Expérimentation numérique pour l'aide à la spécification de la microstructure et des propriétés mécaniques d'un superalliage base Ni pour des applications moteurs

Guylaine Boittin

▶ **To cite this version:**

Guylaine Boittin. Expérimentation numérique pour l'aide à la spécification de la microstructure et des propriétés mécaniques d'un superalliage base Ni pour des applications moteurs. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. École nationale supérieure des mines de Paris, 2011. Français. NNT : 2011ENMP0113 . tel-01248295

HAL Id: tel-01248295

https://pastel.hal.science/tel-01248295

Submitted on 24 Dec 2015

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

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

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY

MINES ParisTech

École doctorale n°432 : SMI Science des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité « Science et Génie des matériaux »

présentée et soutenue publiquement par

Guylaine BOITTIN

le 06 décembre 2011

Expérimentation numérique pour l'aide à la spécification de la microstructure et des propriétés mécaniques d'un superalliage base Ni pour des applications moteurs

Directeur de thèse : **Georges CAILLETAUD**
Co-encadrement de la thèse : **Franck GALLERNEAU**
Didier LOCQ
Pascale KANOUTÉ

Jury

M. Michel CLAVEL, Professeur, LMSSMat, Ecole Centrale Paris	Président
M. Patrick VILLECHAISE, Directeur de recherche CNRS, Institut P', ENSMA	Rapporteur
M. Philippe PILVIN, Professeur, LIMATB, Université de Bretagne Sud	Rapporteur
M. Jean-Yves GUÉDOU, Coordinateur Recherche Matériaux Procédés, Snecma, Safran	Examinateur
Mme Clotilde BERDIN-MÉRIC, Professeur, LEMHE-ICMMO, Université Paris-Sud XI	Examinatrice
M. Georges CAILLETAUD, Professeur, Centre des matériaux, Mines ParisTech	Directeur de thèse
M. Franck GALLERNEAU, Maître de recherche, DMSM, Onera	Encadrant
M. Pascal CHÉREAU, Ingénieur, DGA	Invité

MINES ParisTech
Centre des Matériaux Pierre-Marie Fourt U.M.R. 7633
BP 87 F-91003 Evry Cedex

T H È S E

Remerciements

Cette thèse s'est déroulée au sein du Département Matériaux et Structures Métalliques de l'Onera. Je voudrais en premier lieu remercier toute l'équipe du DMSM pour la chaleur de son accueil et l'aide que chacun m'a apportée à chaque fois que j'en avais besoin. En particulier, Franck, Pascale et Didier qui m'ont encadrée pendant ces trois années, m'ont encouragée et m'ont soutenue. Un grand merci à tous les trois. Je les remercie également pour leurs relectures très attentives des articles et surtout du manuscrit. Je remercie également Georges qui a dirigé cette thèse pour son soutien et ses relectures tout aussi attentives. Merci aussi à Alain pour avoir discuté des essais mécaniques et les avoir réalisés, à Christophe pour les traitements thermiques, à Catherine, Denis, Yves et Jean-Sébastien qui m'ont aidée à réaliser et analyser les observations microstructurales, ainsi qu'à Pierre pour ses observations au MET et ses discussions et relectures pertinentes.

Je tiens à remercier tous les membres du jury d'avoir accepté de juger ce travail et d'avoir ouvert les discussions le jour de la soutenance. Je remercie tout particulièrement Patrick Villechaise et Philippe Pilvin pour la relecture minutieuse et approfondie du manuscrit. J'en profite également pour remercier Snecma, en particulier Jean-Yves Guédou, Caroline Mary, Arnaud Longuet, Hacène Chérouali et Antoine Phelippeau pour l'intérêt porté à ce travail, ainsi que la DGA pour avoir financé cette thèse et pour l'organisation des doctoriales.

Je voudrais également témoigner ma reconnaissance à toute l'équipe du Centre des Matériaux, pour les discussions intéressantes que j'ai pu y avoir et pour l'organisation administrative.

Enfin, tous les gens avec qui j'ai pu passer des moments conviviaux, les gens du bâtiment E4, Sylvia, avec qui j'ai été ravie de partager nos séances d'aquarelle et autres discussions, tous ceux qui sont passés par l'atelier d'improvisation théâtrale, les bédéphiles ...

Et tous ceux que j'ai rencontrés au cours de cette thèse, au détour d'un congrès ou d'une discussion et que je n'ai pas mentionnés ici.

Table des matières

Table des abréviations **9**

Introduction générale **13**

I Modélisation de la précipitation dans le N18 **17**

1 Microstructure du N18 et modélisation de la précipitation **23**

1.1 Le superalliage N18 et son élaboration 25

1.1.1 Principe d'élaboration d'un superalliage à base de nickel par métallurgie des poudres 25

1.1.2 Microstructure du N18 « standard » à grains fins 26

1.1.3 Influence du traitement thermique sur la microstructure 26

1.1.4 Motivations pour un modèle de précipitation 31

2 Implémentation du modèle de précipitation et validation **33**

2.1 Présentation du modèle 35

2.1.1 Les hypothèses du modèle 35

2.1.2 Équations de base du modèle 35

2.1.3 Méthode numérique 36

2.2 Calibration et validation du modèle 37

2.2.1 Calibration du modèle 38

2.2.2 Validation du modèle 46

2.3 Campagne expérimentale sur le superalliage N18 à gros grains 49

2.3.1 Matrice d'essais 49

2.3.2 Microstructures étudiées 49

2.3.3 Analyse de la microstructure 55

2.4 Comparaison calcul/expérience 58

II Influence de la microstructure sur le comportement en fatigue 63

3 Partie Bibliograhique 71

3.1 Rappels sur les modèles de fatigue classiques 73

3.1.1 Phénomènes importants pour la fatigue 73

3.1.2 Différentes approches de modélisations en fatigue 76

3.2 Influence des paramètres microstructuraux sur les mécanismes de durcissement intragranulaire 79

3.2.1 Structure atomique des phases γ et γ' 79

3.2.2 Durcissement par précipitation 81

3.2.3 Autres mécanismes de durcissement 86

3.3 Influence des paramètres microstructuraux sur le comportement des superalliages pour disques (résultats expérimentaux extraits de la littérature) 88

3.3.1 Effet de la microstructure sur le comportement monotone des superalliages 88

3.3.2 Effet de la microstructure sur le comportement en fatigue . . . 91

3.3.3 Effet de la microstructure sur la propagation de fissures 93

3.3.4 Bilan 94

4 Résultats et Discussion 97

4.1 Matrice d'essais 99

4.2 Effets de la microstructure sur le comportement 102

4.2.1 Traction 102

4.2.2 Écrouissage cyclique 109
4.2.3 Relaxation de la contrainte moyenne 113
4.2.4 Micromécanismes de déformation 114
4.3 Effets de la microstructure intragranulaire sur la durée de vie en fatigue 116
4.3.1 Analyse des essais de fatigue 116
4.3.2 Sites d'amorçage et dispersion expérimentale 121
4.3.3 Description et identification du modèle de fatigue 128

III Modélisation multiéchelle du comportement en fatigue 141

5 Mise en place des différentes homogénéisations 147

5.1 Démarche de modélisation 149
5.2 Homogénéisation en champs moyens : modèle de Mori-Tanaka et modèle autocohérent/correction de Pottier 150
5.2.1 L'inclusion d'Eshelby 150
5.2.2 De l'inclusion d'Eshelby à une distribution de précipités 151
5.2.3 Extension aux systèmes multiphasés 152
5.2.4 Schéma de résolution 153
5.2.5 Application aux matériaux visco-plastiques 154
5.2.6 Limites des modèles en champs moyens 154
5.2.7 Correction de Pottier ou correction par la tangente asymptotique 155
5.3 Homogénéisation d'un polycristal en champs moyens 156
5.3.1 De l'inclusion d'Eshelby au polycristal 156
5.3.2 Règle en β 157
5.3.3 Conclusions 158
5.4 Passage du monograin au polycristal dans le superalliage N18 158
5.4.1 Élasticité du monocristal de superalliage 159
5.4.2 Plasticité du monocristal de superalliage 160

5.4.3 Influence de l'anisotropie élastique sur la réponse mécanique du polycristal . . . 163

5.4.4 Comparaison éléments finis-homogénéisation avec correction en β . . . 166

5.4.5 Calibration de la règle en β. . . . 169

5.5 Passage des phases au monograin dans le superalliage N18 . . . 172

5.5.1 Influence de la forme des précipités . . . 173

5.5.2 Application de la méthode de la correction par la tangente asymptotique . . . 175

5.6 Synthèse du Chapitre 5 . . . 178

6 Mise en place du modèle à double homogénéisation 181

6.1 Écriture du modèle à double homogénéisation . . . 183

6.2 Application du modèle à double homogénéisation à la simulation des essais sur N18 à gros grains . . . 188

6.2.1 Lois de comportement des phases . . . 188

6.2.2 Comparaison modèle/expérience . . . 190

6.3 Discussion autour du modèle à double homogénéisation . . . 193

6.3.1 Contraintes et déformations aux différentes échelles . . . 193

6.3.2 Comparaison de l'influence de chaque paramètre sur la limite d'élasticité . . . 195

6.3.3 Temps de calcul . . . 198

IV Optimisation du traitement thermique d'un disque 201

7 Application à un calcul de disque en N18 207

7.1 Identification du modèle de comportement macroscopique . . . 209

7.1.1 Écrouissage isotrope . . . 209

7.1.2 Écrouissage cinématique . . . 210

7.1.3 Influence des paramètres microstructuraux sur la loi de comportement macroscopique . . . 211

7.1.4 Loi de fatigue . . . 212

7.2 Comparaison du modèle de comportement macroscopique et des résultats expérimentaux . . . 212

7.2.1 Comparaison des lois phénoménologique et multiéchelle . . . 216

7.3 Étude de l'influence d'une variation du seuil de plasticité du matériau dans le disque sur la durée de vie . . . 220

7.4 Effet d'un changement de traitement thermique sur la durée de vie . . . 222

7.5 Optimisation du traitement thermique vis-à-vis de la durée de vie en fatigue . . . 234

7.6 Perspectives et discussion sur la boucle d'optimisation . . . 235

V Conclusions et Perspectives 239

A Annexes 245

A.1 Moyens expérimentaux . . . 247

A.1.1 Préparation des échantillons pour les observations microstructurales . . . 247

A.1.2 Microscopes . . . 247

A.1.3 Éprouvette de Fatigue . . . 248

A.1.4 Machine de traction-fatigue . . . 248

A.2 Analyse d'images . . . 249

A.3 Modèles de precipitation . . . 251

A.3.1 Germination homogène . . . 251

A.3.2 Autres modèles pour générer des nucléi dans une matrice monophasée . . . 254

A.3.3 Croissance . . . 255

A.3.4 Coalescence . . . 257

A.3.5 Effet des interactions élastiques . . . 259

A.3.6 Autres méthodes de modélisation de la précipitation . . . 260

A.3.7 Avantages et inconvénients des modèles . . . 261

A.4 Fichiers, modèle de Précipitation 262

A.4.1 Fichier zZfrontBehavior, fichier Precip.z 262

A.4.2 Fichier matériaux, fichier N18-GG-ss-schw.mat 272

A.4.3 Fichier de distribution, fichier rep2 273

A.4.4 Fichier de lancement, fichier trempe-100K.inp 277

A.5 Résolution numérique implicite du modèle de précipitation 278

A.6 Annexe B : Vieillissement dynamique, effet Portevin-Le Châtelier et pseudo-Portevin-Le Châtelier 281

A.7 Modèles de fatigue basés sur des critères locaux 283

A.8 Fichier Zmat, modèle à double homogénéisation 285

A.8.1 Fichier zZfrontBehavior, fichier Polyc-mori-tanaka.z 285

A.8.2 Fichier matériaux loi à double homogénéisation, fichier N18-2hom.mat 296

A.8.3 Fichier d'orientations, fichier orient1 297

A.8.4 Fichier de systèmes, fichier octa1 297

A.8.5 Fichier matériaux loi phénoménologique, fichier N18-macro.mat 299

A.8.6 Fichier de calcul du seuil de plasticité, fichier calc-R0.z7p . . . 300

A.8.7 Fichier de lancement du post-processing, fichier calcul-R0.inp . 303

A.8.8 Fichier de lancement du calcul mécanique, fichier meca.inp . . 303

Table des abréviations

abréviations	
a	paramètre de maille
b	vecteur de Burgers
CRSS	Critical Resolved Shear Stress, en français : cission résolue critique
$c_{R=\infty}$	concentration en éléments γ'-gènes dans la matrice à l'équilibre avec un précipité de rayon infini
c_p	concentration en éléments γ'-gènes dans le précipité
d	taille du précipité
D	coefficient de diffusion
d_0	taille caractéristique de la coalescence (longueur capillaire)
D_0	coefficient préexponentiel de l'équation d'Arrhénius du coefficient de diffusion
DDV	durée de vie
d_{gr}	diamètre moyen des grains
Du	ductilité
E	module d'Young
E_a	énergie d'activation de la diffusion
f	fraction volumique de précipités
fp_2	fraction volumique de précipités secondaires
fp_3	fraction volumique de précipités tertiaires
f_m	fraction volumique de matrice
G	module de cisaillement
Id	matrice identité
J	deuxième invariant du tenseur déviateur de contrainte
k_b	constante de Boltzmann
L	distance entre deux précipités
N_f	nombre de cycles à rupture
N_R	nombre de précipités de taille R
p	déformation plastique équivalente cumulée
r	rayon du précipité
R	rayon du précipité
R^*	rayon critique de germination
R_c^*	rayon critique de coalescence
R_g	constante des gaz parfaits
S	surface du précipité
T	température

T_l	tension de ligne
TCP	*topologically closed packed* phase topologiquement compacte
t_2	taille des précipités secondaires
t_3	taille des précipités tertiaires
t_{3ref}	facteur de normalisation des précipités tertiaires
V	volume du précipité
V_m	volume molaire des précipités
w	paramètre lié à l'élasticité
ΔG^*	barrière de germination
ΔG_v	énergie libre de volume créée lors de la dissolution de la phase γ' par unité de volume
ΔG_p	différence d'enthalpies libres moyennes de la phase γ et de la phase γ' par unité de volume
ΔG_d	énergie de déformation due au désaccord de densité par unité de volume
$\dot{\gamma}$	vitesse de cisaillement
Γ_{APB}	énergie de paroi d'antiphase dans un précipité de phase γ'
ε_a	déformation alternée équivalente
ε_e	déformation élastique
ε_p	déformation plastique
κ	écrouissage isotrope
χ	écrouissage cinématique
μ	module de cisaillement
Φ	fonction seuil
ρ	densité de dislocations
σ	énergie d'interface entre γ et γ'
Σ	contrainte macroscopique
$\sigma_{0,2}$	limite d'élasticité à 0,2%
σ_a	contrainte alternée équivalente
$\sigma_{a,eff}$	contrainte alternée effective
σ_D	limite de fatigue
$\overline{\sigma_H}$	pression hydrostatique moyenne
σ_l	limite d'élasticité
σ_u	contrainte ultime de traction
σ_{moy}	contrainte moyenne lors d'un cycle de fatigue
$\bar{\sigma}$	contrainte moyenne lors d'un cycle de fatigue
σ_{max}	contrainte maximale lors d'un cycle de fatigue
τ	cission résolue critique
ω	paramètre permettant le calcul du seuil de l'écrouissage cinématique
C_{11}	coefficient du tenseur d'élasticité (notation de Voigt)
C_{12}	coefficient du tenseur d'élasticité (notation de Voigt)
C_{44}	coefficient du tenseur d'élasticité (notation de Voigt)
L_1	espace interparticule de la dislocation de tête
L_2	espace interparticule de la dislocation de queue
r	rayon des particules
$rw_s = r_S$	rayon d'intersection moyen d'un plan aléatoire avec une particule sphérique
$\pi r^2 w_q = q$	section d'intersection moyenne d'un plan aléatoire avec une particule sphérique

g	paramètre matériau permettant de prendre en compte l'influence de la contrainte moyenne sur la durée de vie en fatigue

Introduction générale

Dans un moteur d'avion, le disque de turbine haute pression se trouve après la chambre de combustion. Ce disque, équipé de ses aubes, permet d'entraîner l'arbre, qui fait tourner le compresseur (cf. Figure 1). Par conséquent, si ce disque éclate le moteur ne fonctionne plus. De plus, en cas d'éclatement, il n'est, en général, pas contenu par le carter et présente donc un risque majeur pour l'avion. Il constitue donc une pièce critique du moteur. Il est vital de pouvoir prévoir sa durée de vie afin de le remplacer avant sa rupture. Par ailleurs, il est soumis à des contraintes importantes, de l'ordre de 1000 MPa, à des températures élevées, jusqu'à 650°C. Ce cahier des charges a conduit à choisir les superalliages à base de nickel pour construire ces pièces. Pour les pièces les plus critiques, comme les disques de turbine haute pression des moteurs d'avions militaires, une voie d'élaboration par métallurgie des poudres a été choisie, car elle permet un meilleur contrôle de la microstructure. Comme cette voie d'élaboration est coûteuse, la pièce est d'autant plus intéressante économiquement que sa durée de vie est longue. Il y a donc deux enjeux à la prévision de la durée de vie du disque, d'une part un enjeu de sécurité, car c'est une pièce critique et d'autre part, un enjeu économique.

La sollicitation mécanique dimensionnante appliquée aux disques est une sollicitation de fatigue. En effet, les changements de régime (accélérations et décélérations) du moteur, notamment lors du décollage et de l'atterrissage, conduisent à des mises en charge et des décharges du disque. Bien qu'il soit très résistant et adapté à cet emploi, l'accumulation de cycles de fatigue génère un endommagement qui limite la durée de vie du disque.

Dans le cas du superalliage N18, afin de pouvoir obtenir une très grande fraction volumique de précipités, une microstructure à grains fins a été choisie. Or, la microstructure à grains fins pose des problèmes en fatigue. En effet, des particules de céramiques liées au processus d'élaboration par métallurgie des poudres de tailles supérieures (50-100 μm) à la taille de grains (15 μm) sont présentes dans le matériau. Ces inclusions sont réparties aléatoirement dans le matériau. Or, elles représentent des sites préférentiels d'amorçage de fissures. De ce fait, si une inclusion est présente dans la zone la plus sollicitée de la pièce, la durée de vie est courte, car la fissure s'amorcera rapidement, alors que si aucune inclusion n'est présente dans cette zone, la durée de vie est plus longue, et l'amorçage a lieu dans une zone moins sollicitée où se trouve une inclusion de taille critique vis-à-vis d'un amorçage de fissure. La dispersion des résultats de fatigue est pénalisante pour prévoir la durée de vie de

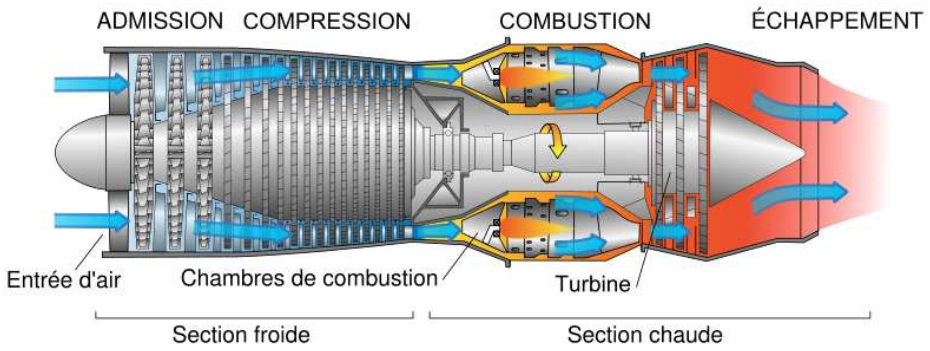


FIG. 1. Schéma d'un turboréacteur [1].

façon précise et surtout pour prévoir les intervalles de temps adaptés pour le contrôle de maintenance de la pièce. Afin d'éviter tout risque, un coefficient de sécurité, valant le plus souvent trois fois l'écart type, est appliqué. Cependant, ces amorçages sur inclusions semblent beaucoup moins fréquents lorsque la taille de grains est plus élevée (60 μm), c'est-à-dire de l'ordre de la taille des inclusions : dans ce cas, l'amorçage a lieu principalement sur les grains. Étant donné que les fissures s'amorcent principalement dans le grain, il est alors probable que la microstructure intragranulaire du matériau joue un rôle sur l'amorçage. Cette microstructure intragranulaire est composée d'une matrice de phase γ et de précipités de phase γ'. Ces derniers limitent la mobilité des dislocations et, ce faisant, induisent un durcissement structural de l'alliage très important. C'est grâce à ce mécanisme de durcissement par les précipités que l'alliage possède ses propriétés mécaniques de haute résistance à la traction à haute température qui en font le candidat idéal pour les applications de disques de turbine. Toutefois, très peu d'études sur le sujet de l'influence de la microstructure intragranulaire sur la durée de vie ont été menées jusqu'à présent et la plupart se sont intéressées à des microstructures à petits grains. On peut citer parmi elles, le travail de Flageolet [2] qui a étudié l'influence de la précipitation fine sur la fatigue du N18. Il observe bien un effet sur la microplasticité mais aucun sur la durée de vie, ce qu'il interprète comme une conséquence de l'amorçage sur inclusions. D'autres, comme Milligan ou Guédou [3, 4], ont constaté des effets de la microstructure intragranulaire sur le comportement monotone, en particulier sur la limite d'élasticité. Un certain nombre d'études [5] comparent des microstructures très différentes ce qui permet de constater des effets sur le comportement mais ne permet pas, en général, de séparer les effets de tailles de grains des effets liés à la microstructure intragranulaire.

Par ailleurs, Hochstetter [6] a constaté que la microstructure d'un disque n'était pas homogène au sein de la pièce. En effet, le disque étant une pièce massive, la surface de la pièce refroidit plus vite que le cœur au cours de la trempe, ce qui induit un gradient de paramètres microstructuraux. De plus, ni les contraintes ni les températures vues par le disque ne sont constantes au sein du disque. D'ailleurs, de récents développements proposent des traitements thermiques conduisant à une

microstructure à gros grains en périphérie (jante), où la température est élevée, pour améliorer la résistance au fluage, et à une microstructure à petits grains à cœur et dans la toile, où les sollicitations mécaniques sont plus importantes et les températures moins élevées [7]. Il est donc très intéressant de pouvoir modéliser le gradient de microstructure au sein du disque et son effet sur la réponse à un chargement de fatigue. En effet un tel modèle permet, d'une part, de prévoir de façon plus précise la durée de vie et, d'autre part, de construire une méthode pour optimiser le traitement thermique du disque qui contrôle cette microstructure, afin d'augmenter la durée de vie de la pièce. A terme, il peut être utilisé pour la construction d'une boucle d'optimisation du traitement thermique vis-à-vis de la durée de vie en fatigue.

La construction de cette boucle passe donc par trois étapes, d'abord la modélisation de la microstructure à partir du traitement thermique, puis la modélisation de l'influence de la microstructure sur le comportement mécanique et la fonction de durée de vie et enfin l'intégration de ces deux modèles dans une boucle d'optimisation permettant l'analyse de la durée de vie de la pièce par le calcul complet : thermique puis mécanique par éléments finis (cf. Figure 2)

L'objectif de la première partie (I) de ce mémoire est de choisir puis de calibrer un modèle qui permette, à partir d'une évolution de température de calculer les paramètres microstructuraux (fraction volumique et taille des différentes populations de précipités) en un temps raisonnable pour qu'il soit possible de l'appliquer au calcul d'un gradient microstructural au sein d'une pièce (c'est-à-dire sur quelques milliers de points de Gauss). Un modèle de germination-coalescence avait déjà été développé et adapté au N18 par Milhet-Gayraud [8]. Il est ici recalibré et implémenté dans le système de calcul Z-Set qui comporte entre autres ZeBuLoN, un code de calcul par éléments finis et des post-traitements d'évaluation de l'endommagement. Ce logiciel permet déjà la résolution du problème de thermique nécessaire à la simulation de l'évolution de la température en tout point de la pièce ainsi que la résolution de mécanique nécessaire au calcul des paramètres critiques pour l'estimation de la durée de vie. Cette suite logicielle est donc à même de réaliser l'intégralité des calculs de la boucle finale. Le modèle de germination-coalescence ayant été calibré à l'aide de données expérimentales de microstructures à grains fins de l'alliage N18, il est nécessaire de le valider avec des données expérimentales de microstructures à gros grains. Des traitements thermiques spécifiques ont donc été réalisés. Une fois le modèle de précipitation choisi et calibré pour le N18 à gros grains, il est possible de calculer la microstructure à partir du traitement thermique appliqué.

La seconde étape de la construction de la boucle consiste à modéliser l'influence de la microstructure sur le comportement en fatigue. Les effets à représenter ont été mis en évidence dans la partie II de ce mémoire grâce à des essais de traction et de fatigue, réalisés sur différentes microstructures à gros grains. L'analyse des essais porte sur l'effet des paramètres microstructuraux sur les variables critiques contrôlant la durée de vie, mais aussi sur les mécanismes microstructuraux de plasticité et d'amorçage de fissure.

Une fois l'effet de la microstructure sur le comportement en fatigue connu, il

est possible de le modéliser. Pour cela, une méthode mettant en œuvre plusieurs opérations d'homogénéisation successives rendant compte des différentes échelles (précipités et grains) est développée et exposée dans la partie III. Elle est appliquée au N18 et calibrée à l'aide des résultats expérimentaux. Cette méthode permet de calculer le comportement et la durée de vie de microstructures virtuelles. A partir des données expérimentales ainsi que des résultats de simulations numériques calculées à partir du modèle mécanique multiéchelle, un comportement simplifié (macroscopique de type Chaboche [9]) qui dépend de la microstructure, est défini. Ce modèle permet un calcul efficace de la réponse du disque à une sollicitation mécanique (ce type de modèle étant déjà couramment utilisé pour ce type d'analyse structurale inélastique) pour un gradient de microstructure.

Les deux modèles nécessaires à la mise en place de la boucle d'optimisation étant disponibles, celle-ci est construite et appliquée au cas du disque de turbine Haute Pression du Rafale en N18 dans la partie IV. Elle comprend un premier calcul de thermique pour obtenir l'évolution de la température en tout point du disque, puis un calcul de microstructure à l'aide du modèle de germination/ coalescence décrit en première partie. Ensuite la réponse mécanique du disque à une sollicitation mécanique (centrifuge) est obtenue à l'aide du modèle de comportement simplifié, préalable au calcul de durée de vie par application d'un post-traitement du modèle de durée de vie. Le traitement thermique est alors modifié pour obtenir une microstructure plus adéquate dans la zone critique et une durée de vie accrue. A terme, le traitement thermique optimal est déterminé.

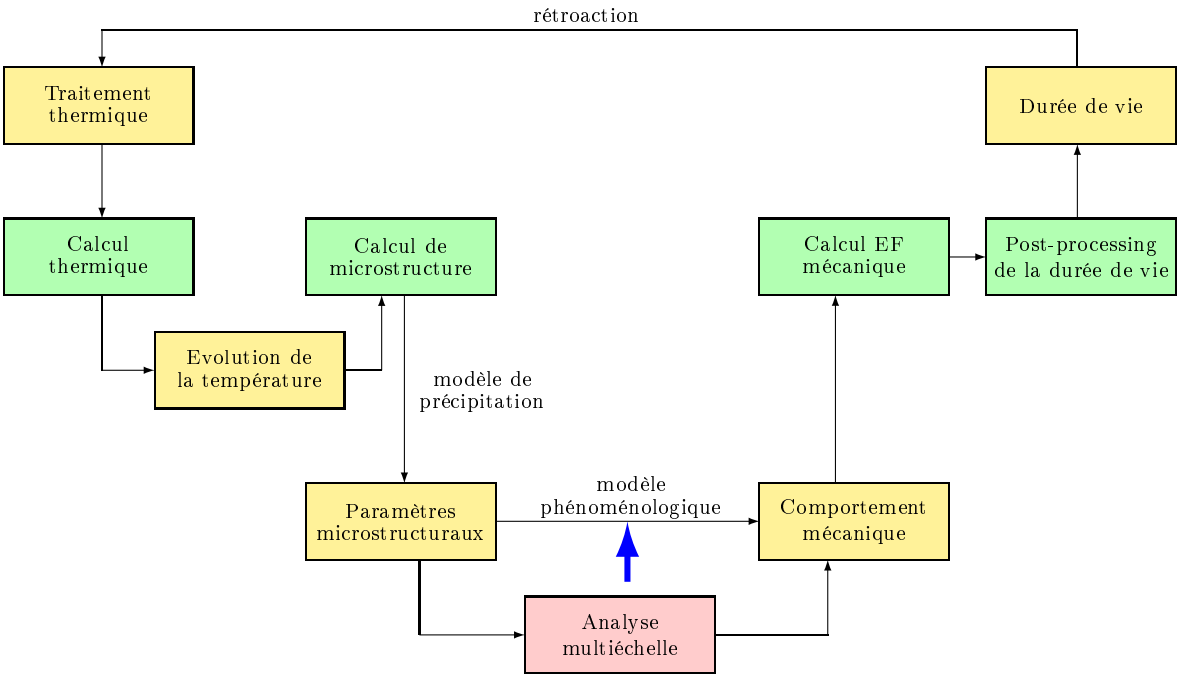


FIG. 2. Schéma de la boucle d'optimisation.

Première partie

Modélisation de la précipitation dans le N18

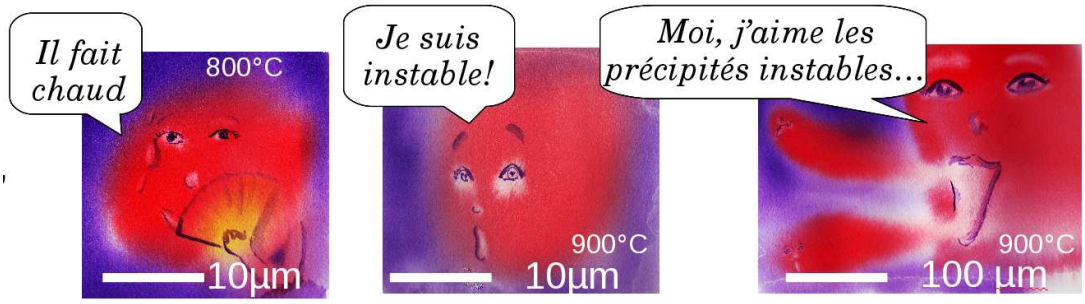


Table des matières

1 Microstructure du N18 et modélisation de la précipitation 23
1.1 Le superalliage N18 et son élaboration 25
1.1.1 Principe d'élaboration d'un superalliage à base de nickel par métallurgie des poudres 25
1.1.2 Microstructure du N18 « standard » à grains fins . 26
1.1.3 Influence du traitement thermique sur la microstructure 26
1.1.4 Motivations pour un modèle de précipitation 31

2 Implémentation du modèle de précipitation et validation 33
2.1 Présentation du modèle 35
2.1.1 Les hypothèses du modèle 35
2.1.2 Équations de base du modèle 35
2.1.3 Méthode numérique 36
2.2 Calibration et validation du modèle 37
2.2.1 Calibration du modèle 38
2.2.2 Validation du modèle 46
2.3 Campagne expérimentale sur le superalliage N18 à gros grains 49
2.3.1 Matrice d'essais 49
2.3.2 Microstructures étudiées 49
2.3.3 Analyse de la microstructure 55
2.4 Comparaison calcul/expérience 58

Introduction

L'objectif de cette première partie est de choisir des paramètres microstructuraux permettant de décrire la microstructure, puis de choisir et de calibrer un modèle qui permette, à partir d'une évolution de température, d'obtenir ces paramètres microstructuraux dans un temps raisonnable pour l'application au calcul d'un gradient microstructural au sein d'une pièce (c'est-à-dire sur plusieurs milliers de points de Gauss, voire davantage). Cette partie est donc organisée comme suit : tout d'abord le matériau et son élaboration sont décrits afin de choisir les paramètres microstructuraux pertinents. Ensuite un modèle de précipitation adapté est alors choisi puis recalibré sur la base de données bibliographiques pour le N18 à grains fins. Ce modèle est alors validé pour le N18 à gros grains à partir de résultats expérimentaux. A terme, ce modèle est utilisé comme première étape du calcul qui permet de prévoir la durée de vie en fatigue d'une pièce à partir de son traitement thermique, comme détaillé dans la partie IV de cette thèse.

Chapitre 1

Microstructure du N18 et modélisation de la précipitation

1.1 Le superalliage N18 et son élaboration

1.1.1 Principe d'élaboration d'un superalliage à base de nickel par métallurgie des poudres

La fabrication d'un disque en superalliage par métallurgie des poudres se déroule en cinq étapes. La première consiste à couler un lingot de composition chimique maîtrisée. La seconde étape permet la fabrication des poudres à partir de ce lingot. La troisième est la densification des poudres. Puis vient l'étape du forgeage. La pièce est ensuite traitée thermiquement et enfin usinée aux cotes précises.

Une technique d'atomisation à l'argon est généralement utilisée pour fabriquer les poudres. Le métal fondu est introduit dans un creuset, puis guidé vers un trou. Au sortir de ce trou, de l'argon est projeté à grande vitesse sur le métal liquide ce qui provoque la projection de gouttelettes très fines qui se solidifient rapidement avant d'atteindre le bord de l'enceinte. Ces gouttelettes solidifiées forment la poudre d'alliage. Lors de ce procédé, deux types principaux de défauts peuvent être observés. La gouttelette peut renfermer un peu d'argon, elle est alors creuse. Le métal liquide peut avoir arraché un peu de céramique au creuset, auquel cas des particules de céramique sont entraînées et mélangées aux poudres. Le tamisage des poudres élimine les particules de grande taille. De ce fait, il limite la taille des défauts susceptibles d'altérer la qualité du matériau. Le N18 est tamisé à 53 μm. Aucune inclusion ou particule poreuse de largeur supérieure à 53 μm ne peut donc se trouver dans le matériau (remarque : une inclusion allongée peut avoir une longueur supérieure à 53 μm, mais une largeur inférieure à 53 μm et donc réussir à passer le tamis). Des défauts issus de l'atomisation des poudres (pores et inclusions) se trouvent donc effectivement dans le matériau final. Ils constituent des sites préférentiels pour l'amorçage de fissure. Il est donc très important de les contrôler. Il serait possible de réduire encore davantage la taille maximale des défauts en tamisant encore plus finement. Cependant, lorsque le tamisage est plus fin, une moindre quantité de poudre est obtenue à partir d'une même quantité de métal atomisé. De ce fait, le coût de la poudre augmente. Cette solution n'est donc pas envisageable pour des raisons économiques.

Les poudres sont ensuite densifiées, souvent par compression isostatique à chaud. Suite à ce processus, un filage permet de casser les inclusions et d'obtenir une microstructure à très petits grains qui facilite l'étape d'élaboration suivante : le forgeage isotherme. A l'issue de ce forgeage une préforme est obtenue. Ensuite, des traitements thermiques sont appliqués afin de contrôler la microstructure. La vitesse de forgeage joue un rôle sur la taille de grains obtenue après ces traitements thermiques. Enfin l'usinage final permet d'obtenir la pièce aux cotes désirées.

1.1.2 Microstructure du N18 « standard » à grains fins

Le N18 est un superalliage à base de nickel, élaboré par Métallurgie des Poudres (MdP). C'est un polycristal principalement constitué de deux phases : une matrice, de phase γ et des précipités de phase γ' cohérents avec γ. La phase γ est une phase cubique à faces centrées, principalement constituée de nickel. La phase γ' est une phase cubique ordonnée de structure $L1_2$, du type $Ni_3(Al, Ti)$. La composition de l'alliage est décrite dans le Tableau 1.1.

élément	Ni	Cr	Mo	Al	Co	Ti	Hf	Zr	Ta	C	B	Fe
N18 (%)	57,05	11,5	6,47	4,41	15,6	4,37	0,52	0,03	0,016	0,016	0,016	0,11

TAB. 1.1. Composition du N18 (en % massiques) [10].

Les précipités γ' des superalliages à base de nickel sont classés en trois catégories : primaire, secondaire et tertiaire selon leur taille et le moment du traitement thermique où ils se sont formés. Ce traitement thermique se divise en trois étapes : une étape de mise en solution, suivie d'une trempe et enfin un ou des revenus. Les précipités primaires (γ'_I) sont les plus gros (1 à 6 micromètres pour le N18). Ils correspondent à des précipités qui ne sont pas dissouts lors d'un traitement thermique de mise en solution partielle. Lors de ce traitement, la taille de grains a tendance à croître. Cependant les précipités primaires, toujours présents, épinglent ces joints. De ce fait, ils limitent la taille de grains (10-15 micromètres environ pour le N18). Les précipités secondaires de γ' (γ'_{II}), eux, se forment lors de la trempe qui suit le traitement thermique de mise en solution. Leur taille est d'environ 200 nanomètres pour le N18. Les précipités tertiaires (γ'_{III}) sont des précipités plus petits qui se forment en fin de trempe. Leur taille est principalement contrôlée par le traitement thermique de revenu (20-50 nm pour le N18). Le traitement thermique du N18 «standard» à grains fins est décrit sur la Figure 1.1. La Figure 1.2 présente deux micrographies de la microstructure du N18 standard à petits grains. La taille de grains et les différents types de précipités y sont visibles.

1.1.3 Influence du traitement thermique sur la microstructure

Les paramètres métallurgiques contrôlables par traitements thermiques sont essentiellement :

- la taille de grains,
- la fraction volumique et la taille des γ' primaires,
- la fraction volumique et la taille des γ' secondaires,
- la fraction volumique et la taille des γ' tertiaires.

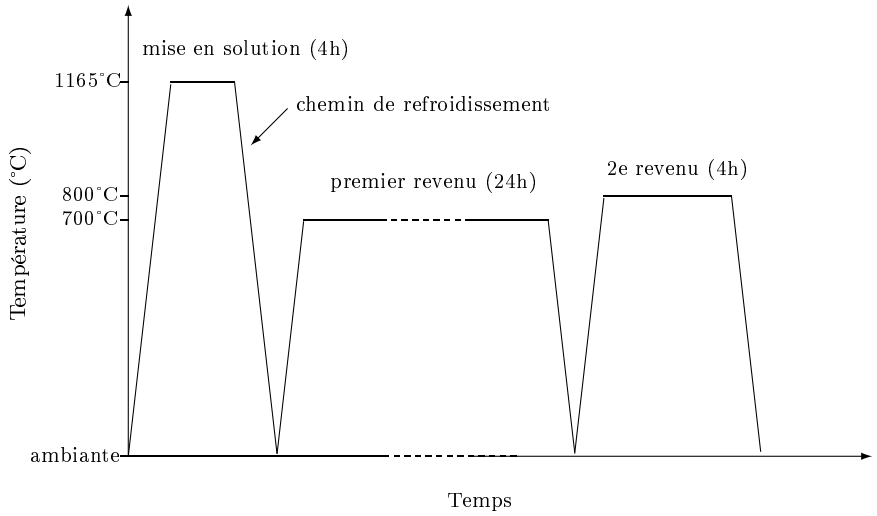


FIG. 1.1. Traitement thermique standard du N18.

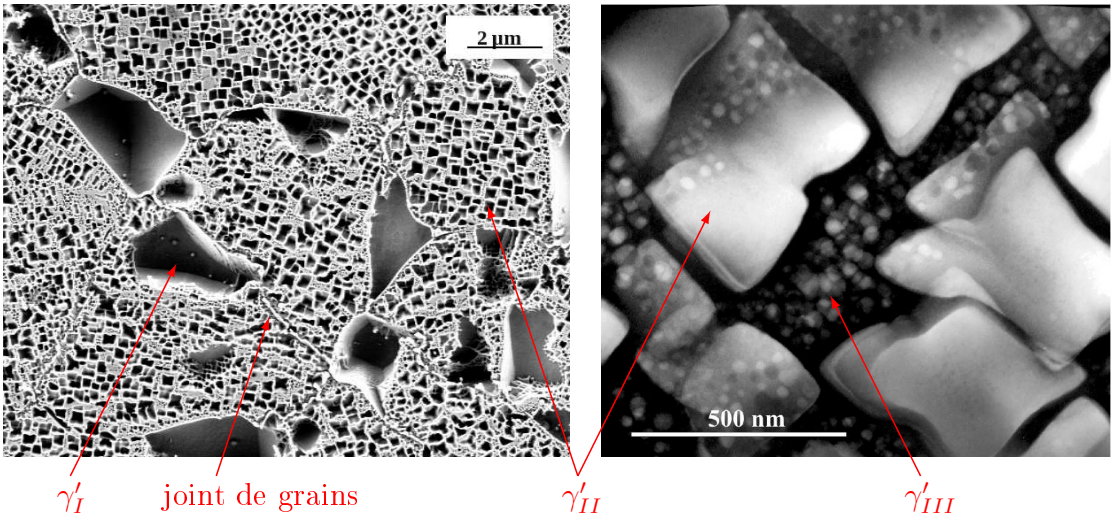


FIG. 1.2. Microstructure standard du N18 à grains fins, à gauche image MEB électrons secondaires [11], à droite image MET en champ sombre [12].

Ces paramètres microstructuraux n'évoluent pas indépendamment dans les superalliages pour disques élaborés par métallurgie des poudres. En effet, la taille de grains dépend fortement de la fraction volumique et de la taille des γ' primaires. De même, il existe des relations fortes entre les fractions volumiques de précipités secondaires et tertiaires de γ'. Par exemple, si une très forte proportion de γ'_{II} a précipité dans le matériau alors la fraction de γ'_{III} est faible, car il ne reste plus suffisamment d'aluminium en solution pour former les précipités tertiaires de γ'. Ces paramètres sont contrôlés par le traitement thermique qui suit le forgeage. L'influence principale de chacune des étapes du traitement thermique sur les paramètres microstructuraux est décrite sur la Figure 1.3.

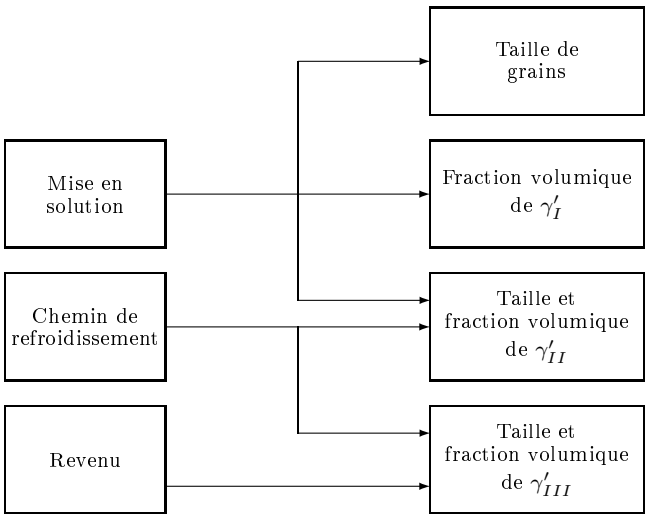


FIG. 1.3. Schéma de l'influence principale des étapes du traitement thermique sur les paramètres microstructuraux.

A l'issue du forgeage isotherme, la microstructure du N18 présente une taille de grains faible de l'ordre de quelques micromètres. Des précipités primaires de γ' de taille comparable à la taille de grains y sont également observés. Le traitement de mise en solution a pour but de contrôler la taille de grains et de dissoudre une fraction des précipités afin d'obtenir une précipitation plus fine et plus contrôlée lors de la trempe. Afin de bien choisir le traitement thermique, il est important de connaître la température de solvus des γ' primaires, c'est-à-dire la température à laquelle les précipités primaires de γ' se dissolvent ($\gamma + \gamma' \rightarrow \gamma$). Si ce traitement est réalisé à une température inférieure à celle de ce solvus (traitement subsolvus) alors une fraction des précipités primaires de γ' n'est pas dissoute lors du traitement. Or ces précipités « épinglent » les joints de grains et gênent donc la croissance des grains. Pour le N18, la taille de grains est alors de 10 à 15 micromètres. Par contre, si le traitement de mise en solution est réalisé à une température supérieure à celle du solvus γ' du N18 (environ 1195°C) tous les précipités primaires de γ' sont dissouts. La croissance des grains n'est donc plus entravée par les précipités. Par contre, du fait de la voie d'élaboration par métallurgie des poudres, la croissance des grains est gênée par les particules situées à la périphérie des grains de poudres obtenus lors de l'atomisation par gaz (« *prior particle boundary* » : ppb). La taille de grains obtenue est donc d'environ 30 à 60 micromètres, c'est-à-dire de l'ordre de la taille des poudres utilisées. La remise en solution partielle ou totale des γ' primaires entraîne également la possibilité de précipiter une plus grande proportion de précipités secondaires et tertiaires de γ'. C'est pourquoi, à vitesse de refroidissement égale, plus un traitement subsolvus est réalisé à une température proche de celle du solvus γ' et plus les γ'_{II} ont une taille élevée [13].

Le chemin de refroidissement influe sur la taille et la fraction volumique des précipités secondaires et tertiaires de γ' et dans certains cas sur l'aspect des joints

de grains. L'effet du refroidissement sur les γ'_{II} a été, par exemple, mis en évidence par Bhowal et al. dans le cas de l'alliage René 95 [14] et par Raisson et Davidson pour le N18 [15]. Plus la vitesse de refroidissement est élevée (ou moins la trempe est différée après sortie du four) et plus les précipités secondaires de γ' sont fins et plus leur fraction volumique est basse. Les refroidissements à vitesse très élevée peuvent conduire à une distribution monomodale (pas de γ'_{III} observés). Ce phénomène a été observé dans le N18 [8] pour des vitesses de refroidissement supérieures ou égales à 600°C/min. Les refroidissements à vitesses lentes (de quelques degrés Celsius à quelques dizaines de degrés Celsius par minute) ou bien des maintiens étagés à haute température entraînent une faible germination et ainsi une forte croissance des précipités secondaires de γ'. Cette croissance peut conduire à des modifications de la morphologie de ces précipités [16].

Les paramètres de maille de la phase γ (a_m) et de la phase γ' (a_p) ne sont pas exactement les mêmes. Il existe donc un désaccord paramétrique ou misfit (δ), défini par la relation :

$$\delta = \frac{2(a_p - a_m)}{a_m + a_p} \tag{1.1}$$

Ce désaccord paramétrique engendre des contraintes au sein du matériau (cf. Figure 1.4). Elles sont partiellement responsables des modifications morphologiques.

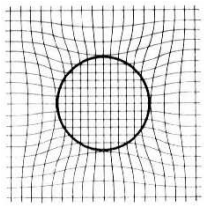


FIG. 1.4. Schéma de l'influence du désaccord paramétrique [17].

La valeur de l'écart paramétrique entre la matrice et les précipités ainsi que la taille des précipités, jouent un rôle sur la morphologie des précipités. Elle peut évoluer de la sphère vers le cube puis si la croissance se poursuit, vers l'octocube (fractionnement). Ces évolutions sont présentées sur la Figure 1.5.

Ces évolutions morphologiques de la précipitation intragranulaire peuvent s'accompagner de la formation de joints de grains dentelés. L'ondulation constatée des joints de grains est due à la croissance préférentielle des précipités secondaires de γ' en contact avec le joint [18, 19, 20]. Une micrographie de ces joints de grains dentelés dans l'Astroloy est présentée sur la Figure 1.6.

La séquence des traitements thermiques pratiquée industriellement se termine par un ou plusieurs revenus. Ce ou ces revenus ont plusieurs fonctions. Tout d'abord, un maintien à température moyenne permet de « relaxer » partiellement les contraintes internes résultant de la trempe de la pièce après le traitement de mise en solution

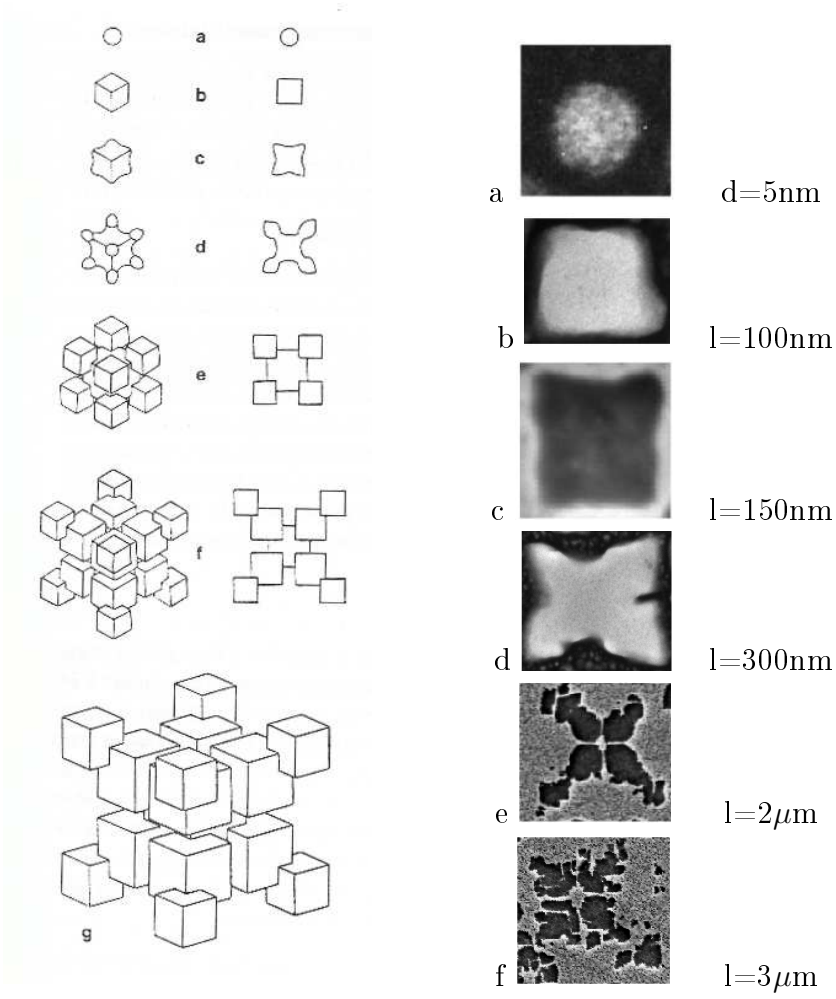


FIG. 1.5. Schéma de l'évolution morphologique des précipités en fonction de leur taille dans les superalliages à base de nickel [16] et micrographies correspondantes de précipités dans le N18. d, diamètre de la particule et l, longueur du côté de la particule.

(traitement de détensionnement). D'autre part, le revenu permet d'ajuster la taille des précipités tertiaires de γ'. Dans le cas d'une population monomodale initiale, il entraîne la précipitation de précipités tertiaires de γ'. Dans le cas d'une population bimodale initiale, il permet la coalescence des précipités tertiaires, dont la taille et la fraction volumique augmentent. Réalisé dans la gamme 600-800°C, il permet de moduler la taille et la fraction de γ'_{III}. Réalisé à des températures supérieures à 800°C, il entraîne la dissolution des γ'_{III} et peut également conduire à la coalescence des γ'_{II}. Enfin, ce traitement peut également permettre de moduler la précipitation des carbures secondaires aux joints de grains. Pour les superalliages pour disques élaborés par métallurgie des poudres, la tendance générale est à la pratique de deux revenus (soit un premier revenu à une température supérieure à celle du second ou l'inverse). Par exemple, le N18 subit un premier revenu à 700°C et un second revenu à 800°C (Figure 1.1). Cependant, des études ont permis de montrer que l'utilisation

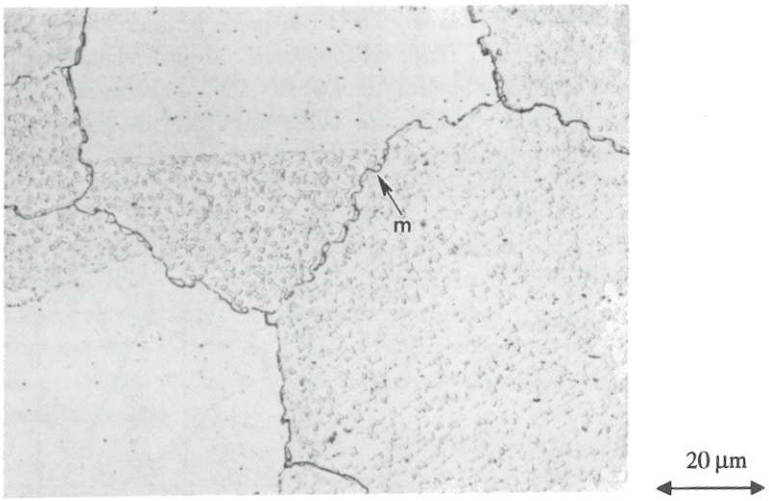


FIG. 1.6. Microstructure de l'Astroloy après refroidissement lent. Présence de joints de grains dentelés. m : dentelures d'amplitude micrométrique. (microscopie optique) [18].

d'un revenu unique optimisé permettait d'atteindre ou de dépasser les résistances mécaniques des matériaux à double revenu [13, 21].

