peut être atteinte de différentes manières dans le domaine d'écoulement stable:

- Concentration de contrainte autour d'une grosse inclusion rompue
- Augmentation locale de la vitesse de déformation
- Réduction locale de section

Tant que l'on se situe en dessous de cette contrainte critique, les plus petites cupules ne s'ouvrent pas : seules les plus grosses cupules peuvent s'ouvrir. L'ouverture des petites cupules conduisant à la ruine du matériau n'intervient alors que lors des premiers stades de localisation de la déformation, c'est-à-dire la striction de la zone utile. Bien qu'à ce moment la contrainte mesurée macroscopiquement diminue, la contrainte effective vue par le matériau dans la zone de striction augmente fortement : on atteint alors localement la contrainte critique d'ouverture des plus petites inclusions ce qui conduit rapidement à la rupture de l'alliage. Ce scénario est acceptable et vaut dans le domaine où la sensibilité à la vitesse de la contrainte d'écoulement est positive.

Qu'en est-il dans le domaine où intervient l'effet PLC, caractérisé, on le sait, par une sensibilité négative de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation ?

La sensibilité négative à la vitesse implique que lorsque la vitesse de déformation augmente, la contrainte d'écoulement diminue. Lorsqu'intervient l'écoulement saccadé, la déformation se localise sous forme de bande de type PLC. Cette bande est inclinée à environ 55°: elle correspond à

une bande de striction soudaine du matériau. Le passage de cette bande de déformation écrouit le matériau sur son passage. Comme les essais ont été pratiqués à vitesse de traverse constante, la bande ne parcourt qu'une courte distance avant de s'arrêter du fait de la chute de contrainte. L'essentiel de la déformation se localise dans la bande, si bien que la vitesse de déformation locale dans la bande est de plusieurs ordres de grandeur supérieure à la vitesse de déformation globale de l'essai de traction. L'écrouissage qui accompagne cette déformation localisée se traduit par une augmentation de la contrainte locale dans la bande de déformation qui est capable d'atteindre la contrainte critique de rupture des plus petites inclusions.

On peut dès lors s'interroger sur les mécanismes présidant à l'endommagement et à la rupture des éprouvettes lors d'essais de traction sous air. En effet, le mode de rupture dans ce type d'environnement est affecté par le couplage entre mécanique et oxydation de façon plus ou moins prononcée selon la vitesse à laquelle se déroule l'essai. Le paragraphe suivant vise à proposer des scénarii de mécanismes de rupture de l'éprouvette dans différents domaines de vitesse de déformation dans le cadre d'essais à 650°C.

### IV.3.2. Rupture sous air

#### IV.3.2.1. Vitesse de propagation maximale d'une fissure

De nombreux travaux sur la sensibilité de l'alliage 718 à la fissuration assistée par l'oxydation ont permis de mettre en évidence les effets de différents paramètres sur l'endommagement de l'alliage, et en particulier sur la vitesse de propagation de fissures dans le cadre d'essais de fatigue et fatigue-fluage sur éprouvettes CT. L'examen des différentes courbes de propagation de fissures pour lesquelles la propagation est essentiellement intergranulaire permet de déterminer une vitesse maximale de propagation assistée par l'oxydation d'une fissure de grande dimension. Cette vitesse est de l'ordre de  $2 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$  [Pedron 1982]. Il s'agit ici d'une vitesse de propagation maximale dans des conditions les plus défavorables : fatigue-fluage (palier de 300 secondes), haute pression partielle d' $\text{O}_2$  (0,2bar), et facteur d'intensité de contrainte élevé (de l'ordre de  $40\text{MPa}\sqrt{m}$ ).

Dans le cas de la fissuration assistée par l'oxydation lors d'un essai de traction sur éprouvette lisse, on peut invoquer la nécessité d'une compatibilité entre vitesse de diffusion de  $\text{O}_2$  aux interfaces et la vitesse de propagation de fissure sous l'effet de la contrainte appliquée. On peut donc s'interroger sur les paramètres pertinents à prendre en compte pour comprendre les mécanismes intervenant lors de la rupture sous contrainte croissante et sous l'effet de l'oxydation à haute température.

#### IV.3.2.2. Oxydation des interfaces

Lors d'un essai standard de caractérisation de la sensibilité de l'alliage 718 vis-à-vis de la fissuration assistée par l'oxydation, tel que pratiqué au laboratoire, l'éprouvette est maintenue en tension lors de la montée en température sous un effort de l'ordre de 10N. Une fois la température de consigne atteinte, un maintien de température de l'ordre de 10 minutes permet de s'assurer de l'homogénéité de la température au niveau de l'éprouvette et d'éviter les effets de dilatation de la ligne de traction en cours d'essai. Au cours de ce maintien, l'oxydation de

l'éprouvette intervient, en particulier celle des joints de grains qui constituent des chemins préférentiels pour la diffusion de l'oxygène. Différents travaux [Deleume 2007, Garat 2006] ont pu mettre en évidence et permis de quantifier la profondeur affectée par la formation d'oxyde sous l'effet de la pénétration de l'oxygène aux joints de grains. Il s'agit en fait d'un phénomène très rapide mais qui tend à saturer rapidement. Ainsi, dans le cas du protocole standard utilisé, cette pénétration de l'oxygène atteint une profondeur maximale de l'ordre de 100nm à 1 $\mu$ m.

### IV.3.2.3. Amorçage

Un point important à noter réside dans le fait que dans le cadre de cette étude, on travaille sur un produit fortement corroyé. De ce fait, la microstructure ne présente pas de carbures de taille très importante, si bien qu'ils ne constituent pas des sites d'initiation de fissures. Les fissures observées lors d'essais à haute température sous air sont ainsi essentiellement dues à la fissuration intergranulaire assistée par l'oxydation. On peut s'interroger sur la détection des fissures intergranulaires qui constituent des amorces. Une limite que l'on rencontre dans le cadre de l'observation en microscopie est celle de la résolution du microscope utilisé. Par ailleurs, on peut mettre en évidence qu'en dessous d'un certain niveau de déformation de l'échantillon, on n'est pas en mesure de détecter des amorces de fissures à sa surface. Ainsi, il faut cumuler une certaine quantité de déformation avant de pouvoir détecter des amorces de fissures. Mettre en évidence l'amorçage d'une fissure à caractère intergranulaire requiert donc d'avoir une résolution d'observation suffisante et d'atteindre une contrainte critique d'ouverture des interfaces sous l'effet de la plasticité.

Sur ces considérations, on peut revisiter un graphique présenté précédemment, en définissant différents régimes d'endommagement de l'alliage selon la vitesse de déformation de l'échantillon.

En effet, en prenant en compte la durée effective d'un essai de traction, donc du maintien à la température de 650°C, et en mettant en regard la distance maximale de propagation de fissure sous l'effet de la mécanique et de l'oxydation intergranulaire, c'est-à-dire dans les conditions de propagation les plus défavorables, à savoir 2  $\mu$ m.s<sup>-1</sup>, on peut obtenir la carte illustrée par la Figure IV-4 permettant de distinguer différents domaines dans les modes d'endommagement et de rupture de l'alliage 718 en fonction de la vitesse de déformation.



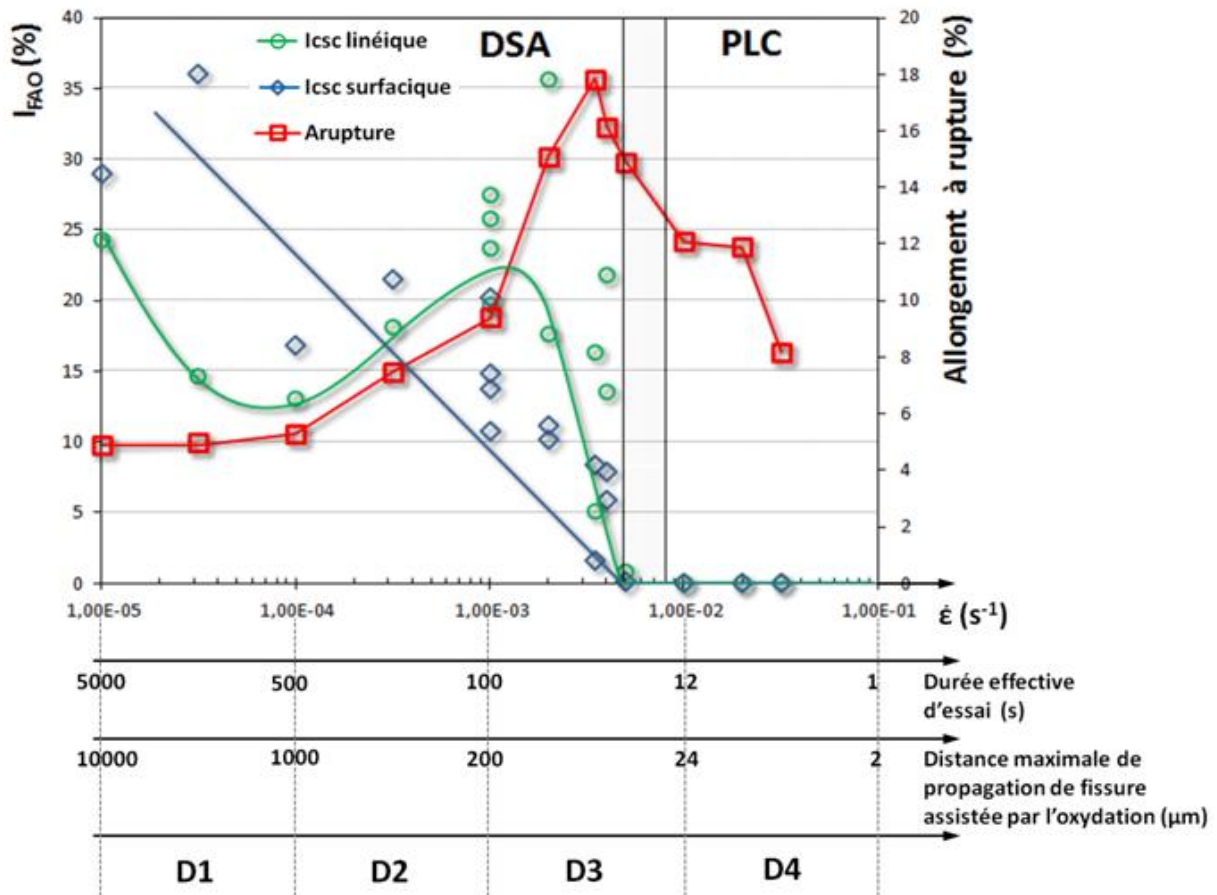


Figure IV-4 Graphique d'évolution des indices de sensibilité linéique (cercles verts), surfacique (losanges bleus) et de l'allongement à rupture (carrés rouges) de l'alliage 718 d'étude pour des essais de traction à 650°C sous air laboratoire. Mise en évidence de différents domaines de modes d'endommagement et de rupture de l'alliage.