1.1.4 Motivations pour un modèle de précipitation

Le traitement thermique exerce une grande influence sur la microstructure du N18. Or, l'objectif de ce travail est de pouvoir optimiser la microstructure d'un disque de turbine, afin d'obtenir une plus grande durée de vie de la pièce en service. Il est donc important de pouvoir modéliser l'influence du traitement thermique sur la microstructure, afin de pouvoir déterminer le traitement qui correspond à la microstructure optimale.

Par ailleurs, le disque est une pièce massive. De ce fait, la vitesse de refroidissement n'est pas homogène dans le disque, comme on peut le constater sur la demi-coupe d'une préforme de disque schématisée Figure 1.7. Cette disparité entraîne une variation de microstructure d'un point à l'autre du disque, notamment en fonction de la distance à la surface. Les micrographies obtenues par Hochstetter (Figure 1.8) montrent ces variations. Les microstructures aux joints de grains en particulier sont très différentes. Une optimisation de la microstructure du disque doit prendre en compte ces variations de microstructures au sein même du disque. D'où l'utilité d'un modèle de précipitation, qui, couplé à un calcul de thermique, permet de simuler ces variations.

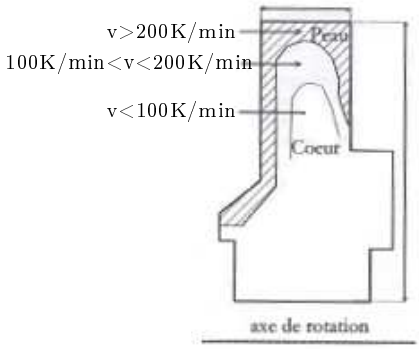


FIG. 1.7. Vitesses de refroidissement dans une demi coupe radiale d'une préforme de disque [6].

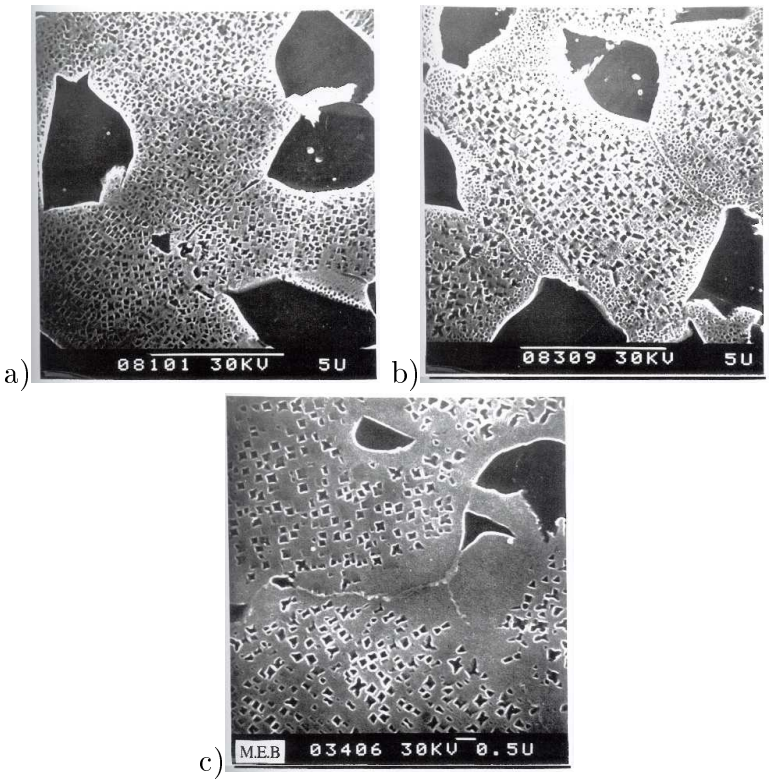


FIG. 1.8. Microstructures du N18 standard à grains fins selon la position dans le disque. a) en cœur de disque, b) intermédiaire, c) en peau de disque [6], (MEB).

Chapitre 2

Implémentation du modèle de précipitation et validation

Un modèle classique de germination/coalescence a été développé pour le N18 dans la thèse de Nathalie Milhet-Gayraud [8]. Il est bien adapté à l'utilisation dans une boucle d'optimisation comme le montre l'étude bibliographique en Annexe A.3. Il est ici recalibré au vu de résultats plus récents obtenus dans la thèse de B. Flageolet [2] et implémenté dans ZeBuLoN. Milhet-Gayraud n'ayant étudié que la trempe des microstructures à petits grains, cette partie a aussi pour but de valider le modèle pour la prévision de la microstructure après revenu et pour la prévision des microstructures à gros grains. A priori le passage à la prévision d'un modèle à gros grains est simple, il suffit d'augmenter la concentration initiale en éléments γ'-gènes dans la matrice. En effet, au cours d'un traitement de mise en solution supersolvus, les précipités de γ' primaires se dissolvent totalement. Cela permet, d'une part, la croissance des grains puisque les précipités n'épinglent plus les joints de grains, et, d'autre part, la dissolution de ces précipités remet en solution les éléments γ'-gènes qu'ils contenaient. Des essais ont cependant été menés pour vérifier cette tendance.

2.1 Présentation du modèle

2.1.1 Les hypothèses du modèle

Le modèle présenté ici, est fait pour calculer la microstructure après une trempe. Il ne calcule donc pas la fraction volumique de γ' primaires intergranulaires déjà présents en début de trempe. En fait, on assimile l'intérieur du grain à un milieu infini (i.e. sans joints de grains : on néglige l'effet du joint de grains et la germination hétérogène aux joints). La fraction volumique de γ' primaires intergranulaires dépend uniquement du temps et de la température de mise en solution. Il est par contre nécessaire de la connaître afin de déterminer la quantité d'éléments γ'-gènes en solution dans la matrice au début de la trempe.

Les hypothèses de base du modèle sont :

- germination homogène,
- pas de croissance,
- coalescence contrôlée par la diffusion de préférence à la réaction d'interface,
- déformation du réseau cristallin négligée (les précipités sont assimilés à des sphères, la différence de paramètre de maille entre γ et γ' est négligée, les précipités n'ont pas entre eux d'interactions élastiques).

2.1.2 Équations de base du modèle

Les équations de base du modèle sont décrites dans l'annexe A.3. Pour l'étape de germination, le taux de nucléation (Jn) et la taille des précipités germés doivent

être calculés. Les équations A.5 et A.6 s'écrivent :

$$R^* = \frac{2\sigma}{\Delta G_V - \Delta G_d} \tag{2.1}$$

$$Jn = \frac{18D}{a_m^4 R^*} \left(\frac{\Delta G^*}{3\pi k_B T} \right)^{1/2} e^{\frac{\Delta G^*}{k_B T}} \tag{2.2}$$

L'évolution de la taille des précipités est donnée par la cinétique de la coalescence :

$$\frac{dR_i}{dt} = \frac{2d_0 D}{R_i^2} \left(\frac{R_i}{R_c^*} - 1 \right) \tag{2.3}$$

où le rayon critique de germination R_c^* est défini par $R_c^* = \frac{2d_0}{\Delta_c}$ et la longueur capillaire d_0 par $d_0 = \frac{2\sigma}{k_b T c_{prec}^2} V_m c_m^{eq}$.

L'équation du mouvement qui donne l'évolution du nombre de précipités dans chaque classe de taille s'écrit :

$$\frac{\delta N_R}{\delta t} = -\frac{\delta}{\delta R}(N_R \frac{\delta R}{\delta t}) + j \tag{2.4}$$

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

2.1.3 Méthode numérique

Écriture discrète des équations

La méthode présentée ici est celle proposée par Myrh et Grong [22]. On note R_i les rayons pour lequel la pente de la fonction de répartition change. R_i et R_{i+1} sont les bornes d'un intervalle sur lequel la fonction est linéaire et son rayon moyen est noté rm_i. dr_i est la taille de l'intervalle, $dr_i = R_{i+1} - R_i$.

L'équation de l'évolution de la distribution est :

$$\frac{\partial N}{\partial t} = -\frac{\partial}{\partial R} \left(N \frac{\partial R}{\partial t} \right) \tag{2.5}$$

En intégrant cette équation en temps et en rayon, il vient :

$$\int_{R_i}^{R_{i+1}} \int_t^{t+\delta t} \frac{\partial N}{\partial t} dt dR = -\int_t^{t+\delta t} \int_{R_i}^{R_{i+1}} \frac{\partial}{\partial R} \left(N \frac{\partial R}{\partial t} \right) dR dt \tag{2.6}$$

$$(N_{R_i}^{t+\delta t} - N_{R_i}^t) dr_i = (N \frac{\partial R}{\partial t}_{R_i} - N \frac{\partial R}{\partial t}_{R_{i+1}}) \delta t \tag{2.7}$$

Le calcul de $N\frac{\partial R}{\partial t}$ dépend du signe de la vitesse de croissance des particules $\left(v = \frac{\partial R}{\partial t}\right)$. Si la vitesse en R_i est négative, les précipités de la classe comprise entre R_i et R_{i+1} ont tendance à partir vers la classe de rayon inférieur, $(N\frac{\partial R}{\partial t})_i$ vaut donc $N_{R_i}\left(\frac{\partial R}{\partial t}\right)_i$. Si au contraire elle est positive, les précipités de la classe comprise entre R_{i-1} et R_i ont tendance à partir vers la classe de taille supérieure, $(N\frac{\partial R}{\partial t})_i$ vaut alors $N_{R_{i-1}}\left(\frac{\partial R}{\partial t}\right)_i$. De même pour la borne supérieure en i+1, si la vitesse de croissance est positive ce sont les précipités de la classe sur laquelle on calcule (R_i à R_{i+1}) qui partent vers la classe supérieure ($(Nv)_{i+1} = N_{R_i}v_{i+1}$), sinon ce sont ceux de la classe supérieure qui diminuent de taille et passent dans la classe considérée ($(Nv)_{i+1} = N_{R_{i+1}}v_{i+1}$).

On peut mettre l'équation (2.7) sous la forme (lorsqu'il n'y a pas d'indice temporel, il s'agit du temps $t + \delta t$) :

$$a_i N_R = c_{i-1} N R_{i-1} + b_i N R_{i+1} + e_i^t N {R_i}^t \tag{2.8}$$

avec a_i, b_i, c_{i-1}, e_i des coefficients qui dépendent de v_{i-1}, v_i et v_{i+1}.

L'écriture de ce système pour tous les rayons, sous forme de matrice, donne une matrice tridiagonale. La solution est alors aisément calculée en utilisant un algorithme de matrice tridiagonale (TDMA) (cf Annexe A.5).

Contrôle du pas de temps

Il existe plusieurs méthodes pour contrôler le pas de temps. Grâce au module **automatic_time de ZeBuLoN, il est possible de contrôler les variations d'une ou plusieurs variables internes. Une valeur maximale est entrée pour la variation de chaque variable choisie. Les pas de temps sont calculés pour ne pas dépasser ces valeurs maximales. Une méthode assez efficace consiste à contrôler la fraction volumique totale et/ou la sursaturation pour éviter une germination trop brutale. Une autre méthode, plus adaptée à la coalescence, consiste à limiter la variation du maximum de matière échangée à chaque pas de temps (ou plus simplement du maximum de $\frac{dr}{dt}$).

Il est également possible de limiter directement le maximum de $\frac{dr}{dt}$ plutôt que sa variation.

2.2 Calibration et validation du modèle

Pour pouvoir utiliser le modèle, il est nécessaire de connaître un certain nombre de paramètres matériau, ceux-ci sont présentés dans le Tableau 2.1. Or une partie de ces paramètres ne sont pas accessibles de manière évidente, comme par exemple

Paramètres matériaux	Variables internes	Principales Sorties
• Volume molaire de γ '	• Vecteur contenant le nombre de précipités dans chaque classe de taille	Soit :
• Énergie d'interface γ/γ'		• Fractions volumiques et les rayons moyens de chaque population de précipités
• Coefficient de diffusion ($D = f(T)$)		
• Concentration d'équilibre en éléments γ '-gènes dans γ ($c_e = f(T)$) et γ'($c_p = f(T)$))	• Fraction volumique totale de précipités	
	• Sursaturation dans la matrice	Soit :
• Énergie libre de formation des précipités (ΔG_p=f(sursaturation))		• Fraction volumique de précipités dans chaque classe de taille
• Concentration initiale en éléments γ'-gènes		

TAB. 2.1. Paramètres matériau nécessaires au modèle, variables internes et principales sorties.

l'énergie d'interface entre γ et γ' ou le coefficient de diffusion moyen des éléments γ'-gènes dans γ. Certes, des fourchettes de valeurs peuvent être trouvées dans la littérature [23, 2, 8], mais l'influence de ces coefficients sur la microstructure est très important. Il est donc nécessaire de calibrer ces valeurs à l'aide de résultats expérimentaux.

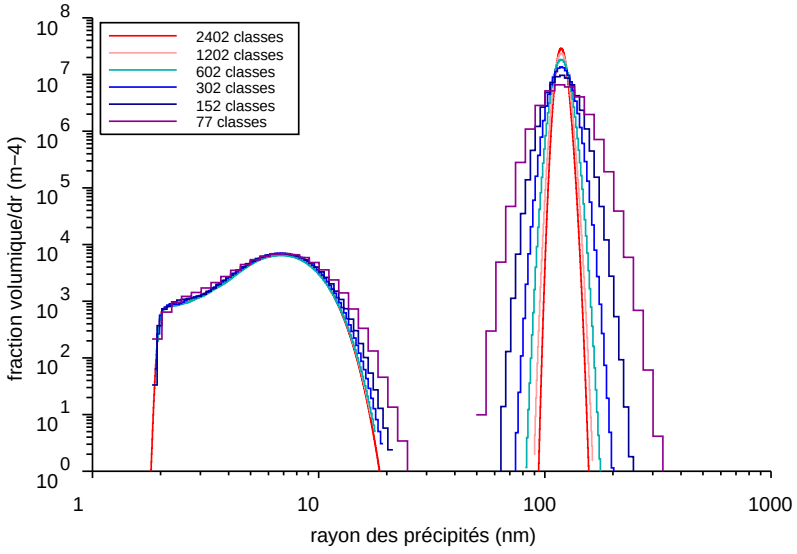
2.2.1 Calibration du modèle

Nombre de classes de taille

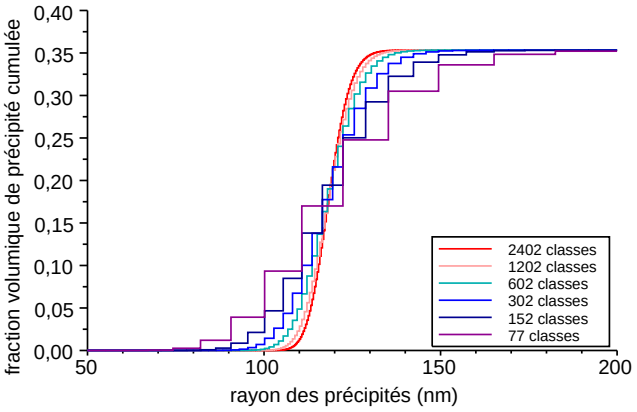
Le nombre de classes de taille contribue à la précision du modèle. Sur la Figure 2.1 sont tracées les courbes de distribution de tailles de précipité et la fraction volumique cumulée. Les deux pics de la Figure 2.1a correspondent aux deux populations de précipités : les γ' tertiaires et les γ' secondaires. Le premier pic, dont le rayon moyen est d'environ 7 nanomètres, correspond aux précipités tertiaires et le second, le plus haut, correspond à la population des précipités secondaires. Quel que soit le nombre de classes de taille, la fraction volumique totale et le rayon moyen des précipités sont les mêmes. L'écart type autour du rayon moyen est par contre fonction du nombre de classes de taille. Plus on augmente le nombre de classes, plus la précision du modèle est grande et plus l'écart type diminue. Cependant, l'écart type autour de cette valeur n'est pas une donnée d'entrée du modèle de comportement. Seules la taille moyenne et la fraction volumique moyenne de chaque population de précipités sont utilisées par la suite dans le modèle de comportement développé dans ce mémoire (cf. Partie III). Le tableau c de la Figure 2.1 montre que dès 77 classes de taille la précision est satisfaisante, pour ce qui est des fractions volumiques et de la taille des précipités de γ'_{III}. Par contre, la précision est moins satisfaisante pour la taille des précipités de γ'_{II}. Il y a 7 nanomètres d'écart entre la taille trouvée avec 2402 classes et 77 classes. Cependant, dès 152 classes, cet écart ne dépasse pas 3 nanomètres. Cette valeur est donc déjà plus précise que la précision expérimentale obtenue par

l'analyse d'images. Il est donc possible de se contenter de 152 classes de taille, donc d'environ 160 variables internes.

a)



b)



c)

nombre de classes de taille	fraction volumique de γ'_{II} (%)	rayon moyen de γ'_{II} (nm)	fraction volumique de γ'_{III} (%)	rayon moyen de γ'_{III} (nm)
2402	35,3	119	$4{,}0e^{-3}$	7
1202	35,3	119	$4{,}0e^{-3}$	7
602	35,3	119	$3{,}8e^{-3}$	7
302	35,3	119	$4{,}2e^{-3}$	7
152	35,3	122	$4{,}4e^{-3}$	8
77	35,3	126	$4{,}8e^{-3}$	8

FIG. 2.1. Résultats de simulations de la précipitation à la fin d'une trempe 180°C/min pour différents nombres de classes de taille pour du N18 à petits grains. a) Fraction volumique de phase précipitée en fonction de la taille des précipités, échelle logarithmique. b) Fraction volumique cumulée en fonction de la taille des précipités. c) Tailles et fractions volumiques moyennes des différentes populations de précipités.

Concentration d'équilibre en éléments γ'-gènes dans la matrice

Le diagramme de phases Ni-Al permet de calculer la fraction volumique d'équilibre, c_m^{eq}, pour une température donnée. Le diagramme de phases du binaire Ni-Al est connu, mais il ne constitue pas une très bonne approximation de celui du N18, beaucoup plus complexe, du fait des nombreux éléments d'alliage.

Milhet-Gayraud a calculé la concentration d'équilibre en éléments γ'-gènes dans le N18 à petits grains à partir d'expériences de dissolution réalisées par la SNECMA [8], ce qui permet une meilleure approximation de c_m^{eq}. Ces données fournissaient des informations pour des températures allant de 1165°C à 850°C. La concentration d'équilibre a été extrapolée linéairement entre 1190°C et 1165°C et entre 850°C et l'ambiante.

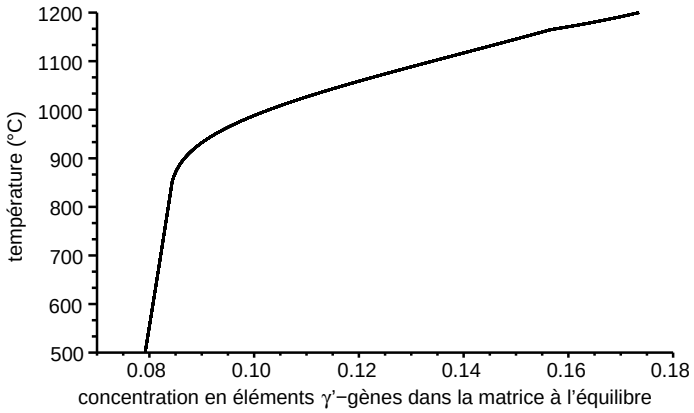


FIG. 2.2. Concentration en éléments γ'-gènes dans la matrice à l'équilibre en fonction de la température [8].

Les équations de cette courbe avec T la température en degrés Celsius sont :

Pour des températures comprises entre 1190°C et 1165°C :

$$f_{eq} = 0,135623085\frac{1190 - T}{1190 - 1165} \tag{2.9}$$

Pour des températures comprises entre 1165°C et 850°C :

$$f_{eq} = -(7,98e^{-9})T^3 + (1.9277e^{-5})T^2 - (1,5543e^{-2})T + 4,697706 \tag{2.10}$$

Pour des températures inférieures à 850°C

$$f_{eq} = 0,56 - (0,56 - 0,513071)\frac{T + 273,15}{850 + 273,15} \tag{2.11}$$

La concentration se déduit de la fraction volumique d'équilibre au moyen de l'équation suivante :

$$c_m^{eq} = \frac{c_{ini} - 0,25f_{eq}}{1 - f_{eq}} \tag{2.12}$$

où c_{ini} désigne la concentration initiale (état monophasé) en éléments γ'-gènes, f_{eq} la fraction volumique d'équilibre en éléments γ'-gènes, T la température en degré Celsius, le coefficient $0,25$ vient du rapport stœchiométrique entre aluminium et nickel dans le précipité (principalement constitué de Ni_3Al).

Énergie d'interface γ/γ'

L'énergie d'interface est un paramètre très difficile à évaluer expérimentalement. La littérature fournit des valeurs comprises entre $0,014$ $J.mol^{-1}$ et $0,09$ $J.mol^{-1}$ pour les superalliages à base de nickel, comme le précise Flageolet [2]. Cette plage de valeur est très large. L'énergie d'interface est un paramètre critique : un faible changement de sa valeur conduit à une précipitation très différente. Faute de données spécifiques pour le N18, l'énergie d'interface est choisie de telle sorte que la température de début de précipitation calculée corresponde à la température expérimentale mesurée par Milhet-Gayraud [8]. Elle considère que la température de début de précipitation mesurée correspond à une fraction volumique de précipités de 0,1%. La température de début de précipitation calculée correspond donc, non pas à la température où apparaissent les premiers germes, mais à celle où la fraction volumique de précipités atteint 0,1%.

Sur la Figure 2.3, la température de début de précipitation pour différentes valeurs de l'énergie d'interface comprises entre $0,014$ $J.m^{-2}$ et $0,06$ $J.m^{-2}$ est tracée. Les calculs ont été réalisés avec une énergie d'activation de la diffusion E_a égale à 316000 $J.mol^{-1}$ et un coefficient pré-exponentiel de diffusion D_0 égal à $0{,}0164$ $m^2.s^{-1}$ ($D = D_0 exp(\frac{-E_a}{RT})$). La valeur d'énergie d'interface qui correspond à l'expérience est $0{,}024$ $J.m^{-2}$. On retrouve des courbes assez similaires pour les paramètres de la diffusion choisis par Milhet-Gayraud (E_a=267500 $J.mol^{-1}$ et D_0=0,000187 $m^2.s^{-1}$).

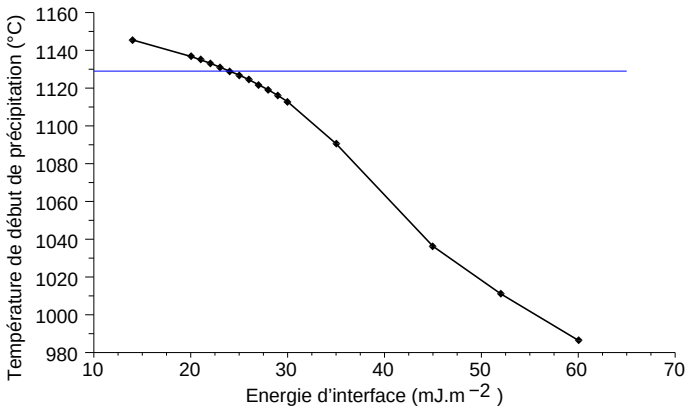


FIG. 2.3. Température de début de précipitation en fonction de la valeur de l'énergie d'interface σ lors d'une trempe à 180K/min. Le trait horizontal indique la valeur expérimentale.

L'énergie d'interface joue également un rôle très important sur la taille et la fraction volumique des précipités, comme le montre la Figure 2.4. La taille expérimentale des précipités pour cette trempe est d'environ 180 nanomètres de côté. Le rayon équivalent d'une sphère de même volume est donc de 110 nanomètres. Cette valeur correspond bien à celle obtenue pour une énergie d'interface de 0,024 $J.m^{-2}$. La valeur de la fraction volumique, présentée sur la Figure 2.4b, elle, ne permet pas de faire un choix puisque la valeur obtenue correspond assez bien à l'expérience (environ 35%) pour une large gamme de valeurs d'énergie d'interface.

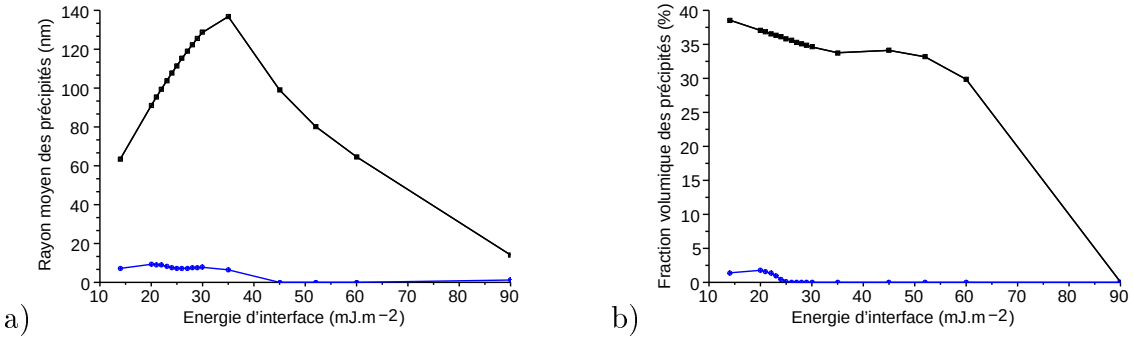


FIG. 2.4. Rayon moyen (a) et fraction volumique (b) des précipités secondaires (carré noir) et tertiaires (rond bleu) après modélisation d'une trempe à 180K/min pour le N18 petits grains en fonction de l'énergie d'interface.

Coefficient de diffusion

Un jeu de coefficients différent a été testé pour la diffusion des éléments γ'-gènes dans le nickel, étant donné que Milhet-Gayraud ne s'appuyait pas sur un coefficient calculé sur du N18, mais sur le binaire Ni-Al. Les travaux effectués par Flageolet sur le N18 lui ont permis de calculer un intervalle pour le coefficient de diffusion sur la plage de température 700 à 800°C pour cet alliage. L'énergie d'activation qu'il trouve est plus élevée (environ 335000 $J.mol^{-1}$ au lieu de 267500 $J.mol^{-1}$), et cohérente avec d'autres travaux effectués sur d'autres superalliages [2].

Une partie des calculs a été reprise avec une diffusion calculée pour une énergie d'interface de 0,015 $J.m^{-2}$. Pour cette valeur de l'énergie, la diffusion à 700°C est de $1,73.10^{-19}$ $m^2.s^{-1}$ et à 800°C de $9,83.10^{-18}$ $m^2.s^{-1}$, ce qui correspond à une énergie d'activation de 316000 $J.mol^{-1}$ et à un coefficient de diffusion D_0 de $0,0164$ $m^2.s^{-1}$. En reprenant la valeur de l'énergie d'activation déterminée par Flageolet (335000 $J.mol^{-1}$), D_0 vaut $0,19$ $m^2.s^{-1}$.

La Figure 2.5 donne l'évolution du coefficient de diffusion en fonction de la température pour ces trois jeux de coefficients. On constate que le coefficient de diffusion calculé sur le N18 (diffusion 2) est plus élevé que celui du binaire pour les températures élevées (>1050°C) mais plus faible pour les températures auxquelles sont

réalisés les revenus. Ce coefficient de diffusion plus faible entraîne une coalescence plus faible des γ' secondaires pendant les revenus ce qui permet donc à la population de tertiaires de croître sans qu'ils ne soient dissouts à cause de l'augmentation du rayon de germination. (Si la taille des secondaires augmente, la fraction volumique augmente entraînant, à température constante, une diminution de la sursaturation, et donc une augmentation du rayon critique de germination des γ'_{III}. Or, tous les précipités plus petits que le rayon critique de germination sont dissouts).

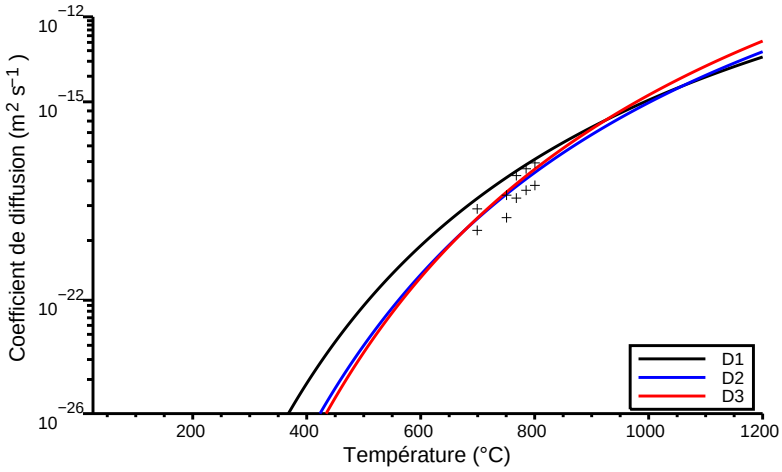


FIG. 2.5. Évolution des différents coefficients de diffusion testés en fonction de la température. Les croix représentent les minima (pour $\sigma = 0,015 J.mol^{-1}$) et maxima (pour $\sigma = 0,090 J.mol^{-1}$) du coefficient du diffusion calculés par Flageolet [2]. D1 est calculée avec $D_0 = 0,000187 m^2.s^{-1}$ et $E_a = 267500 J.mol^{-1}$, D2 est calculée avec $D_0 = 0,0164 m^2.s^{-1}$ et $E_a = 316000 J.mol^{-1}$, D3 est calculée avec $D_0 = 0,19 m^2.s^{-1}$ et $E_a = 335000 J.mol^{-1}$.

Le choix du coefficient de diffusion influe très peu sur la température de début de précipitation comme le montre la Figure 2.6a. (Le choix de l'énergie d'interface étant fixé par une température de début de précipitation de 1129°C pour une vitesse de trempe de 180°C/min). Par ailleurs, l'écart avec l'expérience est assez important (jusqu'à 10°C) notamment pour les vitesses de trempe très élevées (>1000°C/min). Il est probable que le modèle de germination homogène soit un peu trop simpliste pour bien rendre compte des phénomènes complexes qui se produisent à ce moment de la trempe. Il est même possible, qu'en fait de germination, il y ait plutôt démixtion spinodale. Par contre, le modèle rend parfaitement compte des tailles des précipités en fin de trempe pour une large gamme de vitesses de trempe (20 à 10200°C/min) comme le montre la Figure 2.6b.

La diffusion peut avoir une influence importante sur la taille de précipités secondaires de γ' comme le montre la Figure 2.6b. En particulier, la valeur de ce coefficient entre 950 et 1100°C est capitale comme le montre la diffusion D3. Ce qui est logique lorsque l'on considère qu'à 950°C, même dans le cas d'une trempe à l'eau, 90% des précipités sont déjà formés.

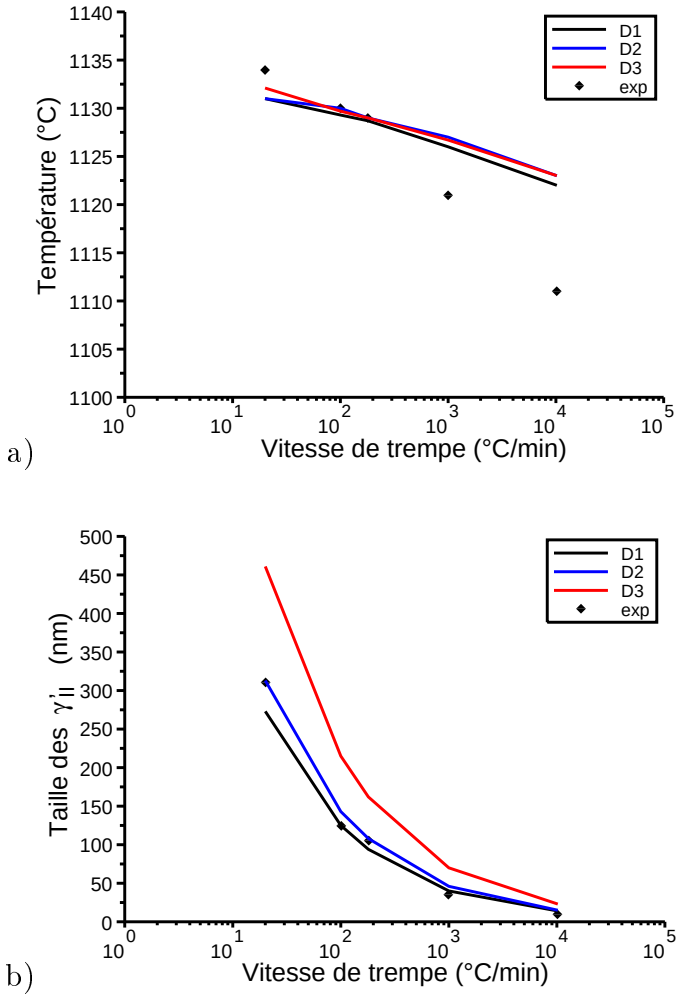


FIG. 2.6. Influence de la diffusion sur la température de début de précipitation (a) et sur la taille des précipités secondaires (b). D1 est $D_0 = 0,000187 m^2.s^{-1}$ et $E_a = 267500 J.mol^{-1}$, D2 est $D_0 = 0,0164 m^2.s^{-1}$ et $E_a = 316000 J.mol^{-1}$, D3 est $D_0 = 0,19 m^2.s^{-1}$ et $E_a = 335000 J.mol^{-1}$.

La diffusion joue un rôle central lors de la coalescence des précipités tertiaires. La diffusion du binaire Ni-Al (D1) trop forte pour les températures inférieures à 1000°C entraîne l'absence de précipités tertiaires même après le revenu standard. Or, expérimentalement, une précipitation très fine est observée entre les précipités secondaires dans la microstructure brute de trempe à 180K/min. Ces précipités coalescent et grossissent lors d'un revenu standard pour former des sphères de rayon d'environ 25 nanomètres.

Perrut [24] obtient de meilleurs résultats sur la précipitation des γ'_{III} en prenant en compte l'effet de chaleur latente dégagée par la transformation de phase γ -> γ'+γ. Cette approche nécessite de coupler le calcul thermique et le calcul de microstructure. Le calcul de la microstructure nécessite alors des moyens de calculs

plus conséquents.

Hypothèse de Langer et Schwartz

Langer et Schwartz [25] considèrent que les précipités de taille inférieure au rayon critique de germination se redissolvent immédiatement. L'introduction de cette hypothèse ne provoque aucun changement lors de la modélisation d'une trempe, mais entraîne quelques instabilités (redissolution brutale d'un grand nombre de précipités, lors d'une augmentation du rayon critique de germination) lors de la modélisation des revenus. Les modifications induites par cette hypothèse étant mineures, il a été décidé de ne pas l'intégrer au modèle.

2.2.2 Validation du modèle

Essais sur éprouvette

Le Tableau 2.2 compare les résultats des simulations de précipitations obtenus avec le modèle recalibré à ceux obtenus expérimentalement par Milhet-Gayraud [8]. Ce modèle donne de bons résultats vis-à-vis d'une trempe linéaire mais est un peu moins bon dans le cas des trempes étagées. Or, ce matériau subit une trempe à l'huile différée, c'est-à-dire qu'il est trempé quelques secondes à l'air avant d'être trempé à l'huile. Il y a donc un changement de vitesse de trempe alors que la température du disque est encore très élevée, pendant la phase de germination. Par ailleurs ces modèles ont été conçus pour de faibles fractions volumiques de précipités, ce qui n'est pas le cas de la présente application. On néglige de plus l'effet de chaleur latente de transformation et des interactions élastiques dues au désaccord paramétrique. Toutes ces raisons incitent à un peu de prudence lorsque l'on simule des chemins de trempe peu conventionnels.

La Figure 2.7 montre la distribution de précipités dans les classes de taille pour trois traitements thermiques différents. Pour chacune des vitesses de trempe deux pics sont représentés, le plus à droite correspond aux précipités secondaires et l'autre aux précipités tertiaires plus petits. Sur cette Figure l'intégrale des pics représente la fraction volumique. Elle illustre l'augmentation de la taille des deux populations de précipités lorsque la vitesse de trempe diminue. On observe également que la fraction volumique de précipités tertiaires est beaucoup plus faible que la fraction volumique de précipités secondaires.

Validation du modèle sur disque

Une investigation de la précipitation au sein d'un disque a été menée par la SNECMA en 1998. Le traitement thermique appliqué aboutit à une microstructure à petits grains. L'évolution de la température a été mesurée en plusieurs points du

vitesse de trempe		fraction vol. de γ'_{II} (%)	côté de γ'_{II} (nm)	fraction vol. de γ'_{III} (%)	côté de γ'_{III} (nm)
20 K/min	expérimental	≈40	300-750		5-50
	calcul 1	36,3	504	1,56	29
100K/min	expérimental	≈40	180-250		3-30
	calcul 1	38,3	235	2,9	19
180K/min	expérimental	≈40	150-180		3-30
	calcul 1	36,1	174	0,5	8
480K/min	expérimental	≈40	45-145(70)	?	?
	calcul 1	36,0	67(sph)108(cube)	0,1	4
1000K/min	expérimental	≈40	35-135(50)	0	x
	calcul 1	35,9	46(sph)74(cube)	0,08	3
10200K/min	expérimental	<40	15-25	0	x
	calcul 1	35,0(sph)	16	0,1	2

TAB. 2.2. Comparaison des résultats expérimentaux et des résultats de calculs de microstructures sur le N18 à petits grains. Données expérimentales provenant de [8].

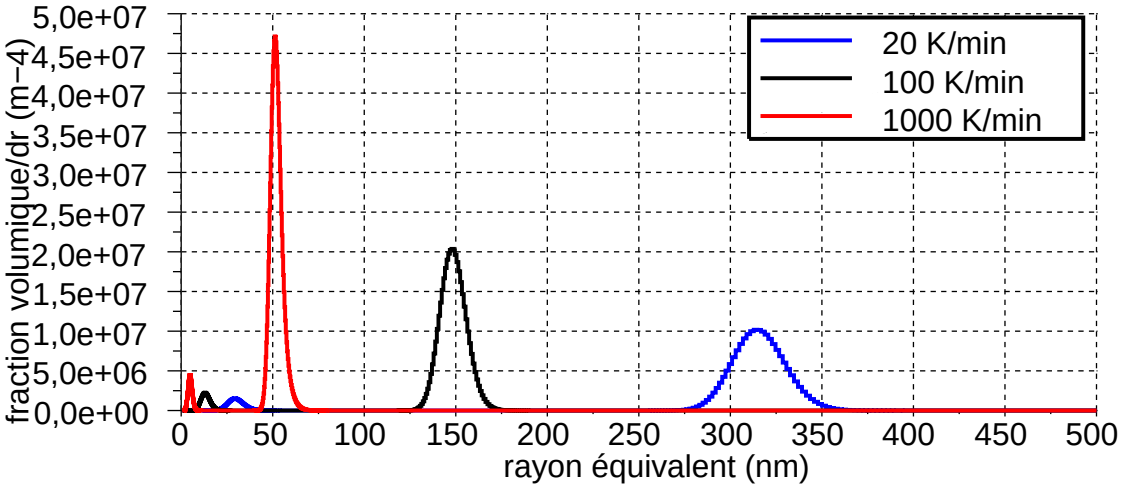


FIG. 2.7. Distribution des tailles de précipités après trempe pour trois microstructures à petits grains. La vitesse de trempe correspondant à chaque microstructure est inscrite dans la légende, il n'y a pas de revenu.

disque au cours du traitement thermique et la microstructure résultante a été observée au MEB. Les microstructures ont été calculées à l'aide du modèle de précipitation dans deux cas : en premier lieu à partir des mesures expérimentales de températures (validation 1) et dans un second temps à partir des températures calculées au moyen d'un calcul thermique de la trempe du disque par éléments finis (validation 2). Le tableau 2.3 présente les résultats obtenus.

N° du point	validation	f γ'_{II}	t γ'_{II}	f γ'_{III}	t γ'_{III}	f γ'_{IV}	t γ'_{IV}
1	expérimental	faible	250-500	forte	50-120	-	<30
	validation 1	22,4	224	14,7	30	0	x
	validation 2	22,9	214	15,1	33,2	0	x
2	expérimental	forte	200-400	-	10-40	0	x
	validation 1	19,8	285	16,8	64	0,02	7
	validation 2	32,3	218	5,7	24	0	x

TAB. 2.3. Comparaison en deux points du disque des microstructures observées (expérimental), calculées avec la température expérimentale (validation 1) et calculées à partir de la température issue de la modélisation de la trempe par éléments finis (validation 2). « t » désigne la taille de précipité (en mm) et « f » la fraction volumique (en %). « γ'_{IV} » désigne une population de γ' quaternaire.

Validité du modèle

Le modèle est donc très précis pour les trempes linéaires (à vitesses de refroidissements constantes) pour une large gamme de températures. Il l'est un peu moins pour les trempes étagées mais donne néanmoins les bonnes tendances. Bien qu'il soit probable que le modèle sous-estime la fraction volumique de précipités tertiaires, il a été impossible de le vérifier car les précipités tertiaires sont trop petits pour permettre une mesure fiable de leur fraction volumique. Seuls Wlodek *et al.* [26] l'ont mesurée, en séparant la matrice et les précipités puis en séparant les différentes populations par sédimentation et/ou centrifugation.

Par ailleurs, afin d'obtenir une bonne précision sur le calcul du gradient microstructrural du disque, il est essentiel de pouvoir modéliser avec précision l'évolution des températures à l'intérieur du disque. Cela implique d'avoir confiance dans les valeurs de coefficients de capacité calorifique, de conductivité thermique, et de convection.

Le Tableau 2.4 récapitule les coefficients utilisés pour le calcul de microstructure.

$\Delta G_p = dgp1 * dc + dgp2 * dc^2 + dgp3 * dc^3$ $(J.m^{-3})$			$D = D_0 exp(\frac{-E_a}{RT})$ $(m^2.s^{-1})$	
dgp1	dgp2	dgp3	E_a $(J.mol^{-1})$	D_0 $(m^2.s^{-1})$
19432,54	-561508,0	7495591,0	316000	0,0164

σ	V_m	c_{Al}^{ini}
$J.m^{-2}$	$m^3.mol^{-1}$	
0,024	7,5e-6	0,1693254

TAB. 2.4. Récapitulatif des coefficients du modèle de précipitation. (*dc* désigne la sursaturation $(c_m - c_m^{eq})$).

2.3 Campagne expérimentale sur le superalliage N18 à gros grains

2.3.1 Matrice d'essais

Les essais suivants ont été réalisés pour contrôler le modèle ainsi que pour trouver le traitement thermique correspondant aux différentes microstructures que l'on souhaite étudier. L'objectif était de ne modifier qu'un seul des paramètres microstructuraux (taille et fraction volumique des deux populations de précipités) sur chaque microstructure afin de pouvoir étudier l'effet sur le comportement mécanique en fatigue de chacun des paramètres séparément. Le traitement thermique correspondant à la dernière microstructure (à gros γ'_{II}) a, quant à lui, été déterminé grâce au modèle de précipitation.

En dehors du contrôle de la taille de précipités, le traitement thermique peut avoir des effets indésirables sur la microstructure, tels que l'apparition de phases TCP (topologically closed-packed) aux joints et/ou dans les grains ou la croissance anormale de grains. En effet, les phases TCP sont fragiles et pourraient dégrader le comportement du matériau. De ce fait, on cherche à minimiser leur présence. La croissance anormale de grain est probablement liée à l'utilisation de débouchures de flasques pour prélever les échantillons : la vitesse de déformation est probablement plus importante dans cette partie non-contrôlée (car non-utilisée) de la préforme.

La matière première provient de débouchures de flasques fournies par la SNECMA.

2.3.2 Microstructures étudiées

Microstructure à gros grains standard

Cette microstructure est destinée à être facilement comparable à la microstructure standard du N18 à grains fins, en terme de taille et de fraction volumique des populations de précipités. Pour cela, on souhaite qu'elle ait approximativement les mêmes tailles de précipités mais une taille de grains correspondant au traitement supersolvus (50 μm). Le traitement thermique appliqué est donc le suivant : une mise en solution de 2 heures à 1200°C (la température de solvus de γ' dans le N18 est de 1195°C), puis une trempe à l'air et le double revenu appliqué au N18 standard (700°C pendant 24 heures puis 800°C pendant 4 heures). Cette microstructure est présentée sur la Figure 2.8.

Cette microstructure servira de référence.

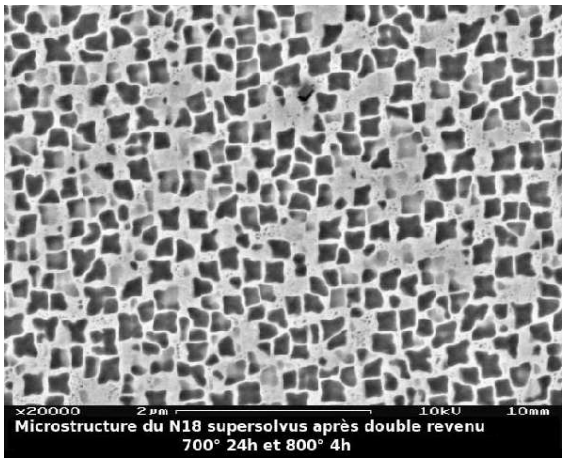


FIG. 2.8. Microstructure du N18 à gros grains standard (MEB, électrons secondaires).

Microstructure sans précipités tertiaires de γ'

D'après Flageolet [2], une microstructure sans précipités tertiaires de γ' dans le N18 peut être obtenue par un vieillissement à haute température, car ces précipités sont thermodynamiquement instables. Cependant, un vieillissement de longue durée entraîne l'apparition de phases TCP (σ et μ) et un vieillissement à haute température entraîne un grossissement des précipités secondaires et des modifications de leur forme. Les phases topologiquement compactes (TCP) sont fragiles et risquent de dégrader le comportement en fatigue. La modification des précipités secondaires n'est pas souhaitable non plus, car les résultats obtenus seraient alors difficiles à interpréter. Le but est de ne modifier qu'un seul paramètre microstructural à la fois afin d'identifier clairement les effets de chacun d'eux. Une variation de la durée de vie ou du comportement pourrait en effet être due à l'absence de tertiaires ou à l'évolution morphologique des secondaires. Il faut donc trouver un compromis entre la disparition des précipités tertiaires, l'apparition de phases TCP et la modification morphologique des précipités secondaires.

Trois revenus d'une durée d'une heure ont été appliqués après un traitement de mise en solution à 1200°/C suivi d'un refroidissement à l'air, le premier à une température de 900°C (2a), le second à une température de 950°C (2b), le troisième à une température de 1000°C (2c). Les résultats de ces expériences sont les suivants :

- La forme des précipités secondaires évolue, notamment après le traitement à 1000°C. Ils deviennent plus cubiques, en perdant les excroissances (Figure 2.9).

- Des phases topologiquement compactes (phases TCP) apparaissent aux joints de grains pour les trois échantillons, mais elles restent très localisées. La taille de ces précipités de phases TCP augmente avec la température (Figure 2.10).

- Les précipités commencent à s'aligner, préfigurant une mise en radeaux, pour le revenu à 1000°C, à cause des contraintes entre les grains (les grains sont orientés

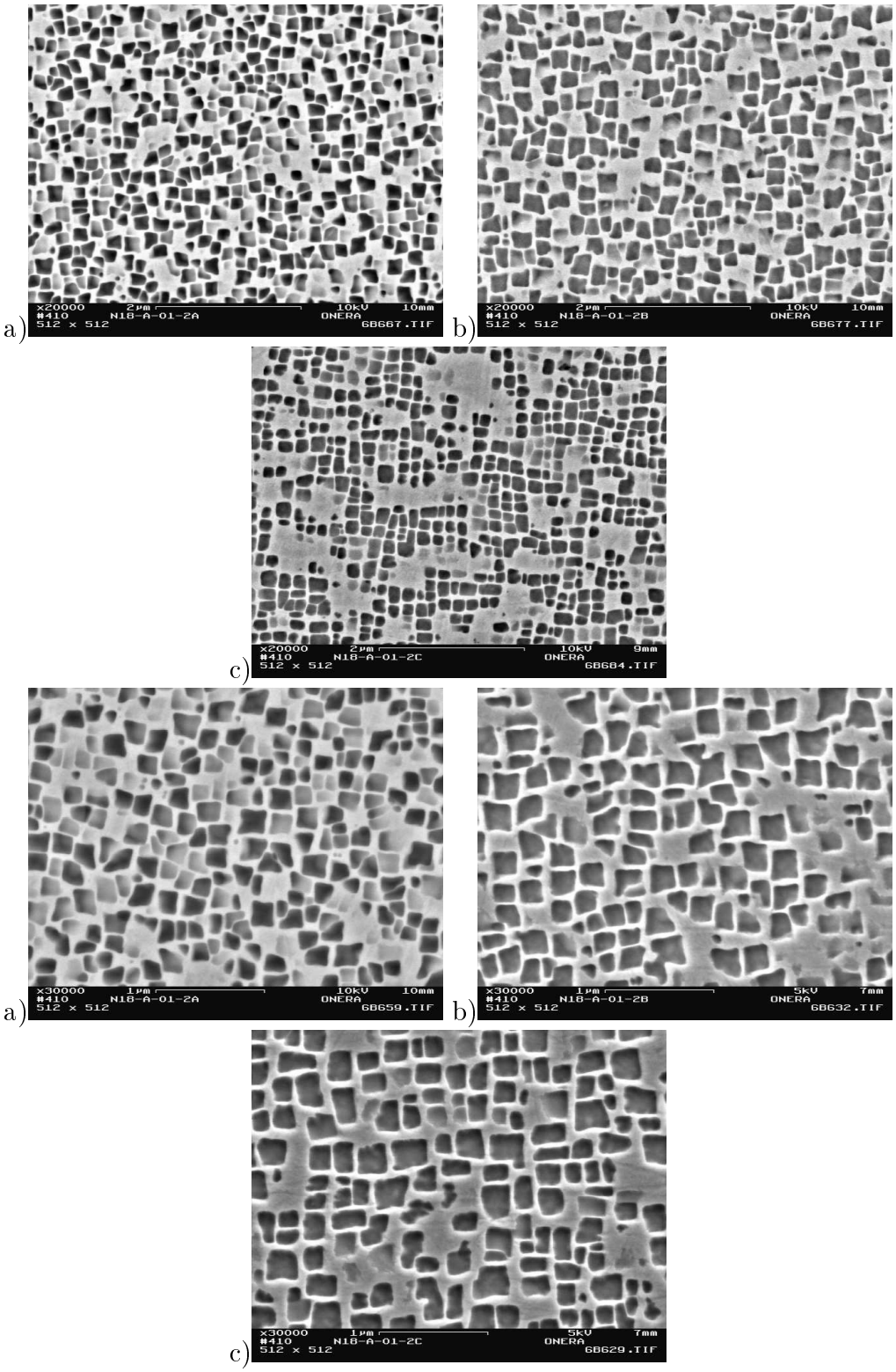


FIG. 2.9. Précipités secondaires de phase γ' après différents revenus appliqués à un échantillon de N18 mis en solution à 1200°C pendant 2 heures et trempé à l'air (MEB). a) 1h à 900°C, b) 1h à 950°C, c) 1h à 1000°C.

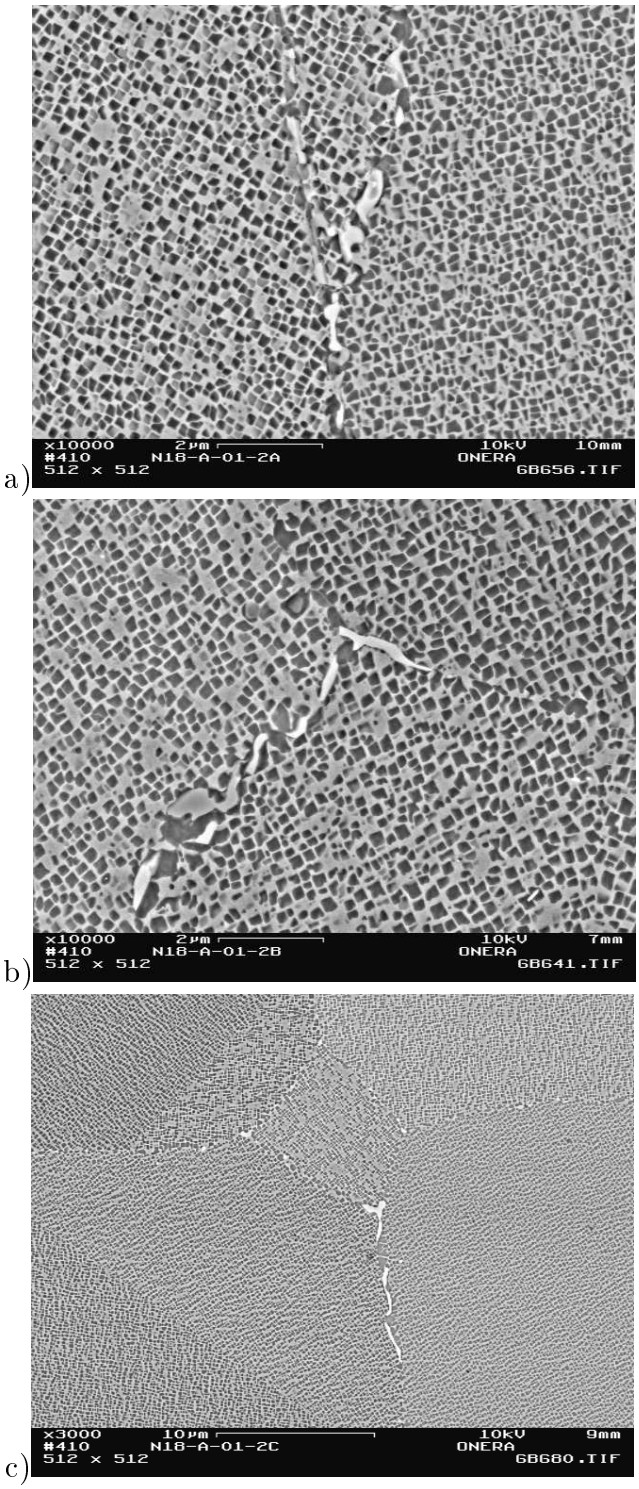


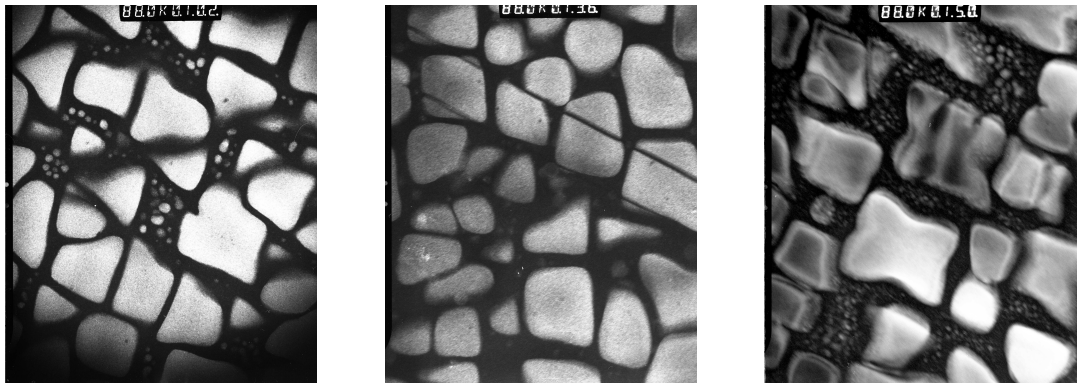
FIG. 2.10. Précipités de phase TCP situés aux joints de grains dans une éprouvette ayant subie une mise en solution à 1200°C pendant 2 heures suivie d'une trempe à l'air (MEB) puis d'un revenu de a) 1h à 900°C, b) 1h à 950°C, c) 1h à 1000°C.

différemment) (Figure 2.10).

La microstructure retenue est donc celle qui est issue du traitement thermique à 900°C. Il permet de faire disparaître pratiquement tous les précipités tertiaires de γ', conduit à la précipitation de phases topologiquement compactes la plus fine en taille et la plus faible en fraction volumique, et ne modifie pas ou très peu les secondaires (cf. Figures 2.9 et 2.11).

Microstructures avec des précipités tertiaires de γ' plus fins

Pour obtenir une microstructure avec des précipités tertiaires plus fins, un revenu à basse température (650°C pendant 4 heures) est appliqué après un traitement de mise en solution à 1200°C suivi d'une trempe à l'air. Sa faible température limite la coalescence des précipités tertiaires de γ'. La Figure 2.11 confirme que la microstructure résultant de ce revenu à basse température permet d'avoir des précipités tertiaires de γ' de taille très faible (quelques nanomètres), sans modifier les précipités secondaires de γ'.



microstructure « standard »

microstructure sans précipités tertiaires de γ'

microstructure avec précipités tertiaires de γ' fins

200 nm

FIG. 2.11. Microstructures du N18 à gros grains (mise en solution : 1200°C pendant 2h puis trempe à l'air) après trois types de revenu : standard (700°C/24h +800°C/4h), sans précipités tertiaires de γ' (900°C/1h) et avec précipités tertiaires de γ' fins (650°C/4h), (Microscope électronique en transmission, champ sombre).

Microstructure avec des précipités secondaires de γ' plus fins

La microstructure avec des précipités secondaires de γ' plus fins que 200 nm de côté est difficile à obtenir. Si l'on refroidit un peu plus vite (à l'huile, à 400°C/min) les précipités secondaires ne sont pas significativement plus fins que ceux obtenus

avec le traitement standard. Mais si l'on refroidit trop vite, des tapures de trempe apparaissent. Ces fissures rendent l'éprouvette inapte à un test de fatigue. Néanmoins, pour une trempe à l'eau ces fissures ne pénètrent pas jusqu'au cœur de l'ébauche et peuvent donc être éliminées lors de l'usinage de l'éprouvette de fatigue.

La microstructure obtenue à la suite de cette trempe est présentée sur la Figure 2.12. Trois populations de précipités peuvent y être distinguées. De gros précipités d'une taille d'environ 200 nm sont en fraction volumique assez faible, les précipités les plus fréquents ont une taille de 50 à 100 nm et les petits tertiaires ont une répartition de taille allant de 5 à 30 nm.

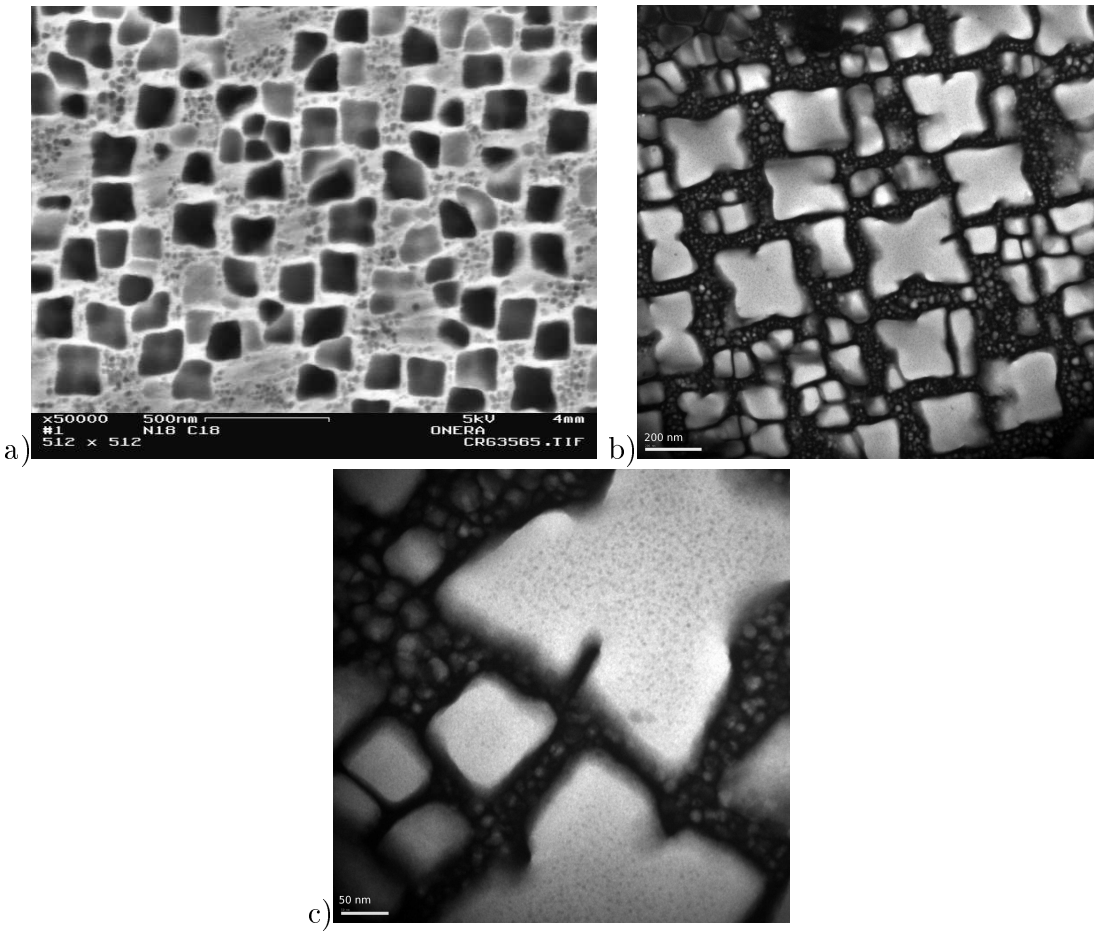


FIG. 2.12. Microstructure du N18 après un traitement de mise en solution à 1200°C suivi d'une trempe à l'eau suivi d'un double revenu standard (700°C/24h et 800°C/4h), a) obtenue en microscopie électronique à balayage, b) et c) obtenue en microscopie électronique en transmission (champ sombre).

Microstructure monomodale avec des précipités secondaires de γ' très gros

Afin de déterminer le comportement de la matrice indépendamment de celui du précipité, une microstructure sans précipités tertiaires de γ' mais avec de très gros précipités secondaires de γ' a été réalisée. En effet, ces gros précipités durcissent moins la matrice, on pourrait donc assimiler le comportement mécanique du N18 avec cette microstructure à celui de la matrice. Cependant, en raison de la croissance des précipités en forme d'octocube, les précipités se subdivisent et durcissent de manière encore non négligeable la matrice.

On appellera cette microstructure « N18 à gros γ'_{II} ». Sa microstructure est présentée sur la Figure 2.13.

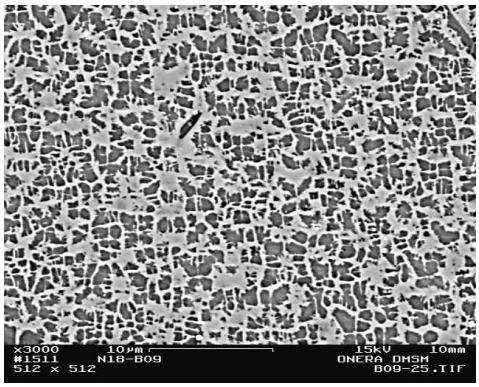


FIG. 2.13. Microstructure du N18 après un traitement de mise en solution à 1200°C suivi d'une trempe à 4°C/min jusqu'à 1000°C puis 1°C/min jusquà 900°C puis une trempe à l'air (MEB).

Microstructure après trempe à l'huile

La microstructure de la Figure 2.14 a été obtenue après une trempe à l'huile. Les premières observations ont été surprenantes. Les précipités secondaires de γ' ne sont pas plus fins que lors de la trempe à l'air et les précipités tertiaires de γ' sont beaucoup plus gros et plus nombreux. La fraction volumique de précipités secondaires est, elle, beaucoup plus faible que celle du standard.

2.3.3 Analyse de la microstructure

Analyse d'images

Afin de caractériser au mieux les différentes microstructures, une analyse des micrographies obtenues au MEB a été effectuée. Trois à cinq images par microstructure

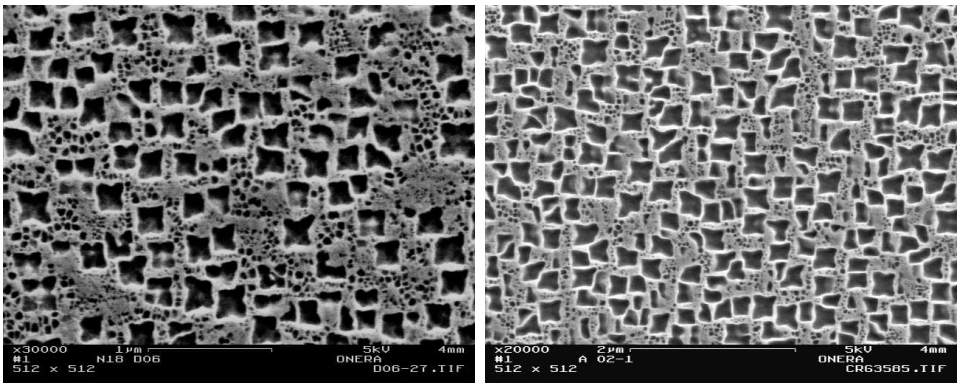


FIG. 2.14. Microstructure du N18 après une trempe à l'huile (MEB).

ont été réalisées avec un grandissement choisi pour obtenir environ 300 précipités par image. La microstructure à très gros précipités n'a pas fait l'objet d'une analyse d'image, car la taille de grains est trop faible pour pouvoir observer 300 précipités dans un même grain. Ces images sont prises dans différents grains orientés de telle sorte qu'un plan {001} soit parallèle à la coupe. La taille des précipités (l'arête du cuboïde) est assimilée à la moyenne des racines des surfaces des précipités mesurées sur les images (taille moyenne des précipités secondaires/surface dans le Tableau 2.5), et comparée aux résultats moins précis que donne la mesure de la moyenne des hauteurs des précipités (taille moyenne des précipités secondaires/côté dans le Tableau 2.5). La fraction volumique est assimilée à la fraction surfacique observée.

Les résultats de l'analyse d'image sont présentés dans les deux premières colonnes du Tableau 2.5. Les détails de l'analyse d'images sont donnés en annexe A.2. La fraction volumique des précipités tertiaires est difficilement estimable à partir de ces micrographies.

Microstructure	Fraction volumique de précipités secondaires (%)		Côté moyen des précipités secondaires/aire (nm)		Côté moyen des précipités secondaires/arrête (nm)	
	moyenne	écart type	moyenne	écart type	moyenne	écart type
Gros grains standard	44,2	0,5	172	32	200	40
Sans précipités tertiaires	42,4	0,2	153	32	175	37
Précipités secondaires fins	36,3	0,8	127	20	143	23
Trempe à l'huile	27	1,6	200	37	250	40

TAB. 2.5. Résultats des analyses d'images sur les différentes microstructures testées.

On note, pour les deux refroidissements les plus rapides, une fraction volumique de précipités secondaires plus faible. Cependant, la fraction volumique de tertiaires

est visiblement (mais n'a pas été mesurée) plus élevée que pour les microstructures refroidies à l'air. La faible taille des précipités secondaires de la microstructure sans précipités tertiaires indique que le refroidissement de cette microstructure était en fait un peu plus fort que celui appliqué à la microstructure standard.

Joints de grains

Une ondulation des joints de grains peut être observée sur plusieurs échantillons. Elle est observable au microscope électronique à balayage dans le cas d'une microstructure avec de gros précipités secondaires (refroidie lentement après la mise en solution), comme le montre la Figure 2.15.

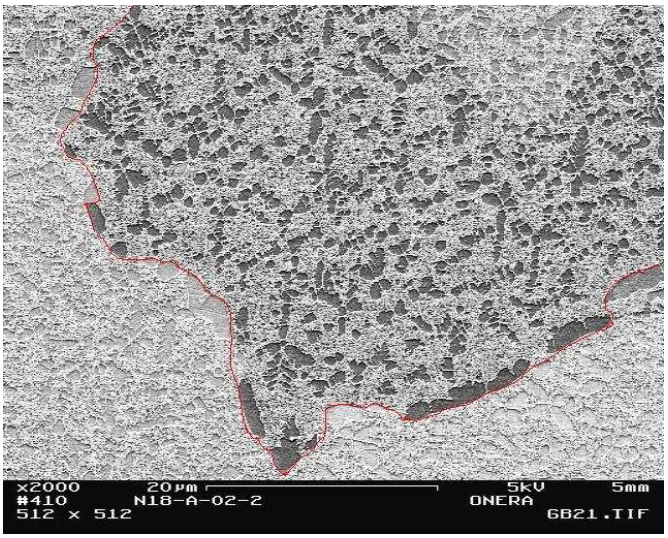


FIG. 2.15. Microstructure du N18 à gros grains refroidi lentement : à 4°C/min (MEB). En rouge : un joint de grains dentelé.

Cette ondulation des joints de grains est également visible à plus petite échelle pour la microstructure avec des précipités secondaires fins (trempe très forte après la mise en solution), comme le montre la Figure 2.16a. Sur cette micrographie, il y a deux gros précipités secondaires qui ont crû préférentiellement aux joints de grains. Sur celui du bas, le cuboïde initial est encore visible. Lorsqu'il a grossi suffisamment pour toucher le joint il s'est mis à croître plus rapidement en poussant le joint. La partie noire de l'image représente un autre grain dont les précipités ne sont pas visibles du fait de son orientation.

Hochstetter [6] a remarqué que le traitement thermique avait une forte influence sur la microstructure aux joints de grains. Le modèle construit ici n'en tient pas compte et ne s'intéresse qu'à la microstructure « loin du joint ». Cependant, l'analyse des essais de fatigue montre que l'amorçage a principalement lieu sur des facettes correspondant à des plans de glissement cristallographique. En conséquence, l'aspect du joint a probablement un intérêt moins crucial pour les microstructures à gros

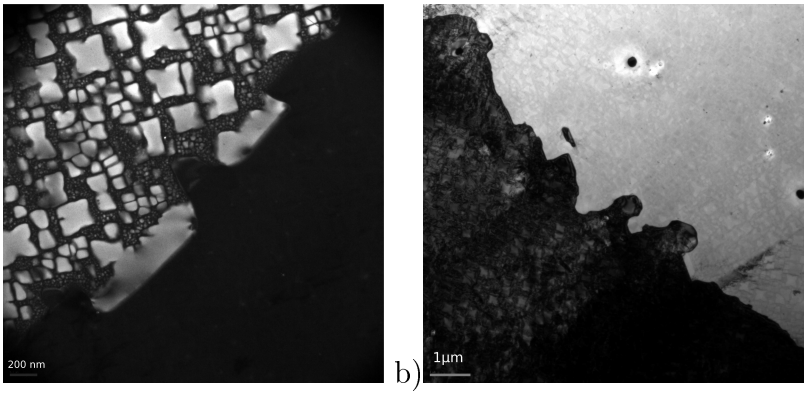


FIG. 2.16. Microstructures (MET, a) champ sombre et b) champ clair) du N18 refroidi rapidement (trempe à l'eau). Joint de grains dentelé et croissance préférentielle des précipités aux joints.

grains comparativement aux microstructures à grains fins. Il s'y trouve toujours de gros précipités de γ'_{II} qui ont eu une croissance préférentielle à cause de la diffusion dans le joint. A part cela, les mêmes tendances que pour la microstructure « loin du joint » sont observées. La microstructure ayant subi une trempe à l'huile semble contenir plus de précipités tertiaires au voisinage des joints. Les microstructures sans précipités tertiaires « loin du joint » n'en contiennent pas non plus près du joint. Et pour une trempe lente, la taille des gros précipités ayant eu une croissance préférentielle est plus grande comparativement aux autres microstructures, tout comme la taille des précipités de γ'_{II} « loin du joint ».

2.4 Comparaison calcul/expérience

Dans le Tableau 2.6 sont présentés les résultats expérimentaux et les résultats du modèle de précipitation recalibré. Comme les vitesses de trempe n'ont pas été mesurées, des vitesses admises pour ce type d'éprouvette et de trempe ont été utilisées. Ces vitesses sont décrites dans la deuxième colonne du tableau. Les résultats du modèle de précipitation correspondent bien aux résultats expérimentaux. Le modèle est donc valide également pour la microstructure à gros grains. Il prévoit aussi la présence ou l'absence de précipités tertiaires selon le traitement thermique appliqué. En fait, il est même très fiable puisque la trempe qui conduit à la microstructure à gros γ'_{II} a été choisie à partir des résultats du modèle. Afin d'illustrer les résultats obtenus, la Figure 2.17 représente la distribution des rayons équivalents des précipités pour les microstructures standard, sans γ'_{III} et avec γ'_{III} fins. Les traitements thermiques correspondants à ces microstructures ne diffèrent que par le revenu. On observe que le revenu change la taille des précipités tertiaires mais entraîne aussi une légère augmentation de la taille des précipités secondaires de γ'. Avec cette représentation, la fraction volumique est l'intégrale des pics.

La Figure 2.18 représente la distribution des rayons équivalents des précipités pour les microstructures sans précipités tertiaires de γ', avec des précipités secondaires fins et avec de gros précipités secondaires. La vitesse de trempe est différente pour ces trois microstructures, la taille des γ'_{II} varie donc fortement. Les résultats expérimentaux, convertis en rayons moyens équivalents (sphère de même volume que le cube), sont représentés sous forme de triangles.

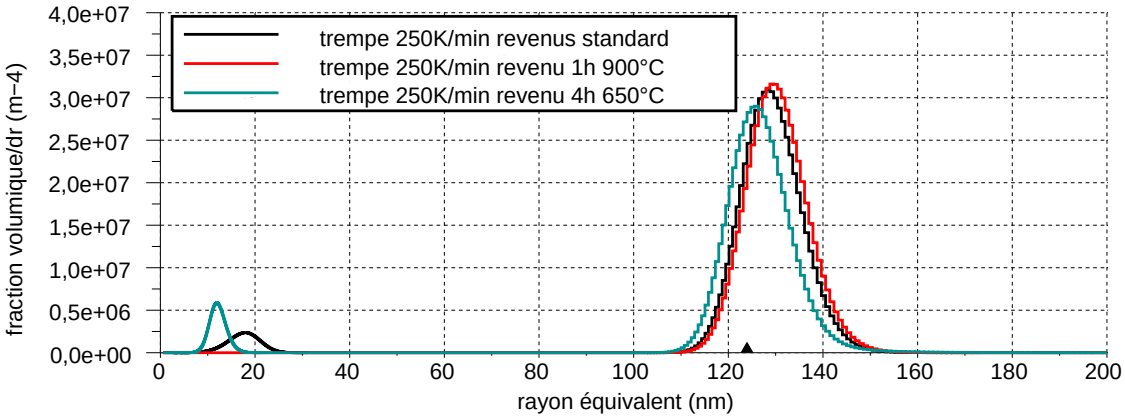


FIG. 2.17. Distribution des tailles de précipités pour trois microstructures à gros grains : microstructure standard, traitement thermique : trempe 250K/min +700°C/24h +800°C/4h, microstructure sans précipités tertiaires, traitement thermique : trempe 250K/min +900°C/1h et microstructure avec des tertiaires fins, trempe 250K/min +650°C/4h.

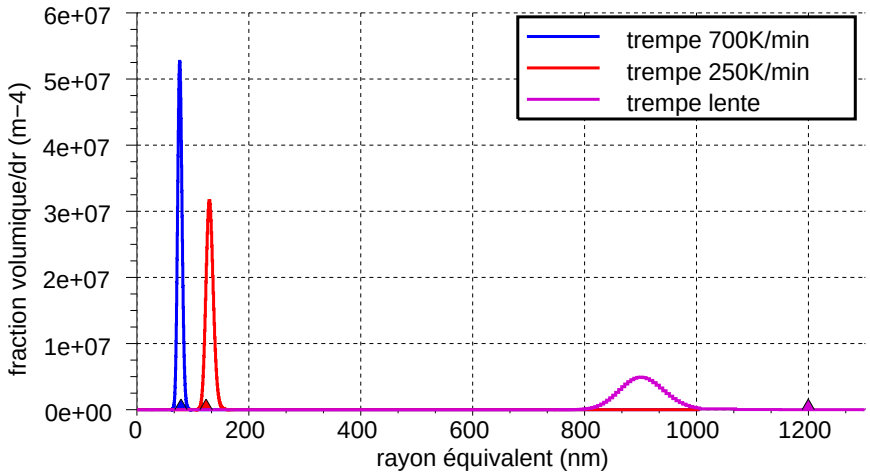


FIG. 2.18. Distribution des tailles de précipités pour trois microstructures à gros grains : microstructure avec γ'_{II} fins, traitement thermique : trempe 700K/min +700°C/24h +800°C/4h, microstructure sans γ'_{III}, traitement thermique : trempe 250K/min +900°C/1h et microstructure avec gros γ'_{II}, traitement thermique : trempe 4K/min jusqu'à 1000°C puis 1K/min jusqu'à 900°C puis 250K/min +700°C/24h +800°C/4h.

Micro - structure	Traitement thermique modélisé	Fraction volumique de γ'_{II} (%)		Taille moyenne de γ'_{II} (nm)		Présence de γ'_{III}	
		exp	modèle	exp	modèle	exp	modèle
γ'_{II} fins	eau : 700K/min+ revenu 700°C 24h+800°C 4h	36,3	50,0	127	123	oui	oui
Standard	air : 250K/min+ revenu 700°C 24h+800°C 4h	44,2	48,1	172	206	oui	1,9%
Sans γ'_{III}	air : 250K/min+ revenu 900°C 1h	42,4	49,7	153	209	non	non
γ'_{III} fins	air : 250K/min+ revenu 650°C 4h	≈45	44,9	185	203	oui	2,5%
Gros γ'_{II}	four+air : 4K/min jusqu'à 1000°C puis 1K/min jusqu'à 900°C puis 180K/min+ revenu 700°C 24h	≈45	47,8	≈2000	1450	non	non

TAB. 2.6. Comparaison entre les résultats expérimentaux et les données calculées à l'aide du modèle de précipitation pour le N18 à gros grains.

Synthèse de la Partie 1

Un modèle de calcul de microstructure a été développé et implémenté dans le logiciel ZeBuLoN. Ce modèle de germination/coalescence permet de calculer les paramètres microstructuraux intragranulaires, tels que les fractions volumiques et les tailles des différentes populations de précipités de phase γ', en fonction de la température vue par le matériau. Ce modèle a été calibré pour le superalliage N18, à grains fins et à gros grains. Il a été validé ici pour la microstructure à gros grains pour différents traitements thermiques. Par ailleurs, les microstructures obtenues au cours de ces traitements sont celles qui sont utilisées dans la Partie II afin d'étudier l'influence des paramètres microstructuraux sur le comportement et la durée de vie en fatigue. Le modèle de calcul de microstructure est assez rapide pour permettre un calcul du gradient microstructural au sein d'une pièce complète : suite à un calcul thermique par éléments finis donnant l'évolution de la température au sein de cette pièce, un calcul des paramètres microstructuraux est effectué à l'aide du modèle en chaque point de Gauss, chacun des points étant considéré comme indépendant lors du calcul de microstructure. Bien qu'il ne soit pas tout à fait assez précis pour décrire la population de précipités tertiaires de γ', il donne de bons résultats pour la prévision de la microstructure des précipités secondaires et les bonnes tendances pour les précipités tertiaires. Il permet donc de modéliser l'influence du traitement thermique sur la microstructure au sein d'une pièce complète. Afin de déterminer l'influence du traitement thermique sur la durée de vie de la pièce, la prochaine étape est d'analyser l'influence de la microstructure sur le comportement et la durée de vie en fatigue.

Deuxième partie

Influence de la microstructure sur le comportement en fatigue

Table des matières

3 Partie Bibliograhique **71**

3.1 Rappels sur les modèles de fatigue classiques 73
3.1.1 Phénomènes importants pour la fatigue 73
3.1.2 Différentes approches de modélisations en fatigue . 76
3.2 Influence des paramètres microstructuraux sur les mécanismes de durcissement intragranulaire 79
3.2.1 Structure atomique des phases γ et γ' 79
3.2.2 Durcissement par précipitation 81
3.2.3 Autres mécanismes de durcissement 86
3.3 Influence des paramètres microstructuraux sur le comportement des superalliages pour disques (résultats expérimentaux extraits de la littérature) 88
3.3.1 Effet de la microstructure sur le comportement monotone des superalliages 88
3.3.2 Effet de la microstructure sur le comportement en fatigue 91
3.3.3 Effet de la microstructure sur la propagation de fissures 93
3.3.4 Bilan 94

4 Résultats et Discussion **97**

4.1 Matrice d'essais 99
4.2 Effets de la microstructure sur le comportement 102
4.2.1 Traction 102
4.2.2 Écrouissage cyclique 109
4.2.3 Relaxation de la contrainte moyenne 113
4.2.4 Micromécanismes de déformation 114
4.3 Effets de la microstructure intragranulaire sur la durée de vie en fatigue 116
4.3.1 Analyse des essais de fatigue 116
4.3.2 Sites d'amorçage et dispersion expérimentale 121
4.3.3 Description et identification du modèle de fatigue . 128

Motivations/ Phénomènes importants pour la fatigue

Le disque subit une sollicitation cyclique correspondant aux étapes d'un vol. Il existe plusieurs domaines de sollicitation cyclique. Un premier domaine est caractérisé par de fortes amplitudes de contrainte et de déformation. Dans ce domaine la contrainte et/ou la déformation évoluent à chaque cycle, (par exemple, des phénomènes de Rochet peuvent se produire en contrainte imposée, ou de relaxation de la contrainte moyenne en déformation imposée). La durée de vie est courte, quelques cycles à quelques centaines de cycles. Dans le second domaine, dit de « fatigue oligocyclique » (ou low cycle fatigue, LCF), le disque a le temps d'atteindre un régime stabilisé où contraintes et déformations n'évoluent plus à chaque cycle. La durée de vie est moyenne (10^3 à 10^6 cycles). Cette durée de vie est le plus souvent considérée comme dépendant uniquement de la forme du cycle en régime stabilisé (ou cycle stabilisé). Les premiers cycles pendant lesquels contraintes et déformations évoluent à chaque cycle sont donc considérés comme négligeables du point de vue de l'endommagement. Le dernier domaine, dit de « fatigue à grand nombre de cycles » (ou high cycle fatigue, HCF) est caractérisé par une sollicitation élastique adaptée dès le second cycle et une durée de vie supérieure à 10^6 cycles.

Un disque doit résister à un certain nombre de vols sans être changé, mais peut subir des contraintes importantes. Il est, le plus souvent, sollicité dans le domaine de la « fatigue oligocyclique ». Dans ce domaine, le disque a le temps d'atteindre un régime stabilisé où les contraintes et les déformations n'évoluent plus à chaque cycle. Ce cycle est appelé cycle stabilisé. C'est lui qui est utilisé pour prévoir la durée de vie du disque.

Il faut définir précisément la durée de vie. Il peut s'agir de la durée de vie à l'amorçage d'une fissure de taille donnée (par exemple 300 μm, qui correspond au seuil de détection des fissures) ou de la durée de vie en propagation c'est-à-dire le temps avant rupture après amorçage d'une fissure de taille donnée (détectable). Dans le premier cas, la résistance à la fatigue est augmentée lorsque le temps d'amorçage de la fissure et/ou le temps de micropropagation est allongé. Dans le second, c'est la résistance à la propagation de fissures longues qui doit être améliorée. L'idéal serait évidemment d'améliorer à la fois la résistance à l'amorçage et à la propagation de fissure. Malheureusement, lorsque l'on améliore une des deux propriétés, l'autre est généralement dégradée [27].

En matière d'amorçage de fissure dans les métaux polycristallins, il est souvent fait référence à la propagation aux stades I et II définis par Forsyth [28]. Le stade I correspond à l'amorçage de fissures sur les plans de glissement. Dans ce cas la fissure change d'orientation à chaque fois qu'elle rencontre un joint de grains afin de se propager dans un plan de glissement du grain voisin. Au stade II, la fissure tend à se propager perpendiculairement à la direction de contrainte maximale. L'orientation de la fissure ne dépend donc plus de l'orientation du grain. En fait, il est possible de distinguer plus d'étapes. D'abord, une étape de micropropagation au cours de laquelle la fissure croît jusqu'à être de l'ordre des plus grands paramètres micro-

structuraux (le cas du N18 correspond assez bien au stade I décrit par Forsyth). Puis une phase de croissance des fissures « physiquement petites », ces fissures sont grandes devant la microstructure mais la zone plastique en pointe de fissure est de l'ordre de la taille de grain. Dans ce cas, la croissance est très hétérogène et peut être sujette à des arrêts. Puis vient le régime des fissures longues dans lequel il est possible d'appliquer la loi de Paris (correspond au stade II de Forsyth). Ces différentes étapes ne sont pas toujours décrites de manière identique dans la littérature d'un auteur à l'autre, cette définition provient de [27] mais d'autres articles donnent des définitions différentes des petites fissures et des microfissures. Dans le cadre de ce travail, la durée de vie étudiée sera la durée de vie totale comprenant l'amorçage et la propagation. Dans le domaine de durée de vie étudié, pour des éprouvettes lisses sans facteur de concentration de contrainte, on considère que la durée de vie en propagation est courte devant la durée de vie à amorçage.

Afin de prévoir la forme du cycle stabilisé et la durée de vie correspondante, il est important d'étudier les effets de la fatigue sur le matériau qui constitue le disque. Pour cela, plusieurs études ont été réalisées à la Snecma sur des éprouvettes et sur des disques eux-mêmes [29, 30, 31]. Elles montrent que dans le cas du N18 à grains fins, l'amorçage des fissures en fatigue a lieu principalement sur des inclusions céramique en surface ou en sub-surface (à quelques dizaines de microns de la surface). Ces inclusions sont principalement dues au procédé de fabrication des poudres. Elles proviennent du creuset ou d'autres pièces contenant le métal liquide. Un tamisage des poudres de plus en plus fin (passage à 75 μm et à 53 μm) a permis de limiter la taille des inclusions et donc d'augmenter la durée de vie en limitant la taille du défaut critique. Cependant, il n'est pas possible de réduire indéfiniment la taille des poudres car cela impliquerait de rebuter une trop grande quantité de poudres par rapport à la quantité produite, et donc augmenterait fortement le coût de production. De plus, l'amorçage sur inclusion engendre une forte dispersion des résultats de fatigue. En effet, la répartition des inclusions est, par nature, aléatoire. Or, si une inclusion de grande taille se trouve proche de la surface la durée de vie est courte, mais s'il n'y en a pas, la durée de vie peut être beaucoup plus longue (parfois d'un facteur 100). Cette dispersion engendre un fort écart type sur les résultats de fatigue et oblige à prendre en compte une marge de sécurité importante (souvent trois fois l'écart type). Des études sur le N18 et d'autres superalliages ont montré que l'amorçage avait lieu majoritairement sur des inclusions dans les alliages à petits grains (dont la taille de grains est de l'ordre de 15 μm, par rapport à des inclusions d'environ 100 μm), et majoritairement sur les grains dans les alliages à gros grains (supérieure à 50 μm). En effet dans les alliages à gros grains, l'amorçage a lieu sur une facette d'un grain qui est donc plus grande que l'inclusion et donc plus critique. La taille de grains étant relativement homogène dans l'éprouvette, la dispersion est beaucoup plus réduite. (La répartition des inclusions étant aléatoire, il n'est pas certain de trouver une inclusion de grande taille proche de la surface, par contre la taille de grains étant relativement homogène, si tous les grains sont de « grande » taille, il est certain de trouver tel un grain à proximité de la surface). Du fait de l'amorçage sur les grains et non plus sur inclusions, la microstructure intragranulaire est susceptible de jouer un rôle sur la durée de vie à l'amorçage.

Cette partie a pour objectif de mieux comprendre les liens entre microstructure, comportement et durée de vie en fatigue. Elle est organisée en deux chapitres. Un premier chapitre bibliographique (Chapitre 3), d'une part, rappelle brièvement les modèles de fatigue fréquemment utilisés pour décrire la fatigue oligocyclique et dans un deuxième temps détaille l'influence de la microstructure sur le comportement en fatigue des superalliages à base de nickel. Les essais menés sur le N18 à gros grains avec différentes microstructures sont décrits et analysés dans le chapitre suivant (Chapitre 4).

Chapitre 3

Partie Bibliograhique

3.1 Rappels sur les modèles de fatigue classiques

Les modèles de fatigue pour le régime oligocyclique sont, pour la plupart, fonction de paramètres extraits de la forme du cycle stabilisé. On dit que ce sont des modèles écrits en cycles. Il existe également des modèle de fatigue incrémentaux. Ils permettent de s'affranchir de la notion de cycle. Pour utiliser un modèle incrémental il faut coupler la loi d'endommagement et la loi de comportement, chacune exprimée de façon temporelle [32]. Dans le cadre de ce travail, on a fait le choix d'un modèle écrit en cycles classique, aussi les modèles décrits dans le paragraphe suivant sont tous de ce type.

Par exemple, le modèle de Manson-Coffin [33, 34, 35] est fonction de l'amplitude de déformation ($\Delta\varepsilon/2$) et plus particulièrement de l'amplitude de déformation plastique ($\Delta\varepsilon_p/2$) et de l'amplitude de déformation élastique ($\Delta\varepsilon_e/2$) au cycle stabilisé. Le modèle ONERA [36], lui, est basé sur les contraintes, il est fonction de l'amplitude de contrainte ($\Delta\sigma/2$) et de la contrainte moyenne ($\bar{\sigma}$). Le modèle SWT (Smith-Watson-Topper) [37] est basé sur le produit de l'amplitude de contrainte par l'amplitude de déformation. La Figure 3.1 représente ces différentes quantités sur un cycle de fatigue stabilisé.

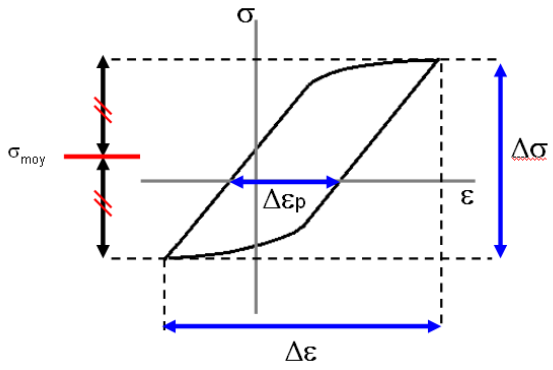


FIG. 3.1. Schéma d'un cycle de fatigue stabilisé.

3.1.1 Phénomènes importants pour la fatigue

Contrainte moyenne

Lorsque deux essais de fatigue sont effectués sur un même matériau, à amplitudes de contrainte et de déformation égales, c'est l'essai pour lequel la contrainte moyenne appliquée est la plus élevée qui présente la durée de vie la plus courte. La Figure 3.2 illustre la traduction de cet effet de contrainte moyenne sur une courbe de Manson-Coffin schématisée [38]. Le diagramme de Goodman à iso durée de vie de la Figure 3.3, qui présente la courbe $\Delta\sigma/2 = f(\bar{\sigma})$ pour une durée de vie donnée, illustre aussi l'effet de contrainte moyenne. Une amplitude de contrainte plus faible

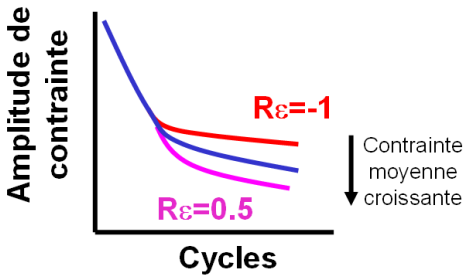


FIG. 3.2. Schéma de l'influence de la contrainte moyenne sur la durée de vie.

doit être appliquée pour obtenir la même durée de vie lorsque la contrainte moyenne augmente.

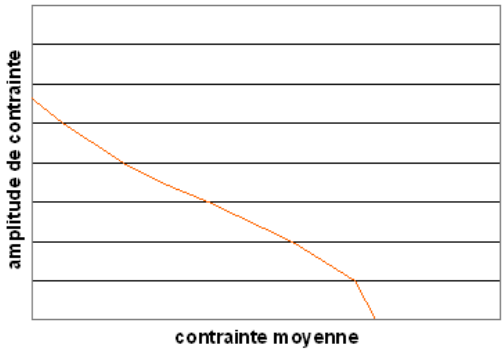


FIG. 3.3. Diagramme de Goodman à iso durée de vie.

Écrouissage cyclique

La courbe d'écrouissage cyclique représente le lieu des points (amplitude de contrainte stabilisée, amplitude de déformation plastique) relevés aux cycles stabilisés, correspondants à plusieurs niveaux de déformation imposée. En reportant sur le même diagramme la courbe de traction monotone, elle permet donc de visualiser l'évolution de l'ouverture du cycle stabilisé pour différentes sollicitations. La Figure 3.4 représente une courbe d'écrouissage cyclique. Le point (amplitude de déformation, amplitude de contrainte) correspondant au cycle stabilisé de chaque niveau de déformation est reporté sur un graphique contenant la courbe de traction monotone. L'écart entre la courbe d'écrouissage cyclique et la courbe de traction monotone donne la mesure du durcissement ou de l'adoucissement cyclique.

Pour un essai à déformation imposée, lorsque la courbe d'écrouissage est au-dessus de la courbe de traction monotone, il y a durcissement cyclique. En effet, cela signifie que l'amplitude de contrainte au cycle stabilisé est supérieure à celle

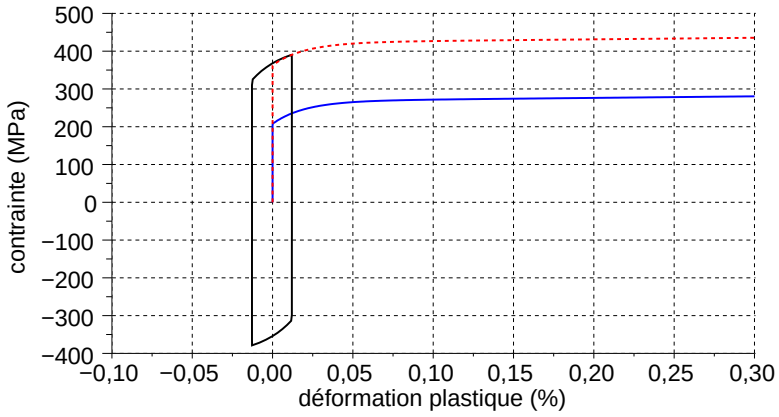


FIG. 3.4. Essais de fatigue en déformation et courbe d'écrouissage monotone (bleu) et cyclique (rouge pointillée). Un cycle stabilisé est représenté en noir.

du premier cycle. Par contre, l'amplitude de déformation plastique au cycle stabilisé est inférieure à celle du premier cycle. Ces effets sont illustrés sur la simulation de la Figure 3.5. L'amplitude totale de contrainte passe de 650 MPa au premier cycle à environ 1000 MPa dès le sixième cycle, tandis que l'amplitude de déformation plastique diminue de 0,37% à 0,21%.

L'effet d'un durcissement cyclique sur la fatigue est donc difficile à définir : la diminution de l'amplitude de déformation plastique tend à augmenter la durée de vie. Mais l'augmentation de l'amplitude de contrainte tend à la diminuer.

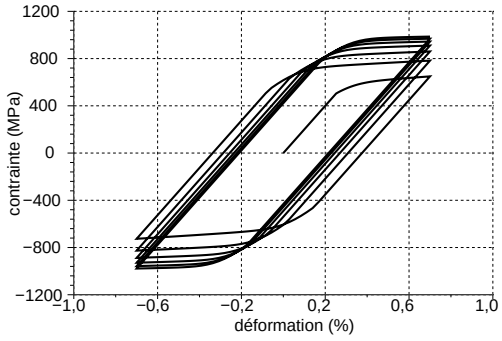


FIG. 3.5. Simulation des premiers cycles d'un alliage qui durcit cycliquement.

Les approches possibles des modèles de fatigue

Étant donné que cette étude ne concerne que la fatigue et non l'endommagement dû aux effets du temps, tel que le fluage ou l'oxydation, seuls des modèles de fatigue pure sont décrits ici.

Il est possible de distinguer trois phases dans le processus d'endommagement par fatigue : d'abord l'amorçage des fissures, puis la propagation des microfissures et la propagation des fissures longues jusqu'à la rupture. La part de la durée de vie qui est consommée par l'amorçage puis la propagation de micro-fissures ($< 300\ \mu m$) dépend du nombre de cycles à rupture [35]. Elle est très faible pour les faibles durées de vie et largement prépondérante en HCF.

Étant donnée la difficulté à détecter une microfissure sur une éprouvette cylindrique (telle que celle utilisée dans la campagne d'essais réalisée au cours de la thèse), il est fréquent de ne considérer que deux phases : amorçage et propagation de fissures. Dans ce cas, les fissures considérées dépassent toutes 300 microns et la phase de propagation des microfissures est intégrée à la phase d'amorçage.

Dans le domaine de durée de vie 10^3-10^6 cycles la durée de vie à amorçage est grande devant la durée de propagation de fissure. On assimilera donc la durée de vie à amorçage à la durée de vie à rupture. Les différents critères classiques écrits en nombre de cycles permettant d'estimer la durée de vie à amorçage peuvent être divisés en trois catégories : les critères basés sur l'amplitude de déformation, les critères basés sur l'amplitude de contrainte et les critères basés sur l'énergie dissipée à chaque cycle. Les plus classiques de ces modèles sont brièvement rappelés dans le paragraphe suivant.

3.1.2 Différentes approches de modélisations en fatigue

Critère en déformation : Manson-Coffin-Basquin

Dans le critère de Manson-Coffin [33, 34, 35], la durée de vie est calculée à partir de la mesure des déformations du matériau. On dit que c'est un critère basé sur les déformations. Le principe consiste à décomposer la déformation totale en déformation élastique et déformation plastique ($\Delta\epsilon = \Delta\epsilon_e + \Delta\epsilon_p$) puis à écrire que l'amplitude de chacune de ces déformations est une fonction puissance du nombre de cycles à la rupture (N_f) :

$$\Delta\epsilon_e/2 = BN_f^{-\beta} \tag{3.1}$$

$$\Delta\epsilon_p/2 = AN_f^{-\alpha} \tag{3.2}$$

L'identification des paramètres A, B, α et β se ramène à la détermination de la droite passant au mieux par les points expérimentaux reliant le logarithme de la durée de vie au logarithme de l'amplitude de déformation élastique ou de déformation plastique. On peut également introduire dans ce critère une limite de fatigue (σ_D) au-dessous de laquelle le matériau ne rompt pas quel que soit le nombre de cycles effectués. La relation liant déformation élastique et durée de vie se définit alors comme :

$$\frac{\Delta\epsilon_e}{2} - \frac{\sigma_D}{E} = BN_f^{-\beta} \tag{3.3}$$

La relation entre la déformation plastique et la durée de vie n'est pas modifiée :

$$\frac{\Delta\epsilon_p}{2} = AN_f^{-\alpha} \tag{3.4}$$

Ce modèle ne prend pas en compte l'effet de la contrainte moyenne. Pour le prendre en compte on peut utiliser la correction de Morrow, le modèle s'écrit alors :

$$\frac{\Delta\epsilon}{2} = AN_f^{-\alpha} + (B_b\sigma_{moy}/E)N_f^{-\beta} \tag{3.5}$$

Loi ONERA et modèles basés sur les contraintes

Le modèle le plus classique est celui de Basquin [39]. Le modèle ONERA [36] est également basé sur les contraintes. Il est construit pour prendre en compte l'effet de la contrainte moyenne, notamment sur la limite de fatigue. Cet effet est particulièrement important dans le domaine des durées de vie longues (supérieures à 10000 cycles).

En sollicitation uniaxiale, il s'exprime comme :

$$N_f = \frac{1}{(a(\beta+1)}\frac{<\sigma_u - \sigma_{max}>}{<\Delta\sigma/2 - \sigma_l(\overline{\sigma})>}\left(\frac{\Delta\sigma/2}{M(\overline{\sigma})}\right)^{-\beta} \tag{3.6}$$

$\overline{\sigma}$: contrainte moyenne sur le cycle stabilisé.

σ_u : contrainte ultime de traction
σ_l : limite de fatigue
$\sigma_l(\overline{\sigma}) = \sigma_{l0}(1 - b\overline{\sigma})$
$M(\overline{\sigma}) = M_0(1 - b'\overline{\sigma})$
a=0,1
β, M_0, b, et b' sont des paramètres matériau.
Il a également une écriture en sollicitation multiaxiale formulée dans l'article [40].

Ce modèle est construit de façon à décrire la globalité des courbes de Wöhler du domaine des très courtes durées de vie (où la contrainte de rupture est le paramètre important) au domaine des longues durées de vie (où la limite de fatigue est le paramètre important). Des essais réduits sous deux rapports de charge distincts (par

exemple $R_\sigma = 0$ et $R_\sigma = -1$) suffisent à identifier l'ensemble des paramètres.

Un autre modèle, décrit par Bonnand *et al.* dans [41, 42], dérive du modèle Onera, mais prend en compte la contrainte moyenne à travers la contrainte alternée effective, $\sigma_{a_{eff}}$, selon l'équation 3.7 :

$$\sigma_{a_{eff}} = \sigma_{a_{eq}}(1 + g\overline{\sigma}/\sigma_{a_{eq}}) \tag{3.7}$$

où $\sigma_{a_{eq}}$ représente la contrainte alternée équivalente, c'est-à-dire l'amplitude de contrainte au sens de von Mises et g un paramètre matériau.

Approche énergétique

L'endommagement en fatigue oligocyclique peut également être associé avec les déformations plastiques irréversibles, c'est-à-dire avec l'énergie dissipée à chaque cycle. Cette énergie est l'aire de la boucle d'hysteresis contrainte-déformation. L'idée de se servir d'un paramètre de type énergie a été utilisé par de nombreux auteurs, tels Morrow, Smith-Watson-Topper (SWT), Ostergen, Ellyin *et al.*, Palin-Luc. Ces approches sont décrites dans l'article de revue de Marquis *et al.* [43]. Il faut cependant remarquer que seule une fraction de cette énergie dissipée est utile pour créer un endommagement, puisque Halford [44] a montré que l'énergie plastique dissipée cumulée est variable avec la durée de vie observée.

Un modèle utilise le produit de la contrainte par la déformation, c'est le modèle SWT (pour Smith Watson Topper [37]). Dans ce modèle la durée de vie est une fonction de Γ : $\Gamma = \sqrt{E\sigma_{max}\Delta\varepsilon/2}$ (E est le module d'Young).

D'autres modèles, utilisant des approches plus locales, sont décrits dans l'Annexe A.7.

3.2 Influence des paramètres microstructuraux sur les mécanismes de durcissement intragranulaire

L'objectif de ce paragraphe est de décrire les phénomènes locaux intragranulaires pouvant avoir une influence sur le comportement macroscopique. L'échelle locale, à l'intérieur d'un grain, est, en effet, essentielle à considérer pour bien appréhender l'influence que peut avoir la microstructure fine sur le comportement et l'endommagement des superalliages. C'est pourquoi les interactions entre la microstructure et le mouvement des dislocations sont décrites dans ce paragraphe.

3.2.1 Structure atomique des phases γ et γ'

La phase γ est une solution solide à base de nickel. Sa structure cristalline est cubique à faces centrées (CFC). Elle est représentée Figure 3.6 a. La phase γ' est constituée principalement du composé défini Ni_3Al. Sa structure est cubique d'ordre $L1_2$. Les atomes d'aluminium sont situés aux sommets du cube et les atomes de nickel au milieu des faces, ainsi que l'illustre la Figure 3.6 b. Les phases γ et γ' contiennent également de nombreux autres types d'atomes comme le chrome ou le titane qui viennent en substitution d'un atome de nickel (pour le chrome dans la matrice par exemple) ou d'un atome d'aluminium (comme pour le titane dans les précipités de phase γ').

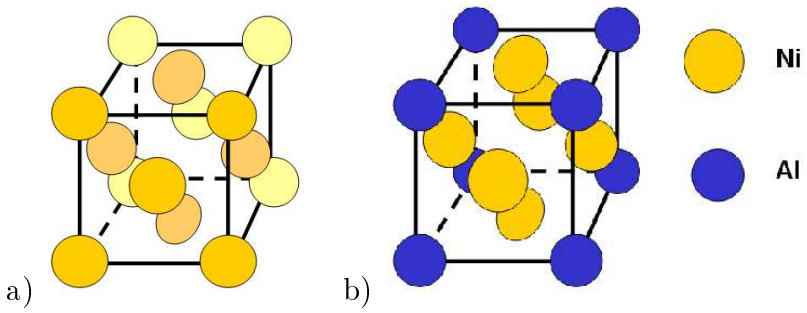


FIG. 3.6. Structure cubique à faces centrées de la matrice de phase γ (a) et structure cubique d'ordre $L1_2$ des précipités de phase γ' (b).

Les dislocations dans un cristal CFC et dans une structure cubique d'ordre $L1_2$

Dans les alliages de structure cubique à faces centrées, les plans denses sont les plans $\{111\}$, et les directions denses sont les directions de type $\langle 110 \rangle$. Les systèmes de glissement actifs sont donc les systèmes octaédriques $\{111\}\langle 110 \rangle$, c'est-à-dire dans le plan de type $\{111\}$ selon la direction de type $\langle 110 \rangle$ (Figure 3.7).

Néanmoins les systèmes cubiques correspondant à des plans {001} peuvent aussi s'activer. Gabb *et al.* [45] constatent une activation des systèmes cubiques dès 650°C dans le superalliage monocristallin PWA 1480. Cependant Vattré [46] montre par analyse en dynamique des dislocations qu'un glissement cubique à l'échelle macroscopique dans les superalliages monocristallins n'est pas vraiment un glissement sur des systèmes cubiques, mais plutôt une alternance de glissements sur deux systèmes octaédriques qui forme des « zigzags ».