Les quatre domaines ainsi définis présentent des réponses différentes en termes de modes de rupture.

La zone D1 de plus faible vitesse de déformation est une zone dans laquelle on observe sur le faciès de rupture des zones de rupture à caractère intergranulaire qui présentent des étendues importantes. C'est une zone où le temps est laissé à l'oxydation intergranulaire d'agir et de piloter le mode de rupture, si bien que les défauts créés se propagent sur des grandes distances. Les indices de sensibilité à la fissuration intergranulaire fragile de l'alliage deviennent très importants. On a à la fois de nombreuses amorces de fissure à caractère intergranulaire, et des profondeurs de propagation importantes.

La zone D4 de plus forte vitesse de déformation est une zone dans laquelle on n'observe pas sur le faciès de rupture de zones à caractère intergranulaire. La rupture opère de manière totalement transgranulaire et ductile. La vitesse de déformation est trop élevée pour que l'action environnementale oxydante n'ait le temps d'opérer. De plus, à la température explorée, 650°C, on se trouve dans le domaine d'occurrence des instabilités plastiques de type PLC, ce qui contribue à augmenter encore les vitesses locales de déformation puisque la déformation tend à se localiser dans les bandes de type PLC.

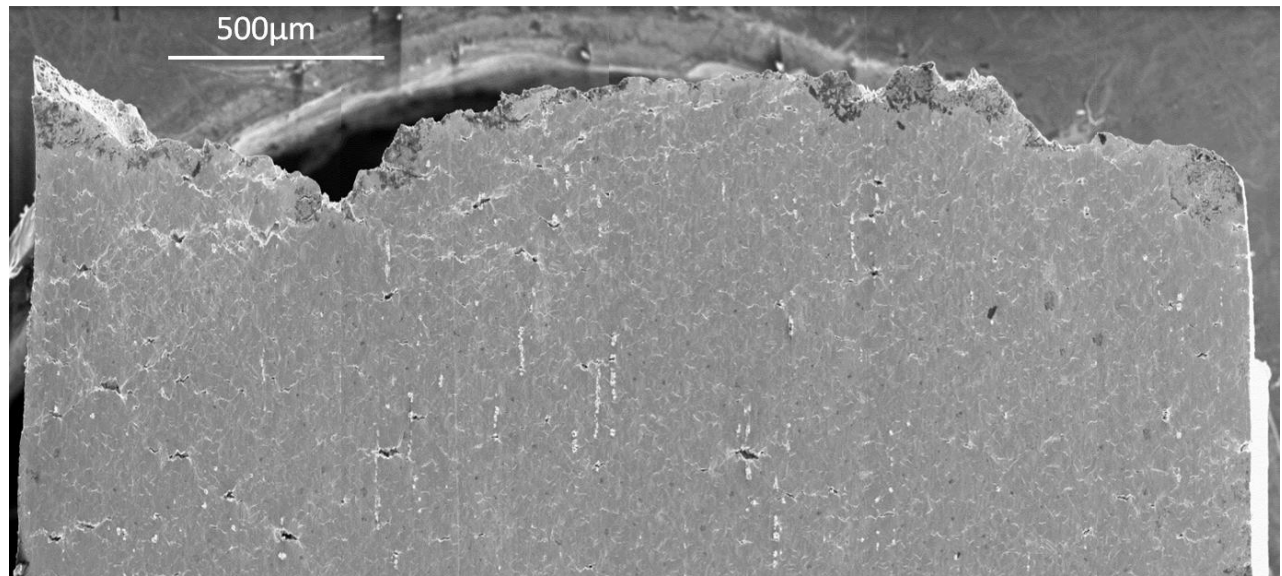
Les deux zones intermédiaires, D2 et D3, présentent quant à elles des comportements différents. Elles sont dans un domaine où des phénomènes de couplage entre mécanique et oxydation sont susceptibles d'intervenir.

La zone D2 apparaît comme une zone où les indices de sensibilité se stabilisent. L'indice surfacique est plus élevé que l'indice linéique, mettant en évidence le fait que l'on a un phénomène de propagation qui n'est pas négligeable dans ce domaine. La vitesse de déformation est suffisamment lente pour que l'endommagement généré par l'oxygène puisse accompagner la propagation de la fissure intergranulaire.

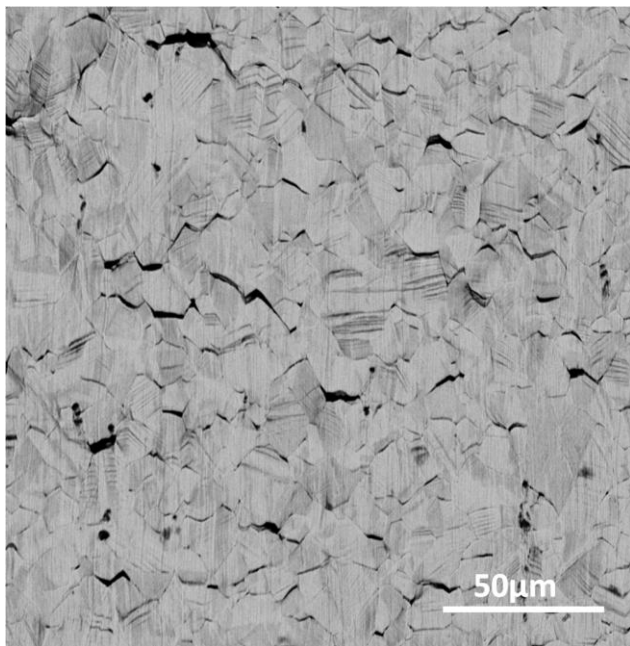
La zone D3 est caractérisée par le fait qu'elle constitue une transition entre un mode de rupture piloté par la mécanique et un mode de rupture où l'oxydation intergranulaire intervient pour accompagner l'endommagement. Ainsi, dans ce domaine, à mesure que la vitesse de déformation décroît, l'indice de sensibilité mesuré, qu'il soit linéique ou surfacique, croît rapidement. L'indice surfacique reste cependant bien inférieur à l'indice linéique, ce qui est symptomatique du fait que l'on a des amorces de fissures intergranulaires mais qu'un temps suffisant ne leur est pas laissé par les conditions d'essai pour propager de façon importante.

On peut dès lors s'intéresser à différents aspects importants autour de l'endommagement généré lors d'essais présentant des vitesses de déformation dans ces domaines de vitesse. Si l'observation du faciès de rupture constitue une approche incontournable dans la détermination du mode de rupture et des indices de sensibilité associés, l'observation des parties latérales de la zone utile fournit des éléments d'information pertinents à prendre en compte dans l'interprétation des mécanismes opérant et présidant à la rupture des éprouvettes.

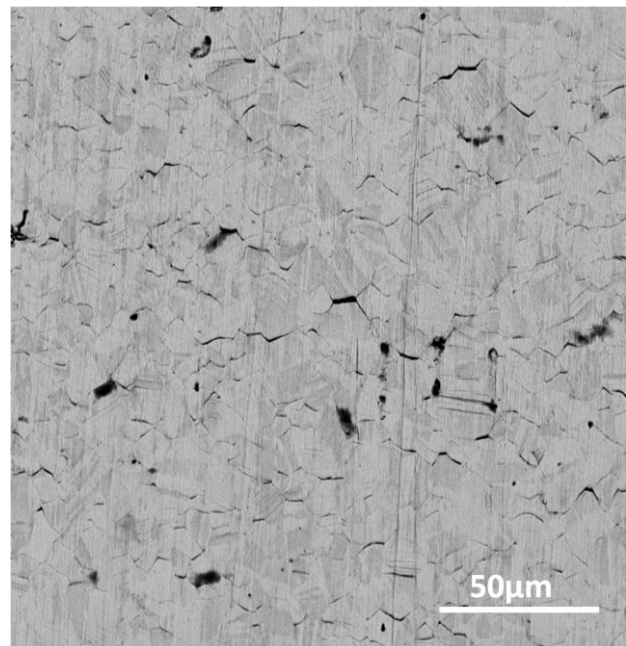
En particulier, la comparaison du phénomène de fissuration intergranulaire intervenant loin du faciès de rupture et proche de la striction fournit des renseignements intéressants dans le but de comprendre comment se développe l'endommagement qui génère la rupture finale. On peut par exemple mettre en évidence à proximité du faciès de rupture une multiplication de fissures ouvertes, tel que l'illustre le cliché de la Figure IV-5(a). C'est une zone, où, lorsqu'on observe plus en détail, la décohésion des joints de grains sous l'effet couplé de la mécanique et de l'oxydation est importante, tel que l'illustre le cliché de la Figure IV-5(b). Si on compare l'endommagement vu depuis la surface intervenant dans la zone de striction à celui observable loin de la zone de striction, représenté par le cliché de la Figure IV-5(c), on se rend compte que la différence essentielle réside dans l'ouverture des fissures : en effet, même en dehors de la zone de striction, on peut mettre en évidence l'existence de nombreux joints de grains endommagés par le couplage contrainte oxydation. Cette observation indique que l'endommagement du joint de grain intervient de manière assez généralisée, c'est-à-dire qu'un grand nombre de joints de grains tendent à s'ouvrir, mais il semble que ce ne soit qu'au moment de la striction que l'endommagement catastrophique intervienne.