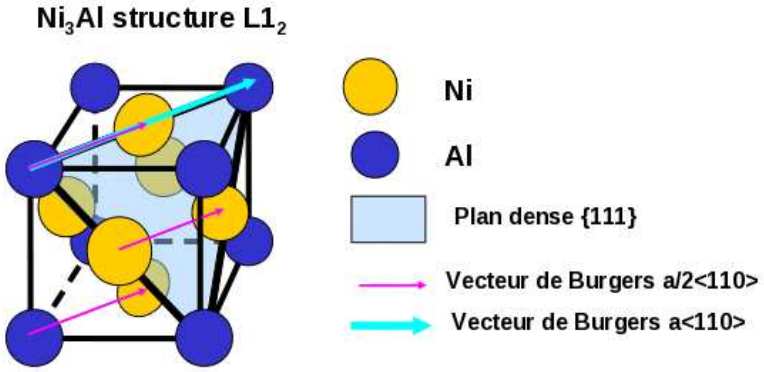


FIG. 3.7. Dislocation dans une structure cubique d'ordre $L1_2$, a/2⟨110⟩.

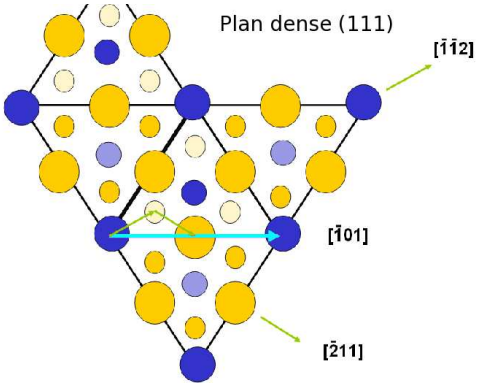


FIG. 3.8. Projection d'une structure cubique d'ordre $L1_2$ sur le plan dense (111). Les flèches vertes représentent des dislocations partielles de Shockley a/6⟨112⟩.

Dans la matrice γ désordonnée, les contraintes sont relaxées par propagation de dislocations parfaites de vecteur de Burgers $a/2\langle 110\rangle$ (a paramètre de maille de γ) sur les plans denses $\{111\}$ de la structure cubique à faces centrées. Par contre dans la phase γ', chimiquement ordonnée, une dislocation parfaite a pour vecteur de Burgers $a\langle 110\rangle$ car une dislocation $a/2\langle 110\rangle$ perturberait l'ordre et aboutirait à la création d'une paroi d'antiphase. Sur la Figure 3.7, le déplacement de vecteur de Burgers $a/2\langle 110\rangle$ (rose) peut envoyer un atome d'aluminium sur un atome de nickel. L'ordre n'est donc pas respecté. Par contre, un déplacement de vecteur $a\langle 110\rangle$ (bleu clair) conserve la structure ordonnée. La Figure 3.8 représente le vecteur $a\langle 110\rangle$ projeté sur un plan dense $\{111\}$.

Un mécanisme permettant le passage de dislocations $a/2\langle 110\rangle$ peut être la propagation de dislocations partielles dites de Shockley de vecteur de Burgers $a/6\langle 112\rangle$ (flèches vertes sur la Figure 3.8) sur les plans atomiques $\{111\}$ adjacents. Ce mécanisme aboutit à la formation de micromacles. Le coût énergétique des fautes créées par ce mécanisme est moindre que celui dû à une paroi d'antiphase dans un alliage ordonné.

3.2.2 Durcissement par précipitation

Mécanismes de franchissement des précipités

Les précipités sont des obstacles à la mobilité des dislocations dans le matériau, en ce sens ils induisent un durcissement par précipitation. Les précipités peuvent être franchis de plusieurs manières par les dislocations, soit par montée, soit par contournement, soit par cisaillement. Si le franchissement a lieu grâce au phénomène de montée des dislocations, la dislocation change de plan de glissement en "sautant" sur une couche atomique supérieure. En fait, cela correspond à la dissolution ou à l'accroissement du demi-plan supplémentaire ajouté pour former une dislocation coin. Cela implique le mouvement de plusieurs atomes par diffusion. Or la diffusion est facilitée par l'agitation thermique, aussi la montée des dislocations est un phénomène qui a lieu plutôt aux hautes températures. Une illustration schématique de ce phénomène est présentée Figure 3.9.

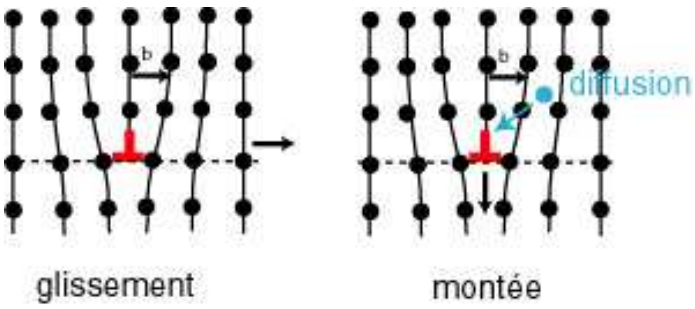


FIG. 3.9. Schéma explicatif du glissement et de la montée des dislocations [47].

Dans le mécanisme de contournement, la dislocation s'arrête devant le précipité mais continue à avancer dans les canaux de phase γ. Ainsi elle s'enroule autour du précipité jusqu'à la formation d'une boucle d'Orowan. La dislocation a alors franchi l'obstacle, mais une boucle d'Orowan demeure autour du précipité. Une de ces boucles est visible sur la Figure 3.10. La déformation induite par ce mécanisme est répartie de façon homogène à l'échelle du grain. Ces boucles engendrent de fortes contraintes internes qui sont à l'origine d'un fort écrouissage cinématique [48].

Lors du cisaillement du précipité, la dislocation traverse le précipité, ce qui induit la formation d'une marche à la surface de celui-ci (cf. Figure 3.11) et/ou laisse une

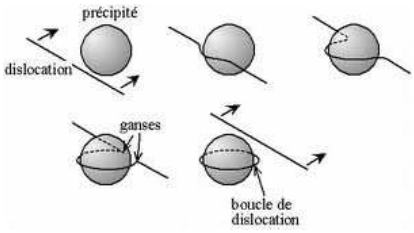


FIG. 3.10. Mécanisme de formation d'une boucle d'Orowan autour d'un précipité [49].

faute d'empilement à l'intérieur. Ce mécanisme conduit à une localisation de la déformation dans les grains. Elle se caractérise par des bandes de glissement réparties de façon hétérogène. Ce type de mécanisme est rencontré principalement dans les matériaux présentant un faible écrouissage cinématique [48].

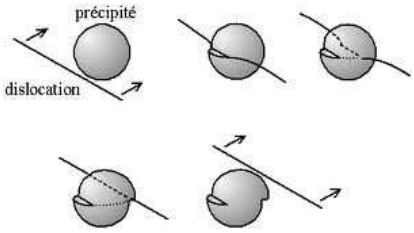


FIG. 3.11. Illustration de la formation d'une marche à la surface du précipité en cas de cisaillement [50].

Par ailleurs la matrice γ des superalliages à base de nickel est chimiquement désordonnée tandis que les précipités γ' sont ordonnés. La matrice est donc cisaillée par des dislocations $a/2\langle 110\rangle$. Mais ces dislocations ne sont pas parfaites pour le précipité, le passage de l'une d'elles laisse une faute d'ordre nommée paroi d'antiphase. L'ordre peut être restauré par le passage d'une seconde dislocation. On appelle l'association de deux dislocations de la matrice (c'est à dire $a\langle 110\rangle$) « superdislocation ».

On peut identifier deux « modes » pour le cisaillement des précipités par des paires de dislocations de la matrice. Le premier, nommé « dislocations fortement couplées », correspond au cas où les deux dislocations qui forment la superdislocation sont présentes en même temps dans le précipité. Le second nommé « dislocations faiblement couplées » correspond au cas où la première dislocation a entièrement franchi le précipité avant que la seconde (qui restaure l'ordre) n'entre à son tour dans le précipité. Le plus souvent, entre 450 et 650°C, les précipités secondaires de γ' sont cisaillés par des dislocations fortement couplées et les précipités tertiaires par des dislocations faiblement couplées (Cependant, le mode de franchissement ne dépend pas seulement de la température et de la taille des précipités, mais aussi du chargement, de l'alliage et du traitement thermique).

L'absence de γ'_{III} favorise le glissement facile de dislocations parfaites de matrice $a/2<110>$ entre les précipités γ'_{II} et confère à l'alliage une faible résistance au

fluage. Au contraire, la présence de fines particules de γ'_{III} gêne la propagation des dislocations parfaites de la matrice.

Par ailleurs, les précipités peuvent être cisaillés par des dislocations partielles de Shockley $a/6\langle 112\rangle$ (il en faut donc 4 pour restaurer l'ordre et former une superdislocation), ce qui peut induire des mécanismes assez complexes.

Effet sur la cission résolue critique (CRSS)

Bien entendu le mouvement des dislocations est piloté par la contrainte appliquée au grain, et donc par la cission résolue appliquée au système de glissement. Or le franchissement d'un précipité par une dislocation, quel que soit le mécanisme, demande une plus grande cission résolue que le simple déplacement de celle-ci dans la matrice. Ces mécanismes ne s'activent donc qu'en présence d'une cission résolue suffisante. L'augmentation de cission résolue induite par la présence de précipité ($\Delta\tau$) dépend du mécanisme, de la taille et de la répartition des précipités. Le calcul de cette augmentation a fait l'objet de nombreux modèles et simulations, que l'on peut retrouver dans l'article de revue de Nembach et Neite [51].

Les modèles de calcul de l'augmentation de la cission résolue critique utilisés dans cette thèse sont ceux décrits par Hüther et Reppich [52] pour le cas des dislocations fortement couplées et de Brown et Ham [53] modifié par Reppich [54] pour le cas des dislocations faiblement couplées. Les équations de ces modèles sont décrites ci-après :

Dislocations fortement couplées :

$$\Delta\tau = \tau_{HR} = 0,415\frac{T_l w f^{1/2}}{bR}\left(\frac{\pi^2 R\Gamma_{APB}}{4wT_l} - 1\right)^{1/2}\left(0,94(1 + C_{SL}\frac{f^{1/2}}{2})\right) \tag{3.8}$$

avec w un paramètre pour prendre en compte les interactions élastiques entre les dislocations de tête et de queue, C_{SL} un paramètre matériau et Γ_{APB} l'énergie de paroi d'antiphase.

Dislocations faiblement couplées :

$$\Delta\tau = \tau_{SL} = \frac{\Gamma_{APB}}{2b}\left(A_1\left(\frac{\Gamma_{APB}Rf}{T_l}\right)^{1/2} - A_2 f\right)(1 + C_{SL}\eta_{SL}) \tag{3.9}$$

A_1, $A2$ et η_{SL} étant des paramètres matériau.

Ces modèles ont été appliqués au cas des superalliages, par Heilmaier *et al.* [55] sur de l'IN100 coulé forgé à température ambiante pour différentes microstructures, et par Milligan *et al.* [3] sur de l'IN100 élaboré par métallurgie des poudres.

Micromécanisme de franchissement des précipités	Contournement d'Orowan	Cisaillement par des dislocations fortement couplées	Cisaillement par des dislocations faiblement couplées
$\Delta\tau$	$K\frac{\sqrt{f}}{R}$	$K'\sqrt{\frac{f}{R}}$	$K''\sqrt{fR} - K'''f$

TAB. 3.1. Vision simplifiée des modèles de franchissement des précipités dans lesquels les K représentent des constantes matériau, f la fraction volumique de précipités et R le rayon moyen des précipités.

Une version simplifiée de ces modèles est présentée sur le Tableau 3.1. Il permet de mieux se rendre compte de l'effet d'une modification microstructurale, c'est-à-dire de f ou R sur la cission résolue critique selon le micromécanisme de franchissement. En effet, dans les conditions favorisant un franchissement par des dislocations faiblement couplées, une augmentation de la taille des précipités à iso-fraction volumique entraîne une **augmentation** de la cission résolue critique. Par contre, dans les conditions de franchissement par cisaillement par des dislocations fortement couplées ou par contournement une augmentation de la taille des précipités à iso-fraction volumique entraîne une **diminution** de la cission résolue critique. Cet effet est illustré sur la Figure 3.12 qui représente les valeurs que prend l'incrément de CRSS selon le mécanisme de franchissement du précipité et sa taille pour une fraction volumique monomodale de précipités de 45% suivant le modèle de Reppich calibré pour le N18 à gros grains (cf. paragraphe 4.2.1). Comme le montre la Figure 3.12, il existe deux tailles critiques du précipité qui délimitent le domaine de taille où le précipité est cisaillé par des dislocations faiblement couplées, celui où il est cisaillé par des dislocations fortement couplées et celui où il est contourné. Sur la Figure 3.12, le domaine où le précipité est cisaillé par des dislocations faiblement couplées correspond aux précipités de tailles inférieures à 45 nm, le domaine où le précipité est cisaillé par des dislocations fortement couplées correspond aux précipités de tailles supérieures à 45 nm et inférieures à 2,75 μm.

La résistance du matériau est donc d'autant plus grande que les précipités de taille supérieure à la taille critique de contournement (contournement des dislocations plus difficile) sont petits et que les précipités inférieurs à la taille critique de cisaillement par des dislocations faiblement couplées sont grands (cisaillement plus difficile).

Ces approches sont avant tout valables dans le cas de faibles fractions volumiques ($<$10%) de précipités, dans le cas d'une population monomodale, avec des précipités sphériques. Pour pouvoir l'appliquer aux superalliages à base de nickel de cette étude, il faut donc vérifier leur adaptation aux fortes fractions volumiques (de l'ordre de 50%), aux populations bimodales et aux précipités de forme cuboïdale.

Pour une répartition bimodale des tailles de précipités, la forme que prend l'augmentation de cission résolue critique issue des deux populations combinées (τ_p) à partir des augmentations de cissions critiques résolues de chacune des deux populations

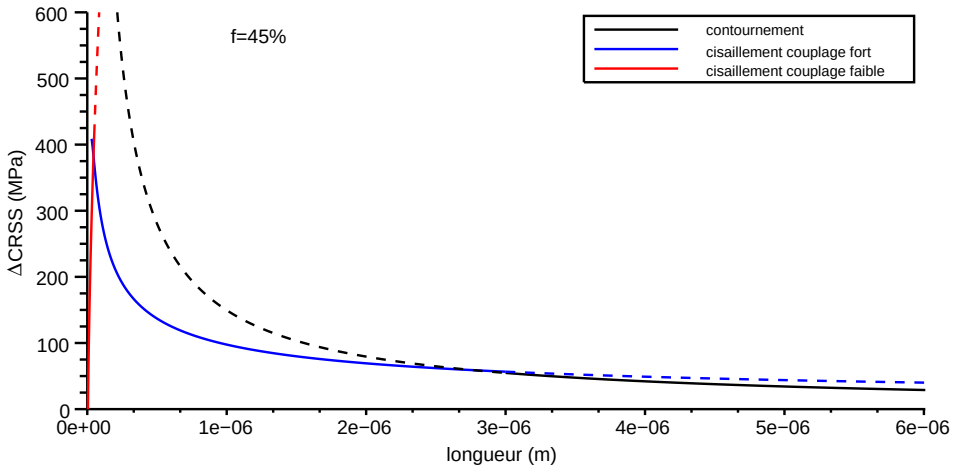


FIG. 3.12. Évolution de la cission résolue critique nécessaire à l'activation des mécanismes de franchissement des précipités en fonction de la taille des précipités pour une fraction volumique constante [56].

prises individuellement (τ_{p1} et τ_{p2}) ne fait pas actuellement consensus. La plupart des publications utilisent simplement la somme des deux ($\tau_p = \tau_{p1} + \tau_{p2}$) [57, 55]. Mais d'autres formes comme $\tau_p = \left(\tau_{p1}^2 + \tau_{p2}^2\right)^{1/2}$ ou $\tau_p = \frac{n_1}{n_1+n_2}\tau_{p1} + \frac{n_2}{n_1+n_2}\tau_{p2}$ ont également été suggérées, avec n_1 et n_2 le nombre de précipités par unité de surface des populations 1 et 2 [53, 51].

Grâce à des simulations, Foreman et Makin (1967) [58] ont montré que lorsque plusieurs populations de précipités (la première population suivant le modèle des précipités faibles, comme les atomes en solution solide et la seconde population suivant le modèle des précipités forts, comme les précipités de γ') l'augmentation de limite d'élasticité est la somme des augmentations dues à chacune des populations prises individuellement. Par contre si les précipités sont de "forces" et de concentrations similaires, leur interaction est de forme quadratique. Rao *et al.* [59] ont utilisé des simulations en dynamique des dislocations pour de fortes fractions volumiques de précipités ($>40\%$). Ils ont également simulé le comportement des dislocations pour des distributions bimodales de précipités. Ils en concluent que l'incrément de CRSS dû aux précipités tertiaires est très important lorsque ceux-ci sont de petite taille ($\leq 20nm$). Mais au delà de cette taille, leur contribution est avant tout une augmentation de la fraction volumique de précipités : on pourrait les assimiler à la première population.

Un certain nombre d'études par dynamique des dislocations permettent également de prendre en compte l'influence d'une forte fraction volumique de précipités sur la cission résolue critique dans les superalliages à base de nickel. Rao *et al.* [59] montrent que lorsque les précipités de tailles comprises entre 20 et 400 nm sont cisaillés par les dislocations, la limite d'élasticité dépend de la racine de la fraction

volumique de précipités, de l'énergie de paroi d'antiphase mais elle dépend assez peu de la taille des précipités. Les cubes sont de « moins bon obstacles » que les sphères : la limite d'élasticité est augmentée d'environ 25% lorsque l'on remplace des cubes par des sphères pour une énergie de paroi d'antiphase de 320 $mJ.m^{-2}$ et une taille de précipité de 100 nm. Cependant cet effet de forme diminue avec l'énergie de paroi d'antiphase.

Application au cas des superalliages : conclusions

Bien que les modèles usuels de calcul d'incrément de cission résolue critique dû aux précipités aient été conçus pour de faibles fractions volumiques monomodales de précipités sphériques, il est possible de les utiliser pour rendre compte de l'effet d'un changement de microstructure sur la limite d'élasticité pour les superalliages à base de nickel (qui contiennent une forte fraction volumique de précipités cuboïdaux, souvent bimodale). L'utilisation de ces modèles nécessite néanmoins la connaissance de coefficients matériau, tels que l'énergie de paroi d'antiphase, qui ne sont pas aisément accessibles expérimentalement, ainsi que la définition d'un rayon équivalent, pour assimiler les cuboïdes à des sphères et/ou d'un paramètre d'effet de forme.

3.2.3 Autres mécanismes de durcissement

Il peut exister plusieurs autres formes de durcissement, comme le durcissement par solution solide, le durcissement lié au désaccord paramétrique entre la phase γ et la phase γ', des forces liées à un ordre à courte distance. Le durcissement par solution solide est dû aux éléments d'alliage, autres que le nickel, se trouvant dans la matrice. Ils gênent la propagation des dislocations, car ils distordent le réseau atomique. Néanmoins, dans les superalliages à base de nickel, leur effet est moindre que celui des précipités. De même le désaccord paramétrique entre matrice et précipité distord le réseau. Cependant, Nembach et Neite [51] ont conclu qu'il n'y avait pas de preuves convaincantes que les contraintes de cohérence aient une réelle influence dans l'écrouissage, pour les désaccords paramétriques de l'ordre de ceux qu'on peut trouver dans les superalliages commerciaux. L'ordre à courte distance est décrit par Coujou et Clément [60]. Ils ont mené des observations *in situ* et *post mortem* d'un superalliage à base de nickel, le MC2 et d'alliages monophasés de compositions identiques aux phases γ et γ' du MC2. En particulier ils ont observé la multiplication des dislocations dans les couloirs de γ par la formation de boucles de dislocations dans la matrice par glissement dévié des parties vis des dislocations simples de la matrice à une température de 850°C. Après cisaillement d'un précipité par une super-Shockley, il reste une dislocation de Shockley autour du précipité, en accord avec le mécanisme de Condat-Décamps. De ce fait, la phase γ contribue au durcissement car un ordre "local" (peut-être à courte distance) engendre une contrainte de friction supérieure à la limite d'élasticité du matériau [60].

Dans le cadre de ce travail, on ne tiendra pas compte de ces autres mécanismes,

considérés comme minoritaires. Le durcissement par solution solide, par exemple, devrait être identique pour toutes les microstructures, étant donné qu'elles présentent toutes la même fraction volumique totale de précipités.

Un autre mécanisme parfois décrit est le micromaclage. On parle de micromacle pour des « macles » qui ne font que quelques plans atomiques de largeur. Typiquement celles décrites dans l'article de Kovarik *et al.* [61] ont une largeur de 3 à 50 plans atomiques. Zhang *et al.* [62] dans l'alliage TMS-75 ou Knowles *et al.* [63] dans l'alliage CMSX-4 à 1050°C décrivent eux aussi ce phénomène.

3.3 Influence des paramètres microstructuraux sur le comportement des superalliages pour disques (résultats expérimentaux extraits de la littérature)

Les différents mécanismes susceptibles de s'activer lors de la déformation plastique du matériau ayant été décrits, quels sont leurs effets macroscopiques sur la réponse mécanique des superalliages polycristallins, en particulier sur le comportement en traction monotone puis vis-à-vis de la fatigue.

3.3.1 Effet de la microstructure sur le comportement monotone des superalliages

L'influence de la microstructure sur le comportement en traction monotone a déjà fait l'objet de nombreuses études [3, 4, 5, 64, 65]. Celles-ci ont montré que la limite d'élasticité et la résistance maximale sont liées à la taille de grains, à la taille des γ'_{II}, des γ'_{III} et probablement à leurs fractions volumiques.

Effets de la taille de grains

La taille de grains dépend principalement de la température du traitement de mise en solution. S'il est supersolvus (température au-dessus du solvus des γ'_I) la taille de grains est grande, sinon elle est petite ($\approx$10 μm). Des études réalisées aussi bien pour des alliages élaborés par métallurgie des poudres que par voie coulé-forgé, dans lesquelles des traitements supersolvus et subsolvus ont été comparés, montrent que les plus faibles tailles de grains conduisent toujours aux résistances à la traction et aux limites d'élasticité les plus élevées pour les températures basses et moyennes (Alloy 10 [66, 67], U720 PM [68, 69], U720 C&W [70, 65] et N18 [4]). Les écarts constatés dépendent de la température et du matériau. Ils peuvent atteindre jusqu'à 200 MPa (cas de la résistance maximale à la température ambiante dans le cas de l'alliage U720 pour une variation de taille de grains comprise entre 22 et 420 μm [68]). Toutefois, plusieurs de ces études indiquent que les écarts observés à basse température (en particulier sur la résistance maximale) diminuent lorsque la température d'essai augmente. Selon les alliages, au-delà de 650 à 750°C, les microstructures à gros grains peuvent présenter des résistances à la traction supérieures à celles à petits grains [15, 69, 65].

Par contre, cette tendance n'est pas vérifiée si la taille de grains n'est pas homogène. Pour l'alliage Waspaloy (C&W), Brogdon et Rosenberg [71] montrent que la résistance à la traction à 538°C est plus élevée dans le matériau avec une taille moyenne d'environ 32 μm et relativement homogène comparativement au matériau avec une taille moyenne d'environ 19 μm mais avec des gros grains jusqu'à 180 μm.

Effets des joints de grains

Dans l'Astroloy, Loyer-Danflou [18] et Milam [64] ont observé que la quantité et la morphologie des joints de grains (joints de grains dentelés) jouent un rôle clef sur la résistance mécanique de l'alliage.

La microstructure du joint de grains peut également être légèrement différente de la microstructure "loin du joint". Entre autres, il peut y avoir autour du joint une zone libre de précipités (PFZ precipitate free zone). Sur le NIMONIC PE16, une étude [72] a été menée pour connaître l'influence des zones libres de précipités, sur la limite élastique. Elle a montré que les zones libres de précipités adoucissent le matériau (*i.e.* diminue la limite d'élasticité) parfois jusqu'à 25%. Elles sont effectives uniquement pour une largeur supérieure à $1,7r(\sqrt{\frac{3\pi}{4f}}-1)$, où r est le rayon des précipités, et f la fraction volumique de précipités. L'interprétation micromécanique est l'activation de glissements multiples pour accommoder les déformations différentes des grains le long du joint. Ce phénomène produit des sources de dislocations. Ces sources émettent des dislocations qui s'empilent contre la limite des PFZ et des zones avec précipités, créant une contrainte locale très forte qui permet le cisaillement des précipités à une contrainte globale plus faible. Sans PFZ, les dislocations produites aux joints de grains interagissent entre elles, sans s'empiler.

Effets des précipités primaires de $\gamma'(\gamma'_I)$

Milligan et ses collaborateurs ont montré que les précipités primaires de γ' ne jouaient pas un rôle significatif sur la limite d'élasticité de l'IN100 [3]. De même, dans les superalliages à base de nickel-cobalt, Osada *et al.* [73] remarquent que l'influence des précipités fins sur la résistance maximale est plus grande que celle des précipités primaires, grâce à des tests de dureté Vickers. Bhowal *et al.* [14] constatent pour le René95 un gain de 50 MPa entre le matériau contenant 12% de γ'_I et celui en contenant 4%. Cette diminution de fraction volumique de précipités primaires résulte d'une augmentation de la température de mise en solution qui est plus proche de la température de solvus de γ'. Cela entraîne une augmentation de la concentration en éléments γ'-gènes en début de trempe et donc une augmentation de la fraction volumique de γ' secondaires précipitée en cours de trempe. C'est cette augmentation de la fraction volumique de précipités secondaires qui entraîne l'augmentation de la limite d'élasticité. Les résultats de Milligan, Bhowal et Osada soulignent l'effet durcissant plus important des précipités secondaires par rapport aux particules massives de précipités primaires de γ'.

Effets des précipités secondaires et tertiaires de $\gamma'(\gamma'_{II}$ et $\gamma'_{III})$

Quel que soit le superalliage étudié, il est toujours observé que plus la vitesse de refroidissement est élevée, plus les précipités secondaires de γ' sont petits et plus la limite d'élasticité et la résistance maximale sont élevées. Par exemple, Guédou

et al. [4] observent une augmentation d'environ 10% de la limite d'élasticité dans le N18 lorsque la taille des γ'_{II} passe de 0,3 μm à 0,2 μm. Dans certaines études, il est signalé que l'augmentation de la vitesse de refroidissement a une plus grande influence sur la limite d'élasticité que sur la résistance maximale (René88 à 20°C [74], LSHR à 704°C [75], René95 à 650°C [14]). Mais ce n'est pas vérifié dans le cas du N18 à 650°C [4] et 700°C [15].

Par ailleurs, la taille et la distribution des précipités secondaires de γ' peuvent également être modifiées par l'application d'un traitement de revenu après la trempe, en particulier dans le cas des matériaux refroidis lentement. Cet effet est dû à la présence de deux populations de précipités secondaires formées au cours de la trempe. Le revenu influe principalement sur la plus fine des deux. Pour des alliages refroidis plus rapidement, le revenu intervient surtout sur la population de γ'_{III} beaucoup plus fine que la ou les populations de γ'_{II}. L'absence de ces γ' tertiaires ou leur très forte coalescence dans certaines microstructures expérimentales conduit à une dégradation des propriétés mécaniques. Ainsi, la comparaison du N18 « standard » (subsolvus) et du N18 « vieilli » pendant 300 heures à 800°C indique une forte coalescence des γ' tertiaires qui s'accompagne d'une légère baisse de la limite d'élasticité à 0,2% (-30 MPa) et de la résistance maximale (-15 à 20 MPa) à 700°C [10]. Cette même tendance a été observée en traction à 400 et 700°C pour les alliages NR3 et NR6 ayant subi soit un revenu de 4 heures à 750°C (optimisé) soit un revenu de 4 heures à 850°C (survieilli) (écarts compris entre 50 et 85 MPa) [13, 76]. Sur d'autres alliages un peu moins proches du N18, une influence importante des précipités tertiaires a pu être constatée également. Dans le cas de l'alliage KM4 traité supersolvus [77], une différence de l'ordre de 220 MPa sur la limite d'élasticité à 0,2% pour des essais de compression est observée entre une microstructure sans et avec précipités tertiaires. Une autre étude réalisée sur l'alliage René88DT "brut de trempe" (As-cooled) et "revenu" (Aged) à 760°C pendant 24 h montre le rôle non négligeable du revenu sur les propriétés en traction à la température ambiante [74]. En effet, la différence de limite d'élasticité à 0,2% (ou bien de résistance maximale) entre ces deux états microstructuraux est de l'ordre de 100 MPa pour les vitesses de refroidissement les plus faibles et supérieure à 150 MPa pour les vitesses les plus rapides. Or, à l'issue d'un refroidissement rapide, la fraction volumique de précipités secondaires est moins grande qu'après un refroidissement plus lent car les précipités ont moins de temps pour grossir. Il y a donc plus d'éléments γ'-gènes en solution disponibles pour former des γ'_{III} et donc au terme du revenu une fraction de γ' tertiaires plus élevée. C'est pourquoi l'influence du revenu est plus importante dans le cas du refroidissement rapide : il influe sur la taille des précipités tertiaires, or plus la fraction volumique de ceux-ci est élevée plus leur influence sur la limite d'élasticité est grande. Par contre, à plus haute température, sur l'alliage LSHR, des régressions linéaires multiples reliant les paramètres microstructuraux et les résistances en traction à 704°C indiquent que la limite d'élasticité dépend des γ' secondaires et tertiaires alors que la résistance maximale est influencée uniquement par les γ' secondaires [75].

Cette étude bibliographique montre donc que les principaux paramètres qui ont un rôle sur le comportement monotone sont les précipités secondaires de γ'. La diminution de la taille des précipités secondaires conduit à une augmentation de limite

d'élasticité et de la résistance mécanique. La taille de grains et la morphologie des joints de grains ont également une influence. Par contre, l'influence des précipités primaires de γ' semble être négligeable. A partir des résultats expérimentaux plusieurs auteurs ont tenté de modéliser la limite d'élasticité de certains superalliages en fonction des paramètres microstructuraux. Heilmaier *et al.* [55] et Milligan *et al.* [3] ont utilisé les modèles de calcul de cission résolue critique présentés dans le paragraphe 3.2.2. Par ailleurs, Mao *et al.* [74] ont défini une loi donnant la contrainte à la rupture et la limite d'élasticité en fonction de la vitesse de refroidissement (et donc de la taille et la fraction volumique de γ'_{II}) pour le René88 DT.

3.3.2 Effet de la microstructure sur le comportement en fatigue

De nombreuses études ont été menées sur la fatigue des superalliages. Bon nombre s'intéressent à l'influence de la taille de grains. Par contre très peu se sont réellement focalisées sur l'influence des précipités intragranulaires sur la fatigue. La plupart des articles qui en font mention aboutissent à ne constater aucun effet ou à dire que l'amorçage sur inclusion masque les effets de microstructure. Par ailleurs, la plupart du temps les changements de la microstructure intragranulaire sont accompagnés de changement de taille de grains ou d'apparition de phase TCP. L'influence des différents paramètres peut alors être difficile à décorréler.

Effets de la taille de grains

Si les grains sont plus gros que les inclusions et les pores, l'amorçage a généralement lieu sur les grains. Comme ils sont répartis de façon homogène, il est certain d'en avoir un au point critique. Il y a donc assez peu de dispersion en fatigue et la prévision de la durée de vie s'en trouve facilitée.

Par contre si la taille de grains est beaucoup plus petite que celle des défauts, l'amorçage a lieu sur ces défauts. De ce fait, si un défaut est présent au point critique la durée de vie sera courte, mais s'il n'y en a ni au point critique, ni dans les zones qui subissent les chargements les plus élevés, elle sera longue. Comme les défauts sont répartis aléatoirement, il n'est pas possible de prévoir leur présence en un point critique ou sur des points qui « voient » un chargement proche. Il y a donc une forte dispersion sur la durée de vie, qu'il est difficile de contrôler. La courbe minimum sert donc à établir les prévisions de durée de vie.

Même en ne considérant que des alliages traités en conditions supersolvus, l'influence de la taille de grains n'est pas négligeable. En effet, dans l'alliage LSHR, Gabb *et al.* [7] montrent que la taille de grains a une grande influence sur la durée de vie, une fois que l'on a atteint une taille suffisante pour éviter l'amorçage sur inclusion. Pour ces tailles, l'amorçage a lieu sur des facettes dont la taille est la taille de grains. De ce fait, plus la taille de grains est grande, plus la facette qui amorce

est grande et plus la durée de vie à amorçage est courte.

Par ailleurs, Albrecht [70] montre que, dans l'Udimet 720 Li, l'amplitude de contrainte nécessaire à la propagation des fissures est très élevée (>88% de la résistance maximale), de ce fait la fissure se propage dans une zone déjà complètement plastifiée où beaucoup de systèmes de glissements sont activés. Les joints de grains représentent alors des obstacles très faibles (plus il y a de systèmes de glissements actifs plus il y a de chance pour que l'orientation de l'un d'eux coïncide avec la direction de propagation de la fissure). Cependant il observe que plus la taille des grains est élevée, plus la durée de vie moyenne en fatigue est faible même si la variation reste faible (un peu moins d'un ordre de grandeur entre 22 μm et 420 μm dans le cas de l'Udimet 720 Li).

La tendance générale est donc la suivante : plus la taille de grains est élevée, plus la durée de vie moyenne est courte. Cependant, l'amorçage sur les inclusions dans les microstructures à petits grains tend à augmenter la dispersion et à limiter fortement la durée de vie minimale, indépendamment de la taille de grains.

Effets des précipités secondaires et tertiaires de γ'(γ'_{II} et γ'_{III})

Peu d'études sur le sujet ont été menées. Souvent plusieurs paramètres microstructuraux ont été modifiés en même temps, ce qui rend assez difficile la détermination de l'influence de chacun des paramètres. Pang et Reed, qui ont étudié l'influence de la microstructure sur la durée de vie en fatigue, soulignent d'ailleurs la difficulté à produire des microstructures où un seul des paramètres microstructuraux varie [78]. Cependant un regain d'intérêt pour l'influence de la précipitation sur la fatigue et la compréhension des mécanismes d'amorçage est à noter actuellement grâce à des études récentes sur les alliages Udimet 500 [79], Nimonic 80 [80], Udimet 720 [78, 81] et LSHR [7].

Dans l'Udimet 720 et le RR1000, Pang et Reed [78, 81], concluent que la résistance à l'amorçage augmente avec des grains plus fins et/ou des précipités secondaires plus fins. Par contre, la résistance à la propagation des fissures courtes augmente lorsque les grains et les γ'_{II} et γ'_{III} sont plus gros. La résistance à la propagation des petites fissures augmente également avec une plus grande proportion de précipités intragranulaires et avec la fraction volumique de précipités intergranulaires γ'_I. Ce résultat souligne une autre des difficultés liées à l'étude de la durée de vie des superalliages en fatigue : la durée de vie d'un disque dépend à la fois de la résistance à l'amorçage, à la propagation de fissures courtes, puis de la résistance à la propagation de fissures longues. Or ces propriétés varient souvent en sens opposés avec les paramètres microstructuraux. Qui plus est, leur importance relative dépend du chargement appliqué.

Malgré ces difficultés, d'autres résultats intéressants ont été obtenus. Pour Albrecht [70], plus la vitesse de refroidissement est élevée (c'est-à-dire plus la fraction volumique des γ' tertiaires est grande et plus la taille des précipités secondaires est

petite), plus la durée de vie en fatigue est grande (un peu moins d'un ordre de grandeur aux grandes amplitudes (1200 MPa), entre une vitesse de refroidissement de 5°C/min et de 650°C/min).

Flageolet a étudié le N18 à petits grains. Il montre que le vieillissement du N18 (300h à 800°C) entraîne la disparition de la phase γ'_{III} et l'apparition de phases TCP (σ et μ). La disparition de la phase γ'_{III} n'a pas d'effet sur la durée de vie en fatigue pure à 700°C, aussi bien en chargements alternés qu'en répétés, mais elle a un fort effet négatif sur les essais de fatigue-fluage : la durée de vie est divisée par deux, la déformation globale est doublée, quel que soit le temps de maintien choisi. L'endommagement initial permettant l'amorçage et la propagation de la fissure a lieu plus rapidement. Concernant l'absence de différence sur la durée de vie en fatigue, elle est probablement due à l'amorçage de fissure sur inclusion qui masque les éventuels effets de la microstructure. Par ailleurs, aussi bien dans le N18 standard que dans le N18 vieilli, une décohésion des joints aux interfaces de deux précipités de γ'_I et γ'_I/matrice est observée. Elle conduit à une microfissuration en volume. Les phases topologiquement compactes ne semblent jouer aucun rôle [10].

3.3.3 Effet de la microstructure sur la propagation de fissures

Dans les superalliages, la propagation de fissures est le plus souvent décrite par une loi de Paris ($da/dN = C\Delta K_m$). Elle s'applique généralement bien aux fissures longues, mais est inadaptée aux petites fissures. Par exemple, dans le René 88 DT, pour des essais de fatigue en chargement alterné (R_{sig}=-1, 960MPa), la loi de Paris peut s'appliquer pour des fissures d'une taille supérieures à 50 μm. Mais elle s'applique mal en deçà de cette valeur. Or, dans le domaine de la LCF (low cycle fatigue), environ les deux tiers de la durée de vie sont consommés avant que la fissure critique n'atteigne 50 μm [82].

Une des raisons qui expliquent l'inadaptation de la loi de Paris aux fissures courtes est la propagation des petites fissures par coalescence : deux petites fissures d'orientations voisines se rejoignent pour former une fissure plus grande. Il y a donc un saut brutal dans la vitesse de propagation. Par ailleurs, Goto et Knwoles [83] pour l'Udimet 720Li et Boyd-Lee [84] rapportent que la propagation des microfissures est en réalité très inhomogène, propagation dans γ, arrêt aux interfaces γ/γ', contournement de γ', arrêt aux joints de grains... Elle est d'autant plus inhomogène que le chargement est proche du seuil de propagation. Boyd-Lee explique ces arrêts par la difficulté à franchir les joints de grains : les fissures se propagent le plus souvent le long des bandes de glissement. Lorsqu'elles parviennent à un joint de grains particulièrement irrégulier, elle doivent prendre un chemin tortueux pour se propager et sont donc ralenties. De même si les bandes de glissement de deux grains sont fortement désorientées, il est plus difficile à la fissure de se propager. Les plus longs arrêts interviennent en effet aux joints entre deux grains fortement désorientés. Ainsi, plus le cheminement est tortueux, plus la résistance aux microfissures est grande. Une autre raison est la taille de la zone plastique autour de la fissure. En

effet, au tout début de la fissuration la taille de la zone plastique est de l'ordre de la taille de fissure, de ce fait le facteur d'intensité des contraintes, K_I, est non défini. Par contre, pour une fissure longue, la taille de la zone plastique est petite devant la taille de fissure, la plasticité est alors limitée au « fond de fissure ».

La diminution de la taille de grains augmente la probabilité de rencontrer un grain fortement désorienté, elle est donc bénéfique à la résistance à la propagation de microfissures. Par ailleurs, un joint de grains dentelé, donc plus tortueux, serait également bénéfique. D'autres essais sur de l'Astroloy [85] ont également montré l'intérêt de l'ondulation aux joints de grains : bien qu'aucune différence n'ait été visible sur les essais de traction, la vitesse de propagation des fissures longues en fatigue-fluage a été fortement diminuée.

3.3.4 Bilan

Les effets des différents paramètres microstructuraux sur le comportement mécanique et la durée de vie en fatigue sont résumés dans le Tableau 3.2. A taille de grains fixée, la durée de vie en fatigue serait donc améliorée principalement par un affinement de la précipitation intragranulaire (γ'_{II} et γ'_{III}). En fait, il s'agit plus probablement d'une augmentation de la cission résolue critique due au durcissement par la précipitation. Par contre, la résistance à la propagation des macrosfissures en fatigue-fluage serait améliorée par de plus gros précipités. En effet, les précipités qui touchent le joint de grains « poussent » le joint et lui donne une forme plus tortueuse, de ce fait plus les précipités aux joints sont gros, plus l'amplitude de l'ondulation aux joints de grains est forte. La partie suivante qui décrit les essais réalisés sur le N18 à gros grains, nuancera un peu cette conclusion.

	Limite d'élasticité	Résistance maximale	Ductilité	Tenue au fluage	Résistance aux microfissures	Résistance aux macrofissures	Durée de vie LCF
augmentation de la taille de grains	-	=/-	-	+	=	+/=	-/=
ondulation aux joints de grains		-	-	+		+	
augmentation de la taille de γ'_{II}	-/=	-		-		=	-
augmentation de la taille de γ'_{III}	=	=			-	+	-
augmentation de la fraction volumique de γ'_{II}	=				-		
augmentation de la fraction volumique de γ'_{III}	+			-/+		+	
Présence de γ'_{I}				-			

TAB. 3.2. Influence des paramètres microstructuraux sur le comportement mécanique et la durée de vie.« + » signifie augmente,« - » signifie diminue, « = » signifie « n'a pas d'influence sur ». La première case du Tableau se lit : une augmentation de la taille de grains diminue la limite d'élasticité.

Chapitre 4

Résultats et Discussion

En première partie de ce chapitre se trouve la description des essais mécaniques réalisés. Puis on trouvera les résultats en termes de comportement et de durée de vie. Certaines éprouvettes testées ont été observées au microscope électronique en transmission (MET) afin de connaître les mécanismes de plasticité activés au sein de l'éprouvette. En dernier lieu, les fractographies de ces essais ont été soigneusement observées afin de déterminer le type d'amorçage, la localisation de celui-ci, et d'obtenir d'autres informations sur les mécanismes de plasticité et de propagation de fissure.

4.1 Matrice d'essais

Afin d'étudier l'effet de la microstructure sur la durée de vie, il convient de s'affranchir des effets d'amorçage sur inclusion. Pour cela, tous les essais mécaniques sont réalisés sur un matériau à gros grains. De plus, une température de 450°C a été choisie car elle présente le double avantage de limiter l'amorçage sur inclusion et les effets de viscosité. Cinq microstructures dont les caractéristiques visées sont rappelées dans le Tableau 4.1 ont été testées (ces caractéristiques permettent de ne faire varier qu'un seul des paramètres microstructuraux de l'une à l'autre).

microstructure	trempe	revenu	fraction volumique de γ'_{II} (%)	taille de γ'_{II} (nm)	fraction volumique de γ'_{III} (%)	taille de γ'_{III} (nm)
standard	air	700°C 24h+800°C 4h	45	200	5	30
sans γ'_{III}	air	900°C 1h	50	200	0	X
γ'_{III} fins	air	650°C 4h	45	200	5	10
γ'_{II} fins	eau	700°C 24h+800°C 4h	43	130	5	20
gros γ'_{II}	lente	700°C 24h	48	1500	0	X

TAB. 4.1. Tableau récapitulatif des microstructures testées en fatigue. Chacune de ces microstructures a été obtenue après un traitement de mise en solution supersolvus. La taille de grains est d'environ 50 μm. La trempe lente correspond à un refroidissement four à 4°C/min jusqu'à 1000°C, puis 1°C/min jusqu'à 900°C suivi d'une trempe à l'air.

La matrice d'essais doit permettre de déterminer, pour chaque microstructure, le comportement inélastique du matériau sous chargement cyclique ainsi que la résistance en fatigue. Une matrice de cinq essais par microstructure a donc été définie. Elle est décrite dans le Tableau 4.2.

Le premier essai est un essai de traction simple. Il permet de connaître les paramètres fondamentaux du comportement monotone tels que le module d'élasticité, le module d'écrouissage et la limite d'élasticité, ainsi que des paramètres utiles pour calibrer le modèle de fatigue tels que la ductilité et la contrainte à la rupture. La

N°	1	2	3	4	5
Essais effectués sur toutes les microstructures	traction monotone	fatigue $R\varepsilon = -1$ $\Delta\varepsilon$ =1% et $\Delta\varepsilon$ =1,4%	fatigue répétée $R\varepsilon = 0$ $\Delta\varepsilon$ =0,9%	fatigue répétée $R\varepsilon = 0$ $\Delta\varepsilon$ =0,7%	fatigue répétée* $R\varepsilon = 0,6$ $\Delta\varepsilon$ =0,4%

TAB. 4.2. Tableau récapitulatif des essais effectués sur toutes les microstructures. * : lors de cet essai seul le premier cycle est à déformation imposée, il est poursuivi en contrainte imposée à 15 hertz.

vitesse de déplacement imposée est de 0,1 mm/min pour la plupart des essais donne une vitesse de déformation proche de la vitesse de 10^{-3} s^{-1} imposée lors des essais de fatigue.

Le second essai est un essai d'écrouissage cyclique. Il s'agit d'un essai de fatigue alternée à niveau croissant de déformation. La sollicitation est de forme triangulaire à vitesse de déformation imposée égale à $10^{-3}s^{-1}$. Il a pour but de donner des points nécessaires au tracé de la courbe d'écrouissage cyclique. De plus, il permet également de connaître l'évolution de l'écrouissage isotrope. Pour analyser cet essai on fait l'hypothèse qu'il n'y a pas « d'effet d'histoire » de la déformation plastique. La courbe d'écrouissage cyclique représente l'amplitude de contrainte en fonction de l'amplitude de déformation plastique au cycle stabilisé. Pour obtenir un point de cette courbe, il faut donc imposer une amplitude de déformation suffisante pour que l'amplitude de déformation plastique ne soit pas nulle au cycle stabilisé. Étant donné l'importance du durcissement cyclique du N18, les amplitudes de déformation à imposer sont donc importantes. De ce fait, les durées de vie sont très faibles, de l'ordre de quelques centaines de cycles, à la limite du domaine de fatigue oligocyclique.

Il a été considéré dans un premier temps que l'état stabilisé était atteint après 300 cycles. Au vu des premiers résultats, cette valeur de 300 cycles est apparue insuffisante. Pour les essais suivants le niveau de déformation a donc été changé après 500 cycles. Les niveaux choisis sont $\Delta\varepsilon = 1\%$ puis $\Delta\varepsilon = 1,4\%$.

Les troisième et quatrième essais sont des essais de fatigue répétée à 0,35% et 0,45% d'amplitude de déformation ($\Delta\varepsilon/2$) imposée. La sollicitation est de forme triangulaire à vitesse de déformation constante égale à $10^{-3}s^{-1}$. Ces essais permettent de fournir deux points de la courbe de relaxation de la contrainte moyenne. Cette courbe représente la contrainte moyenne relevée au cycle stabilisé en fonction de l'amplitude de déformation imposée. Ces essais visent à analyser l'influence de la microstructure sur la relaxation de la contrainte moyenne. Il est important de connaître cette contrainte moyenne car sa diminution a un effet bénéfique sur la résistance en fatigue. Les durées de vie de ces essais sont de l'ordre de 10^3-10^5 cycles dans le domaine de fatigue oligocyclique.

Le cinquième essai est un essai à rapport de charge élevé et donc à forte contrainte moyenne. De plus, les durées de vie visées sont longues ($10^5 - 10^6$ cycles). Étant don-

née la durée de vie très longue de ces essais, une fréquence de 15 hertz avec une sollicitation sinusoïdale a été choisie afin de raccourcir le temps d'essai. L'extensomètre n'étant pas capable, à cette vitesse de chargement trop grande, de suivre correctement les déformations, le chargement est en contrainte imposée. La contrainte à imposer est choisie de telle sorte que le chargement soit identique à un chargement en déformation imposée entre 0,6% et 1% de déformation. C'est-à-dire que la valeur de la contrainte à 1% de déformation relevée lors de la première traction est imposée comme contrainte maximale du cycle. La contrainte minimale est celle relevée lorsque le matériau est déchargé en déformation imposée jusqu'à atteindre un niveau de déformation de 0,6%, suite à la première traction à 1% de déformation (cf. Figure 4.1). Le matériau subit donc une première charge et décharge à déformation imposée à faible vitesse ($10^{-3}s^{-1}$) pour relever les niveaux de contraintes à imposer, puis la poursuite de l'essai se fait en contrainte imposée à 15 Hz.

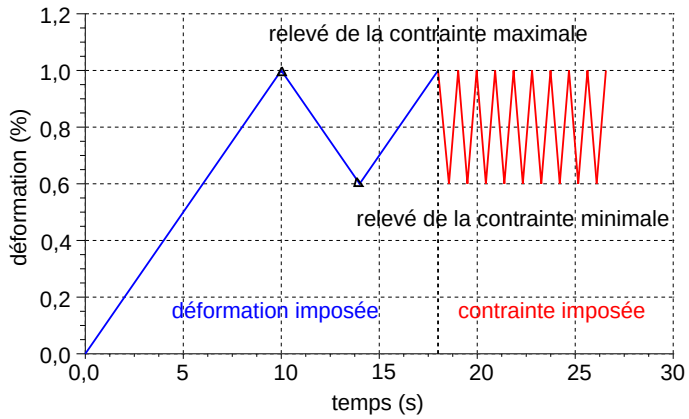


FIG. 4.1. Début du chargement de fatigue de l'essai N°5.

Ces cinq essais par microstructure permettent donc de couvrir une large plage de durées de vie ($10^2 - 10^6$ cycles), tout en mettant en évidence plusieurs aspects clefs pour la fatigue, incluant les phénomènes de relaxation de la contrainte moyenne et le durcissement cyclique.

Des essais complémentaires ont par ailleurs été réalisés. Contrairement aux précédents, ils n'ont été effectués que sur une ou deux microstructures. Ils sont décrits dans le Tableau 4.3.

- Deux essais en contrainte imposée entre 1100 MPa et 330 MPa ($R_\sigma = 0,3$) ont été réalisés pour les microstructures sans γ'_{III} et standard. Ces essais ont été réalisés avec une sollicitation triangulaire à la vitesse de déformation de $10^{-3}s^{-1}$. L'objet de ces essais est de vérifier qu'il n'y a pas d'influence de la vitesse de sollicitation sur la durée de vie.

- Un essai à déformation imposée entre 0,68% et 1% pour la microstructure avec γ'_{II} fins (même protocole que pour les essais à fort rapport de charge : le premier cycle est en déformation imposée, puis ce sont les contraintes maximale et minimale

micro- -structure	γ'_{II} fins	standard	sans γ'_{III}	γ'_{III} fins	gros γ'_{II}
essais complé- -mentaires	$R\varepsilon =$ 0,68 $\Delta\varepsilon =$ 0,32%*	traction $\dot{\varepsilon}$ variable	traction $\dot{\varepsilon}$ variable	$R\varepsilon = 0,6$ $\Delta\varepsilon$ =0,4%*	$R\varepsilon = 0,6$ $\Delta\varepsilon$ =0,4%*
		$R\sigma = -1$ $\Delta\sigma = 1160$MPa	$R\sigma = 0,3$ $\Delta\sigma = 770$MPa		
		$R\sigma = 0,3$ $\Delta\sigma = 770$MPa			

TAB. 4.3. Tableau récapitulatif des essais complémentaires effectués selon les microstructures. * : lors de cet essai seul le premier cycle est à déformation imposée, il est poursuivi en contrainte imposée à 15 hertz. Les essais $R\varepsilon = 0,6$ et $\Delta\varepsilon$ =0,4% sont identiques à l'essai 5 du Tableau 4.2 afin de le doubler.

relevées au premier cycle qui sont imposées à une fréquence de 15 hertz avec une sollicitation sinusoïdale avec un contrôle en effort imposé). Cet essai a pour but d'obtenir une durée de vie un peu plus longue et un rapport de charge encore plus fort.

- Un essai de fatigue alternée en contrainte imposée entre -580 MPa et 580 MPa pour la microstructure standard à une fréquence de 15 hertz avec une sollicitation sinusoïdale, afin d'obtenir une durée de vie longue pour un essai en fatigue alternée.

- Deux essais de traction avec différentes vitesses de déformation imposée pour les microstructures standard et avec γ'_{III} fins, afin de vérifier que l'effet de viscosité est faible et de comprendre les phénomènes d'instabilités plastiques (vieillissement dynamique).

- Enfin les essais à fort rapport de charge identique à un chargement en déformation imposée entre 0,6% et 1% de déformation ont été doublés pour les microstructures avec γ'_{III} fins et avec gros γ'_{II}.

4.2 Effets de la microstructure sur le comportement

4.2.1 Traction

Résultats expérimentaux

Pour chaque microstructure, un essai de traction à la vitesse de $0,1$ mm/min a été réalisé (excepté pour la microstructure sans précipités tertiaires de γ' et pour la microstructure standard pour lesquelles suite à une erreur, la vitesse était respectivement de $0,15$ mm/min et de 1 mm/min). La viscosité étant faible à 450°C, cette erreur ne modifie pas la limite d'élasticité à 0,2% de déformation plastique, $R_{0,2}$.

Les courbes de traction sont représentées sur la Figure 4.2. Des instabilités dans le domaine plastique peuvent y être observées, en particulier sur les courbes des microstructures standard (noire) et avec γ'_{III} fins (vert). Elles sont probablement dues à un effet de vieillissement dynamique (cf. Annexe A.6).

La Figure 4.2b montre que la limite d'élasticité dépend fortement de la microstructure. Plus de 300 MPa séparent les limites d'élasticité maximale et minimale. Les précipités secondaires de γ' ont une influence beaucoup plus grande que les précipités tertiaires de γ'. En effet, la limite d'élasticité maximale correspond au matériau avec la microstructure à γ'_{II} fins (courbe bleue) et la limite d'élasticité minimale à la microstructure à gros γ'_{II} (courbe violette). Étant donné que les précipités secondaires de γ' représentent la plus forte fraction volumique (environ 45% de précipités secondaires et 5% de précipités tertiaires), ce résultat est attendu. Cependant, l'influence des précipités tertiaires n'est pas négligeable. Ils contribuent eux aussi à augmenter la limite d'élasticité, comme le montre la différence de 100 MPa entre les limites d'élasticité des microstructures standard (taille de γ'_{III} d'environ 30 nm) et avec des précipités γ'_{III} fins (taille de γ'_{III} d'environ 10 nm). Un résultat plus inattendu est que la limite d'élasticité du N18 avec une microstructure sans précipités tertiaires est plus élevée que celle correspondant à la microstructure avec des précipités tertiaires fins. Elle devrait être plus faible du fait de l'absence de précipités tertiaires qui participent au durcissement. Cependant, on peut supposer que les précipités tertiaires de γ' d'une taille inférieure à 10 nanomètres de diamètre sont trop petits pour contribuer au durcissement. Auquel cas les deux microstructures devraient avoir la même limite d'élasticité. D'autre part, dans le cas de la microstructure sans précipités tertiaires, la coalescence des tertiaires durant le traitement thermique est responsable d'un grossissement des précipités secondaires qui réduit légèrement la taille des couloirs de matrice. Ce phénomène entraîne donc un léger durcissement du matériau.

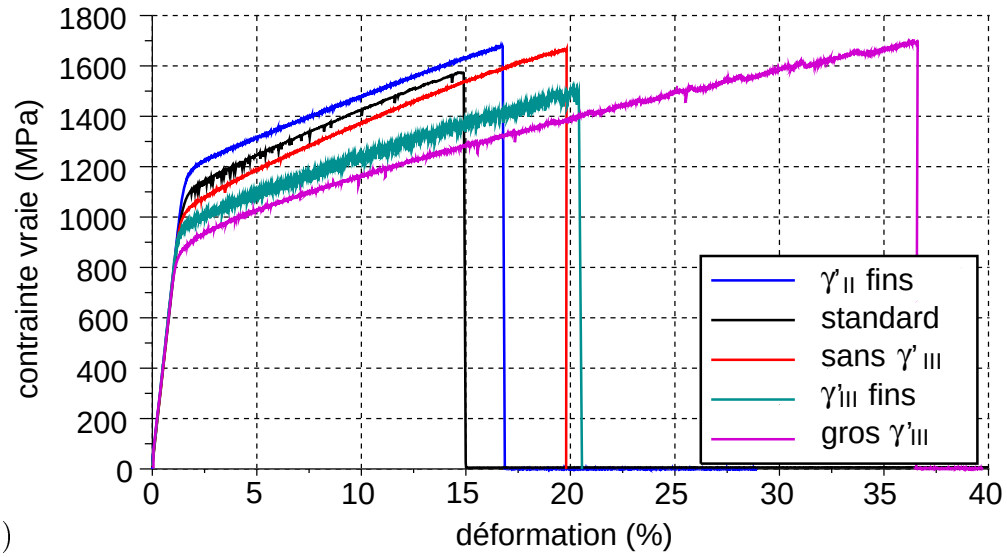
Il est difficile de trouver une tendance pour la contrainte à rupture ou l'allongement à la rupture, ce dernier est compris entre 15 et 20% pour toutes les microstructures excepté pour la microstructure à gros γ'_{II} pour laquelle il dépasse 35%.

Les ductilités mesurées après chaque essai de traction sont reportées dans le Tableau 4.4. La ductilité (Du) est définie par l'équation suivante :

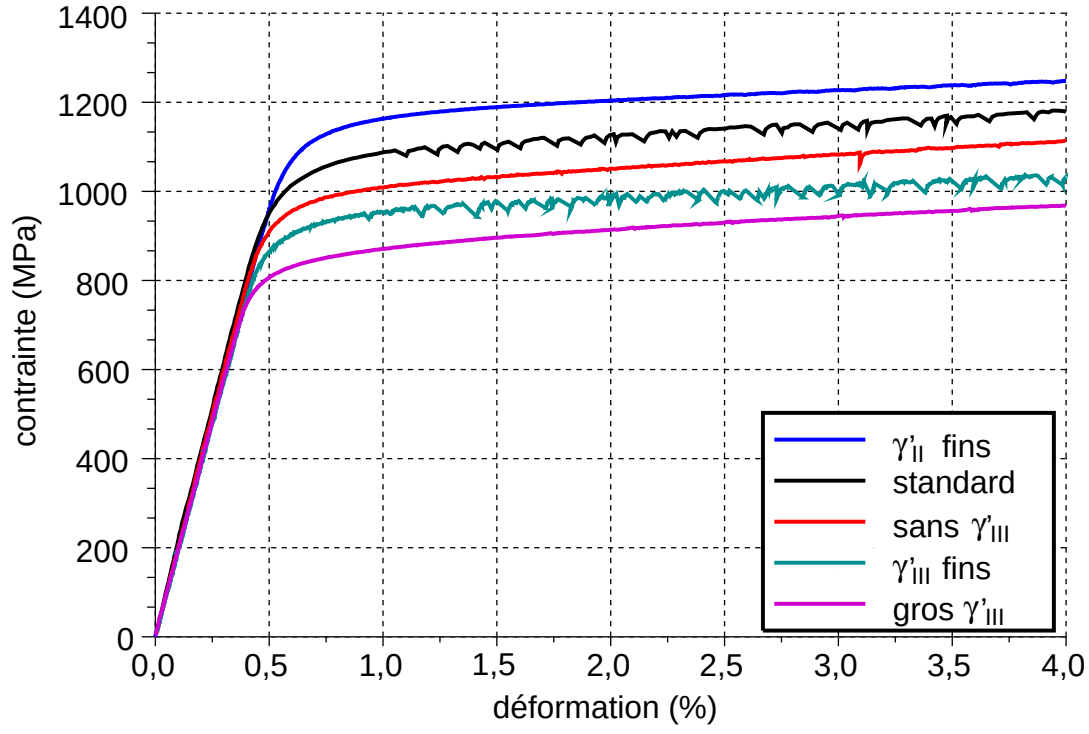
$$Du = -100log(1 - \frac{d_0 - d_f}{d_0}) \tag{4.1}$$

où d_0 désigne le diamètre initial de l'éprouvette et d_f le diamètre final.

Tout comme pour l'allongement à rupture, les ductilités sont très proches, comprises entre 10 et 12,5%, excepté pour la microstructure à gros γ'_{II}, pour laquelle elle dépasse 20%.



a)



b)

FIG. 4.2. Courbes de traction monotone des microstructures testées. a) Courbe complète, déformation déduite du déplacement de la traverse. b) Débuts des courbes, déformation mesurée avec un extensomètre.

microstructure	γ'_{II} fins	standard	sans γ'_{III}	γ'_{III} fins	gros γ'_{II}
ductilité (%)	10,5	10	11,5	12,5	21
limite d'élasticité $R_{0,2\%}$ (MPa)	1135	1048	975	920	812
contrainte à rupture (MPa)	1680	1574	1666	1500	1696
allongement à rupture (%)	16,1	14,3	19,1	18,5	35,8

TAB. 4.4. Résultats des essais de traction et comparaison des microstructures.

Estimation du seuil de plasticité

La cission résolue critique est la cission résolue minimale pour laquelle une dislocation parvient à se mouvoir dans le cristal. Le seuil de plasticité est la contrainte à partir de laquelle une déformation plastique est observée dans le polycristal. Du fait du grand nombre de grains qui constituent un polycristal, et des propriétés des cristaux cubiques à faces centrées, il est possible de passer de la cission résolue critique à la limite de plasticité simplement en multipliant la cission résolue critique par 2, puisque les premiers grains qui vont se déformer sont ceux dont le facteur de Schmid est élevé (c'est-à-dire ceux orientés à 45° par rapport à l'axe de traction). Dans ce cas, le facteur de Schmid m vaut 0,5. Toutefois, cette estimation assimile la contrainte locale à la contrainte macroscopique.

Les courbes de traction des éprouvettes présentant différentes microstructures indiquent des limites d'élasticité à 0,2% différentes. On suppose que le début de la plasticité est identique pour toutes les microstructures et que les écarts constatés sont dus uniquement à une différence de seuil de plasticité. (On peut estimer la valeur de l'écrouissage entre 0 et 0,2% de déformation plastique grâce au modèle de comportement macroscopique identifié au paragraphe 7.1.3 du Chapitre 8). La valeur de la cission résolue critique est alors obtenue en divisant le seuil de plasticité ainsi mesuré par deux. Les valeurs obtenues sont données dans le tableau 4.5.

microstructure	γ'_{II} fins	standard	sans γ'_{III}	γ'_{III} fins	gros γ'_{II}
$R_{0,2\%}$ (MPa)	1135	1048	975	920	812
écrouissage 0->0,2%	240	240	240	240	240
seuil de plasticité	895	808	735	680	572
cission résolue critique τ	447	404	367	340	281

TAB. 4.5. Résultats des essais de traction et des calculs de la cission résolue critique à 450°C.

Estimation de la cission résolue critique

Dans le N18, les précipités tertiaires sont plutôt sphériques et les secondaires plutôt cuboïdaux. Étant donné que toutes les approches décrites dans le paragraphe 3.2.2 sont écrites pour des précipités sphériques, il est nécessaire de définir et

d'estimer le rayon équivalent pour les appliquer aux précipités secondaires de N18. Le rayon équivalent est ici défini comme celui d'une sphère de même volume que le cuboïde. Par ailleurs, les contributions des différentes populations seront simplement additionnées. Cette approximation est usuellement adoptée dans la littérature [51]. La cission résolue critique s'écrit donc :

$$\tau = \tau_{matrice} + \Delta\tau_{g'_{II}} + \Delta\tau_{g'_{III}} \tag{4.2}$$

Le durcissement dû au misfit est ici négligé. En effet, Rao *et al.* [59] démontrent qu'il a une influence principalement dans le cas des gros précipités et des fortes énergies de paroi d'antiphase. Or, mis à part pour la microstructure à gros γ'_{II}, ce n'est pas le cas ici.

Il est important de noter que l'étude au microscope électronique en transmission (MET) des mécanismes de déformation a montré qu'il y avait assez peu de plasticité lors des essais cycliques et que cette plasticité se manifestait principalement par du cisaillement sauf pour la microstructure à gros γ'_{II}. Les approches décrites dans le paragraphe 3.2.2 devraient donc mener à la sélection du cisaillement plutôt que du contournement d'Orowan.

Ces approches nécessitent également de connaître un certain nombre de paramètres matériau, tels que l'énergie de paroi d'antiphase, le module de cisaillement, ou la cission résolue critique de la matrice seule. La valeur du vecteur de Burgers, b, est de 0,25 nm. Divers travaux [86, 87, 88, 89] donnent des valeurs d'énergie de paroi d'antiphase comprises entre 100 et 300 mJ/m^2 pour les superalliages à base de nickel. Le module de cisaillement est de l'ordre de 80 GPa. Espié [90] a évalué la cission résolue critique de la matrice de l'AM1 à 73 MPa à 25°C et à 650°C.

Les résultats obtenus avec les tailles et les fractions volumiques mesurées expérimentalement, pour une valeur de l'énergie de paroi d'antiphase de 240 mJ/m^2, un module de cisaillement de 80 GPa, une cission résolue critique de la matrice seule de 85 MPa, w=3,34, b=0,25 nm et $T_l = \frac{Gb^2}{2}$=2,5e-9 N, avec les équations utilisées par Heilmaier pour l'IN100 [55] sont présentés dans le tableau 4.6.

Pour les dislocations fortement couplées, l'équation 3.8 est utilisée :

$$\Delta\tau = 0,415\frac{3,34T\sqrt{f}}{bR}\left(2,56\frac{R\Gamma_{APB}}{wT_l} - 1\right)^{1/2}(0,94 * (1 + f^{1/2}/2))[56]$$

Pour les dislocations faiblement couplées, l'équation 3.9 est utilisée :

$$\Delta\tau = 2,5\frac{\Gamma_{APB}}{2b}\left(0,35\left(\frac{\Gamma_{APB}Rf}{T_l}\right)^{1/2} + 0,35f\right)$$

Pour chaque population de précipités, l'incrément de cission résolue critique qu'engendre cette population est déterminé en choisissant le mécanisme qui donne l'incrément minimal. Les différents incréments sont ensuite additionnés.

microstructure	γ'_{II} fins	standard	sans γ'_{III}	γ'_{III} fins	gros γ'_{II}	huile
τ expérimentale (MPa)	447	404	367	340	286	430
τ méthode Reppich (MPa)	447	402	364	348	168	432

TAB. 4.6. Comparaison de la cission résolue critique déterminée à partir des essais expérimentaux à celle calculée avec le modèle.

Les valeurs des paramètres matériau ont été déterminées afin de correspondre au mieux aux cinq premières microstructures. La valeur choisie pour l'énergie de paroi d'antiphase, 240 mJ/m^2, est conforme à celles rapportées dans la littérature pour ce type d'alliages [86, 87, 88, 89]. La valeur choisie pour la cission résolue critique de la matrice seule, 85 MPa, semble du bon ordre de grandeur, comparativement aux résultats d'Espié [90]. Le calcul pour la microstructure à gros γ'_{II} est en assez mauvais accord avec ces modèles. Cependant, la forme des précipités secondaires pour cette microstructure est très morcelée. De ce fait, considérer que la forme des précipités est assimilable à une sphère ou à un cube ne convient pas. Elle est probablement plus semblable à une série de cubes de plus petite dimension. Elle est représentée sur la Figure 4.3.

La dernière microstructure, obtenue après trempe à l'huile et double revenu standard (700°C/24h et 800°C/4h), a été testée après avoir calibré le modèle de calcul de cission résolue critique avec les données issues des cinq microstructures de cette étude. Elle sert de validation à l'identification réalisée. La cission résolue critique obtenue pour cette microstructure est en bon accord avec la cission résolue critique expérimentale. L'identification est donc valide. Par contre, la microstructure à gros précipités secondaires a montré que cette identification n'était pas valable pour les gros précipités de taille supérieure au micromètre.

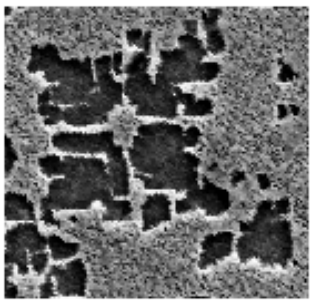


FIG. 4.3. Forme d'un précipité secondaires de γ' d'une taille d'environ 3 μm, pour la microstructure à gros γ'_{II} (MEB électrons secondaires).

Utilisation du modèle de précipitation pour la prévision de la limite d'élasticité

Dans le chapitre précédent, un modèle de précipitation a été défini et calibré pour le N18. Il est utilisé ici puis associé au modèle de calcul de la cission résolue critique afin de vérifier que ces deux modèles permettent de calculer la limite d'élasticité à partir du traitement thermique appliqué. Le Tableau 4.7 montre les résultats d'estimation de cission résolue critique à partir des courbes de traction, à partir du calcul à l'aide des paramètres microstructuraux expérimentaux et à partir des paramètres expérimentaux calculés avec le modèle de précipitation de la Partie I. Pour la microstructure avec des précipités secondaires fins, il y a un écart entre la cission résolue critique calculée à partir des paramètres microstructuraux expérimentaux et celle calculée à partir des paramètres microstructuraux calculés, probablement parce que la vitesse de trempe n'a pas été mesurée, et qu'elle est différente de la vitesse de trempe modélisée. De ce fait les paramètres microstructuraux sont légèrement différents. Néanmoins l'écart reste raisonnable.

microstructure	γ'_{II} fins	standard	sans γ'_{III}	γ'_{III} fins	gros γ'_{II}
τ expérimentale (MPa)	447	404	367	340	286
τ calculée (données expérimentales) (MPa)	447	402	364	348	168
τ calculée (données calculées) (MPa)	424	406	359	346	191

TAB. 4.7. Calculs de cission résolue critique.

Discussion sur le calcul du seuil de plasticité

Pour l'IN100, Kozar *et al.* [91] ont utilisé le même type d'approche pour calculer la limite d'élasticité à partir de la microstructure. Ils prennent en compte le durcissement en solution solide de la matrice et la contribution des précipités primaires de γ'. On considère ici que le durcissement en solution solide de la matrice γ est proche pour toutes les microstructures (la fraction volumique totale de précipités étant identique pour toutes les microstructures, cette hypothèse est raisonnable, malgré de probables petites variations de composition des précipités de γ'). Le durcissement de solution solide est donc directement intégré à la résistance de γ. Kozar *et al.* trouvent cette méthode utile pour prévoir la limite d'élasticité afin d'optimiser le traitement thermique. Par contre ils constatent qu'il est difficile de prévoir la contribution des précipités tertiaires (car il est difficile de mesurer leur fraction volumique et leur chimie et donc de pouvoir calibrer le modèle), alors même que ceux-ci ont une influence significative sur la limite d'élasticité.

Il en va de même pour le modèle présenté ci-dessus pour l'alliage N18. La contribution des précipités de γ'_{III} peut varier de plus de 100 MPa pour une différence de quelques nanomètres au niveau de la taille moyenne des précipités, alors qu'elle est elle-même très difficile à mesurer. C'est pourquoi un modèle de précipitation est un

moyen d'étudier l'influence des variations de la taille et de la fraction volumique des γ'_{III}, sans investigations expérimentales poussées de la microstructure. Par contre, le modèle n'est pas des plus fiables dans la prévision de la fraction volumique de γ'_{III}, qu'il a tendance à sous-estimer. De plus, pour la taille calculée des γ'_{III}, l'incrément de cission résolue critique dû à cette population calculé par le cisaillement par des paires de dislocations fortement et faiblement couplées est le plus souvent assez proche. La contribution de la population de γ'_{III} est donc d'autant plus difficile à prévoir que le modèle à appliquer n'est pas clairement défini.

4.2.2 Écrouissage cyclique

Résultats expérimentaux

Toutes les microstructures présentent un très fort durcissement cyclique, qui peut aller au-delà de 200 MPa, à tel point que la plupart des cycles stabilisés sont pratiquement élastiques adaptés, comme le montre la Figure 4.4. L'écart entre la courbe cyclique et la courbe monotone est à peu près identique pour toutes les microstructures, comme le montre la Figure 4.5. Seul le matériau avec une microstructure à γ'_{III} fins semble durcir davantage, et sa courbe d'écrouissage cyclique rejoint et même passe au-dessus de celle de la microstructure sans γ'_{III}.

La durée de vie des essais d'écrouissage cyclique est très faible, de l'ordre de quelques centaines de cycles. Pour observer une plasticité cyclique, il faut en effet atteindre un niveau d'amplitude de déformation de l'ordre de 0,7%, pour lequel la durée de vie est très courte. Or, pour les disques de turbine haute pression, une durée de vie supérieure à 10^4 cycles est souhaitée. Par conséquent, le matériau dans les conditions de service tend à être élastique adapté avec une plasticité cyclique quasi nulle au cycle stabilisé. La plasticité cyclique n'a donc *a priori* que très peu d'influence sur la durée de vie d'un disque en N18.

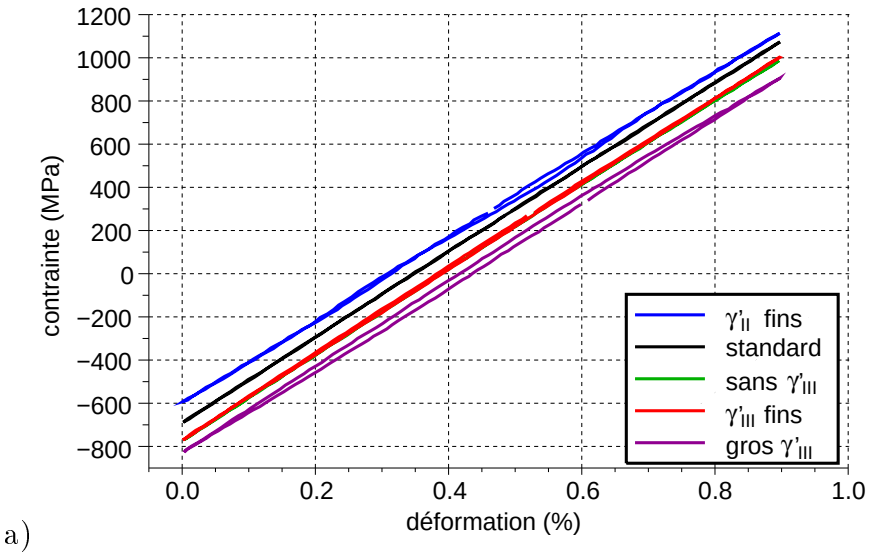
Identification de l'écrouissage isotrope

L'alliage N18 présente un très fort durcissement cyclique, quelle que soit sa microstructure. Il convient donc d'introduire un écrouissage isotrope conséquent. L'amplitude du durcissement est d'environ Q=240 MPa. Cependant ce durcissement cyclique est assez lent. Il peut durer jusqu'à 500 cycles. Ce durcissement est défini par :

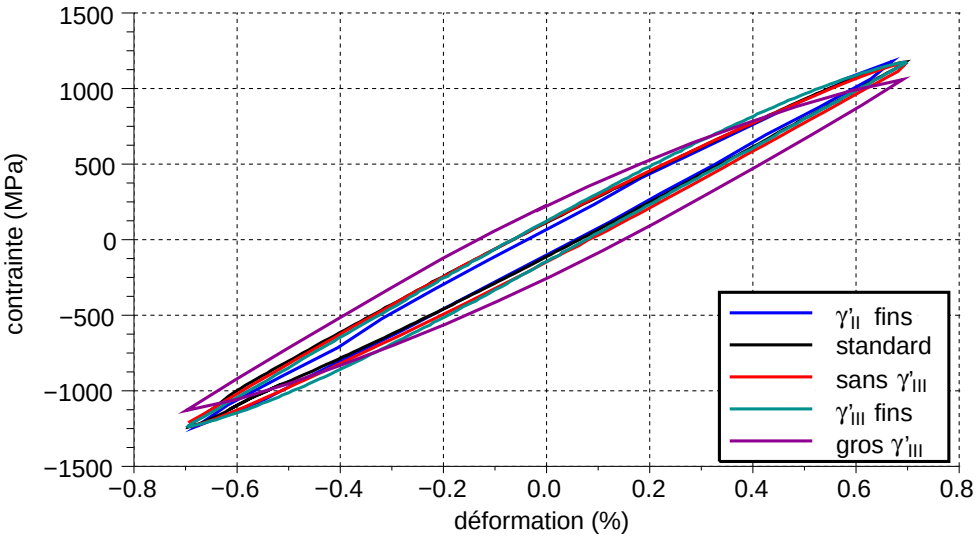
$$R = \sigma_M - \sigma_{M0} = Q(1 - exp(-4p)) \tag{4.3}$$

avec σ_M la contrainte maximale et σ_{M0} la contrainte maximale au premier cycle .

Dans ce modèle, qui suppose une évolution exponentielle de ce durcissement, Q représente l'amplitude du durcissement, et b caractérise la vitesse. p représente la déformation plastique cumulée. Celle-ci est définie comme $\frac{2}{3}\int \underset{\sim}{\dot{\varepsilon}}^p(t) : \underset{\sim}{\dot{\varepsilon}}^p(t)dt$, où $\underset{\sim}{\varepsilon}^p$



a)



b)

FIG. 4.4. Cycles stabilisés des différentes microstructures : a) de l'essai de fatigue d'amplitude de déformation totale 0,45% et de rapport de charge R_ε=0, b) de l'essai de fatigue de rapport de charge R_ε=-1 lors du second niveau d'amplitude de déformation totale, pour $\Delta\varepsilon = 1{,}4\%$.

représente le tenseur des déformations plastiques en supposant la partition de la déformation totale ($\underset{\sim}{\varepsilon}$) en déformation plastique ($\underset{\sim}{\varepsilon}^p$) et élastique ($\underset{\sim}{\varepsilon}^e$) :

$$\underset{\sim}{\varepsilon} = \underset{\sim}{\varepsilon}^e + \underset{\sim}{\varepsilon}^p \tag{4.4}$$

L'amplitude du durcissement Q est égale à la différence entre la contrainte maximale au premier cycle (σ_{M0}) et la contrainte maximale au cycle stabilisé (σ_{Mstab}). Pour connaître la vitesse de durcissement, il convient donc de tracer la courbe $\frac{\sigma_M - \sigma_{M0}}{\sigma_{Mstab} - \sigma_{M0}}$ en fonction de la déformation plastique cumulée p dans un diagramme semi-logarithmique [32]. La valeur de b s'obtient alors en cherchant la courbe $y = 1 - e^{-bx}$ qui correspond au mieux aux valeurs expérimentales. Comme le montre la Figure 4.6, la valeur $b = 4$ convient pour le superalliage N18 à gros grains. Ici, on constate que toutes les microstructures présentent le même durcissement cyclique. On peut donc choisir un durcissement cyclique indépendant de la microstructure.

$$\frac{\sigma_M - \sigma_{M0}}{\sigma_{Mstab} - \sigma_{M0}} = 1 - exp(-4p) \tag{4.5}$$

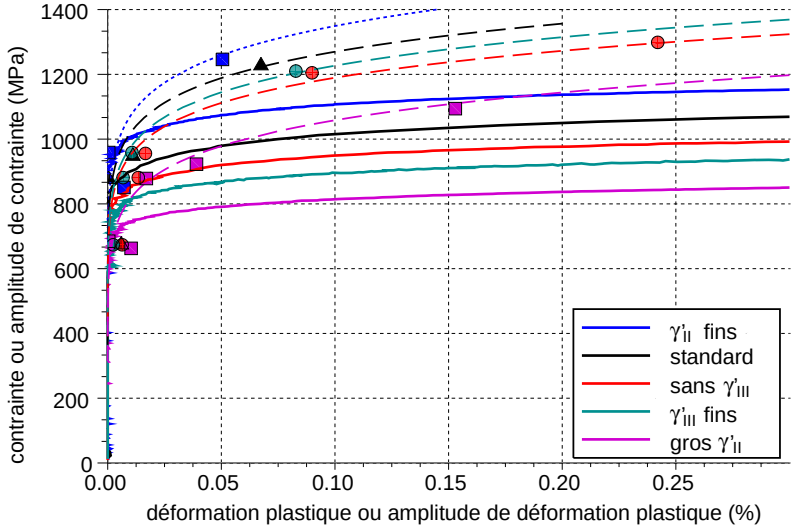


FIG. 4.5. Courbes d'écrouissage des essais monotones et cycliques des microstructures testées. Les courbes monotones sont représentées en traits pleins. Les points représentent les valeurs expérimentales obtenues pour construire la courbe d'écrouissage cyclique. Les courbes d'écrouissage cyclique extrapolées à partir de ces points sont représentées en traits pointillés.

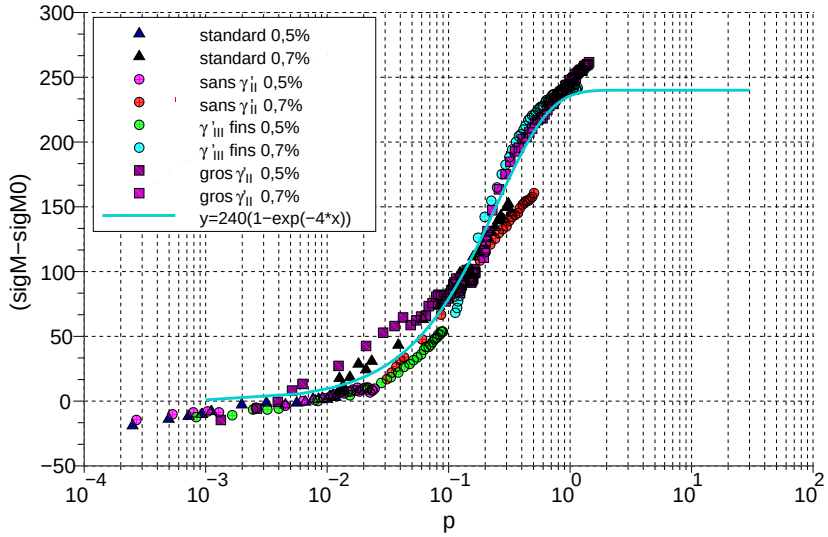


FIG. 4.6. Durcissement cyclique fonction de la déformation plastique cumulée.

4.2.3 Relaxation de la contrainte moyenne

Les essais cycliques de traction répétée (R_ε=0) permettent de tracer la courbe de relaxation de la contrainte moyenne relevée au cycle stabilisé (à mi-durée de vie) et reportée en fonction de la variation totale en déformation imposée ($\Delta\varepsilon$). La Figure 4.7 présente cette courbe de relaxation pour les microstructures testées. La courbe théorique est tracée selon l'approche du « military handbook » [92] : $\bar{\sigma} = R_{0,2^0/_0} - E\Delta\varepsilon/2$ pour $R_\varepsilon = 0$.

Les courbes tracées ici correspondent à un seul rapport de charge, mais différentes microstructures. Le module d'élasticité de chacune des courbes est identique (196000 MPa), mais la limite d'élasticité est différente pour chaque microstructure, comme remarqué sur les courbes de traction monotone. La limite d'élasticité est donc le seul paramètre qui varie sur ces courbes. Or, les contraintes moyennes mesurées se placent sur ces courbes théoriques pour toutes les microstructures. La limite d'élasticité a donc une influence directe sur la contrainte moyenne.

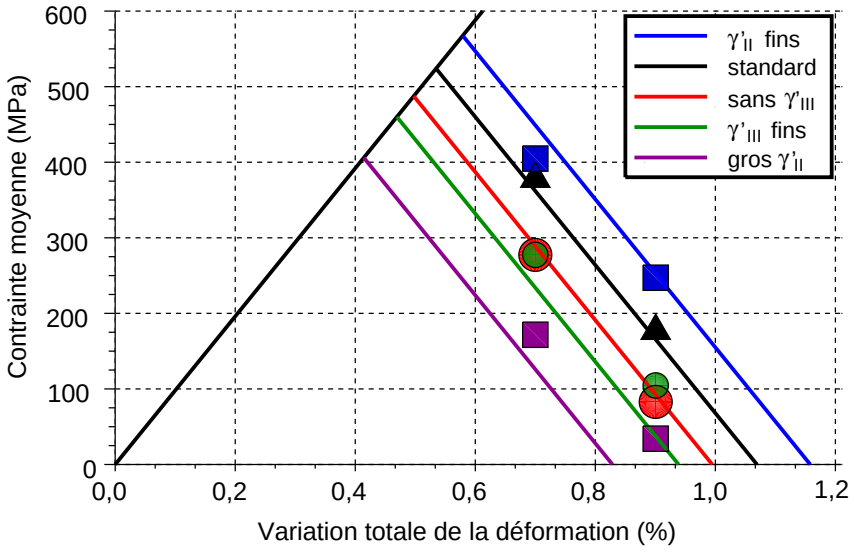


FIG. 4.7. Courbes de relaxation de la contrainte moyenne des microstructures testées. Les points expérimentaux sont reportés, ainsi que les courbes théoriques $\bar{\sigma} = R_{0,2} - E\Delta\varepsilon/2$ pour $R_\varepsilon = 0$ à 450°C. La courbe noire croissante correspond à $\bar{\sigma} = E\Delta\varepsilon/2$.

Par ailleurs, la relaxation de la contrainte moyenne est très faible, ce qui explique la concordance entre les courbes tracées et les points expérimentaux. A titre d'exemple, en comparant le cycle stabilisé et le cycle initial (Figure 4.8) de l'éprouvette avec une microstructure standard soumise à l'essai de fatigue répétée N°3 ($R\varepsilon = 0$, $\Delta\varepsilon = 0,9\%$), il est constaté que la contrainte moyenne s'est très peu relaxée. La contrainte maximale des deux cycles reste quasiment identique.

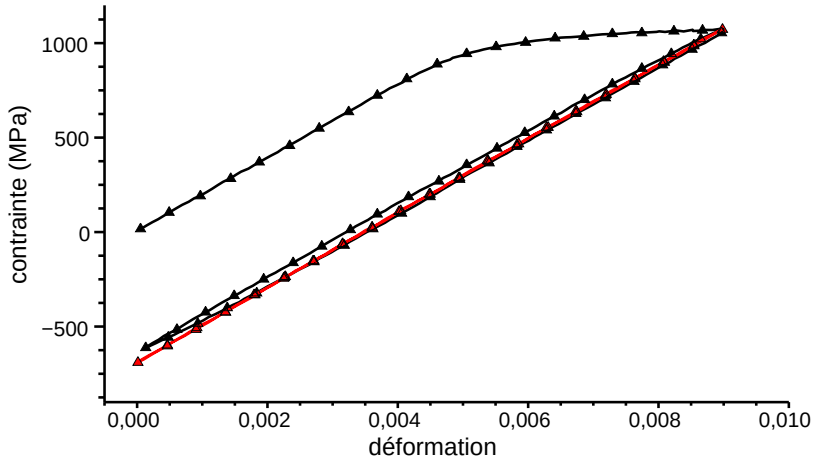


FIG. 4.8. Cycle initial (en noir) et cycle stabilisé (en rouge) de l'éprouvette avec une microstructure standard soumise à un chargement $R\varepsilon = 0$, $\Delta\varepsilon = 0,9\%$.

4.2.4 Micromécanismes de déformation

Les microstructures de déformation dans le fût de différentes éprouvettes ont été observées au Microscope Électronique en Transmission (MET). Afin de réaliser ces observations, des disques de 3 millimètres de diamètre et d'un millimètre d'épaisseur ont été extraits du centre du fût des éprouvettes rompues. Ces disques ont été polis mécaniquement jusqu'à une épaisseur d'environ 120 μm, puis ont subi un perçage électrochimique. Les détails techniques sont précisés en Annexe A.1.

Les microstructures de déformation dans le fût des éprouvettes A07 et C03 ont été observées au MET. Ces éprouvettes ont été testées en fatigue répétée à une amplitude de déformation de 0,35%. Pour ce chargement en fatigue très peu de plasticité est cumulée à chaque cycle, celui-ci est donc pratiquement « élastique adapté ». La microstructure de l'éprouvette A07 est standard et celle de l'éprouvette C03 contient des précipités tertiaires plus fins (environ 10 nm au lieu de 30 nm). Les micrographies typiques obtenues pour ces éprouvettes sont visibles sur la Figure 4.9.

Pour la microstructure avec les précipités tertiaires de γ' les plus fins, il y a très peu de dislocations dans le matériau. La micrographie de la Figure 4.9-b présente quelques dislocations qui semblent contourner les précipités secondaires de γ'.

La microstructure standard présente de nombreux défauts caractérisés par des franges d'interférence (Figure 4.9-a) correspondant à des fautes d'empilement ou des fautes complexes causées par le passage des dislocations partielles de Shockley. Ces franges se retrouvent de façon homogène dans tous les grains, contrairement aux quelques dislocations observables dans la microstructure avec des γ' tertiaires fins. Ces fautes sont présentes à la fois dans le précipité et dans la matrice, les deux sont donc cisaillés, c'est-à-dire que le précipité n'est pas contourné. Par ailleurs, trois

systèmes de fautes sont observés ici, correspondant probablement à trois plans de glissement {111}. Plusieurs systèmes sont donc activés pour accommoder la déformation.

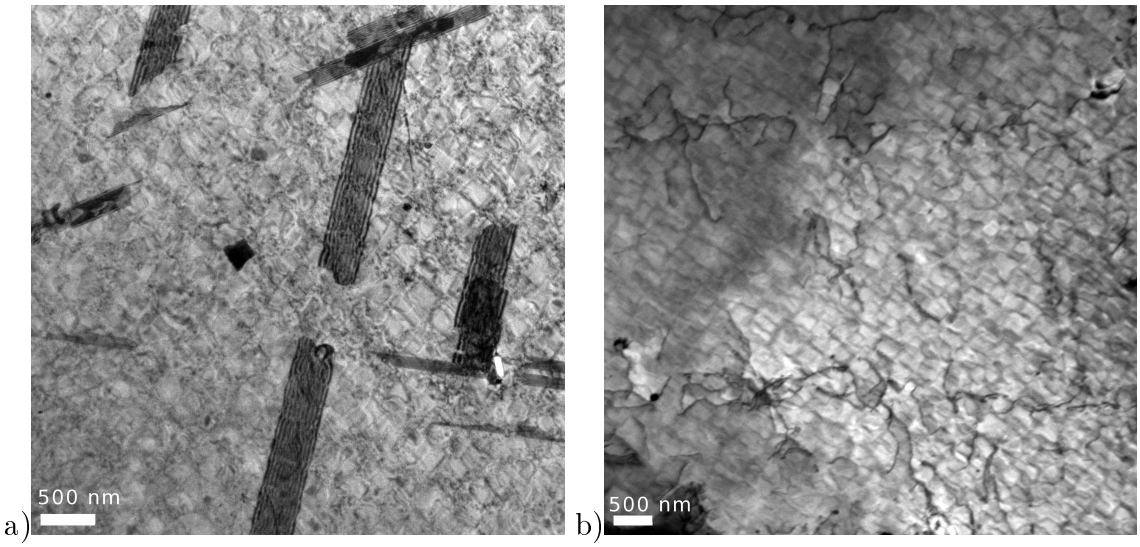


FIG. 4.9. Microstructures de déformation dans le fût des éprouvettes A07 (a) et C03 (b) testées en fatigue répétée à une amplitude de déformation de 0,35% en amplitude de déformation. La microstructure de l'éprouvette A07 est standard et celle de l'éprouvette C03 contient des γ' tertiaires plus fins que ceux de la microstructure standard (MET).

Les microstructures de déformation des éprouvettes C08 et C14 testées en fatigue répétée à 0,45% d'amplitude de déformation sont présentées sur la Figure 4.10. La microstructure de l'éprouvette C08 est à γ' secondaires fins tandis que la microstructure de l'éprouvette C14 est à gros γ' secondaires. Elles représentent donc les microstructures dont les limites d'élasticité sont extrêmes ($\sigma_{0,2}^{\gamma'_{II}fins}$=1135 MPa et $\sigma_{0,2}^{gros\gamma'_{II}}$=812 MPa). De ce fait, pour cette sollicitation, les cycles de fatigue de l'éprouvettes C08 à γ'_{II} fins sont très rapidement élastiques adaptés, tandis que ceux de C14 à gros γ'_{II} sont « ouverts », c'est-à-dire présentent un cumul de la plasticité visible macroscopiquement à chaque cycle jusqu'à rupture (cf. Figure 4.4b). Cette différence de plasticité est observable dans les microstructures de déformation. En effet sur la microstructure de déformation de l'éprouvette C14 de très nombreuses dislocations sont observables (Figure 4.10-b). Au contraire, quelques dislocations de matrice isolées et quelques franges d'interférence dues à des fautes d'empilement sont visibles dans la microstructure de déformation de l'éprouvette C08 (Figure 4.10-a). Par ailleurs pour la microstructure de déformation de l'éprouvette C14, de nombreux petits segments rectilignes sont observables dans les précipités. Ces segments sont des paires de dislocations vis qui cisaillent les précipités.

Lorsque l'on observe les éprouvettes ayant subi l'essai de durcissement cyclique (fatigue alternée à 0,5% puis à 0,7% d'amplitude de déformation), une densité très élevée de dislocations est présente dans les couloirs de matrice γ.

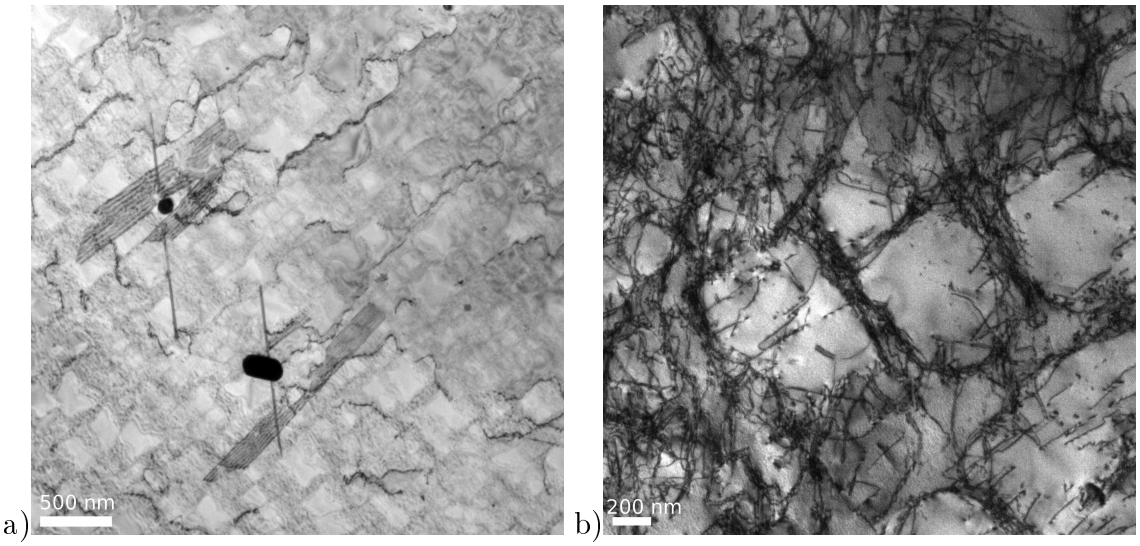


FIG. 4.10. Microstructures de déformation dans le fût des éprouvettes C08 (a) et C14 (b) testées en fatigue répétée à 0,45% en amplitude de déformation. La microstructure de l'éprouvette C08 contient des précipités secondaires de γ' plus fins que la microstructure standard et l'éprouvette C14 des précipités secondaires de γ' plus gros (MET).

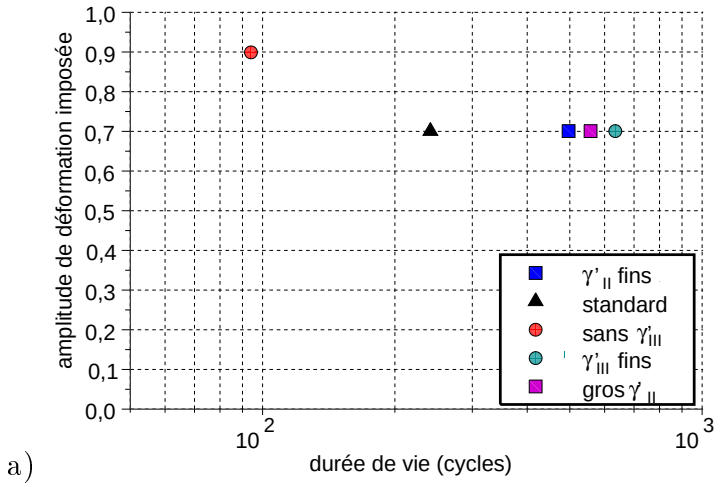
Les dislocations apparaissent donc d'abord dans la matrice, puis commence à se propager en cisaillant les précipités dans la plupart des microstructures. Lorsque la sollicitation est plus forte les dislocations s'accumulent principalement dans la matrice, mais on observe également des segments de dislocations dans les précipités (microstructure à gros précipités secondaires de γ'). On peut noter également que pour une sollicitation donnée, comme attendu, plus la limite d'élasticité est basse, plus les dislocations sont nombreuses.

4.3 Effets de la microstructure intragranulaire sur la durée de vie en fatigue

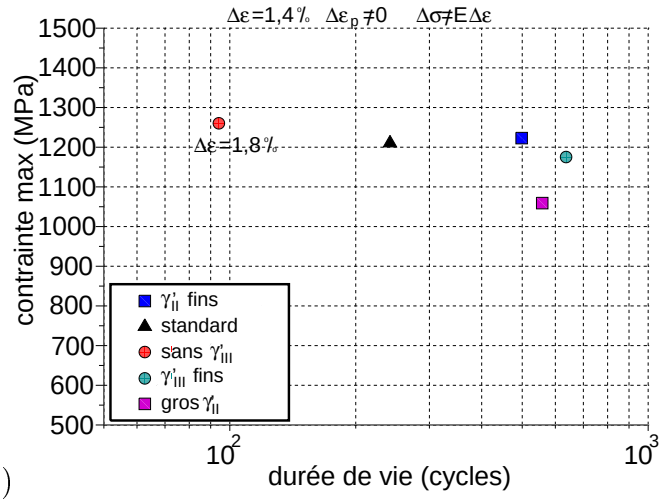
4.3.1 Analyse des essais de fatigue

Essais en $R_\varepsilon = -1$

La Figure 4.11 représente les résultats de fatigue alternée en fonction des amplitudes de déformation totale imposée (Figure 4.11a) et de contrainte (Figure 4.11b) relevées au cycle stabilisé. Aucune tendance ne se dégage de ces résultats. Le multiamorçage surfacique observé pour ce type d'essai masque probablement les effets éventuels de la microstructure.



a)



b)

FIG. 4.11. Essais en $R\varepsilon = -1$ avec deux niveaux de déformations imposées. a) Amplitude de déformation en fonction de la durée de vie, b) Courbe de Wöhler, contrainte maximale en fonction de la durée de vie.

Essais en $R_\varepsilon = 0$

Les essais de fatigue répétée n° 3 et 4 ($R\varepsilon = 0$ et $\Delta\varepsilon$ =0,7% ou 0,9%) ont montré que, lors d'essais à déformation imposée, la contrainte moyenne était fortement liée à la limite d'élasticité. Or, comme décrit au paragraphe 3.2, une augmentation de la contrainte moyenne, toutes choses égales par ailleurs, conduit à une diminution de la durée de vie. Comme le N18 durcit fortement, dans ces essais, l'amplitude de déformation plastique observée est très faible ou nulle, l'amplitude de contrainte est donc directement liée à l'amplitude de déformation imposée ($\Delta\sigma = E\Delta\varepsilon$). Pour ces essais, on a donc, au cycle stabilisé, des amplitudes de déformation totale, de déformation plastique et de contrainte qui ne varient pratiquement pas d'une microstructure à l'autre. La seule différence réside donc dans la valeur de la contrainte

moyenne. Si toutes les microstructures présentent la même résistance à la fatigue, celles conduisant aux plus fortes contraintes moyennes devraient avoir des durées de vie plus courtes. Comme à amplitude de contrainte fixée, la contrainte maximale augmente avec la contrainte moyenne (cf. Figure 4.12), en représentant une courbe de Wöhler : contrainte maximale fonction de la durée de vie (pour une amplitude de déformation totale et de contrainte imposée), les points devraient s'aligner sur une courbe décroissante.

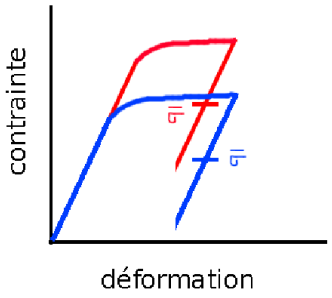
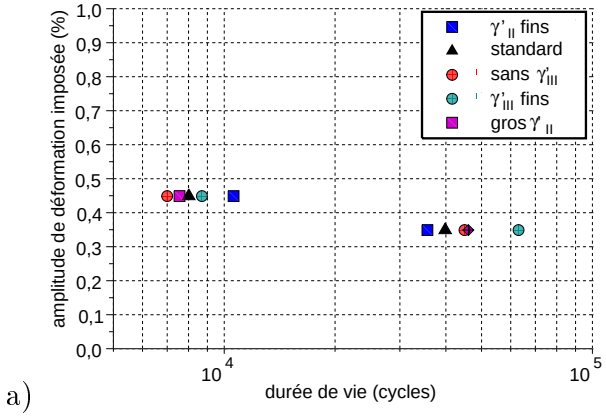
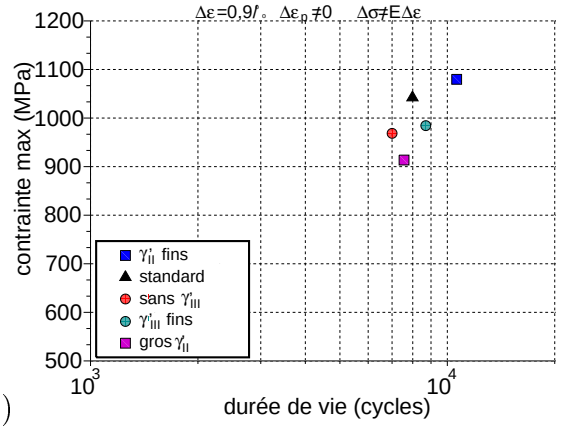


FIG. 4.12. Schéma du premier cycle de deux matériaux ayant des limites d'élasticité différentes dans le cas d'un essai à déformation imposée à un rapport de charge élevé, illustrant l'influence de la limite d'élasticité sur la réponse en termes de contrainte moyenne. L'amplitude de déformation et le rapport R_ε sont les mêmes. Le cycle est élastique adapté et les deux matériaux ont le même module d'élasticité donc ils ont la même amplitude de contrainte. Leurs réponses en termes de contraintes moyennes sont cependant très différentes, car ils n'ont pas la même limite d'élasticité.

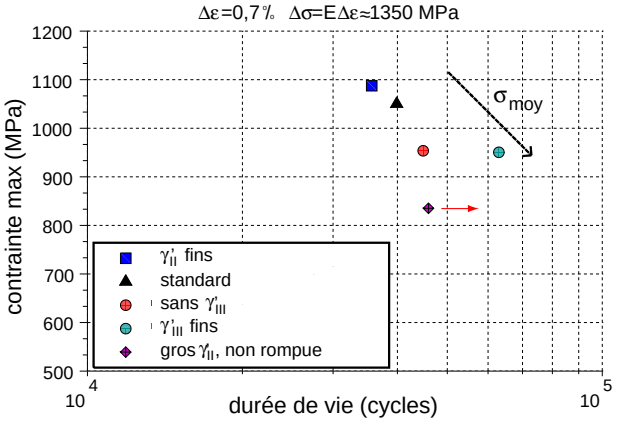
Une certaine tendance pourrait être dégagée à partir des résultats d'essais de fatigue répétée n° 4 Figure 4.13c. Cependant, les durées de vie restent proches. Trop proches, en fait, pour pouvoir exclure que cette tendance n'est pas due à la dispersion expérimentale. De plus, cet effet n'est pas visible sur la courbe de Wöhler de l'essai N°3 sur la Figure 4.13b, qui se trouve dans le domaine où la déformation plastique au cycle stabilisé n'est pas totalement nulle. L'effet de contrainte moyenne étant plus important pour les durées de vie longues, un essai à durée de vie de l'ordre de 10^6 a été réalisé pour chaque microstructure.



a)



b)



c)

FIG. 4.13. Essais en $R\varepsilon = 0$. a) Amplitude de déformation totale en fonction de la durée de vie, b,c) Courbes de Wöhler, contrainte maximale en fonction de la durée de vie (b $\Delta\varepsilon = 0,9\%$ et c $\Delta\varepsilon = 0,7\%$).

Essais à fort rapport de charge, $R_\varepsilon = 0,6$

Les essais à fort rapport de charge (essai n°5) ont pour but de mesurer l'influence de l'écart de contrainte moyenne induit par la microstructure sur la réponse mécanique et en conséquence sur la durée de vie en fatigue. Des essais à déformation imposée entre 0,6% et 1%, ont donc été menés. En fait, comme ces essais étaient trop longs pour une vitesse de déformation imposée de 10^{-3} s^{-1}, la déformation a été imposée lors du premier cycle, puis ce sont les contraintes maximale et minimale relevées lors de ce premier cycle qui ont été imposées. Le test s'est poursuivi en contrainte imposée à la fréquence de 15 hertz. Étant donné que, pour un tel rapport de charge, le cycle est élastique adapté dès le premier cycle, cet essai est semblable à un essai à déformation imposée entre 0,6% et 1%. La contrainte maximale de ces essais est donc liée à la limite d'élasticité, puisqu'il s'agit de la contrainte correspondant à 1% de déformation sur la courbe de traction. Le module d'élasticité ne varie pas et le cycle est élastique adapté. L'amplitude de contrainte du cycle est donc égale au module d'élasticité multiplié par l'amplitude de déformation totale ($\Delta\sigma = E\Delta\varepsilon$) et est par conséquent identique pour toutes les microstructures. De ce fait, la contrainte moyenne, égale à la contrainte maximale moins l'amplitude de contrainte ($\bar{\sigma} = \sigma_{max} - \Delta\sigma/2$), varie comme la contrainte maximale, et donc, varie avec la limite d'élasticité qui dépend elle-même de la microstructure. Ces essais présentent donc, la même amplitude de déformation, la même amplitude de contrainte, mais une contrainte moyenne différente, induite par la microstructure. Comme le montre la Figure 4.14, leurs durées de vie ont tendance à se classer en ordre inverse des contraintes maximales et donc des limites d'élasticité (c'est-à-dire que la durée de vie augmente quand la contrainte moyenne diminue). L'influence de la microstructure sur la limite d'élasticité jouerait donc un rôle sur la contrainte moyenne et la durée de vie lors d'essais à déformation imposée. Néanmoins ce rôle est faible pour ces chargements. En effet, l'éprouvette avec une microstructure avec γ'_{II} fins a cassé sur une fissure préexistente, créée lors de la trempe. Sa durée de vie est donc réduite par rapport à celle d'une éprouvette intacte de même microstructure. De plus, l'écart entre la durée de vie de l'éprouvette avec une microstructure avec γ'_{III} fins et celle avec une microstructure standard, tout comme celui entre la durée de vie de l'éprouvette avec une microstructure avec gros γ'_{II} et celle avec une microstructure sans γ'_{III} est de l'ordre de la dispersion expérimentale usuelle sur ces alliages. Malgré cela, les essais qui ont été doublés présentent, eux, une dispersion beaucoup plus faible. Cela indiquerait que les différences de durées de vie observées, bien que faibles, sont effectivement dues à la microstructure. Par ailleurs, un autre phénomène doit sans doute être pris en compte puisque les éprouvettes avec les microstructures sans γ'_{III} et avec γ'_{III} fins présentent pratiquement la même contrainte moyenne mais pas la même durée de vie.