(a)



(b)



(c)

Figure IV-5 Zone du fût d'une éprouvette de traction testée à  $650^{\circ}\text{C} / 10^{-3}\text{s}^{-1}$  à proximité du faciès de rupture mettant en évidence l'ouverture de multiples joints de grains (a). Zoom sur la partie de l'éprouvette à proximité du faciès de rupture ( $< 1\text{mm}$ ) (b). Zoom sur une zone à une distance de 5mm du faciès de rupture (c).

#### IV.3.2.4. Phase de striction

L'approche considérée ici mérite que l'on s'intéresse plus en détail à la phase de striction. En effet, dire que la propagation de défauts intergranulaires conduisant à la rupture fragile de l'alliage intervient pendant la striction requiert qu'il y ait lors de la striction de l'éprouvette des conditions propices à cette propagation.

Si la plupart des joints de grains sont affectés par la fissuration assistée par l'oxydation, la striction semble précipiter leur ouverture catastrophique. Elle aurait en cela pour effet de faciliter la propagation des défauts existants. On peut s'interroger sur la durée de cette phase de striction, sur les vitesses de déformation locales atteintes dans la zone de striction, et sur le domaine, en termes de mode de rupture, où l'on se trouve dans cette zone.

Il est à noter que, bien que lors de la striction on ait localisation de la déformation et donc localement des vitesses de déformation plus rapides, on n'a jamais observé d'effet PLC lors de cette phase. Ceci peut être dû au fait que les couloirs où se localise la déformation, sous l'effet du passage de multiples dislocations dans les bandes de glissement au sein de grains, aient été progressivement nettoyés de la majeure partie des espèces susceptibles d'interagir de façon dynamique avec les dislocations.



### Conclusions et perspectives

L'objectif initial de la présente thèse résidait dans l'étude du lien existant entre les modes de déformation et les modes de rupture de l'alliage 718 soumis à un chargement mécanique de traction à haute température sous atmosphère oxydante. Le sujet se prêtait à différentes approches et comportait très certainement, dans sa formulation originelle, l'équivalent de plusieurs thèses. Des choix ont été nécessaires et ont été guidés par un souci de cohérence dans la nature des informations que la thèse se devait d'apporter au laboratoire. Bien que certains aspects importants n'aient pas été abordés, faute de temps, il n'en reste pas moins que ce sujet de thèse ambitieux à tout de même donné lieu à des résultats permettant d'améliorer la compréhension des mécanismes impliqués dans l'endommagement par fissuration assistée par l'oxydation de l'alliage 718.

La partie des travaux qui s'est attachée à la caractérisation de l'effet PLC a permis de mettre en évidence l'existence de deux domaines distincts de ces instabilités de l'écoulement plastique, caractérisés par un changement dans l'évolution de la déformation critique associée à la première instabilité. Ce comportement, bien que déjà mis en évidence par d'autres auteurs, a fait ici l'objet d'une caractérisation très fine ayant pour objectif d'accéder à l'énergie d'activation associée à l'occurrence de l'effet PLC dans ces deux domaines de comportement, de manière à pouvoir statuer sur la nature exacte de l'espèce responsable de l'effet PLC haute température. Cette dernière apparaît en effet comme sujette à controverse dans la littérature, et sa détermination est apparue rapidement comme un aspect essentiel nécessaire à la compréhension des phénomènes intervenant à l'échelle atomique et susceptibles d'avoir un impact notable tant sur les propriétés mécaniques de l'alliage que sur ses modes d'endommagement. En effet, si l'espèce responsable d'une interaction dynamique avec les dislocations mobiles type ancrage/désancrage dans le domaine d'instabilité plastique pouvait être déterminée, la compréhension des phénomènes de transport dans le domaine de traînage des solutés et susceptibles de ségréger aux joints de grains lors de la déformation de l'alliage pouvait s'en voir considérablement enrichie.

Cette étude, bien qu'ayant été menée dans un souci de rigueur pour ce qui concerne les essais réalisés et l'analyse des résultats n'a pas permis de déterminer avec exactitude la nature de l'espèce responsable de l'effet PLC dans le domaine de température où l'évolution de la déformation critique d'apparition des instabilités de l'écoulement plastique prend un comportement « inverse ». L'impossibilité de conclure est due au fait que les résultats obtenus couvrent une gamme d'énergies d'activation suffisamment large pour recouvrir les énergies d'activation associées à la diffusion de différentes espèces dans l'alliage 718, qui elles-mêmes présentent une dispersion notable dans la littérature. Ces travaux ont néanmoins permis de confirmer un aspect important qui réside dans une forte différence d'énergies d'activation apparentes associée à l'occurrence de l'effet PLC dans le domaine des basses températures par rapport à celles de l'effet PLC dans le domaine des hautes températures. En d'autres termes, nous avons pu confirmer que l'effet PLC de basses températures présente une énergie d'activation apparente qui correspond bien avec l'ordre de grandeur associé à la diffusion du carbone interstitiel, alors que dans le domaine haute température les énergies déterminées par différentes méthodes tendent à légitimer l'implication d'une espèce de soluté dont l'énergie de diffusion est

## Conclusion

---

nettement plus élevée, qui correspond à celle de différents éléments d'alliage de nature substitutionnelle, tels que le Nb, le Cr ou le Mo.

Bien que la caractérisation en traction ne soit pas à même de permettre de statuer sur la nature de l'espèce responsable de l'effet PLC de haute température, l'approche par spectroscopie mécanique des interactions à l'échelle atomique au sein de l'alliage s'est révélée riche d'informations, en particulier la simplicité des spectres de frottement interne obtenus. En effet, pour les différents alliages étudiés, comparables d'un point de vue microstructural à l'alliage 718, un seul et unique pic de frottement interne a été mis en évidence dans la gamme de températures et de fréquences de sollicitation explorée. Ce fait notable, quoique surprenant au premier abord, dans la mesure où nous travaillons sur un alliage très complexe présentant pas moins d'une douzaine d'éléments d'alliage, a permis d'aboutir à la conclusion que le molybdène apparaît comme l'élément responsable du pic observé, qui est dû à un processus de relaxation de Zener. Le mécanisme associé à ce processus consiste en la réorientation réversible d'un dipôle élastique constitué par deux atomes en substitution proches voisins sous l'effet de la sollicitation mécanique cyclique appliquée à l'échantillon dans une gamme de températures donnée.

L'existence de ce processus met en évidence un aspect important qui réside dans l'apparition de la mobilité d'un atome tel que le molybdène dans une gamme de température qui correspond avec le domaine de températures dans lequel apparaît l'effet PLC haute température étudié dans l'alliage. Bien sûr, ces deux types d'essais de caractérisation mettent en œuvre des mécanismes très différents, puisque dans le cas du frottement interne il s'agit d'un phénomène de diffusion dans le volume de la matrice austénitique à très courte distance, de l'ordre de la distance interatomique, alors que dans le cas de la traction on s'intéresse à des phénomènes de transport dans le champ de contrainte de dislocations mobiles dans des bandes de glissement localisées et sur de grandes distances.

Conclure par les essais menés dans le cadre de cette étude que le molybdène est l'élément responsable de l'effet PLC intervenant à haute température reste donc impossible. Néanmoins, cet élément d'alliage constitue sans aucun doute un candidat sérieux pour expliquer les phénomènes de vieillissement dynamique intervenant à haute température dans l'alliage 718.

Un autre aspect de cette étude a concerné la réalisation d'essais dédiés et spécifiques en vue de fournir des éléments de compréhension sur l'origine physico-chimique et mécanique des modes de rupture observés dans l'alliage 718. Ces essais et l'interprétation que nous en faisons mettent en évidence le fait que les instabilités de l'écoulement plastique, par leur caractère de localisation de la déformation, rendent impossible l'apparition d'une rupture à caractère intergranulaire fragile dans l'alliage. En effet, la localisation importante de la déformation dans des bandes de type PLC génère des vitesses de déformation locales incompatibles avec l'occurrence des phénomènes de couplage entre mécanique et oxydation.

Le fait que l'origine de la rupture transgranulaire dans le domaine où intervient l'effet PLC prenne un caractère mécanique ne remet pas en question la possible implication d'une origine chimique de la rupture intergranulaire dans le domaine de vieillissement dynamique en l'absence d'instabilités plastiques. Dans l'objectif de fournir des éléments de réflexion, différents essais ont

été pensés et réalisés dont la vocation était de statuer sur la nature mécanique ou chimique de la sensibilité d'une coulée d'alliage 718 vis-à-vis de la fissuration assistée par l'oxydation. Ces essais ont permis de mettre en évidence différents aspects importants en particulier concernant l'évolution de l'endommagement par oxydation intergranulaire de l'alliage à haute température en fonction de la vitesse de déformation en traction. Ces essais ont fourni des pistes permettant d'élaborer des scénarii mécanistiques d'endommagement avant rupture des éprouvettes, par mise en lien, dans une large gamme de vitesses de déformation, des allongements à rupture, de la morphologie des zones à caractère intergranulaire fragile sur les faciès de rupture et de l'observation des amorces de fissures sur la zone utile d'éprouvettes de traction.

Les essais ayant pour vocation de mettre en évidence un effet de sensibilisation des joints de grains par enrichissement en solutés lors de la déformation plastique en l'absence d'instabilité de l'écoulement plastique ne se sont pas avérés concluants. Néanmoins, ils ne remettent pas non plus en cause cette hypothèse. Statuer sur son bien fondé nécessite des expériences complémentaires.

Les pistes d'études offertes par ce travail sont nombreuses et nous nous limiterons ici aux propositions qui paraissent susceptibles d'apporter les informations les plus pertinentes.