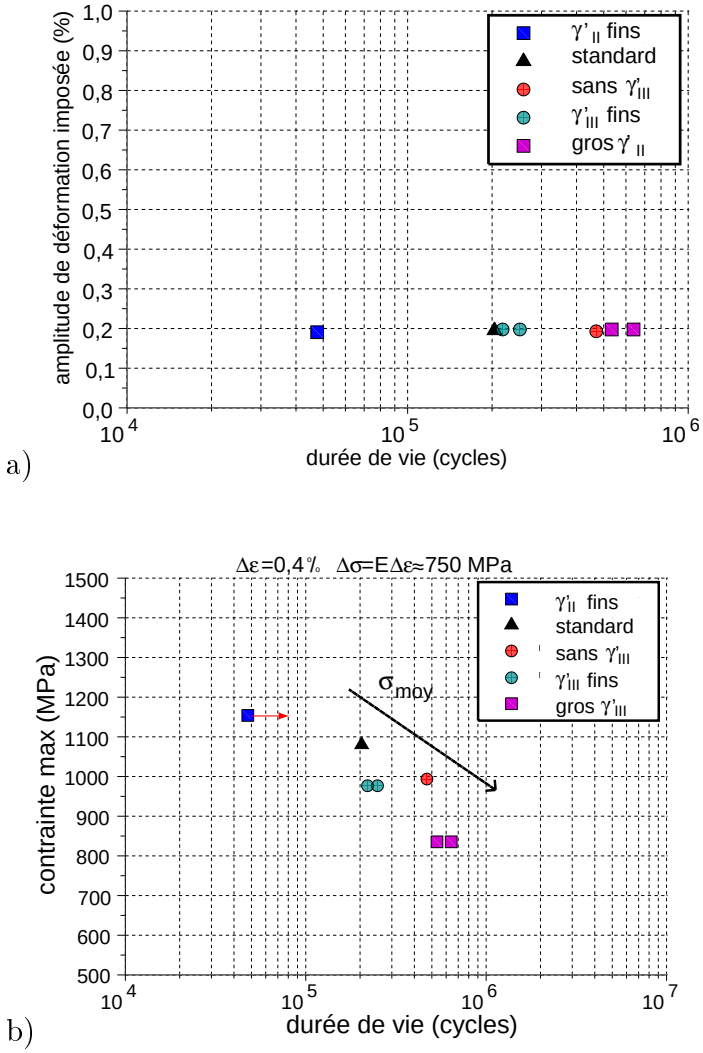


FIG. 4.14. Essais en $R\varepsilon = 0,6$. a) Amplitude de déformation totale en fonction de la durée de vie, b) Courbes de Wöhler, contrainte maximale en fonction de la durée de vie.

4.3.2 Sites d'amorçage et dispersion expérimentale

La localisation des sites d'amorçage varie en fonction de l'amplitude de déformation imposée. Pour une amplitude de déformation faible d'environ 0,2% (essais en contrainte imposée entre 1100 MPa et 330 MPa de façon à respecter le rapport R_ε=0,6) l'amorce se présente comme une facette ou un groupe de facettes, interne mais généralement proche de la surface. Pour les amplitudes de déformation plus importantes (0,35% et 0,45%), des amorçages surfaciques et sub-surfaciques sont observés. Il peut y avoir plusieurs amorces au sein d'une même éprouvette, les amorçages surfaciques étant les plus fréquents et les plus critiques. L'amorce se présente

comme une facette d'un plan {111} orienté à 45° par rapport à l'axe de traction. Pour une amplitude de déformation encore plus élevée (0,7%), aucune éprouvette ne présente moins de trois zones d'amorçage. Il s'agit, là aussi, de facettes surfaciques ou sub-surfaciques.

Les essais à durées de vie longues présentent plus de dispersion concernant la nature des sites d'amorçage. L'essai n°5 de la microstructure à γ'_{II} fins ($R\varepsilon = 0,6$ et $\Delta\varepsilon = 0,4\%$) présente un amorçage sur une fissure due à la trempe. Sa durée de vie est donc très courte, un ordre de grandeur de moins que toutes les autres microstructures. L'essai complémentaire $R\sigma = 0$ et $\Delta\sigma = 1160$ MPa mené sur une éprouvette avec la microstructure standard a amorcé sur une très grande facette d'environ 300 μm, surfacique et très inclinée (>45°) par rapport à l'axe de traction. Sa durée de vie a donc probablement été raccourcie par cet amorçage sur ce très gros grain surfacique. L'essai complémentaire $R\sigma = 0,3$ et $\Delta\sigma = 770$ MPa de la microstructure sans γ'_{III} a quant à lui amorcé sur une très grande facette interne de 200 μm.

Deux des essais N°5 ont été doublés afin d'avoir une idée de la dispersion expérimentale de la mesure de la durée de vie. Les durées de vie des essais doublés sont très semblables (638000 et 535000 cycles pour la microstructure à gros γ'_{II} et 218000 et 250000 cycles pour la microstructure à γ'_{III} fins). Leurs amorçages sont également assez semblables : sur des facettes périphériques.

Pour la majeure partie des essais, l'amorçage se produit sur une facette périphérique. Par contre, lorsque l'amorce est interne, la durée de vie semble plus longue. Il y a donc probablement un effet de bord qui aboutit à une concentration de contrainte dans la zone extérieure de l'éprouvette. Cependant, la base d'essais est un peu réduite pour pouvoir conclure sur la dispersion de la durée de vie dans le N18 à gros grains. En effet, les deux seuls essais doublés ont exhibé le même type d'amorçage et la même durée de vie.

Investigation de l'amorçage sous très fortes contraintes

Les éprouvettes ayant subi l'essai N°2, avec une amplitude de déformation de 0,7%, présentent toutes un multi-amorçage en surface. De ce fait, il est assez naturel de penser que d'autres fissures non-critiques ont pu s'amorcer dans l'éprouvette. De fait, un grand nombre de fissures non-critiques sont visibles sur une coupe longitudinale de l'éprouvette C02 (microstructure à γ'_{III} fins). Une investigation de ces sites d'amorçage non-critiques a été menée en MEB afin de déterminer si la propagation de fissures courtes est intra ou intergranulaire. Pour cela le fût de l'éprouvette a été découpé longitudinalement puis poli mécaniquement jusqu'à une finesse de 3 μm.

Toutes les fissures observées sont débouchantes et orientées principalement à environ 45° par rapport à l'axe de traction. Deux exemples de fissures non-critiques sont montrés sur la Figure 4.15.

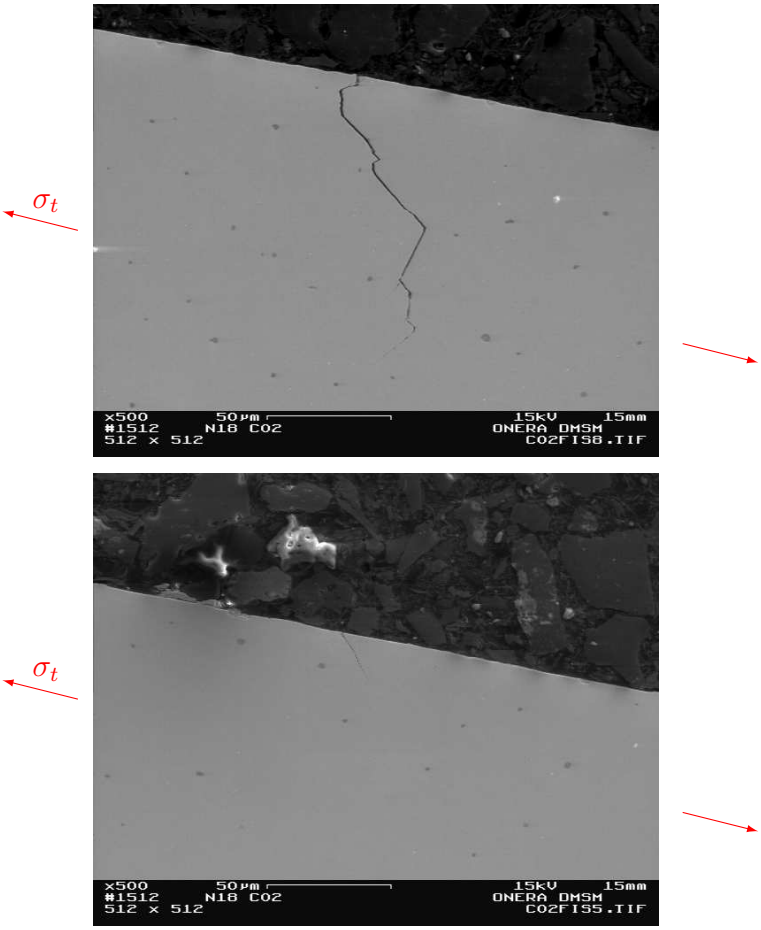


FIG. 4.15. Fissures non-critiques dans le fût de l'éprouvette C02 testée en fatigue répétée à 0,7% en amplitude de déformation. La microstructure de cette éprouvette contient des γ' tertiaires plus fins que ceux de la microstructure standard (MEB).

Amorçage et plan cristallin

À l'aide de deux micrographies de la zone d'amorçage d'une éprouvette, décalées d'un angle de 10°, la zone d'amorçage a été décrite en 3 dimensions. Connaissant alors l'orientation par rapport à l'éprouvette des facettes visibles dans la zone d'amorçage, il a été possible de procéder à une analyse EBSD de certaines de ces facettes afin de déterminer leurs orientations cristallographiques. Deux facettes ont été analysées, chacune sur une éprouvette différente. L'une est la facette d'amorçage, l'autre est une facette contigüe à la facette d'amorçage. Ces deux facettes correspondent à des plans de type {111}. L'amorçage est donc bien lié à des phénomènes de plasticité dans les grains.

Mécanismes d'amorçage

Il n'y a aucun amorçage sur inclusion. Or, c'était un problème dans le cas du N18 à grains fins. En effet, les inclusions de céramique sont les sites d'amorçage majoritaires dans le cas du N18 à grains fins. La répartition des inclusions étant aléatoire, l'amorçage sur inclusion entraîne une forte dispersion de la durée de vie en fatigue (si une inclusion se trouve proche de la surface de l'éprouvette la durée de vie est courte, dans le cas contraire elle est longue). Ce problème ne se pose plus pour le N18 à gros grains à 450°C, pour lequel l'amorçage a lieu sur la microstructure, qui, elle, est homogène. La dispersion des résultats de fatigue obtenus au cours de cette étude est assez faible même si l'on prend en compte tous les résultats de fatigue obtenus sans les trier par microstructure. De plus, les deux essais qui ont été doublés ont pratiquement les mêmes durées de vie.

La seconde remarque concerne la localisation de l'amorçage. L'amorce critique est pratiquement toujours située en périphérie de l'éprouvette. Les amorces internes existent, en particulier à faible amplitude de contrainte, mais ne semblent pas critiques. De plus la seule éprouvette dont l'amorce critique est interne a une durée de vie très longue.

La troisième remarque concerne l'amorçage sur indentation. Un second système de maintien de l'extensomètre a été utilisé sur quelques éprouvettes. Ce système, contrairement à celui utilisé pour la majorité des éprouvettes, nécessitait des indentations d'approximativement 200 μm de largeur pour 50 μm de profondeur. Ces indentations ont été dans la plupart des cas la source de l'amorçage de la fissure critique. Curieusement pourtant, les durées de vie relatives à ces essais présentent très peu d'écart avec celles obtenues pour les autres microstructures, qui, elles, présentent un amorçage sur des facettes. La taille des facettes est également d'environ 60 μm et la facette est souvent située à moins de trois grains de la surface. La taille de la zone d'amorçage et sa localisation sont peut être des paramètres plus importants que le type d'amorçage en ce qui concerne la durée de vie. Ceci pourrait être confirmé par les essais sur microstructure à γ'_{II} fins dont certains présentaient des préfissures verticales dues à la trempe très rapide. La présence d'une telle préfissure entraîne une réduction importante de la durée de vie. Cette préfissure pénètre de près de 300 μm dans le matériau. Sa taille est donc plus importante que les 50 μm de profondeur de l'indentation. De plus, elle s'étend sur toute la hauteur de l'éprouvette et non seulement sur 200 μm de haut. Il est donc très probable que cette préfissure trouve un grain ou un joint favorable à la propagation de fissure.

Comparaison avec d'autres superalliages

La ou les facettes sur lesquelles s'amorce la fissure principale correspondent à des plans {111} orientés selon un angle proche de 45° par rapport à l'axe de traction. La plasticité cristalline joue donc un rôle sur l'amorçage. Ce type d'amorçage a déjà été observé notamment par Miao *et al.*, qui ont étudié l'amorçage du René88DT

dans le régime VHCF (Very High Cycle Fatigue, durée de vie $> 10^7$ cycles) à 593°C [93]. Ils constatent un amorçage sur de larges facettes correspondant à des plans {111} souvent proches d'un joint de macle $\Sigma 3$ ou des "chevrons" (deux facettes) à la jonction de deux joints de macles dans un même grain. Par ailleurs, l'orientation de ces facettes par rapport à l'axe de sollicitation conduit à un facteur de Schmid élevé (45° à 55° par rapport à l'axe de traction). Ils observent aussi des bandes de glissement, notamment le long des joints de macle. Or, dans l'une des lames des essais N°4 ($R\varepsilon = 0$, $\Delta\varepsilon = 0,7\%$) une accumulation de dislocations dans un joint de macle a pu être observée.

Dans l'alliage RR1000 testé en fatigue à 650°C, Stöcker *et al.* [94] observent aussi de fines bandes de glissement contenant des dislocations coins. De même dans l'Udimet 720Li, des bandes de glissement ont été étudiées par Gopinath *et al.* [95]. A 20°C, elles sont observées seulement pour une amplitude de déformation élevée ($\Delta\varepsilon/2 = 1\%$), mais à 650°C il est possible de les voir à des amplitudes plus faibles. De plus, Gopinath *et al.* remarquent un certain nombre de séries de macles très fines dans les éprouvettes testées à 650°C, qui sont probablement créées lors du cyclage. Ces séries créées lors du cyclage sont peut-être à l'origine des amorces sur macles observées par Miao *et al.*. Cependant, d'autres auteurs pensent que les joints de macle sont les plus résistants à la propagation de fissures [96].

Une étude de fatigue à très longue durée de vie (VHCF, durée de vie $> 10^7$ cycles) sur l'alliage Nimonic 80A a été effectuée par Stöcker *et al.* [97]. Deux microstructures ont été testées, l'une avec des précipités de phase γ' de 15 à 20 nanomètres, l'autre avec des précipités de 200 nanomètres (pour une fraction volumique de γ' de 10 à 20%). La microstructure avec des précipités fins conduit à une limite d'élasticité plus forte. Sur les courbes de Wöhler, sa durée de vie est plus longue dans le domaine oligocyclique LCF (Low Cycle Fatigue, $< 10^5$ cycles) équivalente dans le domaine de la HCF (High Cycle Fatigue, $10^5 <$ DDV $< 10^7$cycles) et plus courte dans le domaine de la VHCF ($> 10^7$ cycles). Selon les auteurs, cette moins bonne résistance dans le domaine des très longues durées de vie (VHCF) est liée au comportement des dislocations : leurs observations montrent que la déformation plastique est localisée dans les grains « bien orientés » (avec un facteur de Schmid élevé). Or, dans ces grains « bien orientés », dans le cas de la microstructure avec précipités fins, les dislocations forment des bandes qui traversent tout le grain alors qu'elles s'empilent autour des gros précipités dans le cas de la microstructure à gros précipités. Dans le cas d'une population monomodale avec une faible fraction volumique dans des conditions de VHCF, les précipités jouent donc un rôle d'obstacle dans la microstructure à gros précipités, tandis que les précipités de la microstucture à précipités fins sont trop fins pour bloquer les dislocations.

Les dislocations observées sur les éprouvettes A07 et C03 sont localisées dans certains grains, les autres étant pratiquement dépourvus de dislocations, il s'agit probablement de grains orientés à environ 45° par rapport à l'axe de traction. Même dans le cas de la microstructure à précipités γ'_{II} fins, la taille des précipités est de 130 nanomètres, donc bien supérieure aux 15 à 20 nanomètres de la microstructure à précipités fins de l'alliage Nimonic 80A. Il est donc assez peu probable d'observer

un écart de durée de vie aussi grand pour les différentes microstructures de N18 étudiées que pour celle du Nimonic 80A [97]. Néanmoins, la taille des précipités peut avoir une influence sur la taille des bandes de glissement. Même dans les grains bien orientés, il est assez rare d'observer des bandes de glissement au MET. Cependant des stries apparaissent sur les facettes du faciès de rupture (observées au MEB) qui sont probablement des traces de bandes de glissement (cf. Figure 4.16 et 4.17). Ces stries, traversent tout le grain y compris les précipités sans dévier, c'est particulièrement visible dans le cas de la microstructure à gros γ'_{II} (cf. Figure 4.17).

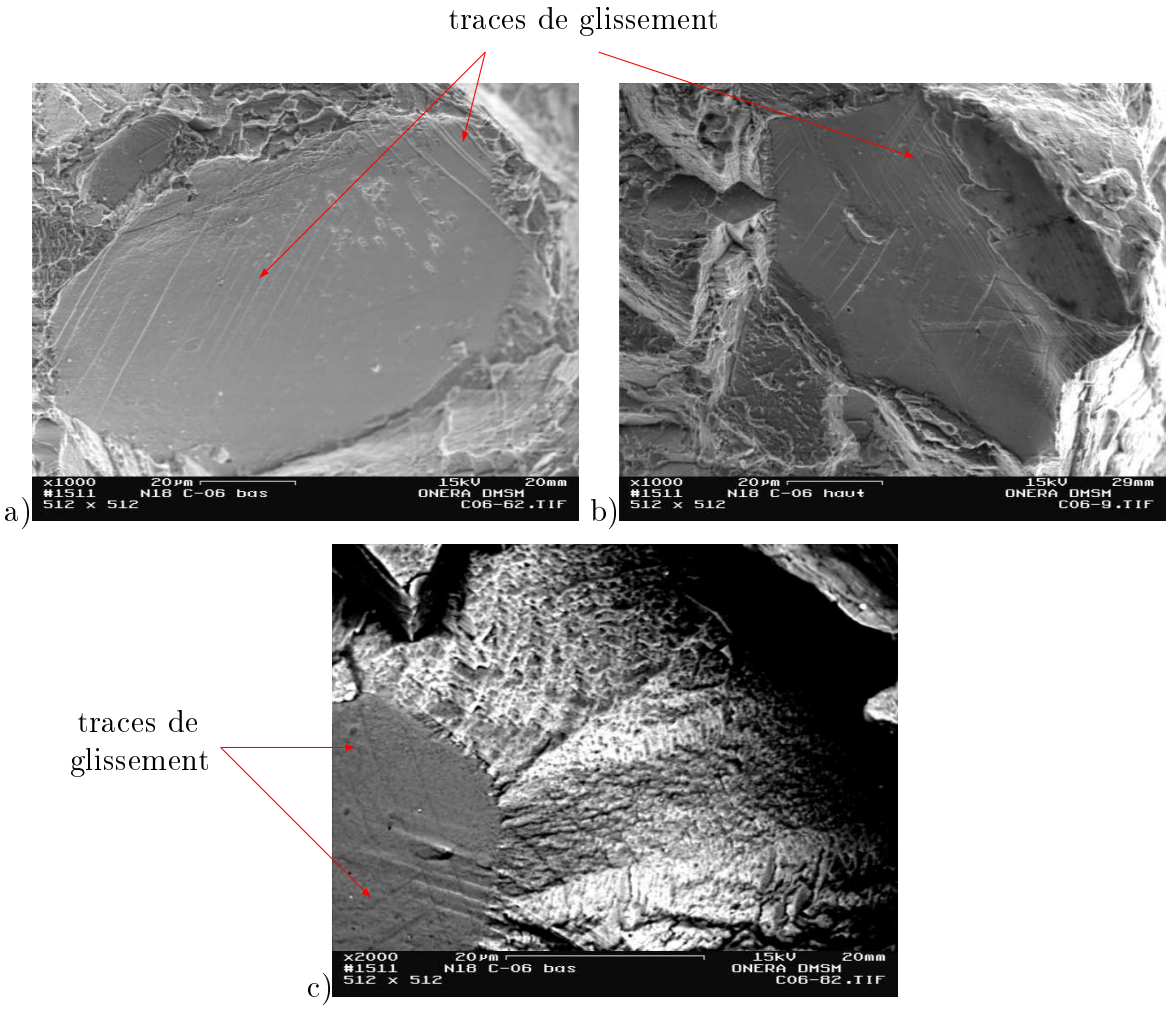


FIG. 4.16. Facettes observées sur le faciès de rupture de l'éprouvette C06, ayant une microstructure avec des précipités secondaires de 100nm, testée en fatigue alternée à 0,7% d'amplitude de déformation. MEB, a,b en électrons secondaires, c, en électrons rétrodiffusés.

Un amorçage sur un pore a été repéré dans l'alliage Udimet 720Li testé en fatigue-fluage à 650°C au moyen d'un essai de flexion trois points par Pang et Reed [81, 78]. Ces pores résultent de petits défauts de densification. En général, dans le N18 ils dépassent rarement 5 μm de diamètre. L'amorçage de l'éprouvette avec une micro-

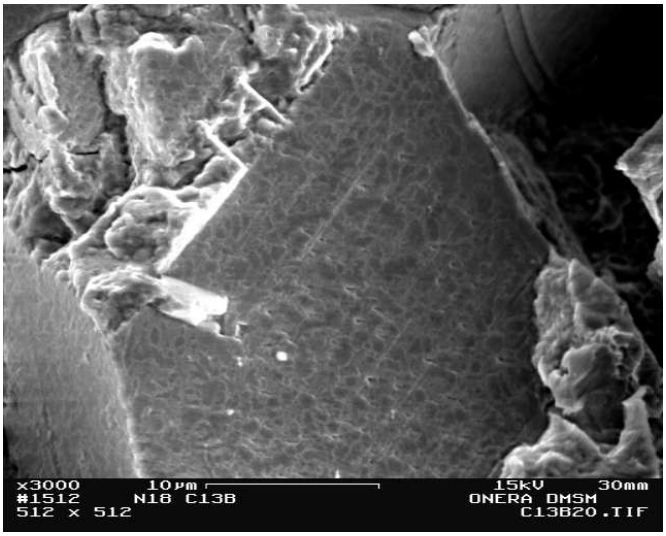


FIG. 4.17. Facette observée sur le faciès de rupture de l'éprouvette C13, ayant une microstructure avec des gros précipités secondaires testée en fatigue répétée ($R\varepsilon = 0,6$) à 0,2% d'amplitude de déformation. Des bandes qui traversent les précipités sont observables sur la facette. (MEB électrons secondaires).

structure sans précipités de γ'_{III} testée en fatigue dans les conditions de l'essai N°4 ($R\varepsilon = 0, \Delta\varepsilon = 0,7\%$) a lieu sur trois facettes orientées entre 45 et 55° par rapport à l'axe de traction. A la jonction de ces trois facettes se trouve un pore d'une taille d'environ 5 μm (cf. Figure 4.18). Les autres facettes pour les autres essais sont lisses, c'est-à-dire dépourvues de porosité. Les pores pourraient donc également affaiblir le matériau, mais il semblerait que, dans le cas des microstructures à gros grains, ils doivent néanmoins se trouver dans un gros grain ou un cluster de grains « bien orientés » pour réellement jouer un rôle sur l'amorçage.

Des analyses de propagation de fissures courtes sur essais de flexion 4 points avec du Waspaloy [84] ont montré deux types d'amorçage. L'un sur des bandes de glissement, l'autre sur des carbures de titane présents aux joints de grains. L'amorçage de fissures en mode II est causé par la rupture des bandes de glissement où les dislocations passent le plus librement. Il s'agit là d'un mécanisme intragranulaire. Ce mécanisme semble concorder avec les observations des facettes d'amorçage dans le N18, qui correspondent aux facettes où le glissement est le plus facile.

En résumé, quelles que soient les conditions de sollicitation, l'amorçage est dû à la plasticité cristalline, puisque ce sont une ou plusieurs facettes orientées à 45° par rapport à l'axe de traction et correspondant à un plan de glissement de type {111} qui forment la zone d'amorçage. La plasticité est probablement plus importante en zone périphérique de l'échantillon par effets de bord. Cependant, selon le chargement, cette plasticité cristalline est peut-être plus ou moins marquée et peut prendre différentes formes. Pour les échantillons les moins chargés ($\Delta\varepsilon/2 = 0,35\%$), peu de grains semblent s'être plastifiés. La plupart des grains contiennent seulement quelques dislocations de matrice, mais certains exhibent des traces de glissement se-

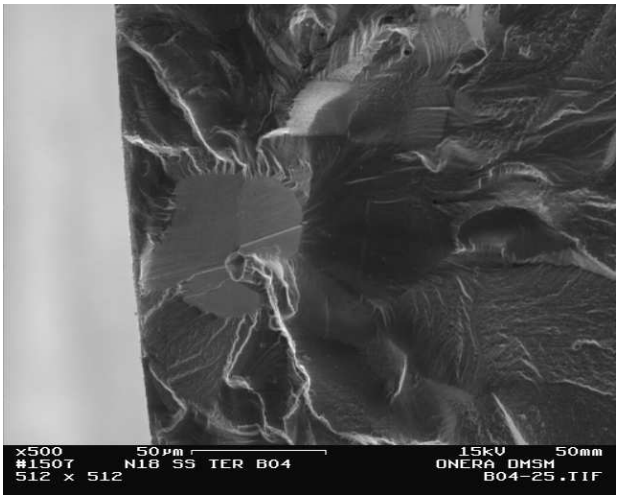


FIG. 4.18. Localisation de l'amorce de fissure de l'éprouvette avec une microstructure sans précipités de γ'_{III} testée en fatigue avec l'essai N°4 ($R\varepsilon = 0, \Delta\varepsilon = 0,7\%$), (MEB).

lon les trois plans de type {111}. Lorsque l'on augmente l'amplitude du chargement, la plupart des grains présentent des traces de glissement sur les trois plans {111} et des paires de dislocations dans la matrice. Lorsque le chargement est suffisamment fort pour que le cycle stabilisé présente une amplitude de déformation plastique non-nulle, on observe une forte densité de dislocations dans la matrice ainsi que des segments de dislocations vis dans les précipités. Cela n'a été observé que pour la microstructure avec gros γ'_{II} pour laquelle la taille des précipités facilite l'observation. Par ailleurs, au cours de la déformation plastique il se forme des bandes de glissement sur les trois plans {111}, que ne dévient ni les précipités ni les joints de macle. Après l'amorçage sur une première facette, la propagation de fissure continue sur les grains voisins par rupture sur des facettes {111}, puis, au-delà de quelques grains, elle se poursuit de façon plus ductile. Ceci implique que la durée de vie dépend de la probabilité de trouver un grain de « grande taille », proche de la surface, dont un des plans {111} forme un angle proche de 45° avec l'axe de sollicitation. Le contrôle de la taille maximale des grains est donc capital.

4.3.3 Description et identification du modèle de fatigue

Identification du modèle de Manson-Coffin

Pour des raisons de lisibilité des Figures qui suivent, seules les identifications effectuées sur trois des microstructures sont présentées ici. Les trois microstructures sont la microstructure standard et les deux microstructures « extrêmes », c'est-à-dire celles présentant la plus forte (γ'_{II} fins) et la plus faible (gros γ'_{II}) limite d'élasticité.

Le modèle de Manson-Coffin s'écrit sous la forme (équations 3.1 et 3.2) :

$$\Delta\varepsilon = \Delta\varepsilon_e + \Delta\varepsilon_p$$
$$\Delta\varepsilon_e/2 = BN_f^{-\beta}$$
$$\Delta\varepsilon_p/2 = AN_f^{-\alpha}$$

L'identification est faite en traçant les courbes $\Delta\varepsilon_e/2$ et $\Delta\varepsilon_p/2$ en fonction de N_f dans un diagramme logarithmique. Une droite de pente $-\beta$ et d'ordonnée à l'origine B est obtenue pour la première courbe. α et A sont obtenus de la même façon grâce à la seconde courbe.

En remarquant que $E\Delta\varepsilon_e/2 = \Delta\sigma/2$ et en combinant les équations 3.1 et 3.2, l'équation 4.6 de la courbe d'écrouissage cyclique est obtenue. Elle permet de contrôler l'identification des paramètres du modèle de Manson-Coffin.

$$\Delta\sigma/2 = E\Delta\varepsilon_e/2 = EBN_f^{-\beta} = EB\frac{\Delta\varepsilon_p}{2A}^{\beta/\alpha} \tag{4.6}$$

Cependant, la loi de Manson-Coffin ne prend pas en compte la contrainte moyenne. Il convient donc d'identifier une courbe pour chaque rapport de charge. Étant donné que la base d'essais est assez restreinte, cela n'est pas possible directement. Aussi l'effet de contrainte moyenne est introduit grâce à une correction linéaire suggérée par Bonnand *et al.* [41] pour les matériaux pour disques. Les déformations modifiées de l'effet de contrainte moyenne s'écrivent donc :

$$\Delta\varepsilon_{e,corr}/2 = \Delta\varepsilon_e/2\left(1 + g\frac{\bar{\sigma}}{\Delta\sigma/2}\right) \tag{4.7}$$
$$\Delta\varepsilon_{p,corr}/2 = \Delta\varepsilon_p/2\left(1 + g\frac{\bar{\sigma}}{\Delta\sigma/2}\right) \tag{4.8}$$

avec g un paramètre matériau permettant de traduire les effets de contrainte moyenne.

g s'identifie *a priori* sur le diagramme de Haigh, qui représente l'amplitude de contrainte en fonction de la contrainte moyenne à iso durée de vie. Il est le même pour toutes les microstrucutres. Ici la valeur de g choisie est 0,35.

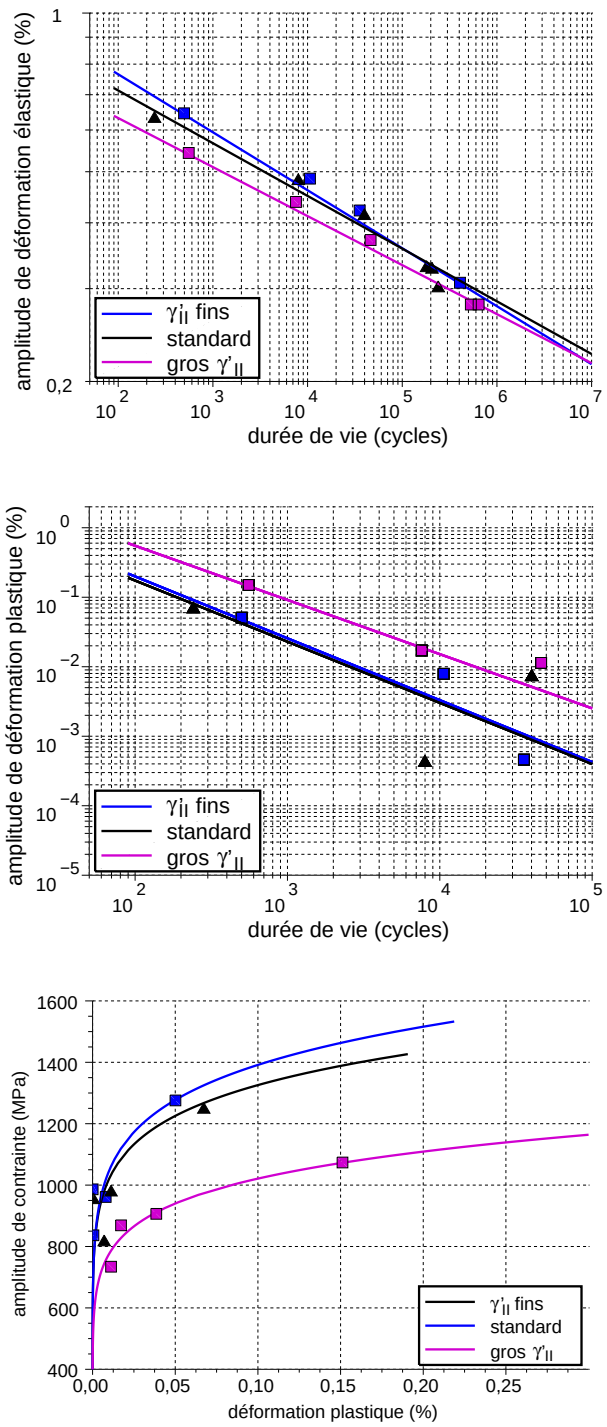


FIG. 4.19. Première identification d'une loi de Manson-Coffin pour trois microstructures de N18 à gros grains.

Sur la Figure 4.19, il est visible que les pentes des droites $\Delta\varepsilon_{e,corr}/2 = f(N_f)$ et $\Delta\varepsilon_{p,corr}/2 = f(N_f)$ sont assez proches pour toutes les microstructures. Étant donné qu'assez peu d'essais ont été réalisés pour chaque microstructure, il se peut que les petits écarts sur la pente soient dus à la dispersion expérimentale. C'est pourquoi dans un deuxième temps, on fait l'hypothèse que la microstructure n'a pas d'effet sur les pentes de la courbe de Manson-Coffin. Les pentes sont donc considérées comme identiques pour toutes les microstructures, ce qui simplifie l'identification. Cette nouvelle identification est présentée sur la Figure 4.20. Cette hypothèse se justifie dans la mesure où les modules d'écrouissage sont quasi-identiques pour toutes les microstructures.

Tous les essais sont représentés sous la forme $\Delta\varepsilon/2 = f(N_f)$ sur la Figure 4.21, l'effet de contrainte moyenne est intégré pour les courbes en $R_\varepsilon = 0$ et $R_\varepsilon = 0,6$ au moyen des équations 4.7 et 4.8. La prise en compte de l'effet de contrainte moyenne entraîne un décalage des courbes vers le bas. Comme déjà observé dans le Military Handbook [92], la contrainte moyenne a été calculée, en considérant que la contrainte au cycle stabilisé est une fonction de la contrainte maximale au premier cycle. L'amplitude de contrainte est donnée par la courbe d'écrouissage cyclique.

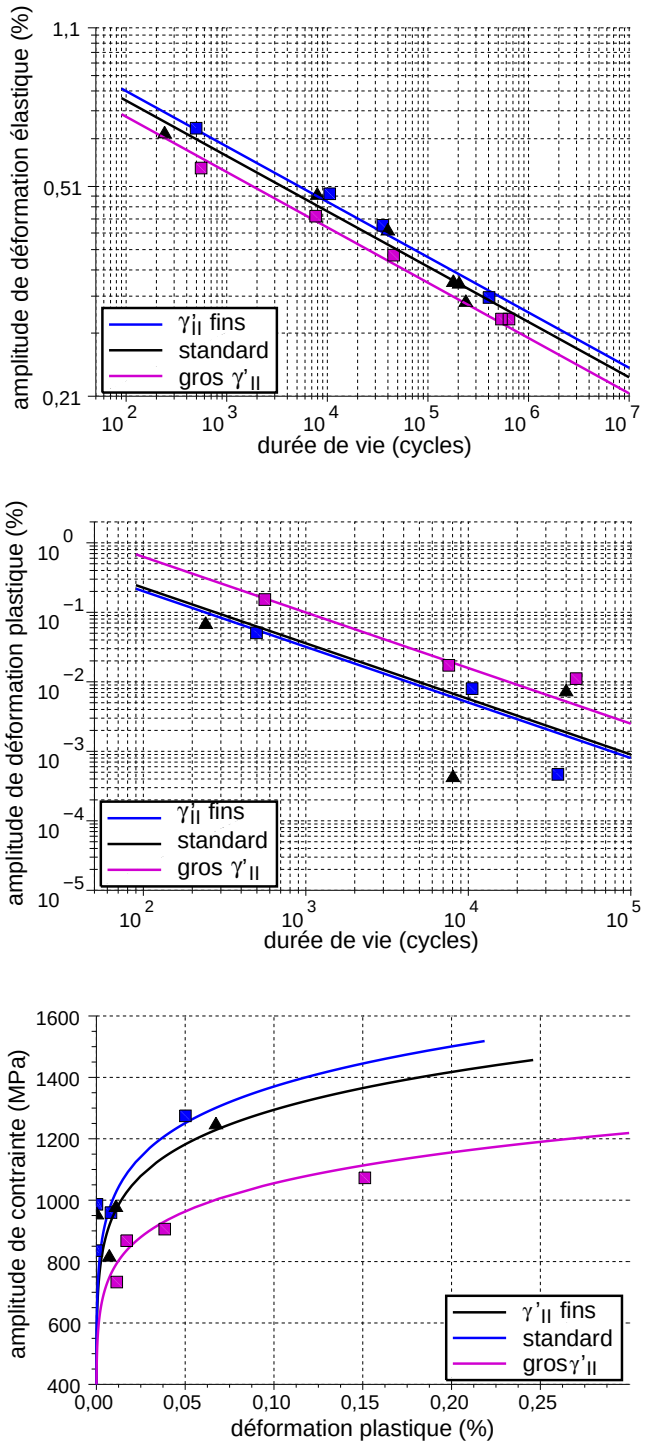


FIG. 4.20. Seconde identification d'une loi de Manson-Coffin pour trois microstructures de N18 à gros grains. Les pentes des droites $\Delta\varepsilon_{e,corr}/2 = f(N_f)$ et $\Delta\varepsilon_{p,corr}/2 = f(N_f)$ sont considérées comme identiques quelle que soit la microstructure.

Une autre représentation consiste à s'affranchir des effets de contrainte moyenne au niveau des points expérimentaux plutôt qu'au travers des courbes simulées. Il faut, dans ce cas, modifier l'amplitude de déformation mesurée expérimentalement par $1+g\frac{\bar{\sigma}}{\Delta\sigma/2}$. De ce fait, si le modèle est adapté, tous les points ($\Delta\varepsilon_{corr}/2 = f(N_f)$) s'alignent sur la courbe correspondant à $R_\varepsilon = -1$, comme le montre la Figure 4.22. Sur la Figure 4.22a, les trois courbes correspondant aux trois microstructures sont très proches, mis à part pour les très courtes durées de vie. Cette différence est principalement due à la ductilité plus grande de la microstructure à gros γ'_{II}. Cependant ce domaine des très courtes durées de vie ($< 5.10^2$) est peu intéressant pour l'application aux disques de turbine. Les courbes des trois microstructures sont donc très proches dans tout le domaine utile. D'ailleurs, sur la Figure 4.22b, les points, modifiés pour prendre en compte l'effet de la contrainte moyenne, issus des essais pour toutes les microstructures, s'alignent plutôt bien sur une seule courbe (celle de la microstructure standard). La Figure 4.22b montre aussi que les essais correspondant aux microstructures avec forte limite d'élasticité (γ'_{II} fins représentés par les carrés bleus et *standard* représentés par les triangles noirs) sont placés au-dessus des essais correspondant aux microstructures avec faible limite d'élasticité. En effet, plus la limite d'élasticité augmente, plus la contrainte moyenne augmente et plus l'effet de cette contrainte moyenne est important. Par ailleurs, sur la Figure 4.22a, sur le domaine utile, les courbes de fatigue se classent dans le même ordre que les limites d'élasticité. De ce fait, pour un essai à amplitude de déformation, amplitude de contrainte et contrainte moyenne données, la durée de vie d'un matériau présentant une limite d'élasticité plus forte est plus longue. Néanmoins cette influence est très faible, dans le meilleur des cas on peut observer un allongement de la durée de vie d'un facteur deux pour une amplitude de déformation donnée corrigée de l'effet de contrainte moyenne.

C'est pourquoi, la sélection de la microstructure présentant la meilleure résistance vis-à-vis de la fatigue dépend fortement de la sollicitation appliquée. Si le matériau est sollicité en **contrainte imposée** dans le domaine élastique ou élastique adapté, la contrainte moyenne est imposée de même que l'amplitude de contrainte (par définition), et l'amplitude de déformation vaut $\Delta\sigma/E$. Dans ce cas, le matériau ayant une microstructure à γ'_{II} fins, qui possède une plus grande limite d'élasticité, aurait une durée de vie légèrement plus longue (cf. Figure 4.22a), car il plastifie moins au cours du premier cycle.

Imaginons maintenant que le matériau soit sollicité en **déformation imposée** dans le domaine élastique adapté. L'amplitude de déformation est imposée, l'amplitude de contrainte vaut $\Delta\varepsilon E$. Mais la contrainte moyenne, elle, diminue avec la limite d'élasticité. Il y a donc deux effets qui s'opposent. D'une part, pour une microstructure conduisant à une forte limite d'élasticité, la courbe de fatigue est légèrement plus haute donc la durée de vie est légèrement plus longue. D'autre part, la contrainte moyenne est plus élevée donc la durée de vie est plus courte. Au vu des résultats obtenus, il semblerait que pour des contraintes moyennes élevées dans le domaine des durées de vie de $10^5 - 10^6$ cycles, l'effet de contrainte moyenne soit plus conséquent que l'effet de la très légère augmentation de résistance à la fatigue.

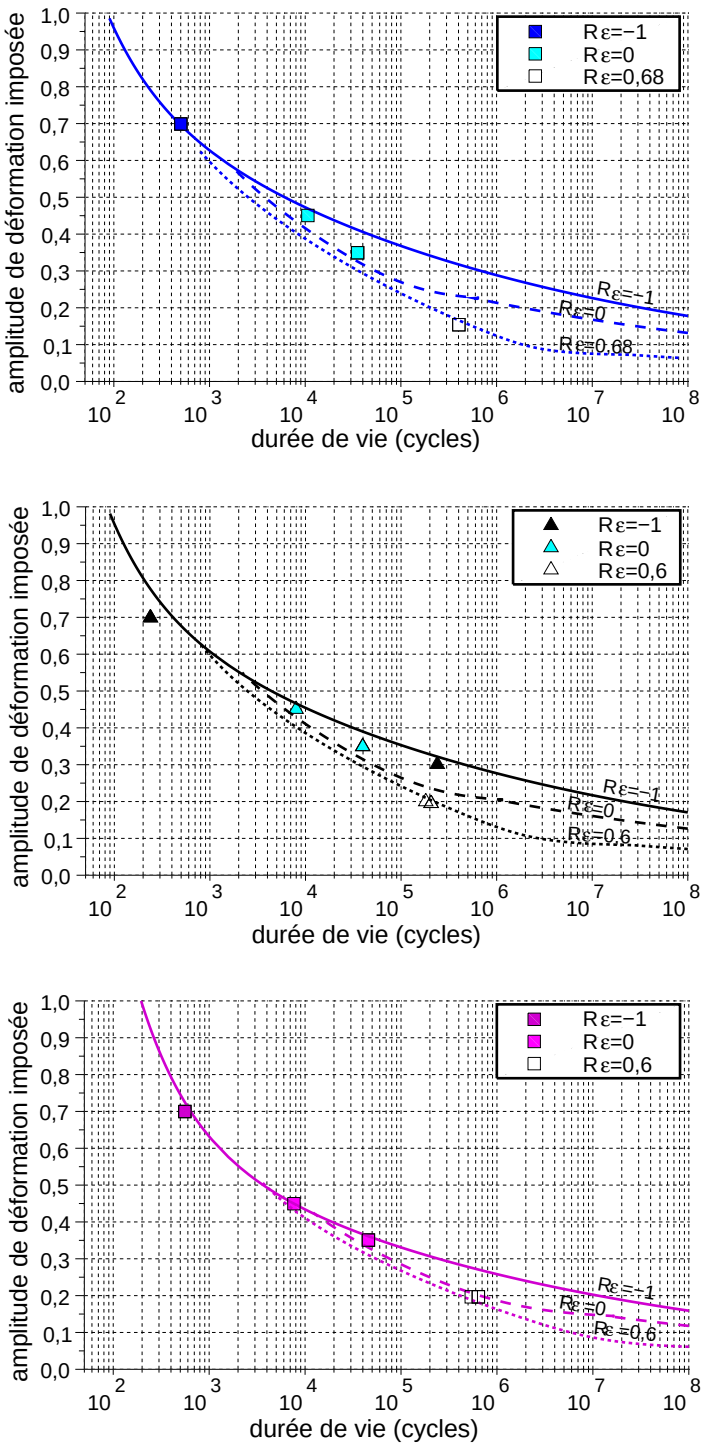
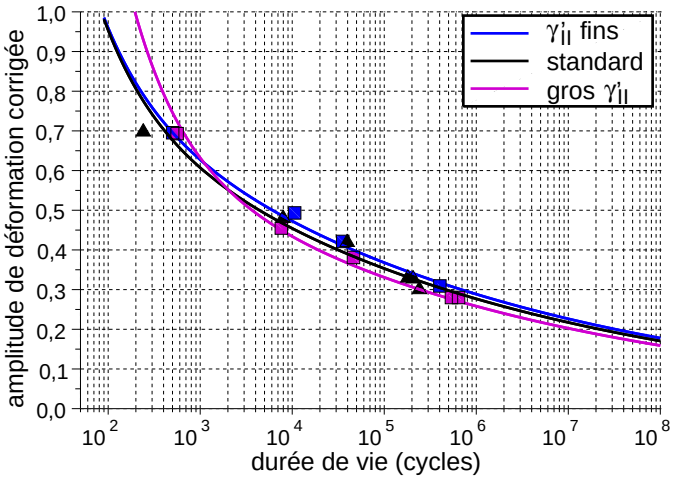


FIG. 4.21. Loi de Manson-Coffin pour trois microstructures de N18 à gros grains pour différents rapports de charges.

De plus, cet effet de contrainte moyenne est d'autant plus important que la durée de vie est longue (cf. Figure 4.21).

Connaître le mode de sollicitation est donc très important : si le matériau est sollicité à contrainte imposée, même si l'effet reste mineur, il faut augmenter la limite d'élasticité pour augmenter la durée de vie, par contre, à déformation imposée c'est l'inverse, il faut diminuer la limite d'élasticité pour augmenter la durée de vie. Or, c'est bien une déformation qui est imposée au matériau au point critique lorsque l'on sollicite un disque de turbine.

a)



b)

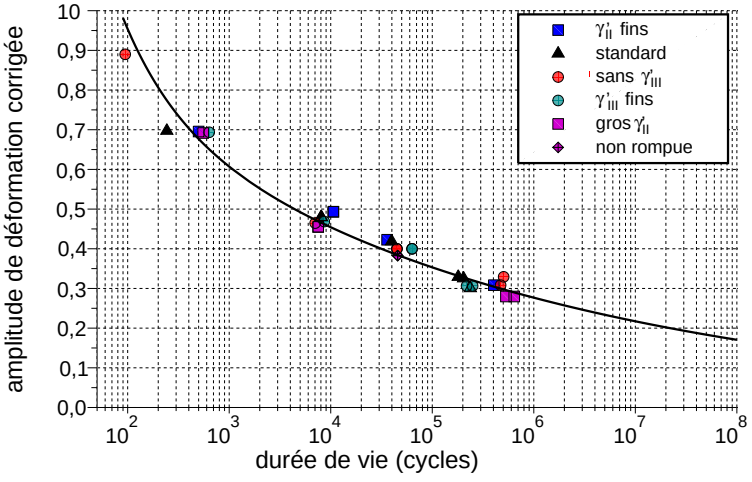


FIG. 4.22. a) Lois de Manson-Coffin, corrigées de l'effet de contrainte moyenne, identifiées pour les trois microstructures de N18. b) Loi de Manson-Coffin, corrigée de l'effet de contrainte moyenne, qui s'applique à toutes les microstructures.

Étant donné le peu de différence entre les courbes de fatigue des différentes microstructures, dans la suite de ce travail, on considérera qu'elles suivent toutes la loi de fatigue identifiée pour la microstructure standard.

Comparaison des différentes microstructures à l'aide du modèle SWT

Puisque les essais réalisés présentent pour certains de la plasticité cyclique et pour d'autres une forte contrainte moyenne, un autre critère plus classique susceptible de prendre en compte ces deux paramètres est utilisé. Le paramètre SWT ($\Gamma = \sqrt{E\sigma_{max}\Delta\varepsilon/2}$), contient le produit de la contrainte maximale, qui est liée à la contrainte moyenne, par la déformation, il devrait donc prendre en compte les deux effets ($\Gamma = \sqrt{E\sigma_{max}\Delta\varepsilon/2}$). La Figure 4.23 représente le paramètre SWT en fonction de la durée de vie. La courbe noire dérive du modèle de Manson-Coffin (cf. paragraphe 3.1.2.) développé au paragraphe précédent pour un rapport de charge $R\varepsilon = -1$, $\sigma_{max} = \Delta\sigma/2 = E\Delta\varepsilon_e/2$. Elle concorde également très bien avec cette représentation de la fatigue. De fait, les points se répartissent de la même manière que sur la courbe de Manson-Coffin sauf dans le domaine des durées de vie courtes.

$$\Gamma = \sqrt{E\sigma_{max}\Delta\varepsilon/2} = \sqrt{E\frac{\Delta\varepsilon}{2}\frac{\Delta\sigma}{2}\left(1+\frac{\bar{\sigma}}{\Delta\sigma/2}\right)} \tag{4.9}$$

Dans le critère, il n'y a pas de paramètre matériau pour prendre en compte les effets de contraintes moyenne, mais un facteur $\left(1+\frac{\bar{\sigma}}{\Delta\sigma/2}\right)^{0,5}$, alors que dans le modèle de Bonnand *et al.*, ils sont pris en compte par le facteur $1+g\frac{\bar{\sigma}}{\Delta\sigma/2}$, avec un paramètre matériau g. Bien que dans le cas du superalliage N18 les deux approches semblent donner des résultats similaires, la méthode de Bonnand grâce à son paramètre ajustable était plus adaptée au cas de l'alliage Ta6V où les effets de contrainte moyenne sont marqués [41].

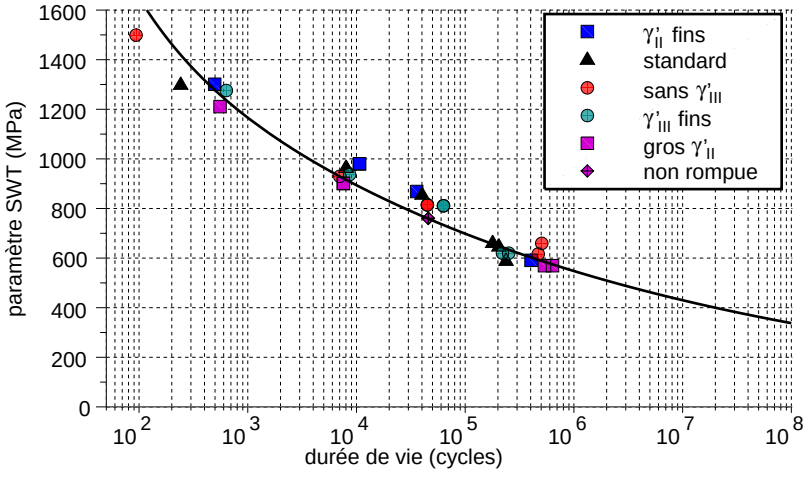


FIG. 4.23. Courbe de fatigue avec un paramètre SWT.