De plus amples investigations devraient être menées de manière à amener de nouveaux éléments de compréhension sur la nature de l'espèce à l'origine de l'effet PLC haute température. Des essais de caractérisation de l'effet PLC en traction sur des matériaux présentant des teneurs échelonnées en Mo seraient souhaitables. Par exemple, le domaine d'effet PLC de l'alliage 625+, contenant 8% de Mo en masse, devrait être caractérisé en traction. Ainsi, un alliage modèle pourrait être élaboré sur la base de la composition de l'alliage 718 mais sans Mo, avec pour objectif sa caractérisation tant en frottement interne qu'en traction. La comparaison de l'étendue des domaines d'occurrence et des caractéristiques de l'effet PLC de haute température avec celles d'un alliage 718 de taille de grain similaire, en particulier en termes de déformation critique d'apparition de la première instabilité de l'écoulement plastique, serait susceptible d'apporter des éléments importants nécessaires à une meilleure compréhension du phénomène.

Concernant l'effet de la pré-déformation avant traitement de vieillissement sur la sensibilité de l'alliage à la fissuration assistée par l'oxydation, une hypothèse avancée réside dans le piégeage d'espèces en solution sur les dislocations lors de l'étape de pré-écrouissage. Dans la mesure où ces espèces ne seraient alors plus disponibles pour interagir avec les nouvelles dislocations mobiles, puisque ségréguées fortement sur une population de dislocation ancrées, on peut légitimement envisager un effet de cette pré-déformation avant traitement de vieillissement sur les caractéristiques de l'effet PLC. En cela, une étude de l'effet PLC sur l'alliage 718 présentant différents niveaux de pré-déformation avant traitement de vieillissement aéronautique paraît pertinente et susceptible de renseigner sur l'origine de l'effet désensibilisant de ce pré-écrouissage vis-à-vis de la fissuration intergranulaire fragile de l'alliage.

Pour ce qui est de statuer sur l'effet d'enrichissement des joints de grains par des espèces en solution solide lors de la déformation plastique de l'alliage une caractérisation tout à fait pertinente pourrait être proposée. Elle consisterait à comparer en spectroscopie Auger la composition chimique de surfaces de joints de grains fraîchement rompus à température



## Conclusion

---

ambiante et sous ultra-vide de l'alliage 718 dans son état de référence avec un état préalablement pré-déformé en traction dans le domaine de sollicitation thermomécanique de traînage des solutés de manière à générer un éventuel phénomène de transport. Cette technique, bien que se heurtant naturellement à des obstacles techniques paraît la plus adaptée afin de mettre en évidence un enrichissement des interfaces lors de la déformation plastique de l'alliage.





## Références Bibliographiques

- [Ahmed 1990] : S. Ahmed, *The design and fabrication of nickel-base superalloys*, JOM **42**, 24 (1990).
- [Andrieu 1987] : E. Andrieu, *Influence de l'environnement sur la propagation des fissures dans un superalliage base nickel: l'inconel 718*, Thèse de Doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris (1987).
- [Andrieu 2009] : E. Andrieu, J. M. Cloué, B. Ter-Ovanesian, J. Deleume, C. Berrest, in *Defect and Diffusion Forum*. (Trans Tech Publ, 2009), **289**, 161.
- [Andrieu 1989] : E. Andrieu, R. Cozar, A. Pineau, *Effect of environment and microstructure on the high temperature behavior of alloy 718*, Super alloy 718-Metallurgy and Applications, 241 (1989).
- [Andrieu 1992] : E. Andrieu, R. Molins, H. Ghonem, A. Pineau, *Intergranular crack tip oxidation mechanism in a nickel-based superalloy*, Materials Science and Engineering: A **154**, 21 (1992).
- [Azadian 2004] : S. Azadian, L.-Y. Wei, R. Warren, *Delta phase precipitation in Inconel 718*, Materials Characterization **53**, 7 (2004).
- [Baird 1971] : J. Baird, *The effects of strain-ageing due to interstitial solutes on the mechanical properties of metals*, Metallurgical Reviews **16**, 1 (1971).
- [Baird 1972] : J. Baird, A. Jamieson, *High-Temperature Tensile Properties of Some Synthesized Fe Alloys Containing Mo and Cr*, J. Iron Steel Inst. **210**, 841 (1972).
- [Ball 1974] : M. C. Ball, A. H. Norbury, *Physical data for inorganic chemists*. (Longman London, 1974).
- [Beckerman 1980] : L. P. Beckerman, *A study of the effects of stress on strain aging in vanadium and tantalum*, Thèse de Doctorat, (1980).
- [Belotteau 2009] : J. Belotteau, C. Berdin, S. Forest, A. Parrot, C. Prioul, *Mechanical behavior and crack tip plasticity of a strain aging sensitive steel*, Materials Science and Engineering: A **526**, 156 (2009).
- [Bilby 1950] : B. Bilby, *On the interactions of dislocations and solute atoms*, Proceedings of the Physical Society. Section A **63**, 191 (1950).
- [Blakemore 1970] : J. Blakemore, *The portevin-le chatelier effect in carburized nickel alloys*, Metallurgical and Materials Transactions **1**, 1281 (1970).
- [Bordoni 1954] : P. G. Bordoni, *Elastic and anelastic behavior of some metals at very low temperatures*, The Journal of the Acoustical Society of America **26**, 495 (1954).
- [Brechet 1995] : Y. Brechet, Y. Estrin, *On the influence of precipitation on the PLC effect*, Acta metallurgica et materialia **43**, 955 (1995).
- [Brechet 1996] : Y. Brechet, Y. Estrin, *Pseudo-portevin-le chatelier effect in ordered alloys*, Scripta Materialia **35**, 217 (1996).

## Références Bibliographiques

---

- [Campbell 2002] : C. Campbell, W. Boettinger, U. Kattner, *Development of a diffusion mobility database for Ni-base superalloys*, Acta Materialia **50**, 775 (2002).
- [Čermák 1994] : J. Čermák, H. Mehrer, *Tracer diffusion of <sup>14</sup>C in austenitic Ni-Fe-Cr alloys*, Acta metallurgica et materialia **42**, 1345 (1994).
- [Chaturvedi 1972] : M. Chaturvedi, *Jerky flow in Co-Ni-Cr-C FCC alloys*, Metallurgical and Materials Transactions B **3**, 587 (1972).
- [Chaturvedi 1987] : M. C. Chaturvedi, I. S. Kim, *Serrated Flow in INCONEL 625*, Transactions of the Japan Institute of Metals **Vol. 28, No 3**, 205 (1987).
- [Chen 1997] : W. Chen, M. C. Chaturvedi, *On the mechanism of serrated deformation in aged Inconel 718*, Materials Science and Engineering **A229**, 163 (1997).
- [Chihab 1987] : K. Chihab, *The kinetics of the PLC bands in an Al-5at%Mg alloy*, Scripta Metallurgica **21**, 203 (1987).
- [Cottrell 1953] : A. Cottrell, *A note on the Portevin-Le Chatelier effect*, Philosophical Magazine **44**, 829 (1953).
- [Cottrell 1949a] : A. Cottrell, B. Bilby, *Dislocation theory of yielding and strain ageing of iron*, Proceedings of the Physical Society. Section A **62**, 49 (1949a).
- [Cottrell 1949b] : A. Cottrell, M. Jaswon, *Distribution of solute atoms round a slow dislocation*, Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences **199**, 104 (1949b).
- [Cottrell 1947] : A. H. Cottrell, *Effect of solute atoms on the behaviour of dislocations*, report of a conference on Strength of solids, 30 (1947).
- [Cribb 1978] : W. Cribb, R. Reed-Hill, *The initial development of a yield point due to carbon in nickel 200 during static strain aging*, Metallurgical Transactions A **9**, 887 (1978).
- [Cuddy 1972] : L. Cuddy, W. Leslie, *Some aspects of serrated yielding in substitutional solid solutions of iron*, Acta Metallurgica **20**, 1157 (1972).
- [Deleume 2007] : J. Deleume, *Facteurs métallurgiques et mécaniques contrôlant l'amorçage de défauts de corrosion sous contrainte dans l'alliage 718 en milieu primaire des réacteurs à eau sous pression*, Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse (2007).
- [Divya 2010] : V. Divya, S. Balam, U. Ramamurty, A. Paul, *Interdiffusion in the Ni-Mo system*, Scripta Materialia **62**, 621 (2010).
- [Dong 1997] : J. Dong, X. Liu, X. Xie, R. Thompson, *The segregation of sulfur and phosphorus in nickel-base alloy 718*, Acta Metallurgica Sinica (English Letters) **10**, 510 (1997).
- [Dong 2002] : J. Dong, M. Zhang, X. Xie, R. Thompson, *Interfacial segregation and cosegregation behaviour in a nickel-base alloy 718*, Materials Science and Engineering: A **328**, 8 (2002).

- [Dryepondt 2005] : S. Dryepondt, D. Monceau, F. Crabos, E. Andrieu, *Static and dynamic aspects of coupling between creep behavior and oxidation on MC2 single crystal superalloy at 1150 C*, Acta Materialia **53**, 4199 (2005).
- [Dryepondt 2004] : S. Dryepondt, D. Monceau, F. Crabos, C. Vernault, *Influence of Environment on Creep Properties of MC2 Single Crystal Superalloy at 1150 C*, Materials Science Forum **461**, 647 (2004).
- [Dudova 2008] : N. Dudova, R. Kaibyshev, V. Valitov, *Manifestation of the Portevin-Le Chatelier effect in the Kh20N80 alloy*, The Physics of Metals and Metallography **105**, 98 (2008).
- [DuPont 1996] : J. DuPont, *Solidification of an alloy 625 weld overlay*, Metallurgical and Materials Transactions A **27**, 3612 (1996).
- [Dybiec 1991] : H. Dybiec, *Serrated Yielding in Inconel 718*, Archives of Metallurgy (Poland) **36**, 341 (1991).
- [Eiselstein 1965] : H. Eiselstein, *Metallurgy of a columbium-hardened nickel-chromium-iron alloy*, ASTM Special Technical Publication **369**, 62 (1965).
- [Engström 1996] : A. Engström, J. Agren, *Assessment of diffusional mobilities in face-centered cubic Ni-Cr-Al alloys*, Zeitschrift für Metallkunde **87**, 92 (1996).
- [Estrin 1986] : Y. Estrin, L. Kubin, *Local strain hardening and nonuniformity of plastic deformation*, Acta Metallurgica **34**, 2455 (1986).
- [Fantozzi 1982] : G. Fantozzi, C. Esnouf, W. Benoit, I. Ritchie, *Internal friction and microdeformation due to the intrinsic properties of dislocations: the Bordoni relaxation*, Progress in Materials Science **27**, 311 (1982).
- [Fleming 1967] : M. Fleming, G. Nereo, *Macrosegregation, Part 1*, Trans. AIME **239**, 50 (1967).
- [Fournier 2001] : L. Fournier, D. Delafosse, T. Magnin, *Oxydation induced intergranular cracking and PLC effect in Nickel base superalloy 718*, Materials Science and Engineering **A316**, 166 (2001).
- [Friedel 1964] : J. Friedel, *Dislocations*. Pergamon, Ed., (Pergamon Press Oxford, 1964), **3**.
- [Friedel 1955] : J. Friedel, C. Boulanger, C. Crussard, *Constantes élastiques et frottement intérieur de l'aluminium polygonise*, Acta Metallurgica **3**, 380 (1955).
- [Gao 1997] : M. Gao, P. Wei, *Grain boundary niobium carbides in inconel 718*, Scripta Materialia **37**, 1843 (1997).
- [Gao 1995] : M. Gao, R. P. Wei, *Grain boundary  $\gamma''$  precipitation and niobium segregation in inconel 718*, Scripta Metallurgica et Materialia **32**, 987 (1995).
- [Garat 2008] : V. Garat, J.-M. Cloué, D. Poquillon, E. Andrieu, *Influence of PLC effect on rupture mode of alloy 718 specimens*, Journal of Nuclear Materials **375**, 95 (2008).
- [Garat 2006] : V. Garat, J. Deleume, J. Cloué, E. Andrieu, *High temperature intergranular oxidation of alloy 718, Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives*, 559 (2006).

## Références Bibliographiques

---

- [Gopinath 2009] : K. Gopinath, A. K. Gogia, S. V. Kamat, U. Ramamurty, *Dynamics strain ageing in Ni-base superalloy 720Li*, Acta Materialia **57**, 1243 (2009).
- [Gorsky 1935] : W. Gorsky, *Theory of the Order Process and of the Diffusion in Mixed Crystals of CuAu*, Phys. Z. Sowjetunion **8**, 443 (1935).
- [Graff 2004] : S. Graff, S. Forest, J.-L. Strudel, C. Prioul, P. Pilvin, J.-L. Béchade, *Strain localization phenomena associated with static and dynamic strain ageing in notched specimens: experiments and finite element simulations*, Materials Science and Engineering: A **387**, 181 (2004).
- [Graff 2005] : S. Graff, S. Forest, J.-L. Strudel, C. Prioul, P. Pilvin, J.-L. Béchade, *Finite element simulations of dynamic strain ageing effects at V-notches and crack tips*, Scripta Materialia **52**, 1181 (2005).
- [Gremaud 2001] : G. Gremaud, *Dislocation-Point Defect Interactions*, Materials Science Forum **366**, 178 (2001).
- [Gutierrez-Urrutia 2004] : I. Gutierrez-Urrutia, M. L. Nó, E. Carreño-Morelli, B. Guisolan, R. Schaller, J. San Juan, *High performance very low frequency forced pendulum*, Materials Science and Engineering: A **370**, 435 (2004).
- [Hale 2001] : C. L. Hale, W. S. Rollings, M. L. Weaver, *Activation energy calculations for discontinuous yielding in Inconel 718SPF*, Materials Science and Engineering **A300**, 153 (2001).
- [Ham 1967] : R. Ham, D. Jaffrey, *Dislocation multiplication, vacancy accumulation, and the onset of jerky flow during forward and reverse 1 strain in Cu-3.2 at.% Sn*, Philosophical Magazine **15**, 247 (1967).
- [Hart 1957] : E. Hart, *On the role of dislocations in bulk diffusion*, Acta Metallurgica **5**, 597 (1957).
- [Hasiguti 1962] : R. Hasiguti, N. Igata, G. Kamoshita, *Internal friction peaks in cold-worked metals*, Acta Metallurgica **10**, 442 (1962).
- [Hasiguti 1972] : R. R. Hasiguti, *The structure of defects in solids*, Annual Review of Materials Science **2**, 69 (1972).
- [Hasiguti 1959] : R. R. Hasiguti, S. Okuda, *Internal Friction of Cold-worked Gold and Copper at Low Temperatures*, Proceedings of the Japan Academy **35**, 284 (1959).
- [Hayes 1983] : R. W. Hayes, *On a proposed theory for the disappearance of serrated flow in FCC Ni alloys*, Acta Metallurgica **31**, 365 (1983).
- [Hayes 1982] : R. W. Hayes, W. C. Hayes, *On the mechanism of delayed discontinuous plastic flow in an age-hardened nickel alloy*, Acta Metallurgica **30**, 1295 (1982).
- [Heijwegen 1973] : C. Heijwegen, G. Rieck, *The influence of carbon on the interdiffusion of Mo and Ni*, Metallurgical Transactions **4**, 2159 (1973).
- [Hirth 1982] : J. Hirth, J. Lothe, *Theory of dislocations*, John Willey and Sons, NewYork, (1982).
- [Jena 1984] : A. Jena, M. Chaturvedi, *The role of alloying elements in the design of nickel-base superalloys*, Journal of Materials Science **19**, 3121 (1984).

- [Jenkins 1969] : C. Jenkins, G. Smith, *Serrated plastic flow in austenitic stainless steel (Serrated plastic flow in stable austenitic stainless steels based on Fe/Ni, showing strength dependence on C and/or Cr presence)*, METALLURGICAL SOCIETY OF AIME, TRANSACTIONS **245**, 2149 (1969).
- [Jones 1980] : W. B. Jones, J. Van Den Avyle, *Substructure and strengthening mechanisms in 2.25 Cr-1 Mo steel at elevated temperatures*, Metallurgical Transactions A **11**, 1275 (1980).
- [Karunaratne 2001] : M. Karunaratne, P. Carter, R. Reed, *On the diffusion of aluminium and titanium in the Ni-rich Ni–Al–Ti system between 900 and 1200 C*, Acta Materialia **49**, 861 (2001).
- [Karunaratne 2005] : M. S. A. Karunaratne, R. C. Reed, *Interdiffusion of Niobium (Columbium) and Molybdenum in Nickel between 900 – 1300 °C*, Defect and Diffusion Forum, **2** (2005).
- [Klose 2003] : F. Klose, A. Ziegenbein, J. Weidenmüller, H. Neuhäuser, P. Hähner, *Portevin–LeChatelier effect in strain and stress controlled tensile tests*, Computational Materials Science **26**, 80 (2003).
- [Klueh 1978a] : R. Klueh, *Heat treatment effects on creep and rupture behavior of annealed 2.25 Cr-1 Mo steel*, Metallurgical Transactions A **9**, 1591 (1978a).
- [Klueh 1978b] : R. Klueh, *Interaction solid solution hardening in 2.25 Cr-1Mo steel*, Materials Science and Engineering **35**, 239 (1978b).
- [Kubin 1990] : L. Kubin, Y. Estrin, *Evolution of dislocation densities and the critical conditions for the Portevin-Le Chatelier effect*, Acta metallurgica et materialia **38**, 697 (1990).
- [Lander 2004] : J. Lander, H. Kern, A. Beach, *Solubility and Diffusion Coefficient of Carbon in Nickel: Reaction Rates of Nickel-Carbon Alloys with Barium Oxide*, Journal of Applied Physics **23**, 1305 (2004).
- [Legros 2008] : M. Legros, G. Dehm, E. Arzt, T. J. Balk, *Observation of Giant Diffusivity Along Dislocation Cores*, Science **319**, 1646 (2008).
- [Louat 1981] : N. Louat, *On the theory of PLC effect*, Scripta Metallurgica **15**, 1167 (1981).
- [MacEwan 1959] : J. R. MacEwan, J. U. MacEwan, L. Yaffe, *Diffusion of Ni in Iron, Cobalt, Nickel, and two Iron-Nickel alloys*, Canadian Journal of Chemistry **37**, 1629 (1959).
- [Mannan 1982] : S. Mannan, K. Samuel, P. Rodriguez, *The Influence of Grain Size on Elevated-Temperature Deformation Behavior of a Type 316 Stainless Steel*, Strength of Metals and Alloys **2**, 637 (1982).
- [Matan 1998] : N. Matan, H. Winand, P. Carter, M. Karunaratne, P. Bogdanoff, R. Reed, *A coupled thermodynamic/kinetic model for diffusional processes in superalloys*, Acta Materialia **46**, 4587 (1998).
- [Matta 1977] : M. Matta, B. Sharma, P. Dasgupta, *Serrated yielding in nickel-1.0 wt pct titanium alloy*, Metallurgical and Materials Transactions A **8**, 220 (1977).
- [Mazière 2008] : M. Mazière, J. Besson, S. Forest, B. Tanguy, H. Chalons, F. Vogel, *Numerical modelling of the Portevin-Le Chatelier effect*, European Journal of Computational Mechanics **17**, 761 (2008).