Synthèse de l'identification d'un modèle de fatigue

En prenant en compte l'influence de la contrainte moyenne grâce au modèle de Bonnand *et al.* [41], les durées de vie issues d'essais à différents rapports de charge peuvent être replacées sur une même courbe de type Manson-Coffin, correspondant à un rapport de charge de $R_\varepsilon = -1$. A l'aide des cinq ou six essais de chaque microstructure, une courbe de Manson-Coffin est obtenue pour chacune des microstructures de cette étude. Un très léger décalage des courbes de fatigue vers les durées de vie plus longues est observé lorsque l'on augmente la limite d'élasticité du matériau. Cependant ce décalage est si faible que l'on peut choisir une courbe de fatigue unique valable pour toutes les microstructures. Les paramètres de cette courbe sont donnés dans le Tableau 4.8. L'effet de la microstructure sur la durée de vie n'est donc pas traduit sur le modèle de fatigue. Il est donc traduit uniquement au travers du comportement.

paramètre	A	α	B	β	g
valeur	0,09	0,8	0,0118	0,105	0,35

TAB. 4.8. Tableau récapitulatif des paramètres de la courbe de Manson-Coffin du N18 à gros grains à 450°C.

Synthèse de la Partie II

Les essais mécaniques de différentes microstructures de N18 à gros grains ont permis d'identifier l'influence des paramètres microstructuraux sur le seuil de plasticité. La microstructure intragranulaire du N18 a une influence principalement sur le seuil de plasticité. Cet effet de la microstructure sur le seuil de plasticité est modélisé grâce à un calcul de cission résolue critique à l'aide des modèles de Hüther et Reppich [52] et Brown-Ham [53]. Une augmentation de la limite d'élasticité a pour conséquence d'augmenter la contrainte moyenne lors d'un essai dissymétrique à déformation imposée, et donc de réduire la durée de vie. Néanmoins, cet effet n'est pas très fort, et difficile à extraire nettement de l'analyse compte tenu de la dispersion expérimentale.

Cet effet de contrainte moyenne est cependant pris en compte au travers du modèle de Bonnand *et al.* [41], qui permet de modifier la déformation par la prise en compte de l'effet de contrainte moyenne et de repositionner les points de fatigue sur la courbe de Manson-Coffin pour le rapport $R = -1$. Cette courbe de Manson-Coffin pour le rapport $R = -1$ varie très peu d'une microstructure à l'autre. C'est pourquoi une courbe de fatigue de Manson-Coffin unique est identifiée pour toutes les microstructures. Il est probable que l'effet de contrainte moyenne est plus prononcé à plus fort rapport de charge et à plus longue durée de vie. Il pourrait donc être utile dans une étude ultérieure de faire des essais à très longue durée de vie (VHCF) pour mieux identifier cet effet de contrainte moyenne.

On observe également, qu'en l'absence de défaut de surface, l'amorçage a effectivement lieu sur la microstructure dans l'alliage N18 gros grains à 450°C. La dispersion des résultats de fatigue est donc réduite par rapport à la dispersion observée dans le cas la microstructure à petits grains. L'amorçage critique a lieu la plupart du temps en surface, bien que des amorçages secondaires (non-critiques) en interne soient observés. Il se peut que des effets de bords et/ou des effets d'environnement jouent un rôle en régime de propagation de fissures, ce qui n'est pas étudié dans le cadre de ce travail.

Les micromécanismes de déformation responsables de l'amorçage de fissure semblent les mêmes pour toutes les microstructures testées, mais dépendent du chargement appliqué. Les précipités et la matrice sont cisaillés par des dislocations, cependant les dislocations ont tendance à s'accumuler dans les couloirs de matrice pour les essais à fortes amplitudes de déformation (lorsque le cycle n'atteint pas un état élastique

adapté). L'orientation des facettes sur lesquelles les fissures s'amorcent est telle que le facteur de Schmid est élevé (45° par rapport à l'axe de traction). Ces facettes sont des plans {111}, et au moins trois systèmes de glissement sont activés dans les grains correspondants. Même si le cycle stabilisé est élastique adapté, la plasticité dans les grains ayant un facteur de Schmid élevé joue néanmoins un rôle important sur l'amorçage en fatigue.

A présent on dispose donc d'un modèle de prévision de la microstructure à partir du traitement thermique, d'un modèle de calcul du seuil de plasticité à partir des paramètres microstructuraux, d'un modèle de fatigue indépendant de la microstrucutre capable de rendre compte de l'effet de la contrainte moyenne sur la durée de vie en fatigue. Pour compléter l'étape suivante de la boucle d'optimisation, il faut maintenant construire un modèle mécanique apte à estimer la contrainte moyenne en fonction du chargement et des paramètres microstructuraux. Pour cela, on s'appuiera sur un modèle multiéchelle. Ceci fait l'objet de la partie suivante du mémoire.

Troisième partie

Modélisation multiéchelle du comportement en fatigue

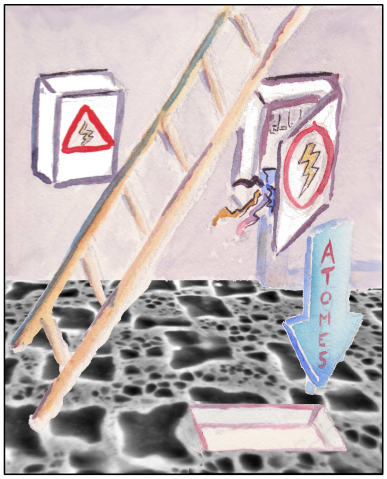


Table des matières

5 Mise en place des différentes homogénéisations 147

5.1 Démarche de modélisation 149

5.2 Homogénéisation en champs moyens : modèle de Mori-Tanaka et modèle autocohérent/correction de Pottier 150

5.2.1 L'inclusion d'Eshelby 150

5.2.2 De l'inclusion d'Eshelby à une distribution de précipités 151

5.2.3 Extension aux systèmes multiphasés 152

5.2.4 Schéma de résolution 153

5.2.5 Application aux matériaux visco-plastiques 154

5.2.6 Limites des modèles en champs moyens 154

5.2.7 Correction de Pottier ou correction par la tangente asymptotique 155

5.3 Homogénéisation d'un polycristal en champs moyens . . . 156

5.3.1 De l'inclusion d'Eshelby au polycristal 156

5.3.2 Règle en β 157

5.3.3 Conclusions 158

5.4 Passage du monograin au polycristal dans le superalliage N18 158

5.4.1 Élasticité du monocristal de superalliage 159

5.4.2 Plasticité du monocristal de superalliage 160

5.4.3 Influence de l'anisotropie élastique sur la réponse mécanique du polycristal 163

5.4.4 Comparaison éléments finis-homogénéisation avec correction en β 166

5.4.5 Calibration de la règle en β. 169

5.5 Passage des phases au monograin dans le superalliage N18 172

5.5.1 Influence de la forme des précipités 173

5.5.2 Application de la méthode de la correction par la tangente asymptotique 175

5.6 Synthèse du Chapitre 5 178

6 Mise en place du modèle à double homogénéisation 181

6.1 Écriture du modèle à double homogénéisation 183

6.2 Application du modèle à double homogénéisation à la simulation des essais sur N18 à gros grains 188
6.2.1 Lois de comportement des phases 188
6.2.2 Comparaison modèle/expérience 190
6.3 Discussion autour du modèle à double homogénéisation . . 193
6.3.1 Contraintes et déformations aux différentes échelles 193
6.3.2 Comparaison de l'influence de chaque paramètre sur la limite d'élasticité 195
6.3.3 Temps de calcul 198

Introduction

La partie précédente a permis de décrire le comportement du N18 en fonction de différents paramètres microstructuraux. Cette partie s'attache à la construction d'un modèle multiéchelle permettant de déduire le comportement macroscopique du superalliage polycristallin à partir du comportement des phases qui le constituent. Pour cela, deux niveaux d'homogénéisation sont nécessaires. Le premier permet de passer du comportement des phases au comportement du monograin, le second du comportement du monograin à celui du polycristal. Le Chapitre 5 décrit les modèles d'homogénéisation utilisés pour réaliser une modèlisation multiéchelle avec une double homogénéisation. Le chapitre 6 compare ensuite les prévisions du modèle à double homogénéisation, aux résultats expérimentaux obtenus sur le N18 à gros grains.

Chapitre 5

Mise en place des différentes homogénéisations

5.1 Démarche de modélisation

Ce chapitre vise à la mise en place d'un modèle mutichéchelle prenant en compte l'effet des paramètres microstructuraux sur le comportement en fatigue du superalliage N18 à gros grains. Les différentes échelles en jeu sont l'échelle des deux populations de précipités, l'échelle des grains et l'échelle macroscopique, comme décrit sur la Figure 5.1. Ce type de démarche avec plusieurs homogénéisations en champs moyens enchaînées a déjà été effectué pour un alliage de titane par Roos *et al.* [98].

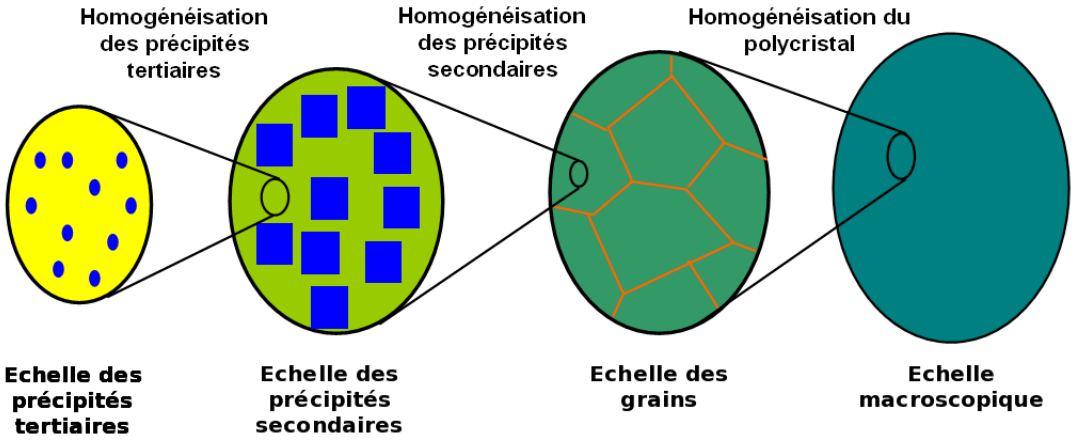


FIG. 5.1. Schéma des échelles prises en compte dans la modélisation du superalliage N18 à gros grains.

Cette approche nécessite de connaître le comportement de chaque phase (γ et γ') et deux séquences d'homogénéisation, l'une pour calculer le comportement du monocristal à partir de celui des phases et l'autre pour calculer le comportement macroscopique polycristallin à partir de celui du monocristal. Dans la première homogénéisation le comportement du monograin était donc considéré comme le comportement homogénéisé, dans la seconde, il devient le comportement local (cf. Tableau 5.1). Les homogénéisations mises en œuvre sont décrites et comparées à des homogénéisations par éléments finis.

Niveaux	microscopique	mésoscopique	macroscopique
Échelles	phases (précipité+matrice)	monograin	polycristal
homogénéisation des précipités	comportement local	comportement homogénéisé	
homogénéisation des grains		comportement local	comportement homogénéisé

TAB. 5.1. Échelles et homogénéisations.

Très peu de résultats sont disponibles au sujet du comportement du monocristal de N18. L'identification suivra donc plutôt un schéma de type « méthode inverse ».

C'est-à-dire que l'on s'appuiera principalement sur les résultats d'essais à l'échelle macroscopique (sur le polycristal) ainsi que sur les connaissances acquises sur les monocristaux d'autres superalliages à d'autres températures pour identifier dans un premier temps le comportement du monocristal de N18, puis le comportement des phases qui le constituent.

Ce chapitre décrit le principe des modèles d'homogénéisation en champs moyens et répertorie les problèmes et les solutions apportées pour l'application, d'une part, à l'homogénéisation de deux phases de comportements très différents et d'autre part, à l'homogénéisation du comportement d'un polycristal. Le chapitre suivant aborde l'écriture des deux homogénéisations enchaînées ainsi que l'introduction d'un effet de taille de précipités et l'adéquation de ce modèle à double homogénéisation avec les résultats expérimentaux.

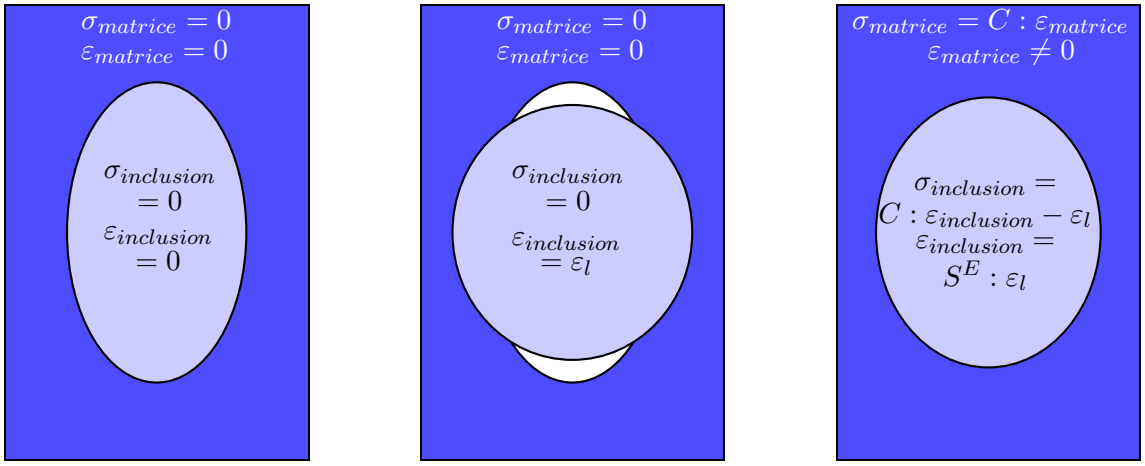
5.2 Homogénéisation en champs moyens : modèle de Mori-Tanaka et modèle autocohérent/correction de Pottier

5.2.1 L'inclusion d'Eshelby

Eshelby a résolu le problème mécanique suivant [99] :

Soit un milieu homogène infini caractérisé par un tenseur d'élasticité $\underset{\approx}{\boldsymbol{C}}$. Ce milieu est supposé être dans son état naturel relâché (Figure 5.2 a), c'est-à-dire que la contrainte y est nulle en tout point. On appellera ce milieu matrice. Dans un petit domaine borné, qu'on appellera inclusion, de ce milieu, le matériau subit une transformation physique. Cette transformation conduirait, si l'inclusion n'était pas insérée dans la matrice, à un changement de forme et/ou de taille, caractérisé par une « déformation libre ». La matrice, elle, n'est pas soumise à cette transformation (Figure 5.2 b). La présence de la matrice autour de l'inclusion, l'empêche de se déformer comme si elle était libre. Il y a donc incompatibilité de déformation. Un équilibre va donc se former, dans lequel l'inclusion et la matrice sont déformées. L'inclusion est déformée et amenée dans un état différent ($\underset{\approx}{\boldsymbol{S}}^E : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_l$) de celui qu'elle aurait eu si la déformation avait été libre ($\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_l$). Dans cet état final les contraintes sont non nulles aussi bien dans la matrice que dans l'inclusion (Figure 5.2 c). Toutefois comme le volume de l'inclusion est très petit devant celui de la matrice, la contrainte dans la matrice n'est modifiée que localement et reste dans son état relâché loin de l'inclusion.

Eshelby a montré que si l'inclusion est de forme ellipsoïdale et si la transformation qu'elle subit est une déformation libre homogène dans l'inclusion, alors l'état d'équilibre est tel que la déformation finale dans l'inclusion est homogène.



a) état naturel relâché

b) incompatibilité de déformation

c) équilibre final

FIG. 5.2. Un problème d'Eshelby [100].

Les équations de ce problème sont les suivantes :

- $\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}$ cinématiquement admissible dans la matrice et dans l'inclusion et $\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}$ tend vers 0 loin de l'inclusion.
- $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} = \underset{\approx}{\boldsymbol{C}} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}$ dans la matrice et $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} = \underset{\approx}{\boldsymbol{C}} : (\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}} - \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_l)$ dans l'inclusion.
- $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}$ est statistiquement admissible dans le domaine réunissant la matrice et l'inclusion.

$\underset{\approx}{\boldsymbol{S}}^E$ désigne le tenseur d'Eshelby.

$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}$ est statistiquement admissible signifie que :

$div(\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}) = 0$ dans la matrice et l'inclusion et $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}.\underline{n}$ est continu sur la frontière entre matrice et inclusion, avec $\underline{n}$ vecteur normal sortant à la frontière.

$\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}$ est cinématiquement admissible signifie que :

$\exists\ \underset{\sim}{\boldsymbol{u}}$ continu sur le domaine (matrice $\cup$ inclusion) $\mid 2\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}} = grad(\underset{\sim}{\boldsymbol{u}}) +^{\top} grad(\underset{\sim}{\boldsymbol{u}})$ dans la matrice et dans l'inclusion.

On peut réécrire ce problème en faisant intervenir τ le tenseur de polarisation. $\underset{\sim}{\boldsymbol{\tau}} = -\underset{\approx}{\boldsymbol{C}} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_l$ d'où $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} = \underset{\approx}{\boldsymbol{C}} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}} + \underset{\sim}{\boldsymbol{\tau}}$ dans l'inclusion.

5.2.2 De l'inclusion d'Eshelby à une distribution de précipités

On peut utiliser le problème d'Eshelby comme base pour poser d'autres problèmes plus complexes. Par exemple le cas d'une inclusion de nature différente de celle de la matrice (inclusion et matrice ont des tenseurs d'élasticité différents, soit

$\underset{\approx}{\boldsymbol{C}}$ pour la matrice et $\underset{\approx}{\boldsymbol{C}}'$ pour l'inclusion). Ce problème peut se ramener facilement à celui d'Eshelby en calculant la déformation libre $\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_{l2}$, correspondant à la polarisation $\underset{\sim}{\boldsymbol{\tau}}'$ telle que :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\tau}}' = (\underset{\approx}{\boldsymbol{C}}' - \underset{\approx}{\boldsymbol{C}}) : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}} - \underset{\approx}{\boldsymbol{C}} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_l \tag{5.1}$$

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\tau}}' = -\underset{\approx}{\boldsymbol{C}} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_{l2} \tag{5.2}$$

Ainsi

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} = \underset{\approx}{\boldsymbol{C}}' : (\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}} - \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_l) = \underset{\approx}{\boldsymbol{C}} : (\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}} - \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_{l2}) \tag{5.3}$$

Par contre on ne peut pas l'utiliser dans le cas de plusieurs inclusions inhomogènes. En effet, dans l'inclusion (i) la loi de comportement s'écrit alors :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} = \underset{\approx}{\boldsymbol{C}}_i : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}} + \underset{\sim}{\boldsymbol{\tau}}_i = \underset{\approx}{\boldsymbol{C}} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}} + [(\underset{\approx}{\boldsymbol{C}}_i - \underset{\approx}{\boldsymbol{C}}) : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}} + \underset{\sim}{\boldsymbol{\tau}}_i] \tag{5.4}$$

La « polarisation » équivalente $\underset{\sim}{\boldsymbol{\tau}}'_i = (\underset{\approx}{\boldsymbol{C}}_i - \underset{\approx}{\boldsymbol{C}}) : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}} + \underset{\sim}{\boldsymbol{\tau}}_i$ n'est pas homogène dans l'inclusion i, à cause du champ induit par l'autre inclusion. On ne peut donc pas utiliser la solution d'Eshelby [100].

Bien qu'il ne soit donc pas possible par cette méthode d'obtenir une solution analytique exacte du comportement des matériaux biphasés, un certain nombre d'approximations peuvent être menées afin d'obtenir une solution approchée, telle que l'estimation de Mori-Tanaka [101], ou l'estimation autocohérente [102].

5.2.3 Extension aux systèmes multiphasés

En 1992, Dvorak [103] propose un modèle d'homogénéisation en champs moyens pour un système constitué d'un nombre quelconque de phases, elles-mêmes décomposées en un nombre quelconque de sous-volumes, nommé Transformation Field Analysis.

La déformation macroscopique est notée $\underset{\sim}{\boldsymbol{E}}$ et la contrainte macroscopique est notée $\underset{\sim}{\boldsymbol{\Sigma}}$. Au niveau macroscopique, ces grandeurs sont liées par la relation :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\Sigma}} = \underset{\approx}{\boldsymbol{L}} : \underset{\sim}{\boldsymbol{E}} + \underset{\sim}{\boldsymbol{\lambda}} \tag{5.5}$$

$\underset{\approx}{\boldsymbol{L}}$ représente le module d'élasticité macroscopique et $\underset{\sim}{\boldsymbol{\lambda}}$ la contrainte propre.

(La relation duale s'écrit : $\underset{\sim}{\boldsymbol{E}} = \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}^{-1} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\Sigma}} + \underset{\sim}{\boldsymbol{\mu}}$, avec $\underset{\sim}{\boldsymbol{\lambda}} = -\underset{\approx}{\boldsymbol{L}} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\mu}}$)

En élasticité pure (pas de déformations libres) la déformation locale dans la phase r s'écrit :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_r = \underset{\approx}{\boldsymbol{A}}_r : \underset{\sim}{\boldsymbol{E}} \tag{5.6}$$

Avec $\underset{\approx}{\boldsymbol{A}}_r$ le tenseur de localisation des déformations.

(Et la contrainte locale s'écrit : $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}_r = \underset{\approx}{\boldsymbol{B}}_r : \underset{\sim}{\boldsymbol{\Sigma}}$.)

Lorsque des champs de déformations libres homogènes par morceaux sur les phases ε_r^l sont appliqués, la relation de localisation s'écrit :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_s(y) = \underset{\approx}{\boldsymbol{A}}_s(y) : \underset{\sim}{\boldsymbol{E}} + \sum_{r=1}^{N} \underset{\approx}{\boldsymbol{D}}_{sr}(y) : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_{l,r} \tag{5.7}$$

avec $\underset{\approx}{\boldsymbol{D}}_{sr}$ le tenseur d'influence en déformation du champ de la phase r sur celui de la phase s.

Si l'on adopte la méthode duale, partant des contraintes :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}_s(y) = \underset{\approx}{\boldsymbol{B}}_s(y) : \underset{\sim}{\boldsymbol{\Sigma}} + \sum_{r=1}^{N} \underset{\approx}{\boldsymbol{F}}_{sr}(y) : \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_r : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_{l,r} \tag{5.8}$$

Pour deux phases avec seulement un sous-volume par phase, on peut écrire $\underset{\approx}{\boldsymbol{A}}$ et $\underset{\approx}{\boldsymbol{B}}$ analytiquement dans le cadre de l'estimation de Mori-Tanaka ou de l'estimation auto-cohérente. Par exemple, pour l'estimation de Mori-Tanaka, où $\underset{\approx}{\boldsymbol{L}} = \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_m$,

$$\underset{\approx}{\boldsymbol{A}}_r = (\underset{\approx}{\boldsymbol{L}}^* + \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_r)^{-1} : (\underset{\approx}{\boldsymbol{L}}^* + \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_m) = (\underset{\approx}{\boldsymbol{I}} + \underset{\approx}{\boldsymbol{P}} : (\underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_r - \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_m))^{-1} \tag{5.9}$$

$$\underset{\approx}{\boldsymbol{P}} = (\underset{\approx}{\boldsymbol{L}}^* - \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_m)^{-1} = \underset{\approx}{\boldsymbol{S}}^E \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_m^{-1} \tag{5.10}$$

$$\underset{\approx}{\boldsymbol{D}}_{sr} = (\underset{\approx}{\boldsymbol{I}} - \underset{\approx}{\boldsymbol{A}}_s) : (\underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_s - \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_m)^{-1} : (\delta_{sr}\underset{\approx}{\boldsymbol{I}} - c_r \underset{\approx}{\boldsymbol{A}}_r^T) : \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_r \tag{5.11}$$

avec $\underset{\approx}{\boldsymbol{L}}^*$ le tenseur de contrainte de Hill.

5.2.4 Schéma de résolution

Afin de connaître le comportement du matériau biphasé, un chargement en déformation macroscopique est appliqué ($\underset{\sim}{\boldsymbol{E}}$), l'homogénéisation en champs moyens doit permettre de déterminer la contrainte macroscopique dans le matériau ($\underset{\sim}{\boldsymbol{\Sigma}}$). Pour ce faire (cf. Figure 5.3), la première étape consiste à obtenir le champ de déformation locale dans les phases 1 et 2 ($\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_1$ et $\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_2$) à partir du champ macroscopique par le biais de la règle de localisation. La seconde étape consiste à résoudre les équilibres locaux afin de déterminer les contraintes locales ($\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}_1$ et $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}_2$). Enfin il s'agit en dernier lieu d'homogénéiser les contraintes locales afin de déterminer la contrainte macroscopique ($\underset{\sim}{\boldsymbol{\Sigma}}$).

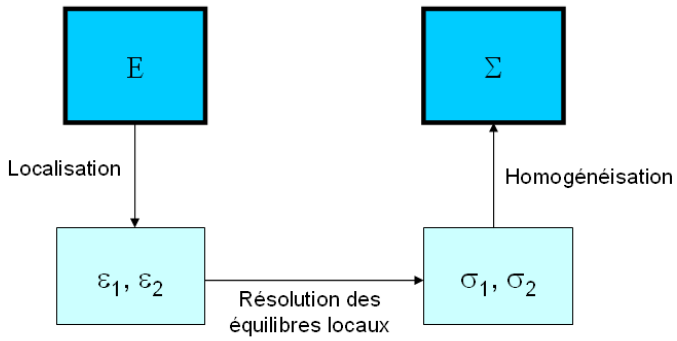


FIG. 5.3. Schéma de résolution d'un problème d'homogénéisation en champs moyens.

5.2.5 Application aux matériaux visco-plastiques

On peut considérer une déformation plastique comme une déformation libre et ainsi se ramener au cas de l'inclusion d'Eshelby. En effet, un élément de volume soumis à une déformation plastique conserve ensuite cette déformation sans contrainte. De plus, un volume de matériau hétérogène ayant subi une déformation plastique sera le siège de contraintes résiduelles étant donné que le champ de déformation plastique est en général incompatible d'une phase à l'autre. Tant que cette plasticité reste figée, on peut se placer dans le cadre donné par Eshelby. Cependant dès que cette plasticité évolue, l'estimation obtenue est peu précise puisque la localisation de la déformation s'effectue à l'aide des tenseurs d'élasticité. La contrainte est donc fortement surestimée dans la ou les phases qui plastifient. La réponse estimée est donc beaucoup trop raide.

Certains auteurs ont tenté d'autres approches, comme Hill [104], qui propose d'utiliser une méthode incrémentale afin de résoudre ce problème. L'idée est, là aussi, de faire une homogénéisation linéaire, mais cette fois-ci le comportement homogéne équivalent est déterminé en fonction du comportement linéarisé à l'instant t et non plus avec le module d'élasticité initial. Cette idée est généralisée par Ponte-Castañeda [105]. Masson et Zaoui proposent également d'utiliser des méthodes tangentes et affines [106].

5.2.6 Limites des modèles en champs moyens

Limites intrinsèques au modèle

Les modèles en champs moyens ne donnent pas de description des champs intraphases puisque ces champs sont considérés comme homogènes dans la phase. Ils conduisent donc à une description très grossière des champs locaux, et parfois à une mauvaise approximation de ces champs.

Domaine de validité de ces modèles

Chaboche, Kanouté et Roos [107] comparent différents modèles d'homogénéisation en champs moyens au calcul d'une cellule périodique par éléments finis (cf. Figure 5.4). Ils montrent que le comportement estimé à l'aide du modèle TFA (avec une localisation à l'aide des modules d'élasticité calculés à t=0) est beaucoup trop raide, mais que la méthode incrémentale ou affine n'est que très peu meilleure, si l'on évalue le tenseur de polarisation $\underset{\approx}{\boldsymbol{P}}$ en prenant en compte l'anisotropie du module tangent (courbes « INCR » et « AFF » du groupe « Anisotropic »). Par contre, elle est beaucoup plus proche de la réponse donnée par la cellule périodique en éléments finis si l'on calcule $\underset{\approx}{\boldsymbol{P}}$ analytiquement par $\underset{\approx}{\boldsymbol{P}} = \underset{\approx}{\boldsymbol{S}} : (\underset{\approx}{\boldsymbol{L}}^*)^{-1}$ à partir du tenseur d'Eshelby $\underset{\approx}{\boldsymbol{S}}$ associé à la forme isotrope ($\underset{\approx}{\boldsymbol{L}}^*$) du module tangent (courbe « INCR » et « AFF » du groupe « Isotropic »). La courbe nommée « TFA corr » correspond à la correction de Pottier détaillée dans le paragraphe suivant.

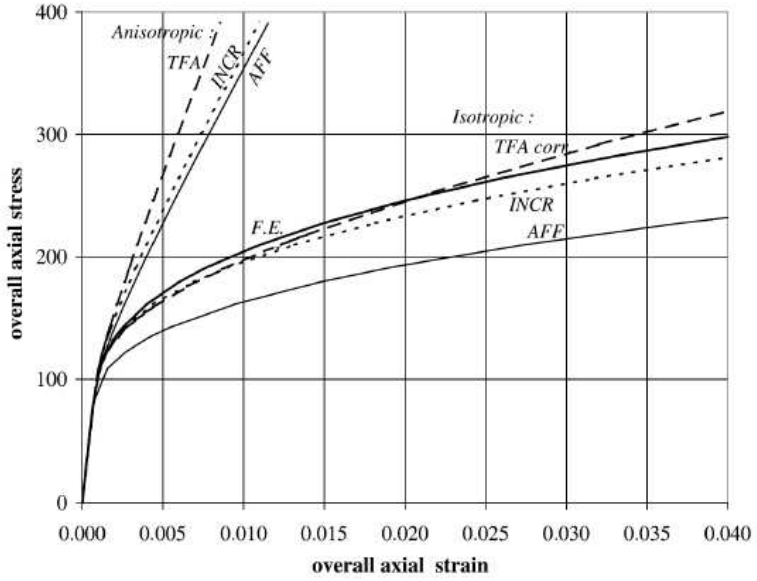


FIG. 5.4. Réponses données par les différents modèles d'homogénéisation. L'une des phases se plastifie et l'autre reste élastique [107].

5.2.7 Correction de Pottier ou correction par la tangente asymptotique

La correction de Pottier [108] est une correction simple de la méthode TFA qui utilise la raideur tangente asymptotique (supposée connue) du matériau. Au lieu de chercher à obtenir le module tangent, comme dans la méthode incrémentale, un terme correctif $\underset{\approx}{\boldsymbol{K}}_r$ est introduit pour augmenter la valeur des déformations plastiques « libres ». Il est calculer à partir de la raideur tangente asymptotique. Ainsi

l' équation s'écrit :

$$\underset{\sim}{\varepsilon}_s = \underset{\approx}{\boldsymbol{A}}_s : \underset{\sim}{\boldsymbol{E}} + \sum_{r=1}^{N} \underset{\approx}{\boldsymbol{D}}_{sr} : \underset{\approx}{\boldsymbol{K}}_r : \underset{\sim}{\varepsilon}_r^p + \sum_{r=1}^{N} \underset{\approx}{\boldsymbol{D}}_{sr} : \underset{\sim}{\varepsilon}_r^\theta \tag{5.12}$$

Ici seule la déformation plastique $\underset{\sim}{\varepsilon}_p$ est corrigée et non la dilatation thermique $\underset{\sim}{\varepsilon}^\theta$. La déformation libre totale étant égale à la somme de la déformation plastique et de la déformation thermique ($\underset{\sim}{\varepsilon}_l = \underset{\sim}{\varepsilon}^p + \underset{\sim}{\varepsilon}^\theta$).

Cette correction possède l'avantage d'être calculée une seule fois, en cherchant la solution élastique (tout comme les tenseurs de localisations A_s et d'influence $\underset{\approx}{\boldsymbol{D}}_{sr}$), et non recalculée à chaque pas de temps comme doit l'être le module tangent dans la méthode incrémentale.

Par contre elle a le désavantage de ne pas vérifier la relation de Mandel-Levin ($\underset{\sim}{\boldsymbol{\mu}} = \underset{\sim}{\boldsymbol{E}}_p = \sum_{r=1}^{N} c_r : \underset{\approx}{\boldsymbol{B}}_r^T : \underset{\sim}{\varepsilon}_r^p$). Ainsi elle conduit à la relation :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{E}}_p = \sum_{r=1}^{N} c_r : \underset{\approx}{\boldsymbol{B}}_r^T : \underset{\approx}{\boldsymbol{K}}_r : \underset{\sim}{\varepsilon}_r^p + \sum_{r=1}^{N} c_r \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}^{-1} : \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_r : (\underset{\approx}{\boldsymbol{I}} - \underset{\approx}{\boldsymbol{K}}_r) : \underset{\sim}{\varepsilon}_r^p \tag{5.13}$$

La Figure 5.5 montre que cette correction est effectivement très efficace. Alors que la courbe non corrigée possède un module d'écrouissage beaucoup trop fort (courbe en pointillée), la courbe corrigée possède le même module asymptotique et n'est supérieure à la courbe de la cellule périodique calculée par éléments finis que d'environ 30 MPa.

5.3 Homogénéisation d'un polycristal en champs moyens

5.3.1 De l'inclusion d'Eshelby au polycristal

Historiquement, le début de la plasticité dans les polycristaux a été modélisé à l'aide de l'approximation de fraction volumique faible de l'inclusion d'Eshelby. En effet, au début de la plasticité seuls quelques grains sont plastifiés mais la majorité demeure dans le domaine d'élasticité. On peut donc considérer les quelques grains qui se plastifient comme des inclusions dans une matrice globalement élastique. Cependant, au fur et à mesure que la déformation augmente, de plus en plus de grains se plastifient et l'on ne peut plus se placer dans le cadre de l'approximation de fraction volumique faible. Kröner [109] a voulu continuer à utiliser l'inclusion d'Eshelby pour décrire la suite de la plasticité en utilisant un modèle auto-cohérent mais est tombé sur le problème de la localisation à l'aide des tenseurs d'élasticité qui donne une réponse trop raide (cf. paragraphe 5.2.5). Plus récemment, une méthode, nommée règle en β pour homogénéiser les polycristaux a été développée par Cailletaud et Pilvin [110].

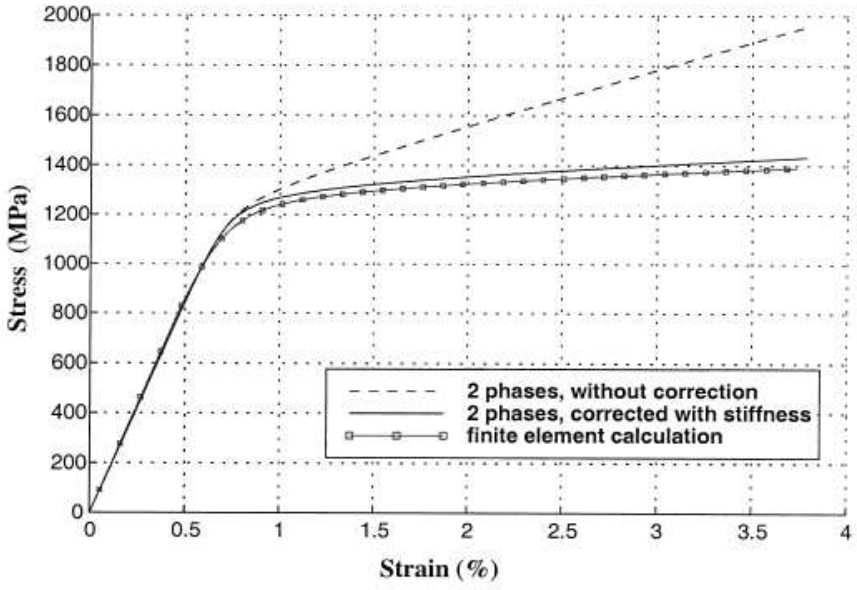


FIG. 5.5. Effet de la correction à l'aide du module asymptotique lorsque l'une des phases plastifie et l'autre reste élastique (pour une fraction volumique de 35% à une vitesse de déformation de $1s^{-1}$) [108].

5.3.2 Règle en β

La règle en β est une façon simple de prendre en compte les interactions intergranulaires pour des chargements non monotones en formulation élastoplastique non linéaire [111]. La version de base suppose que l'élasticité est uniforme dans le matériau. Partant du constat que le terme de correction de contrainte de Kröner $\underset{\approx}{\boldsymbol{M}}(\varepsilon_{p,macro} - \varepsilon_{p,local})$ est trop grand, cette méthode introduit une nouvelle variable $\underset{\approx}{\beta^g}$ pour chaque phase, qui change le statut de la correction linéaire avec la valeur asymptotique.

Équations du modèle :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}_g = \underset{\sim}{\boldsymbol{\Sigma}} + C(\underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}} - \underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}}^g) \tag{5.14}$$

$$\dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}}}^g = \dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}}_v^g - D(\underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}}^g - \delta\, \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^g(i))\dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}}_{v_{eq}} \tag{5.15}$$

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}} = \sum_{g=0}^{Ngrain} f_g \underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}}_g \tag{5.16}$$

avec C, D et δ des paramètres matériau,

$\dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}}_v^g$ la vitesse de déformation viscoplastique dans la phase g,

$\dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}}_{v_{eq}}^g$ la vitesse de déformation viscoplastique équivalente dans la phase g,

$\underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}}_g$ la variable d'accomodation non-linéaire attachée à la phase g,

et $\underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}}$ la moyenne des $\underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}}_g$.

5.3.3 Conclusions

Les modèles en champs moyens permettent de calculer le comportement homogénéisé en s'appuyant, pour la plupart, sur la solution du problème d'Eshelby. Ils représentent un moyen efficace en termes de temps de calcul. Cependant, ils posent parfois des problèmes lorsque les phases plastifient significativement ou lorsque les phases ont des comportements très différents. Des corrections ont été développées pour s'adapter à ces différents cas. La règle en β comporte un ou plusieurs paramètres ajustables permettant de vérifier numériquement son caractère autocohérent. Par contre, elle ne se calcule de façon simple que dans le cas d'une élasticité isotrope du monocristal. Les paramètres C, D, et δ qui sont des scalaires dans le cas de l'élasticité isotrope seraient des tenseurs dans le cas de l'élasticité cubique. C'est pourquoi l'on se placera dans le cadre de l'élasticité isotrope. La correction de la tangente asymptotique (ou correction de Pottier) permet de corriger la rigidité excessive du modèle de Mori-Tanaka lorsque les phases ont des comportements très différents. Cette correction sera donc adoptée dans le cas où l'on se limite à des précipités purement élastiques. De même que pour la règle en β, le tenseur de polarisation $\underset{\approx}{\boldsymbol{P}}$ est plus aisé à calculer lorsque l'élasticité des phases est isotrope (la prise en compte de l'élasticité anisotrope passe par le calcul du tenseur de polarisation tel que décrit par Roos *et al.* [98]).

Par contre, ces modèles ne sont pas susceptibles de prendre en compte les effets de taille des différentes phases. En effet, « champs moyens » signifie que l'on considère que chaque phase possède des champs moyens homogènes, indépendamment de sa taille ou de sa localisation. Pour prendre en compte les effets de tailles, d'autres modèles auraient pu être utilisés, comme les modèles, dits modèles à gradient, qui prennent en compte non seulement le champ mais aussi son gradient. Néanmoins, dans le prochain chapitre, les modèles en champs moyens classiques sont privilégiés car ils sont plus simples, et nécessitent moins de paramètres. Or, le but est d'enchaîner deux homogénéisations et d'obtenir un modèle assez peu coûteux en temps de calcul pour pouvoir envisager de l'appliquer dans une boucle d'optimisation. Il convient donc que chacune des homogénéisations soit rapide et pas trop complexe.

5.4 Passage du monograin au polycristal dans le superalliage N18

Enjeu

Cette partie décrit l'homogénéisation qui permet d'obtenir le comportement du polycristal à partir de celui du monocristal. Par ailleurs, il y est présenté l'identification du comportement du monograin et la calibration de la règle en β pour les superalliages à base de nickel.

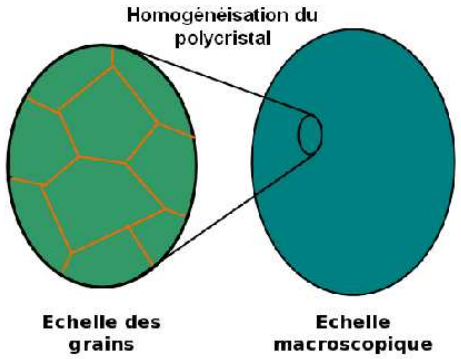


FIG. 5.6. Homogénéisation du polycristal.

5.4.1 Élasticité du monocristal de superalliage

La déformation totale se décompose en une partie élastique et une partie plastique :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}} = \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_e + \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_p \tag{5.17}$$

où

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} = \underset{\approx}{\boldsymbol{C}} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_e \tag{5.18}$$

où $\underset{\approx}{\boldsymbol{C}}$ est le tenseur d'élasticité. Dans le cas des superalliages à base de nickel il présente une symétrie cubique en raison de la structure cristalline du matériau. La base s'exprime comme :

$\alpha_1 = e_1 \otimes e_1$, $\alpha_2 = e_2 \otimes e_2$, $\alpha_3 = e_3 \otimes e_3$, $\alpha_4 = \frac{1}{\sqrt{2}}(e_2 \otimes e_3 + e_3 \otimes e_2)$,

$\alpha_5 = \frac{1}{\sqrt{2}}(e_3 \otimes e_1 + e_1 \otimes e_3)$, $\alpha_6 = \frac{1}{\sqrt{2}}(e_1 \otimes e_2 + e_2 \otimes e_1)$,

Dans les axes matériau, le tenseur d'élasticité $\underset{\approx}{\boldsymbol{C}}$ se met sous la forme :

$$\begin{pmatrix} C11 & C12 & C12 & 0 & 0 & 0 \\ C12 & C11 & C12 & 0 & 0 & 0 \\ C12 & C12 & C11 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C44 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C44 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C44 \end{pmatrix}$$

L'élasticité des superalliages monocristallins à base de nickel est donc définie par trois composantes indépendantes (C_{11}, C_{12}, et C_{44}, ici notation de Voigt). Les propriétés élastiques de ces matériaux sont connues, celles de l'AM1, par exemple, peuvent être trouvées dans [90, 112]. L'élasticité du N18, quant à elle, est toujours mesurée sur le polycristal, il n'y a donc pas de données sur l'élasticité du monograin de N18. Cependant, il semble assez logique de penser que l'élasticité du monograin de N18 est assez proche de celle de l'AM1. Aussi, l'élasticité monocristalline du

N18 à 450°C sera calculée avec le même degré d'anisotropie que celui de l'AM1 ($C_{44}/(C_{11}-C_{12})$ identiques), les composantes étant déterminées afin que le module d'Young calculé par homogénéisation corresponde à celui obtenu par les expériences présentées au Chapitre 4, d'environ 196000 MPa.

5.4.2 Plasticité du monocristal de superalliage

Dans les superalliages à base de nickel, la plasticité est provoquée par le déplacement de dislocations sur les systèmes de glissement octaédriques (et éventuellement cubiques). Lorsque deux dislocations, qui glissent chacune sur leur système de glissement, se rencontrent, plusieurs types d'interactions peuvent avoir lieu. Pour les matériaux cubiques à faces centrées, Franciosi [113] propose l'écriture d'une matrice d'interaction h^{rs} permettant de représenter les interactions des douze systèmes octaédriques à l'aide de six coefficients. Ces coefficients sont reportés dans le Tableau 5.2. La valeur de ces coefficients s'appuie sur les travaux de Gérard [111]. La valeur h3=100 interdit à deux systèmes colinéaires d'être actifs en même temps suivant les recommandations de [114]. Les systèmes de glissement dans le N18 sont les systèmes octaédriques. Toutefois, il a été observé que deux systèmes octaédriques pouvaient s'associer pour former un glissement pseudo-cubique [115]. Cependant, il ne sera tenu compte ici que du glissement octaédrique.

coefficient	h0	h1	h2	h3	h4	h5
valeur	1	1	0,2	100	3	3
type d'interaction	auto-écrouissage	interaction coplanaire	verrou de Hirth	interaction colinéaire	jonction glissile	verrou de Lomer

TAB. 5.2. La matrice d'interactions.

Le phénomène de durcissement cyclique constaté sur les essais est important mais assez lent. Le paragraphe 4.2.2 du Chapitre 4 a montré qu'un modèle macroscopique de type $R = Q(1-e^{-bp})$ permettait de modéliser correctement le durcissement cyclique au niveau macroscopique.

Cependant, au niveau du grain, les phénomènes de plasticité sont liés au déplacement des dislocations dans les directions denses des plans de glissement denses. Un modèle anisotrope de plasticité cristalline est donc considéré pour décrire le comportement inélastique à l'échelle du monograin. Le modèle choisi est celui de Méric-Cailletaud [116].

La loi de comportement $\underset{\sim}{\dot{\varepsilon}_p} = f(\underset{\sim}{\sigma})$ est écrite à l'échelle des systèmes de glissement s :

$$\underset{\sim}{\dot{\varepsilon}_p} = \sum_{s=1}^{12} \underset{\sim}{m^s} \dot{\gamma}^s \tag{5.19}$$

où $\underset{\sim}{m^s} = \frac{1}{2}(\bar{l}^s \otimes \bar{n}^s + \bar{n}^s \otimes \bar{l}^s)$, avec $\bar{n}^s$ la normale au plan de glissement et $\bar{l}^s$ la direction de glissement dans le plan.

Pour chaque système de glissement, la cission résolue s'écrit :

$$\tau^s = \underset{\sim}{\sigma} : \underset{\sim}{m^s} \tag{5.20}$$

La résultante de la vitesse de glissement $\dot{\gamma}_s$ s'écrit :

$$\dot{\gamma}_s = \left\langle \frac{|\tau^s - x^s| - r^s}{K} \right\rangle^n sign(\tau^s - x^s) \tag{5.21}$$

avec x^s l'écrouissage cinématique et r^s l'écrouissage isotrope.

$<>$ désigne la partie positive.

$$\dot{x}^s = c\dot{\gamma}^s - d\dot{v}^s x^s \tag{5.22}$$

$$r^s = R_0^g + Q^g \sum_r h^{sr} \{1 - exp(-bv^r)\} \tag{5.23}$$

avec $\dot{v}^r = |\dot{\gamma}^s|$, la déformation plastique cumulée sur chaque système de glissement.

Q définit la valeur asymptotique de la variable scalaire de l'écrouissage isotrope et correspond au régime cyclique stabilisé pour le système s et b indique la rapidité de la stabilisation. La matrice h^{rs} permet de rendre compte des interactions entre systèmes de glissement. L'écrouissage cinématique x^s permet de traduire si besoin est, le déplacement du centre du domaine d'élasticité dans l'espace des contraintes. Son existence est à relier aux hétérogénéités de déformation plastique à l'échelle microscopique qui créent des champs de contraintes locaux non uniformes, sur de « grandes » distances. Dans le cadre de ce travail, on cherche à rendre compte des effets de certaines de ces hétérogénéités crées par les précipités et les joints de grains par un modèle multiéchelle. Ainsi, aucun écrouissage cinématique n'est introduit *a priori* à l'échelle du grain. Les écrouissages cinématiques seront introduits en fonction des premiers résultats de simulations du comportement polycristallin. La viscosité du matériau est considérée comme très faible (K=10 $MPa.s^{1/n}$ et n=11).

Dans la littérature, on peut trouver plusieurs valeurs pour ces interactions [113, 111]. La Figure 5.7 montre à titre d'exemple la réponse du matériau monocristallin pour deux matrices d'interactions différentes.

L'écrouissage introduit doit permettre à la fois de rendre compte de la forme de la courbe de traction, et du durcissement cyclique observé sur l'essai N°2 en

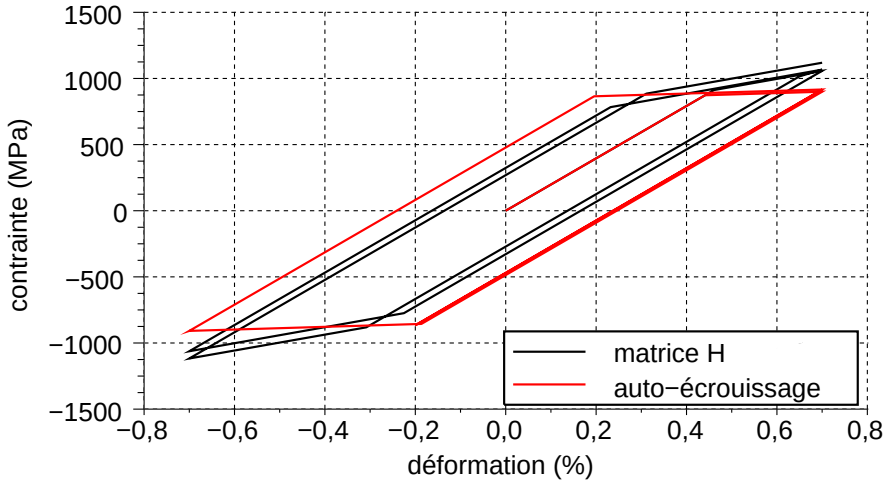


FIG. 5.7. Réponses à un premier cycle de fatigue à 0,7% de déformation maximale pour une orientation donnée pour deux matrices d'interaction. La matrice d'interaction H désigne une matrice d'interaction décrite dans le Tableau 5.2. La matrice d'auto-écrouissage est la matrice identité. Les paramètres relatifs à l'écrouissage isotrope cristallin sont Q=85 MPa et b=4.

fatigue alternée à 0,5% puis 0,7% d'amplitude de déformation. Nous avons fait le choix de rendre compte d'un durcissement identique sur l'ensemble des systèmes de glissement avec une amplitude modérée de Q=85 MPa et une vitesse lente donnée par une faible valeur de b=4.

L'effet induit par la règle en β est équivalent à l'introduction d'un écrouissage cinématique de nature intergranulaire. Elle induit une relaxation de la contrainte moyenne lors d'une sollicitation de fatigue répétée à déformation imposée. Lorsque l'on utilise une version purement non-linéaire ($\delta = 0$), la contrainte moyenne s'annule au bout d'un certain nombre de cycles, tout comme pour le modèle cinématique non linéaire classique. L'introduction d'un paramètre δ non nul permet d'obtenir une règle en β partiellement linéaire, ce qui permet alors de limiter la relaxation de la contrainte moyenne, conformément à ce qui a été observé expérimentalement. Compte tenu de ses degrés de liberté, ce modèle semble bien indiqué pour traduire l'écrouissage cinématique induit par les interactions entre les différents grains dans le polycristal. En effet, expérimentalement, la contrainte moyenne ne relaxe pas jusqu'à zéro dans le cas d'un chargement dissymétrique en déformation imposée, tant que le niveau de déformation imposée n'est pas trop important.

5.4.3 Influence de l'anisotropie élastique sur la réponse mécanique du polycristal

En élasticité cubique, un nombre assez important de grains est nécessaire pour obtenir une bonne approximation du comportement du polycristal. En élasticité isotrope, un seul grain, quelle que soit son orientation, suffit à identifier le module d'élasticité, tandis que dans le cas de l'élasticité cubique, le calcul du module d'élasticité macroscopique réclame un assez grand nombre de grains. Des simulations par éléments finis de 343 grains avec des conditions aux limites de bords libres ont été réalisées (Figure 5.8). La face inférieure du cube est fixe et la face supérieure subit un déplacement imposé selon l'axe vertical, correspondant au chargement d'un cycle de fatigue répétée à 0,9% de déformation maximale.

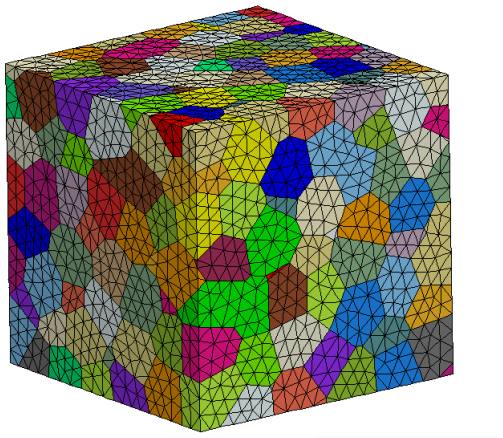


FIG. 5.8. Maillage d'un polycristal de 343 grains (69000 éléments).

Deux types de comportements sont retenus. Dans le premier cas, l'élasticité est anisotrope de type cubique, les coefficients C_{11}, C_{12} et C_{44} sont choisis pour que le degré d'anisotropie soit comparable à celui de l'alliage AM1 et que le module d'élasticité macroscopique soit celui du N18 à 450°C (soit 196 GPa). Dans le second cas, l'élasticité du matériau est considérée comme isotrope, la valeur du coefficient de Poisson définie à 0,3 n'est pas calculée. Dans les deux cas le comportement inélastique est pris presque parfaitement plastique (un écrouissage isotrope lent est introduit). Les paramètres des lois sont donnés dans les Tableaux 5.3 et 5.4. Le but de ces simulations est de vérifier que les conditions d'application de la règle en β classique sont réunies. En effet, la règle en β a été construite pour un module d'élasticité isotrope et une plasticité cristalline. Ces simulations visent donc à vérifier que la simplification qui consiste à considérer une élasticité isotrope à l'échelle des grains n'influe pas de façon importante sur la réponse macroscopique du polycristal.