## Références Bibliographiques

---

- [McCormick 1972] : P. G. McCormick, *A model for the PLC effect in substitutional alloys*, Acta Metallurgica **20**, 351 (1972).
- [McCormick 1988] : P. G. McCormick, *Theory of flow localisation due to DSA*, Acta Metallurgica **36**, 3061 (1988).
- [Miller 1999] : M. K. Miller, *Intragranular precipitation in alloy 718*, Materials Science and Engineering A **270**, 14 (1999).
- [Miller 2002] : M. K. Miller, S. S. Babu, M. G. Burke, *Comparison of the phase compositions in Alloy 718 measured by atom probe tomography and predicted by thermodynamic calculations*, Materials Science and Engineering A **A327**, 84 (2002).
- [Minamino 1997] : Y. Minamino, H. Yoshida, S. B. Jung, K. Hirao, T. Yamane, *Diffusion of platinum and molybdenum in Ni and Ni<sub>3</sub>Al*, Defect and Diffusion Forum **143-147**, 257 (1997).
- [Molins 1997] : R. Molins, G. Hochstetter, J. Chassigne, E. Andrieu, *Oxidation effects on the fatigue crack growth behaviour of alloy 718 at high temperature*, Acta Materialia **45**, 663 (1997).
- [Mukherjee 1968] : K. Mukherjee, C. D'Antonio, R. Maciag, G. Fischer, *Impurity-Dislocation Interaction and Repeated Yielding in a Commercial Al Alloy*, Journal of Applied Physics **39**, 5434 (1968).
- [Mulford 1979] : R. Mulford, U. Kocks, *New observations on the mechanisms of dynamic strain aging and of jerky flow*, Acta Metallurgica **27**, 1125 (1979).
- [Muralidharan 1997] : G. Muralidharan, R. Thompson, *Effect of second phase precipitation on limiting grain growth in alloy 718*, Scripta Materialia **36**, 755 (1997).
- [Murarka 1964] : S. Murarka, M. Anand, R. Agarwala, *Diffusion of Chromium in Nickel*, Journal of Applied Physics **35**, 1339 (1964).
- [Nabarro 1948] : F. Nabarro, *Mechanical effects of carbon in iron*, report of a conference on Strength of solids, (1948).
- [Nakada 1970] : Y. Nakada, S. Keh, *Serrated flow in Ni-C alloys*, Acta Metallurgica **18**, 437 (1970).
- [Nalawade 2008] : S. A. Nalawade, M. Sundararaman, R. Kishore, J. G. Shah, *The influence of aging on the serrated yielding phenomena in a nickel-base superalloy*, Scripta Materialia **59**, 991 (2008).
- [Niblett 1960] : D. Niblett, J. Wilks, *Dislocation damping in metals*, Advances In Physics **9**, 1 (1960).
- [Nó 1988a] : M. Nó, C. Esnouf, J. S. Juan, G. Fantozzi, *Internal friction at medium temperature in high purity aluminium and its relation with the microstructure—II*, Acta Metallurgica **36**, 837 (1988a).
- [Nó 1988b] : M. Nó, C. Esnouf, J. San Juan, G. Fantozzi, *Internal friction at medium temperature in high purity aluminium and its relation with the microstructure—I*, Acta Metallurgica **36**, 827 (1988b).
- [Nowick 1972] : A. Nowick, B. Berry, *Anelastic relaxation in crystalline solids*. Academic Press, New York (1972).

- [Okuda 1963] : S. Okuda, R. Hasiguti, *Internal friction peaks of gold worked gold and copper at low temperatures*, Acta Metallurgica **11**, 257 (1963).
- [Pang 1994] : X. Pang, D. Dwyer, M. Gao, P. Valerio, R. Wei, *Surface enrichment and grain boundary segregation of niobium in inconel 718 single-and poly-crystals*, Scripta Metallurgica et Materialia **31**, 345 (1994).
- [Park 1987] : J.-W. Park, C. J. Altstetter, *The diffusion and solubility of oxygen in solid nickel*, Metallurgical Transactions A **18**, 43 (1987).
- [Patil 1996] : R. V. Patil, *Chemical diffusion of niobium in nickel*, Journal of Nuclear Materials **230**, 57 (1996).
- [Paulonis 1969] : D. Paulonis, J. Oblak, D. Duvall, "Precipitation in Nickel-base alloy 718" (Pratt and Whitney Aircraft, Middletown, Conn., 1969).
- [Pedron 1982] : J. Pedron, A. Pineau, *The effect of microstructure and environment on the crack growth behaviour of Inconel 718 alloy at 650 C under fatigue, creep and combined loading*, Materials Science and Engineering **56**, 143 (1982).
- [Penning 1972] : P. Penning, *Mathematics of the PLC effect*, Acta Metallurgica **20**, 1169 (1972).
- [Ping 2007] : D. Ping, Y. Gu, C. Cui, H. Harada, *Grain boundary segregation in a Ni-Fe-based (Alloy 718) superalloy*, Materials Science and Engineering: A **456**, 99 (2007).
- [Pink 1983] : E. Pink, *A note on different ways to calculate the activation enthalpy of serrated flow from stress drops*, Scripta Metallurgica **17**, 847 (1983).
- [Pink 1981] : E. Pink, A. Grinberg, *Serrated Flow in Ferritic Stainless Steel*, Materials Science and Engineering **51**, 1 (1981).
- [Pink 1982] : E. Pink, A. Grinberg, *Stress drops in serrated flow curves of A15Mg*, Acta Metallurgica **30**, 2153 (1982).
- [Popov 1964] : L. Y. Popov, V. Sukhovarov, *Temperature range of the irregular deformation of nickel*, Phys Metals Metallogr. **17**, 100 (1964).
- [Portevin 1924] : A. Portevin, F. L. Chatelier, *Heat treatment of aluminium-copper alloys*, Transactions of American Society for steel treating **5**, 457 (1924).
- [Pruthi 1977] : D. Pruthi, M. Anand, R. Agarwala, *Diffusion of chromium in Inconel-600*, Journal of Nuclear Materials **64**, 206 (1977).
- [Qian 1983] : K. W. Qian, R. E. Reed-Hill, *A model for the flow stress and strain rate sensitivity of a substitutional alloy—Cu-3.1 at.% Sn*, Acta Metallurgica **31**, 87 (1983).
- [Radavich 1989] : J. F. Radavich, *The physical metallurgy of cast and wrought alloy 718*, Superalloy **718**, 229 (1989).
- [Radhakrishna 1997] : C. Radhakrishna, K. P. Rao, *The formation and control of Laves phase in superalloy 718 welds*, Journal of Materials Science **32**, 1977 (1997).

## Références Bibliographiques

---

- [Ranc 2005] : N. Ranc, D. Wagner, *Some aspects of Portevin–Le Chatelier plastic instabilities investigated by infrared pyrometry*, *Materials Science and Engineering: A* **394**, 87 (2005).
- [Raquet 1999] : O. Raquet, G. Santarini, in *Ninth International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors*. (Wiley Online Library, 1999) 207.
- [Rebak 1995] : R. Rebak, Z. Xia, Z. Szklarska-Smialowska, *Effect of temperature and cold work on the crack growth rate of alloy 600 in primary water*, *Corrosion* **51**, 689 (1995).
- [Rivière 1997] : A. Rivière, P. Gadaud, *High-temperature relaxations in aluminum studied by isothermal mechanical spectrometry*, *Metallurgical and Materials Transactions A* **28**, 1661 (1997).
- [Rodriguez 1984] : P. Rodriguez, *Serrated plastic flow*, *Bulletin of Material Science* **6**, 6653 (1984).
- [Rose 1966] : K. S. B. Rose, S. G. Gloverj, *A study of strain-ageing in austenite*, *Acta Metallurgica* **14**, 1505 (1966).
- [Rothman 1980] : S. Rothman, L. Nowicki, G. Murch, *Self-diffusion in austenitic Fe-Cr-Ni alloys*, *Journal of Physics F: Metal Physics* **10**, 383 (1980).
- [Ruoff 1963] : A. L. Ruoff, R. W. Balluffi, *Strain-Enhanced Diffusion in Metals. II. Dislocation and Grain-Boundary Short-Circuiting Models*, *Journal of Applied Physics* **34**, 1848 (1963).
- [Russell 1963] : B. Russell, *Repeated yielding in tin bronze alloys*, *Philosophical Magazine* **8**, 615 (1963).
- [Sabol 1969] : G. P. Sabol, R. Stickler, *Microstructure of Nickel-based superalloys-review article*, *Physica Status Solidi* **39**, (1969).
- [San Juan 1987] : J. San Juan, G. Fantozzi, M. No, C. Esnouf, *Hydrogen Snoek-Koster relaxation in iron*, *Journal of Physics F: Metal Physics* **17**, 837 (1987).
- [SanJuan 2001] : J. SanJuan, *1.2 Mechanical spectroscopy*, *Materials Science Forum* **366**, 32 (2001).
- [Schoeck 1963] : G. Schoeck, *Friccion interna debido a la interaccion entre dislocaciones y atomos solutos*, *Acta Metallurgica* **11**, 617 (1963).
- [Schoeck 1959] : G. Schoeck, A. Seeger, *The flow stress of iron and its dependence on impurities*, *Acta Metallurgica* **7**, 469 (1959).
- [Seeger 1956] : A. Seeger, *LXV. On the theory of the low-temperature internal friction peak observed in metals*, *Philosophical Magazine* **1**, 651 (1956).
- [Seeger 1979] : A. Seeger, *A theory of the Snoek-Köster relaxation (cold-work peak) in metals*, *physica status solidi (a)* **55**, 457 (1979).
- [Seraphim 1961] : D. Seraphim, A. Nowick, *Magnitude of the zener relaxation effect—III anisotropy of the relaxation strength in Ag-Zn and Li-Mg solid solutions*, *Acta Metallurgica* **9**, 85 (1961).
- [Seraphim 1964] : D. Seraphim, A. Nowick, B. Berry, *Activation energies for diffusion and for the Zener relaxation in dilute solid solutions*, *Acta Metallurgica* **12**, 891 (1964).

- [Shankar 2004] : V. Shankar, M. Valsan, K. Bhanu Sankara Rao, S. L. Mannan, *Effects of Temperature and Strain Rate on Tensile Properties and Activation Energy for Dynamic Strain Aging in Alloy 625*, Metallurgical and Material Transactions A **35**, 3129 (2004).
- [Sharghi-Moshtaghin 2008] : R. Sharghi-Moshtaghin, S. Asgari, *The characteristics of serrated flow in superalloy IN738LC*, Materials Science and Engineering A **486**, 376 (2008).
- [Sims 1987] : C. T. Sims, N. S. Stoloff, W. C. Hagel, *Superalloys II*. (Wiley, 1987).
- [Sleeswyk 1958] : A. W. Sleeswyk, *Slow strain-hardening of ingot iron*, Acta Metallurgica **6**, 598 (1958).
- [Smithells 1994] : C. J. Smithells, *Metal reference book*. (Metal Powder Industry Federation, Princeton, NJ, 1994).
- [Snoek 1941] : J. L. Snoek, *Effect of small quantities of carbon and nitrogen on the elastic and plastic properties of iron*, Physica VIII **7**, 711 (1941).
- [Spilmont 1999] : J.-G. Spilmont, *Etude de la sensibilité à la fragilisation par l'hydrogène de l'alliage 718 en milieu primaire de réacteur à eau pressurisée*, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (1999).
- [Strudel 1979] : J. L. Strudel, *Interactions des dislocations avec des impuretés mobiles*, Yrivals, 199 (1979).
- [Sun 1998] : W. Sun, S. Guo, J. Lee, N. Park, Y. Yoo, S. Choe, Z. Hu, *Effects of phosphorus on the  $\delta$ -Ni<sub>3</sub>Nb phase precipitation and the stress rupture properties in alloy 718*, Materials Science and Engineering: A **247**, 173 (1998).
- [Sundararaman 1988a] : M. Sundararaman, *Precipitation of the delta-Ni<sub>3</sub>Nb phase in two nickel base superalloys*, Metallurgical Transactions A **19A**, 453 (1988a).
- [Sundararaman 1988b] : M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay, S. Banerjee, *Precipitation of the  $\delta$ -Ni<sub>3</sub>Nb phase in two nickel base superalloys*, Metallurgical Transactions A **19**, 453 (1988b).
- [Swalin 1956] : R. Swalin, A. Martin, *Solute diffusion in nickel-base substitutional solid solutions*, J. metals **8**, 567 (1956).
- [Ter-Ovanessian 2012] : B. Ter-Ovanessian, D. Poquillon, J.-M. Cloué, E. Andrieu, *Influence of local mechanical loading paths on the oxidation assisted crack initiation of alloy 718*, Materials Science and Engineering A **533**, 43 (2012).
- [Ter-Ovanessian 2008] : B. Ter-Ovanessian, J. Deleume, J.-M. Cloué, E. Andrieu, *Influence of interstitials content on the sensitivity of alloy 718 to oxidation assisted intergranular fracture*, Materials Science Forum **595-598**, 951 (2008).
- [Tsubota 1986] : M. Tsubota, K. Hattori, T. Kaneko, T. Okada, in *Workshop on Advanced High Strength Materials of LWR Vessel Internal Applications, Clearwater Beach, FL, EPRI (12-13 March 1986)*. (1986) 21.

## Références Bibliographiques

---

- [Valerio 1994] : P. Valerio, M. Gao, R. Wei, *Environmental enhancement of creep crack growth in Inconel 718 by oxygen and water vapor*, Scripta Metallurgica et Materialia **30**, 1269 (1994).
- [Van den Beukel 1975] : A. Van den Beukel, *Theory of the effect of dynamic strain aging on mechanical properties*, Physica Status Solidi **30**, 197 (1975).
- [Van den Beukel 1982] : A. Van den Beukel, U. Kocks, *The strain dependence of static and dynamic strain-aging*, Acta Metallurgica **30**, 1027 (1982).
- [Villars 1997] : P. Villars, D. E. Pearson's Handbook, *Crystallographic data for intermetallic phases*, ASM International, 2 (1997).
- [Wang 2011] : H. Wang, C. Berdin, M. Mazière, S. Forest, C. Prioul, A. Parrot, P. Le-Delliou, *Portevin–Le Chatelier (PLC) instabilities and slant fracture in C–Mn steel round tensile specimens*, Scripta Materialia **64**, 430 (2011).
- [Wang 1994] : Y. Wang, M. Gu, L. Sun, K. Ngai, *Mechanism of Snoek–Köster relaxation in body-centered-cubic metals*, Physical Review B **50**, 3525 (1994).
- [Weerasooriya 1987] : T. Weerasooriya, “Effect of Frequency on Fatigue Crack Growth Rate of Inconel 718 at High Temperature” (DTIC Document, 1987).
- [Weller 1983] : M. Weller, *The Snoek–Köster relaxation in body-centred cubic metals*, Le Journal de Physique Colloques **44**, C9 (1983).
- [Weller 2001] : M. Weller, *Point Defect Relaxations*, Materials Science Forum **366**, 95 (2001).
- [Woirgard 1976] : P. J. Woïrgard, *Modèle pour les pics de frottement interne observés a haute température sur les monocristaux*, Philosophical Magazine **33**, 623 (1976).
- [Wuttig 1966] : M. Wuttig, H. K. Birnbaum, *Self-Diffusion along Edge Dislocations in Nickel*, Physical Review **147**, 495 (1966).
- [Yamazaki 2008] : S. Yamazaki, Z. Lu, Y. Ito, Y. Takeda, T. Shoji, *The effect of prior deformation on stress corrosion cracking growth rates of Alloy 600 materials in a simulated pressurized water reactor primary water*, Corrosion Science **50**, 835 (2008).
- [Zener 1943] : C. Zener, *Internal friction of an  $\alpha$ -brass crystal*, AIME TRANS **152**, 122 (1943).
- [Zener 1947] : C. Zener, *Stress induced preferential orientation of pairs of solute atoms in metallic solid solution*, Physical Review **71**, 34 (1947).
- [Zener 1948] : C. Zener, *Elasticity and anelasticity of metals*. (University of Chicago press, 1948).
- [Zhang 2001] : S. Zhang, P. McCormick, Y. Estrin, *The morphology of Portevin–Le Chatelier bands: finite element simulation for Al–Mg–Si*, Acta Materialia **49**, 1087 (2001).





## Annexe 1 : Liste des essais de traction sur les différents alliages

Tableau 1 Liste des essais de traction sur l'alliage 718 d'étude, sous air laboratoire

Référence	Température (°C)	Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> )	Référence	Température (°C)	Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> )
Ep 1	650	1.00E-02	Ep 54	650	5.00E-03
Ep 2	650	5.00E-03	Ep 55	650	1.00E-02
Ep 3	650	2.00E-03	Ep 56	450	1.00E-03
Ep 4	650	3.50E-03	Ep 57	350	1.00E-03
Ep 5	650	4.00E-03	Ep 58	525	1.00E-03
Ep 6	650	3.50E-03	Ep 59	575	1.00E-03
Ep 7	550	1.00E-04	Ep 60	475	1.00E-03
Ep 8	575	1.00E-04	Ep 61	650	2.00E-03
Ep 9	560	1.00E-04	Ep 62	650	3.16E-04
Ep 10	600	3.16E-04	Ep 63	450	3.16E-04
Ep 11	580	3.16E-04	Ep 64	400	3.16E-04
Ep 12	625	1.00E-03	Ep 65	350	3.16E-04
Ep 13	610	1.00E-03	Ep 66	650	3.16E-02
Ep 14	610	1.00E-03	Ep 67	300	3.16E-04
Ep 15	600	1.00E-03	Ep 68	300	1.00E-03
Ep 16	630	3.16E-03	Ep 69	650	1.00E-04
Ep 17	700	1.78E-02	Ep 70	550	1.00E-02
Ep 18	635	3.16E-03	Ep 71	500	3.16E-03
Ep 19	635	3.16E-03	Ep 72	600	2.00E-02
Ep 20	675	1.00E-02	Ep 73	500	1.00E-02
Ep 21	675	2.00E-02	Ep 74	500	3.16E-05
Ep 22	535	3.16E-05	Ep 75	450	3.16E-03
Ep 23	650	2.00E-02	Ep 76	350	3.16E-03
Ep 24	675	1.00E-02	Ep 77	400	3.16E-03
Ep 25	625	3.16E-03	Ep 78	400	1.00E-02
Ep 26	675	3.16E-02	Ep 79	450	1.00E-04
Ep 27	650	3.98E-03	Ep 80	400	1.00E-04
Ep 28	675	2.00E-02	Ep 81	650	1.00E-03
Ep 29	625	3.16E-03	Ep 82	650	1.00E-03
Ep 30	550	3.16E-05	Ep 83	650	1.00E-03
Ep 31	600	1.00E-03	Ep 84	650	1.00E-03
Ep 32	600	1.00E-03	Ep 85	650	1.00E-03
Ep 33	600	3.16E-04	Ep 86	650	1.00E-03
Ep 34	600	3.16E-04	Ep 87	450	3.16E-03
Ep 37	550	1.00E-03	Ep 88	450	1.00E-02
Ep 38	500	1.00E-03	Ep 89	350	1.00E-04
Ep 39	550	3.16E-04	Ep 90	500	1.00E-04
Ep 40	550	3.16E-04	Ep91	300	1.00E-04
Ep 41	500	3.16E-04	Ep92	500	3.16E-05
Ep 42	600	1.00E-02	Ep93	400	3.16E-05
Ep 43	600	1.00E-04	Ep94	400	1.00E-04
Ep 44	500	1.00E-04	Ep95	450	1.00E-04
Ep 45	600	3.16E-03	Ep96	300	3.16E-05
Ep 46	550	3.16E-03	Ep97	550	1.00E-04
Ep 47	450	1.00E-03	Ep98	650	1.00E-05
Ep 48	350	1.00E-03	Ep99	650	3.16E-05
Ep 49	400	1.00E-03	Ep100	550	3.16E-05
Ep 50	450	1.00E-03	Ep101	600	1.00E-05
Ep 51	650	1.00E-03	Ep102	600	3.16E-05
Ep 52	650	2.00E-03	Ep103	550	1.00E-04
Ep 53	560	3.16E-05			



Tableau 2 Liste des essais de traction sur l'alliage 718 d'étude, sous vide

Référence	Température (°C)	Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> )
EpV 1	650	1.00E-04
EpV 2	650	1.00E-03
EpV 3	650	3.16E-04
EpV 4	650	3.16E-03
EpV 5	650	1.00E-02
EpV 6	650	3.16E-05
EpV 7	600	3.16E-04
EpV 8	600	1.00E-04
EpV 9	600	1.00E-03
EpV 10	600	3.16E-05
EpV 11	600	3.16E-03
EpV 12	600	1.00E-02
EpV 13	550	1.00E-04
EpV 14	550	3.16E-05
EpV 15	600	1.00E-03
EpV 16	550	3.16E-04
EpV 17	550	3.16E-04
EpV 18	650	1.00E-03
EpV 19	650	1.00E-04
EpV 20	650	1.00E-04
EpV 21	650	1.00E-02
EpV 22	550	1.00E-03
EpV 23	550	1.00E-04
EpV 24	550	3.16E-03
EpV 25	550	1.00E-02
EpV 26	550	3.16E-04
EpV 27	575	3.16E-04
EpV 28	650	1.00E-05
EpV 30	600	1.00E-05
EpV 31	650	3.16E-05
EpV 32	550	3.16E-05
EpV 33	600	3.16E-04
EpV 34	500	3.16E-05
EpV 35	650	3.16E-02
EpV 37	600	3.16E-02
EpV 38	550	1.00E-04
EpV 39	550	3.16E-04
EpV 40	400	1.00E-04
EpV 41	400	3.16E-05
EpV 42	350	3.16E-05
EpV 43	375	1.00E-04
EpV 44	375	3.16E-05
EpV 45	400	1.00E-04
EpV 46	325	3.16E-05
EpV 47	300	3.16E-05

**Tableau 3 Liste des essais de traction réalisés sur l'alliage 718+Mo**

Référence	Température (°C)	Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> )
Ep1_Mo	550	1.00E-03
Ep2_Mo	600	1.00E-03
Ep3-Mo	550	1.00E-03
Ep4_Mo	600	1.00E-03
Ep5_Mo	500	1.00E-03
Ep6-Mo	625	1.00E-03
Ep7_Mo	600	1.00E-04
Ep8_Mo	600	1.00E-04
Ep9-Mo	575	1.00E-04
Ep10_Mo	550	1.00E-04
Ep11_Mo	500	1.00E-04
Ep12-Mo	450	1.00E-04
Ep13_Mo	500	3.16E-04
Ep14_Mo	550	3.16E-04
Ep15-Mo	575	3.16E-04
Ep16_Mo	600	3.16E-04
Ep17_Mo	500	3.16E-04
Ep18-Mo	450	3.16E-04
Ep19_Mo	500	3.16E-04
Ep20_Mo	500	1.00E-04
Ep21-Mo	475	1.00E-03
Ep22_Mo	450	1.00E-03
Ep23_Mo	400	3.16E-04
Ep24-Mo	425	1.00E-03
Ep25_Mo	400	1.00E-04
Ep27-Mo	400	3.16E-04
Ep28_Mo	400	1.00E-03
Ep29_Mo	350	3.16E-04
Ep30_Mo	350	1.00E-04
Ep31_Mo	350	1.00E-03

## Annexe 2 : Liste des essais de frottement interne réalisés

Tableau 1 Echantillon d'alliage 718 à l'état vieilli

Ref. essai	Fréquence (Hz)	Températures (°K)
IN718P1-1T	1	297-975
IN718P1-2T	1	345-1100
IN718P1-3T	3	775-1075
IN718P1-4T	0,03	700-1075
IN718P1-5T	0,01	700-1075
IN718P1-6T	0,03	700-1075
IN718P1-7T	0,1	700-1075
IN718P1-8T	0,3	700-1075
IN718P1-9T	1	388-1075

Tableau 2 Echantillon d'alliage 718 à l'état de réception

Ref. essai	Fréquence (Hz)	Températures (°K)
IN718SS1-1T	1	296-973
IN718SS1-2T	1	600-1000
IN718SS1-3T	3	600-1023
IN718SS1-4T	0,01	600-1000
IN718SS1-5T	0,03	600-973
IN718SS1-6T	0,1	600-1000
IN718SS1-7T	0,3	600-1000

Tableau 3 Echantillon d'alliage 718 pré-déformé en mode DSA

Ref. essai	Fréquence (Hz)	Températures (°K)
IN718DSA9-1-1T	1	295-1025
IN718DSA9-1-2T	0,01	625-1025
IN718DSA9-1-3T	0,1	625-1025
IN718DSA9-1-4T	3	625-1040
IN718DSA9-1-5T	0,03	625-1025
IN718DSA9-1-6T	1	625-1025

**Tableau 4 Echantillon d'alliage 718 pré-déformé en mode PLC**

Ref. essai	Fréquence (Hz)	Températures (°K)
IN718PLC7-1-1T	1	295-1025
IN718PLC7-1-2T	0,01	650-1025
IN718PLC7-1-3T	0,1	650-1025
IN718PLC7-1-4T	3	650-1040
IN718PLC7-1-5T	0,03	650-1025
IN718PLC7-1-6T	1	650-1025

**Tableau 5 Echantillon d'alliage 718-Nb en solution solide**

Ref. essai	Fréquence (Hz)	Températures (°K)
IN718NbFSS1-1T	1	295-1025
IN718NbFSS1-2T	0,01	600-1000
IN718NbFSS1-3T	3	600-1040
IN718NbFSS1-4T	0,1	600-1000
IN718NbFSS1-5T	0,03	673-973
IN718NbFSS1-6T	1	375-1025

**Tableau 6 Echantillon d'alliage 718+Mo à l'état vieilli**

Ref. essai	Fréquence (Hz)	Températures (°K)
IN718-Mo1-1T	1	299-1025
IN718-Mo1-2T	0.01	526-975
IN718-Mo1-3T	0.3	526-1060
IN718-Mo1-4T	0,03	526-1050
IN718-Mo1-5T	0,1	526-1060

**Tableau 7 Echantillon d'alliage 625+ à l'état vieilli**

Ref. essai	Fréquence (Hz)	Températures (°K)
IN625+-1-1T	1	300-1050
IN625+-1-2T	0.3	630-1040
IN625+-1-3T	0.1	630-1040
IN625+-1-4T	0.03	630-1050
IN625+-1-5T	0.01	630-1090





## RÉSUMÉ

### **Comportement mécanique et couplage mécanique-oxydation dans l'alliage 718 : effet des éléments en solution solide.**

L'alliage 718 est le superalliage le plus utilisé industriellement du fait de ses excellentes propriétés mécaniques, ainsi que de sa tenue à l'oxydation et à la corrosion dans une large gamme de températures et de modes de sollicitation. Néanmoins, cet alliage présente une sensibilité vis-à-vis des phénomènes de corrosion sous contrainte et fissuration assistée par l'oxydation sous contrainte dans les gammes de température de service. Les mécanismes à l'origine de ce phénomène restent encore mal compris, cependant un lien entre le changement de mode de rupture et les domaines d'apparition d'instabilités de l'écoulement plastique est clairement établi. Au cours de cette étude nous avons étudié ce phénomène d'instabilités, effet Portevin-Le Chatelier, de l'alliage 718 au cours d'essais de traction menés dans une large gamme de températures et de vitesses de déformation. Différents domaines d'instabilités ont pu être mis en évidence, dont les caractéristiques suggèrent l'interaction des dislocations avec des solutés de différentes natures : interstitiels aux plus basses températures, et substitutionnels pour les températures les plus élevées. Des essais de spectroscopie mécanique sur l'alliage 718 et des alliages de compositions voisines montrent un effet de la mobilité des atomes de molybdène au sein du matériau dans cette gamme de températures. Des essais dédiés à l'étude des phénomènes d'interaction entre plasticité et oxydation ont aussi été réalisés. Les résultats mettent en évidence un fort effet de vitesse sur les propriétés mécaniques de l'alliage 718 en atmosphère inerte et sur les caractéristiques de l'endommagement intergranulaire assisté par l'oxydation lors d'essais sous air laboratoire. La discussion engendrée par l'ensemble des résultats présentés permet d'émettre certaines hypothèses sur les couplages entre mécanismes de déformation et endommagement par l'oxydation à l'origine des phénomènes de fissuration observés.

**Mots Clés:** Superalliage 718, Vieillesse dynamique, effet Portevin-Le Chatelier, Spectroscopie mécanique, Couplage mécanique-oxydation

## ABSTRACT

### **Mechanical behavior and coupling effect between mechanic and oxidation in alloy 718: effect of solid solution elements.**

Alloy 718 is the superalloy the most widely used in industry due to its excellent mechanical properties, as well as oxidation and corrosion resistance in wide range of temperatures and solicitation modes. Nevertheless, it is a well-known fact that this alloy is sensitive to stress corrosion cracking and oxidation assisted cracking under loading in the range of temperatures met in service. Mechanisms explaining this phenomenon are not well understood: nevertheless, it is well established that a relation exists between a change in fracture mode and the apparition of plastic instabilities phenomenon. During this study, the instability phenomenon, Portevin-Le Chatelier effect, in alloy 718 was studied by tensile tests in wide ranges of temperatures and strain rates. Different domains of plastic instabilities have been evidenced. Their characteristics suggest the existence of interactions between dislocations and different types of solute elements: interstitials for lower temperatures and substitutionals for higher testing temperatures. Mechanical spectroscopy tests have been performed on alloy 718 and various alloys which composition is comparable to that of alloy 718. These tests prove the mobility of molybdenum atoms in the alloy in the studied temperature range. Specific tests have been performed to study interaction phenomenon between plasticity and oxidation. These results highlight the strong effect of plastic strain rate on both mechanical behavior and intergranular cracking in alloy 718. The subsequent discussion leads to propose hypothesis on coupling effects between deformation mechanisms and oxidation assisted embrittlement in the observed cracking processes.

**Key Words:** Superalloy 718, Dynamic Strain Aging, Portevin-Le Chatelier effect, Mechanical spectroscopy, Coupling between mechanics and oxidation