Avec 343 grains, la réponse obtenue n'a pas encore convergé. En effet, sur la Figure 5.9, les différentes réalisations d'un polycristal de 343 grains (seules les orientations de chacun des grains changent) avec élasticité cubique montrent une variation de module d'élasticité macroscopique de 189 GPa à 208 GPa, donc de l'ordre de 10%.

C_{11} (MPa)	C_{12} (MPa)	C_{44} (MPa)	R0 (MPa)	K($MPa.s^{1/n}$)	n	Q (MPa)	b
268000	187000	114000	R0	10	11	85	4

TAB. 5.3. Coefficients de la loi de comportement du monocristal avec une élasticité cubique et une plasticité cristalline.

E (MPa)	ν	R0 (MPa)	K($MPa.s^{1/n}$)	n	Q (MPa)	b
198000	0,3	R0	10	11	85	4

TAB. 5.4. Coefficients de la loi de comportement du monocristal avec une élasticité isotrope et une plasticité cristalline.

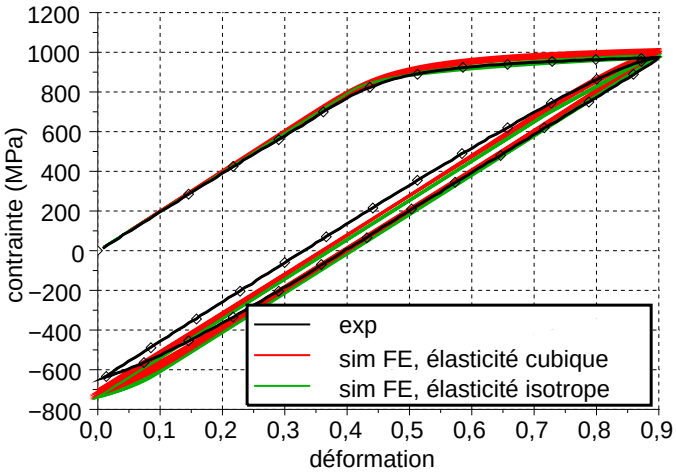
Effet d'une élasticité cubique ou isotrope sur le comportement du polycristal

En comparant les paires de simulations de comportement de polycristaux possédant l'un une élasticité cubique et l'autre une élasticité isotrope - respectivement en rouge et en vert sur la Figure 5.9 - on constate que les courbes vertes représentant l'élasticité isotrope sont en dessous des courbes rouges. Dans le cas de l'élasticité isotrope, peu après avoir dépassé le seuil de plasticité macroscopique, tous les grains sont soumis à la même contrainte et commencent donc tous à se plastifier dans un domaine de déformation restreint. Par contre, dans le cas de l'élasticité cubique, tous les grains subissent des contraintes différentes, et entrent donc en plasticité de façon plus progressive. De plus, Sauzay [117] a montré que dans le cas d'une élasticité cristalline cubique avec forte anisotropie, les orientations des grains voisins induisent plus de dispersion que l'orientation du grain elle-même. L'orientation des grains voisins joue donc un rôle et tous les grains d'une orientation donnée ne se plastifient donc pas au même moment.

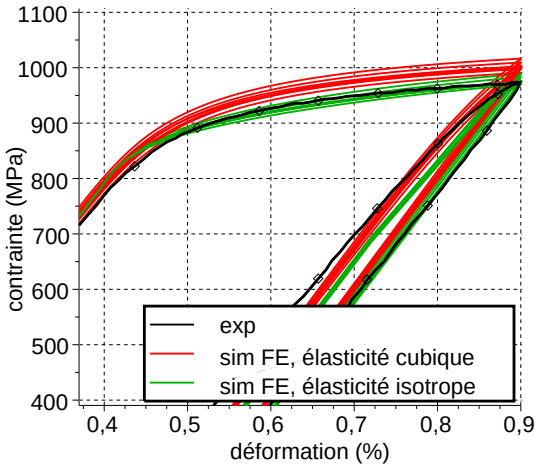
Les différentes simulations avec élasticité isotrope à l'échelle du monocristal présentent des différences de pente au tout début de l'écrouissage en fonction des systèmes de glissement activés. Toutefois, ces pentes tendent rapidement vers une asymptote commune. Le début de l'écrouissage engendre cependant des différences d'environ 20 MPa sur la contrainte dans l'axe de sollicitation après 0,9% de déformation imposée.

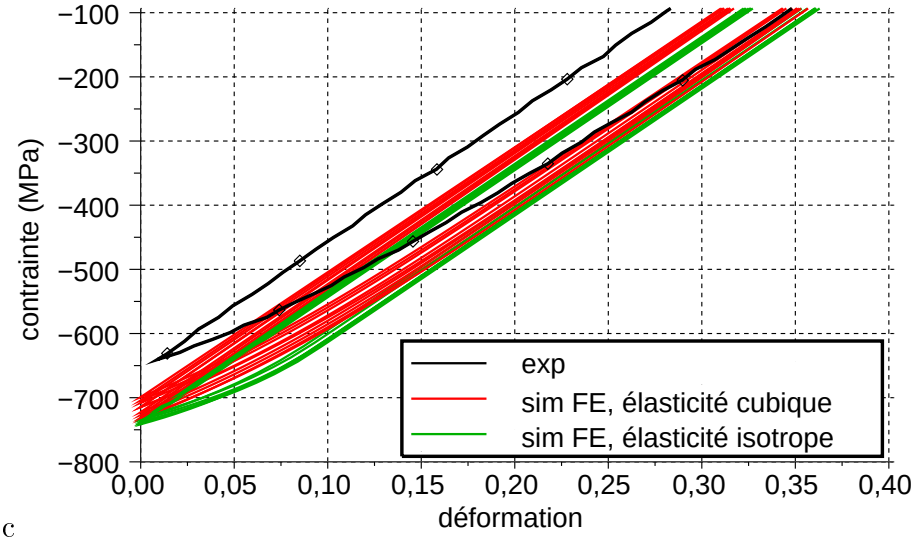
La Figure 5.9 représente la réponse obtenue expérimentalement avec la microstructure à γ'_{III} fins. On constate que, lors de la première traction, les réponses expérimentale et simulées sont proches, bien que le modèle de plasticité soit particulièrement simpliste (il correspond pratiquement au cas de la plasticité parfaite sur les systèmes de glissement octaédriques, du fait de la lenteur du durcissement induit par l'écrouissage isotrope). L'accord est un peu moins bon lors de la première décharge où le matériau se plastifie plus tôt dans l'expérience comparativement au calcul (Figure 5.9c). L'écart lors du retour à déformation nulle est de 80 MPa entre l'expérience et la simulation par éléments finis. Cet effet pourrait être corrigé au

a



b





c

FIG. 5.9. a) Premier cycle pour différentes simulations du comportement d'un polycristal à 343 grains. Le comportement du monocristal est défini par une élasticité cubique (en rouge) ou isotrope (en vert) et une plasticité cristalline parfaite sur les systèmes octaédriques. La ligne noire avec des symboles blancs représente les premiers cycles expérimentaux obtenus avec la microstructure à γ'_{III} fins. b) Zoom sur la fin de la première traction. c) Zoom sur la fin de la première décharge.

moyen de la combinaison d'un écrouissage isotrope négatif très rapide et d'un (ou plusieurs) écrouissages cinématiques, cependant cela complexifierait alors beaucoup le modèle.

Que peut-on en déduire sur la loi de comportement monocristalline du matériau ? D'une part, qu'une loi simple considérant seulement un écrouissage isotrope classique pour rendre compte du durcissement cyclique suffira pour décrire correctement la traction et très probablement les cycles stabilisés des différents essais de fatigue, puisque ceux-ci montrent très peu de plasticité cyclique. D'autre part, la relaxation de la contrainte moyenne étant faible dans l'expérience, il y a donc davantage d'écrouissage linéaire que non linéaire à considérer au niveau intergranulaire, il faut donc introduire un paramètre δ de la règle en β assez fort.

5.4.4 Comparaison éléments finis-homogénéisation avec correction en β

La Figure 5.10 montre la réponse simulée au moyen de la règle en β pour 100 grains avec une élasticité isotrope avec les paramètres C=120000 MPa, D=350, et δ=0,02 (en rouge, règle en β N°2) et C=100000 MPa, D=350, et δ=0,2 (en vert, règle en β N°1) . Les temps de calcul du premier cycle des différentes simulations sont reportés dans le Tableau 5.5. En regardant la réponse au 20e cycle on constate qu'avec la calibration de la règle en β N°2 la contrainte moyenne relaxe très rapidement jusqu'à une valeur nulle tandis qu'avec la calibration N°1, la contrainte moyenne reste élevée. La calibration N°1 est donc plus adaptée pour modéliser la contrainte moyenne au cycle stabilisé.

La courbe simulée par homogénéisation pour les deux jeux de paramètres pour le règle en β et par éléments finis avec une élasticité cubique correspondent tout à fait lors de la première traction. Cependant, la courbe simulée par homogénéisation avec le jeu N°2 se plastifie encore plus tard que la courbe simulée par éléments finis lors de la première compression. Or, cette dernière plastifiait déjà plus tard que l'expérience.

Il est donc possible de corriger l'effet de l'anisotropie élastique sur le comportement plastique du polycristal grâce à la règle en β, même en utilisant un comportement monocristallin très simple. Cela reste cependant un artifice à utiliser avec précaution. Il permet de rendre compte des effets d'interaction entre les grains même dans le cas d'une élasticité monocristalline cubique à l'aide d'un modèle d'homogénéisation basée sur une élasticité isotrope. Toutefois, le phénomène de relaxation de la contrainte moyenne n'est pas bien décrit.

La Figure 5.11 montre la réponse mécanique simulée à un premier cycle de fatigue à 0,9% de déformation maximale pour des polycristaux de 100 grains avec différentes orientations et pour un polycristal de 10 grains. Les réponses obtenues sont très proches. Le cycle stabilisé de ces polycristaux sont également très proches (écart entre les contraintes moyennes <15 MPa). Ceci montre qu'il est possible de trouver

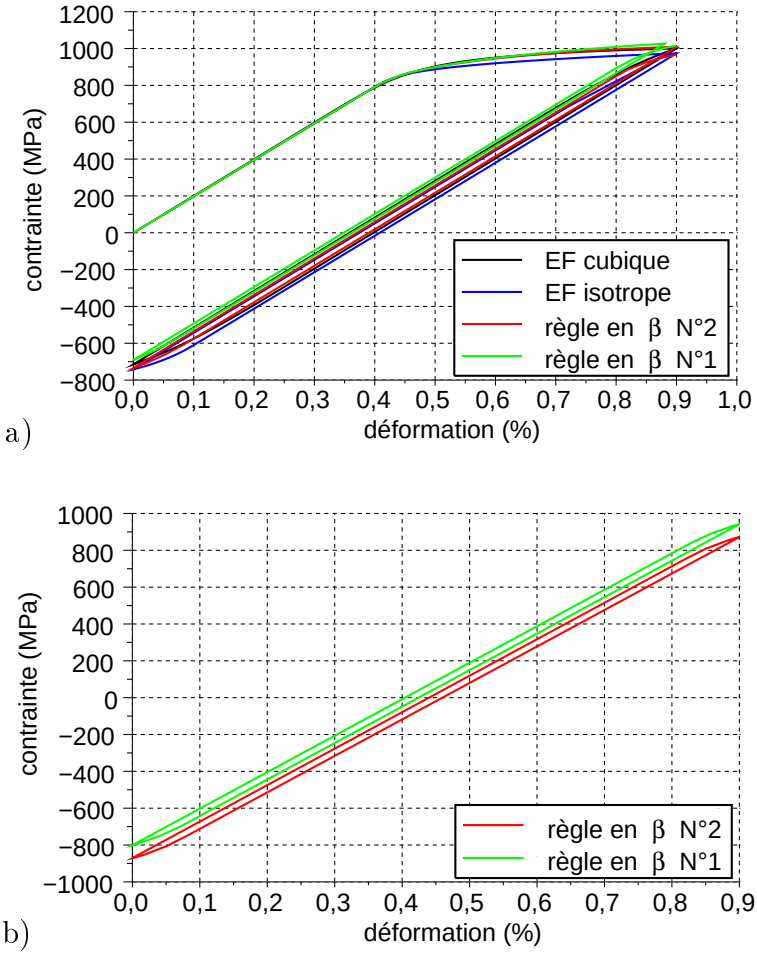
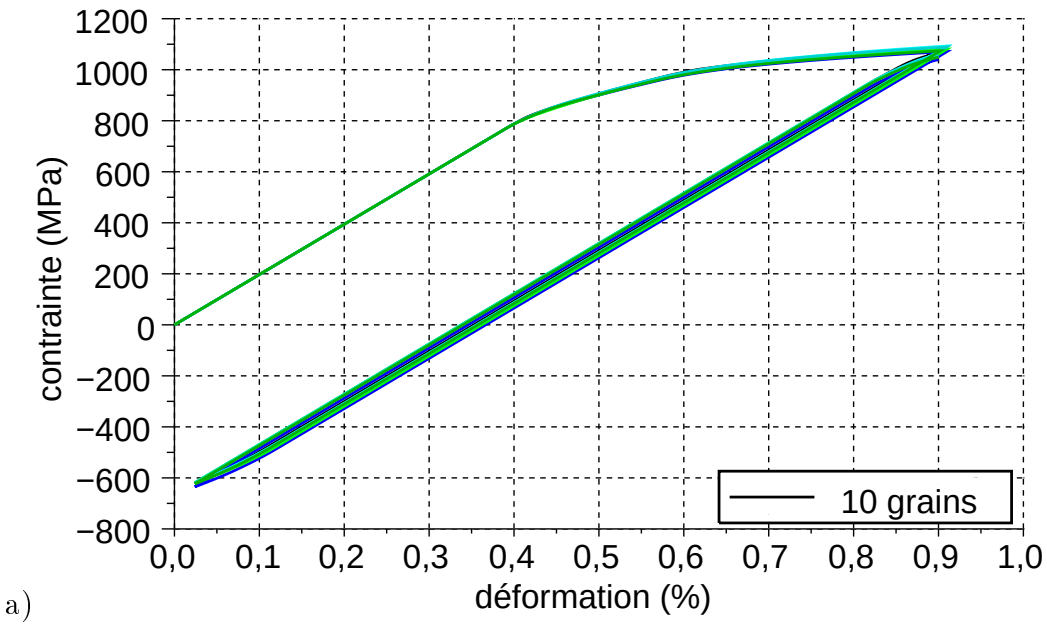


FIG. 5.10. a) Premier cycle pour différentes simulations de polycristal à 343 grains. Le comportement du monocristal est défini par une élasticité cubique (en noir) ou isotrope (en bleu) et une plasticité cristalline parfaite sur les systèmes octaédriques. La même loi de comportement est utilisée pour les simulations à l'aide de la règle en β (en rouge). b) 20e cycle avec la règle en β, la contrainte moyenne avec la règle en β N°2 est nulle, mais elle vaut 100 MPa avec la règle N°1.

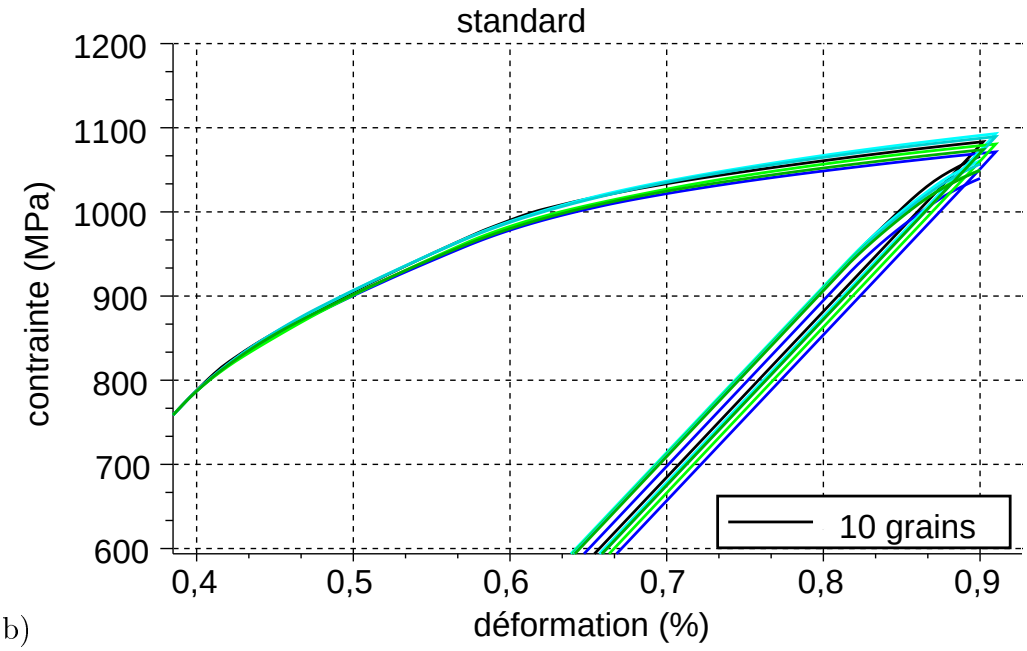
Simulation	EF 343 grains	β 343 grains	β 100 grains	β 10 grains
Temps de calcul (s)	200000	100	25	1,55

TAB. 5.5. Comparaison des temps de calcul de la réponse mécanique à un premier cycle de fatigue à 0,9% de déformation maximale pour différent types de simulations. (EF élément fini, β règle en β).

les orientations cristallines d'un polycristal de 10 grains, qui permet de modéliser à moindre coût le comportement d'un polycristal de N18 (à condition d'être dans des conditions de sollicitations uniaxiales).



a)



b)

FIG. 5.11. Comparaison entre le premier cycle de fatigue d'un polycristal de 10 grains (en noir) et de différents premiers cycles pour des polycristaux 100 grains (premier cycle pour différents polycristaux dont l'orientation des grains varie), avec le modèle à double homogénéisation. a) Cas de précipités qui se plastifient, avec la microstructure standard. b) Zoom de a).

5.4.5 Calibration de la règle en β.

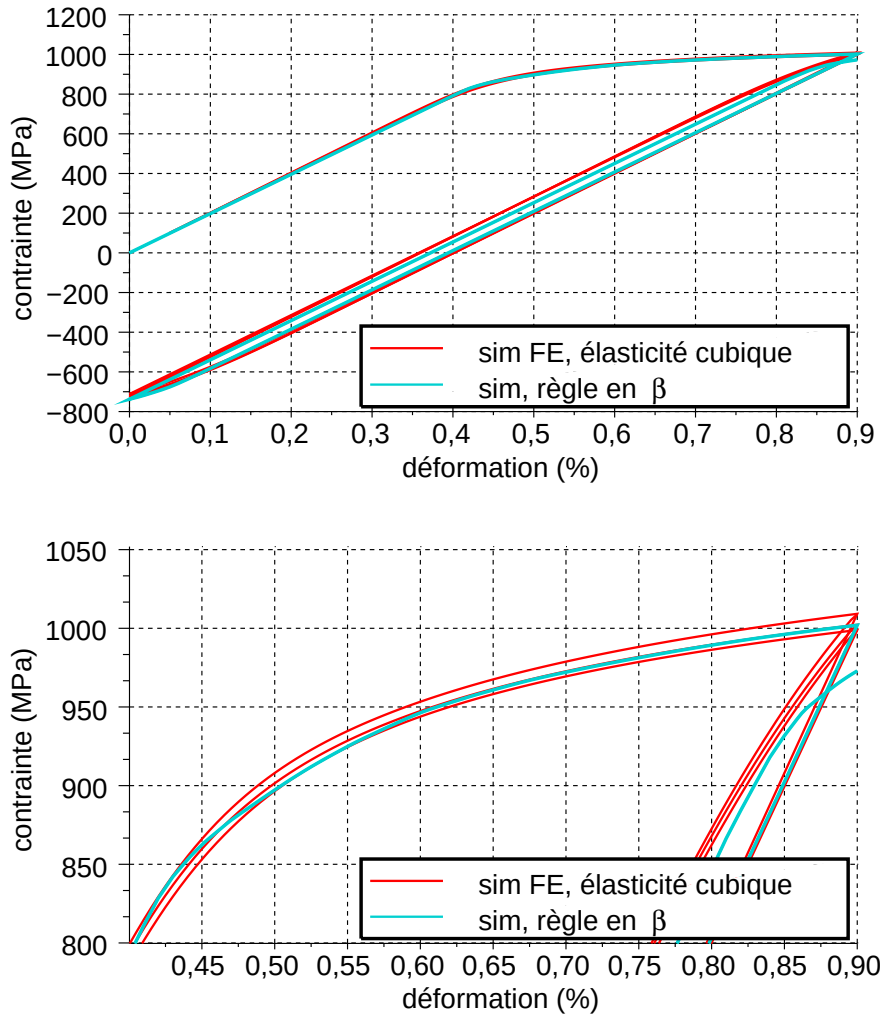


FIG. 5.12. Comparaison du premier cycle de fatigue répétée à 0,9% de déformation totale imposée issu de la simulation EF d'un polycristal de 343 grains et d'une homogénéisation avec la règle en β N°1 d'un polycristal de 100 grains. Loi de plasticité Tableau 5.6.

La calibration de la règle en β s'effectue en deux étapes. Une première étape consiste à identifier le comportement du monocristal par « méthode inverse » sur la base de simulations par éléments finis du comportement du polycristal. En exploitant les résultats de simulations de polycristaux de 343 grains, les paramètres du modèle de comportement du monograin qui permettent d'obtenir la réponse mécanique correspondant au mieux aux résultats expérimentaux sont identifiés. Une fois le comportement du monocristal déterminé, la seconde étape consiste à calibrer les paramètres de la règle en β qui permettent de retrouver par homogénéisation en champs moyens le comportement du polycristal obtenu précédemment par élément finis sans changer le comportement du monocristal identifié lors de la première étape.

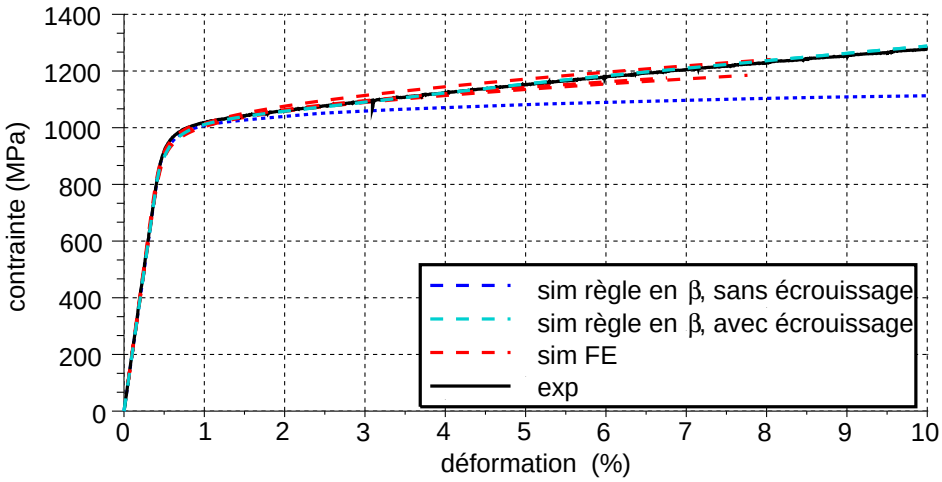


FIG. 5.13. Courbe de traction pour la microstructure sans précipités tertiaires : en noir, la courbe expérimentale, en rouge des courbes simulées pour différents calculs de polycristaux à 343 grains et en bleu deux courbes simulées à l'aide de l'homogénéisation avec la règle en β d'un polycristal de 10 grains, l'une avec un l'écrouissage isotrope identifié et l'autre avec un écrouissage isotrope nul. Loi de plasticité : cf. Tableau 5.6. Seuil de plasticité de 410 MPa.

Dans le cas présenté sur la Figure 5.12, correspondant à un premier cycle de fatigue à déformation imposée et à une loi de comportement avec un écrouissage isotrope du monocristal, les paramètres de la règle en β les plus adéquats sont C=120000, D=350 et δ=0,02 (règle en β N°2). Cette identification permet de simuler correctement la courbe de traction monotone mais donne une plasticité cyclique un peu trop faible lors des premiers cycles de la simulation d'un essai de fatigue à 0,9% de déformation maximale. De plus, la contrainte moyenne relaxe trop, ce qui complique l'identification. Trois solutions simples sont possibles pour limiter la relaxation de la contrainte moyenne. Elles consistent, soit à augmenter le paramètre δ de la règle en β, soit à accélérer le durcissement cyclique afin de limiter rapidement la plasticité, soit à augmenter le seuil de plasticité. Cependant, la première solution entraîne une augmentation du module d'écrouissage que l'on peut observer sur la courbe de traction, et la seconde et la troisième limitent encore davantage la plasticité cyclique sur les premiers cycles.

Par ailleurs, si l'on voulait reproduire au mieux la plasticité cyclique, y compris sur les premiers cycles, il conviendrait d'introduire un modèle d'écrouissage cyclique qui n'entraîne pas une relaxation totale de la contrainte moyenne, c'est-à-dire introduire un modèle d'écrouissage cinématique à seuil.

Dans le cas présenté sur la Figure 5.13, correspondant à l'essai de traction pour la microstructure sans précipités tertiaires de γ', le comportement du monocristal est décrit dans le Tableau 5.6 et les paramètres de la règle en β sont C=120000 MPa, D= 350 et δ=0,02 (règle en β N°2). Par comparaison, sur la Figure 5.14, le

même essai de traction est représenté avec des paramètres de la règle en β différents, (C=100000 MPa, D= 350 et δ=0,2, règle en β N°1). On constate que la courbe de traction simulée avec la règle en β N°1 correspond bien jusqu'à environ 1% de déformation, mais est beaucoup trop raide au-delà. Par contre, cette identification permet une meilleure modélisation de la relaxation de la contrainte moyenne. Au contraire, la règle en β N°2 permet une bonne description de la courbe de traction mais entraîne une trop forte relaxation de la contrainte moyenne.

	E (MPa)	ν	R0 (MPa)	K ($MPa.s^{1/n}$)	n	Q (MPa)	b
N°1 et 2	198000	0,3	R0	10	11	85	4

	C_β (MPa)	D_β	δ_β
N°1	100000	350	0,2
N°2	120000	350	0,02

TAB. 5.6. Coefficients de la loi de comportement du monocristal.

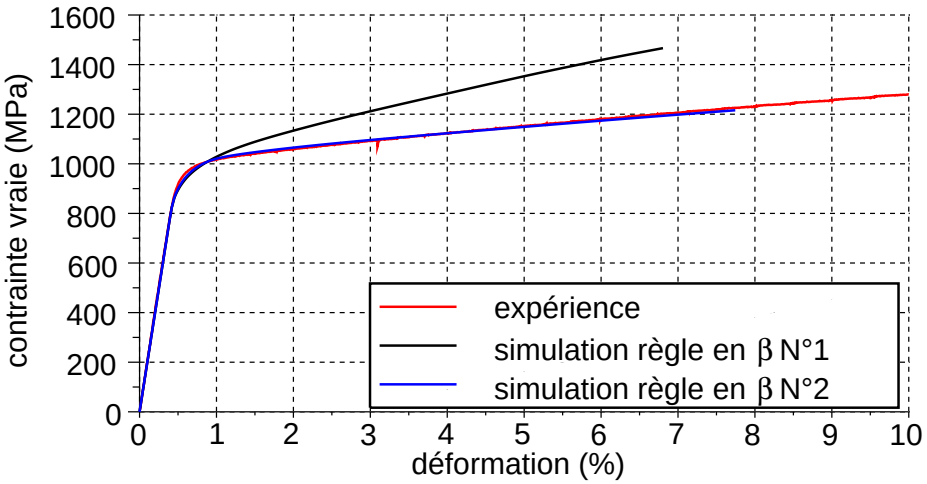


FIG. 5.14. Courbe de traction pour la microstructure sans précipités tertiaires.

5.5 Passage des phases au monograin dans le superalliage N18

Enjeu

Cette partie a pour objet de valider les conditions d'application d'une homogénéisation en champs moyens (de type Mori-Tanaka) du comportement des phases γ et γ' afin d'obtenir le comportement du monograin. Il s'agit également d'appliquer la méthode de correction proposée par Pottier afin de palier une estimation trop rigide de la réponse mécanique par homogénéisation en champs moyens dès lors que le phases ont des comportements mécaniques très différents. Or c'est le cas, si l'on choisit de considérer les précipités comme purement élastiques et la matrice comme élasto-visco-plastique. Par ailleurs, la règle d'homogénéisation de Mori-Tanaka s'appuie sur les travaux d'Eshelby et suppose une distribution isotrope des précipités. Ici, les précipités secondaires sont cuboïdaux et tous orientés dans le même sens dans un grain, la distribution de la phase précipité n'est donc pas isotrope.

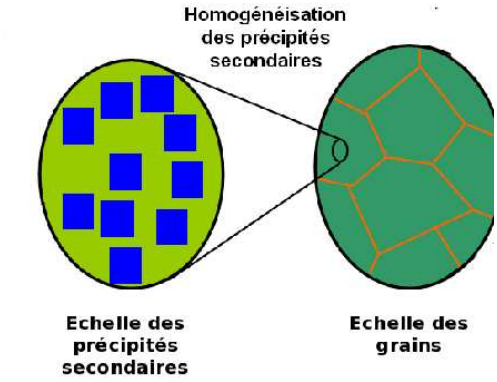


FIG. 5.15. Homogénéisation des précipités.

Un certain nombre de travaux ont été réalisés en homogénéisation avec des précipités cubiques ou cuboïdaux [118, 119, 120]. Cependant, ils concernent des précipités dans une matrice au comportement isotrope. Par ailleurs, l'utilisation de l'inclusion d'Eshelby repose sur l'hypothèse d'uniformité des champs de contrainte et de déformation dans l'inclusion. Or, dans un précipité cubique ou cuboïdal, ces champs ne sont pas uniformes [121].

Il paraît donc assez difficile de prendre en compte la forme du précipité dans le N18 via ces modèles. D'autant plus qu'aucune donnée concernant le comportement mécanique du monograin à 450°C n'est disponible. Les seules informations connues concernent le comportement macroscopique du polycristal. Il faut donc chercher à rendre compte des tendances que peut générer un changement de microstructure sans avoir trop de paramètres à identifier, puisqu'on ne dispose pas d'informations détaillées à l'échelle des phases. C'est pourquoi un modèle classique simple est choisi pour l'homogénéisation. La distribution de la phase γ' est considérée comme isotrope,

les précipités sont alors assimilés à des sphères et un modèle d'homogénéisation de Mori-Tanaka est appliqué. C'est pour la même raison que des modèles de comportement simples pour la matrice et les précipités sont également privilégiés.

5.5.1 Influence de la forme des précipités

Afin d'estimer l'erreur induite par l'approximation « les précipités sont assimilables à des sphères », des calculs par éléments finis de cellules périodiques avec différentes formes de précipités ont été réalisés. Ce type de comparaison n'est pas totalement pertinent puisque la répartition des précipités dans un grain d'alliage N18 est aléatoire et non pas périodique. Cependant, la microstructure périodique devrait donner une bonne estimation de l'influence de la forme des précipités sur le comportement du monograin, pour un coût de calcul et de mise en place moindre que celui d'une microstructure aléatoire.

Les maillages utilisés pour ces simulations sont présentés sur les Figures 5.16 à 5.18. La fraction volumique de précipité est d'environ 43% pour les trois cellules. Les conditions aux limites de la cellule sont telles qu'elles simulent un empilement périodique, identique à celui représenté sur la Figure 5.18. Les déplacements des faces latérales opposées sont identiques. Et les déplacements des faces supérieure et inférieure se correspondent : le déplacement de chacun des tiers de la face inférieure est identique à celui du tiers opposé de la face supérieure. De plus, pour simuler la traction, une déformation uniforme est imposée à tous les éléments.

Afin de simplifier les calculs et faute de données pertinentes sur le comportement des précipités de γ' dans le N18, le comportement de ces derniers est considéré comme purement élastique, en première approximation. La plasticité du matériau est donc portée uniquement par la matrice γ. De plus, nous avons vu que les dislocations aux forts niveaux de déformation étaient principalement stockées dans la matrice, même si les précipités en contiennent également. Le modèle choisi pour décrire le comportement de la matrice est un modèle de plasticité cristalline de type Méric-Cailletaud. La valeur de l'écrouissage isotrope est choisie pour correspondre au durcissement cyclique constaté sur les essais. Les interactions entre les systèmes de glissement sont décrites dans le Tableau 5.2. Aucun écrouissage cinématique n'est introduit dans le comportement de la matrice.

Pour chaque forme de précipités, la simulation d'un premier cycle de fatigue en traction répétée à 0,9% de déformation a été réalisée pour quatre orientations cristallographiques du matériau. Les réponses selon les axes [001], [111] et pour des axes quelconques sont présentées sur la Figure 5.19.

Nous pouvons noter que la forme du précipité a un effet moins fort que l'orientation cristalline. En effet, les orientations {111} et {223}, les courbes bleues et roses représentant le premier cycle de fatigue pour les deux formes de précipités sont assez proches. Une forme cuboïdale du précipité entraîne un écrouissage plus important que la forme sphérique. Cet écrouissage plus important peut engendrer

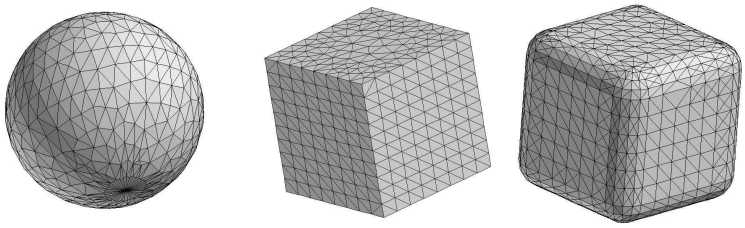


FIG. 5.16. Maillages des précipités testés en éléments finis dans une cellule hexagonale périodique.

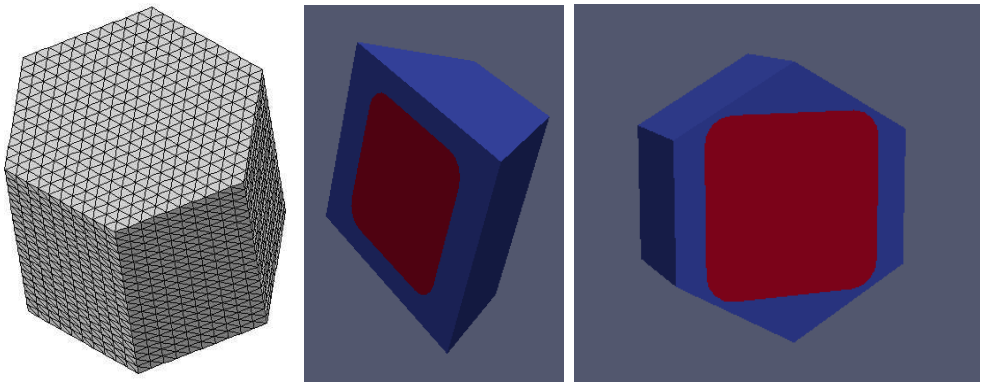


FIG. 5.17. Maillages de la cellule hexagonale périodique et coupes de cette cellule avec un précipité arrondi à l'intérieur.

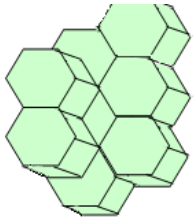


FIG. 5.18. Empilement de cellules périodiques.

Élasticité isotrope	Young (MPa)	Poisson
Matrice	185000	0,3
Précipité	210000	0,3

Plasticité cristalline	R0 (MPa)	K ($MPa.s^{1/n}$)	n	Q (MPa)	b
Matrice	315	10	11	40	4
Précipité	∞	x	x	x	x

TAB. 5.7. Coefficients de la loi de comportement des phases.

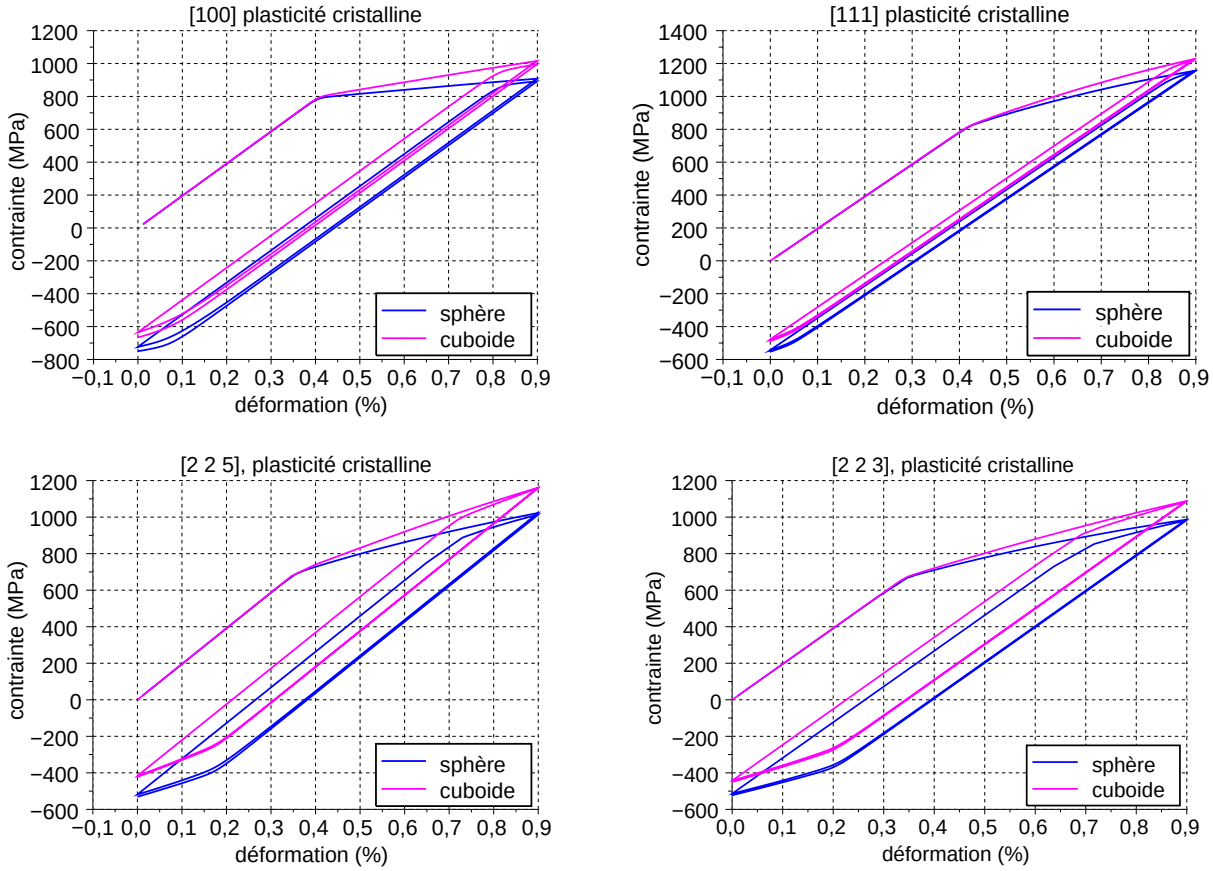


FIG. 5.19. Simulations de la réponse en fatigue (moyenne volumique) selon différentes directions cristallographiques pour une cellule élémentaire périodique contenant différentes formes de précipités, avec élasticité isotrope pour les deux phases et plasticité cristalline pour le matrice (cf. Tableau 5.7).

des différences allant jusqu'à 150 MPa en fin de première montée en charge. On peut remarquer que ce résultat est à l'inverse des résultats obtenus par dynamique des dislocations, pour lesquels le rayon de courbure très fort des précipités cuboïdaux facilite l'entrée des dislocations dans le précipité [59].

5.5.2 Application de la méthode de la correction par la tangente asymptotique

Comme mentionné précédemment, les modèles en champs moyens conduisent à une réponse trop rigide du milieu homogène équivalent lorsque les comportements de la matrice et des précipités sont très différents. La Figure 5.20 montre que, pour toutes les orientations, la courbe issue de l'homogénéisation par la méthode de Mori-Tanaka (courbe rouge) est trop rigide par rapport à la référence éléments finis (courbe noire). Une correction par la tangente asymptotique est donc nécessaire. La méthode

de correction par la tangente asymptotique est appliquée pour obtenir une réponse plus proche de l'expérience. Ici un terme correctif unique est identifié pour toutes les simulations quelle que soit l'orientation du cristal. Ce terme correctif est choisi pour que la correction soit mieux adaptée en moyenne à toutes les orientations testées, lorsque l'on compare les simulations par éléments finis sur cellule périodique avec un précipité cuboïdal à celles obtenues par homogénéisation en champs moyens. Les réponses obtenues par simulations par éléments finis sur une cellule périodique avec un précipité cuboïdal sont ici plus raides que celles avec des précipités sphériques, le module tangent asymptotique moyen est donc plus fort dans ce cas.

La correction améliore les résultats dans la quasi-totalité des orientations, à l'exception de la réponse à une sollicitation selon l'axe [111]. Cependant, des différences importantes peuvent encore être observées entre les courbes de référence et les courbes obtenues en appliquant la méthode de correction par la tangente asymptotique. En effet, la tangente asymptotique dépend de l'orientation, il n'est donc pas possible d'obtenir une correction satisfaisante pour toutes les orientations. Par contre, il est possible de choisir une correction moyenne dont les erreurs se compensent d'une orientation à l'autre. En effet, le but est ici de pouvoir obtenir le comportement homogénéisé du polycristal. Cette correction permet donc de retrouver un comportement correct pour le polycristal après une double homogénéisation, comme nous le verrons plus loin. Cependant, les contraintes et les déformations à l'échelle des phases pourraient être imprécises. Ce n'est pas gênant, étant donné que l'approximation « élasticité isotrope à l'échelle des phases » au lieu de l'élasticité cubique générait déjà d'importantes différences sur les champs de contraintes et de déformations microscopiques. Sauzay et ses collaborateurs [122] ont d'ailleurs montré que l'introduction de l'élasticité cubique n'a qu'une faible influence sur la réponse macroscopique du matériau. Par contre, elle a une influence majeure sur la cission résolue critique à l'échelle du grain.

Par contre, on peut noter que le module d'écrouissage obtenu pour le comportement du monograin homogénéisé est trop fort par rapport au comportement proche du parfaitement plastique choisi pour le monograin lors de son identification à partir des simulations de polycristaux par éléments finis. Pourtant le comportement de la matrice introduit pour l'homogénéisation des phases est presque parfaitement plastique, on ne peut donc diminuer significativement l'écrouissage. Le fait de choisir un modèle de comportement purement élastique pour les précipités entraîne donc une réponse trop rigide au niveau du monograin. Deux options s'offrent alors. Il faut soit choisir un modèle élasto-visco-plastique pour les précipités également, soit diminuer artificiellement le module tangent asymptotique pour obtenir un comportement du monograin correspondant à celui obtenu par « méthode inverse » à partir du comportement du polycristal.

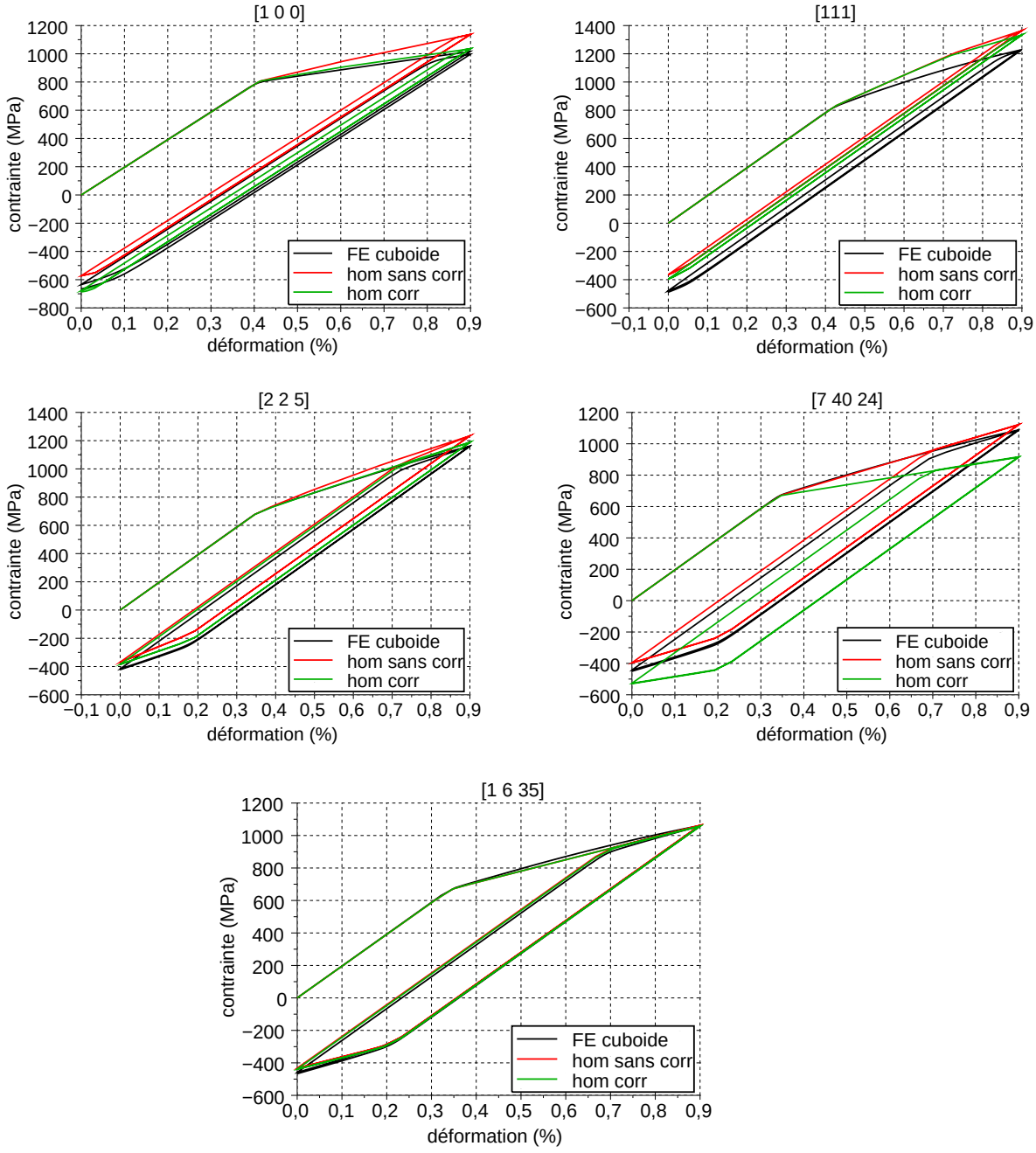


FIG. 5.20. Comparaison de simulations de premier cycle de fatigue appliqué suivant différents axes matériau. La cellule est périodique et contient des précipités cuboïdaux (en noir). Le comportement du matériau obtenu par homogénéisation de Mori-Tanaka est en vert et celui sans la correction de la tangente asymptotique est en rouge. La loi de comportement consiste en une élasticité isotrope et un écrouissage isotrope défini sur les systèmes de glissement octaédriques (cf. Tableau 5.7).

Conclusions

L'homogénéisation en champs moyens en appliquant la méthode de correction par la tangente asymptotique (correction de Pottier) permet de modérer la raideur excessive du modèle de Mori-Tanaka. Néanmoins, comme il s'agit d'une correction moyenne, identique pour toutes les orientations, elle n'est pas adaptée à chaque orientation. Elle permet certes une correction au niveau macroscopique, mais à l'échelle des phases, des différences importantes apparaissent. En fait, deux facteurs modifient fortement les contraintes et les déformations à l'échelle des phases, d'une part, l'approximation élasticité isotrope, d'autre part la correction de Pottier. Il est néanmoins possible de l'utiliser pour avoir des tendances au sujet de l'influence de la microstructure sur le comportement macroscopique.

Par ailleurs, le choix d'un comportement purement élastiques pour les précipités amène à augmenter artificiellement la correction par la tangente asymptotique, c'est-à-dire à diminuer fortement le module tangent asymptotique, pour obtenir le comportement du monocristal voulu. Mais le choix d'un comportement élasto-visco-plastique pour les précipités, pour lequel la correction ne serait pas nécessaire, pose le problème de l'identification du comportement des phases.

5.6 Synthèse du Chapitre 5

L'élasticité monocristalline du N18 est cubique, et probablement proche de celle de l'AM1. Ce type d'élasticité introduit des contraintes internes entre les phases, à l'échelle fine. Celles-ci ont été évaluées par éléments finis. L'ordre de grandeur de ces contraintes internes reste assez faible, c'est pourquoi elles seront négligées par la suite, de manière à pouvoir utiliser un modèle simple dans lequel l'élasticité est homogène (règle en β).

Généralement, dans les superalliages γ/γ', l'écart entre l'élasticité de la matrice et celle du précipité est inférieur à 10%. La matrice a ainsi un module d'élasticité légèrement inférieur à celui des précipités.

Afin de simplifier les calculs et faute de données pertinentes sur le comportement des précipités de γ' dans le N18, le comportement de ces derniers a été considéré comme purement élastique, en première approximation. La plasticité du matériau est donc portée uniquement par la matrice. Cependant, le fait d'homogénéiser la matrice avec les précipités purement élastiques conduit à un écrouissage plus fort dans le matériau homogénéisé que celui identifié pour le monograin, à moins de diminuer le module tangent asymptotique à introduire dans la méthode de correction par la tangente asymptotique. Le choix d'un comportement élasto-visco-plastiques pour les précipités pose quant à lui des problèmes d'identification.

A présent qu'ont été exposés les résultats issus des calibrations des deux changements d'échelles, ainsi que les lois de comportement des phases, le chapitre suivant

aborde la construction du modèle complet avec les deux changements d'échelle et compare les simulations aux résultats expérimentaux.

Chapitre 6

Mise en place du modèle à double homogénéisation

Enjeu

Le modèle à double homogénéisation permet de passer du comportement des phases directement au comportement macroscopique du polycristal. Ce modèle est constitué de deux homogénéisations imbriquées l'une dans l'autre. La première est une homogénéisation de Mori-Tanaka destinée à homogénéiser le comportement des précipités et de la matrice afin d'estimer le comportement du monograin, la seconde est une homogénéisation par la règle en β du comportement des grains pour en déduire celui du polycristal. La Figure 6.1 donne le schéma du modèle et la Figure 6.2 précise les variables utilisées à chaque échelle.

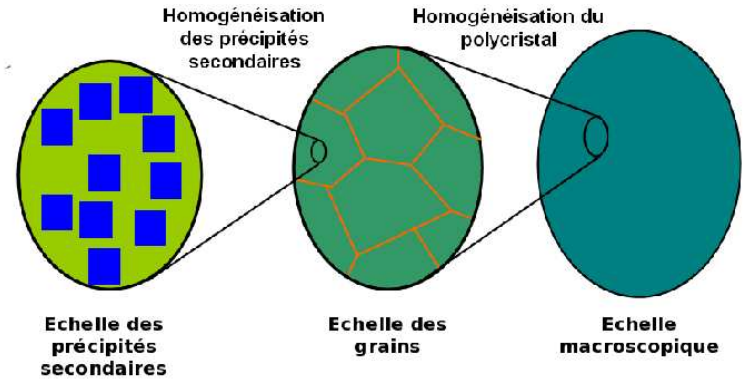


FIG. 6.1. Schéma des échelles dans le N18.

6.1 Écriture du modèle à double homogénéisation

L'étape de localisation consiste à estimer les contraintes dans chaque grain puis dans chaque phase.

Localisation des contraintes :

L'équation 6.1 définit les contraintes dans chaque grain à partir de la contrainte macroscopique $\underset{\sim}{\boldsymbol{\Sigma}}$.

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^g = \underset{\sim}{\boldsymbol{\Sigma}} + C_\beta(\underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}} - \underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}}^g) \tag{6.1}$$

Puis les équations 6.2 et 6.3 permettent de calculer les contraintes dans les précipités et la matrice de chaque grain à partir de la contrainte en chaque grain.

Localisation des contraintes à l'aide de l'écriture TFA (Transformation Field Analysis [103]) :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^g_m = \underset{\approx}{\boldsymbol{B}}_m : \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^g + \underset{\approx}{\boldsymbol{F}}_{m,m} : \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_m : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^g_{p,m} + \underset{\approx}{\boldsymbol{F}}_{m,prec} : \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_{prec} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^g_{p,prec} \tag{6.2}$$

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^g_{prec} = \underset{\approx}{\boldsymbol{B}}_{prec} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^g + \underset{\approx}{\boldsymbol{F}}_{prec,m} : \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_m : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^g_{p,m} + \underset{\approx}{\boldsymbol{F}}_{prec,prec} : \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_{prec} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^g_{p,prec} \tag{6.3}$$

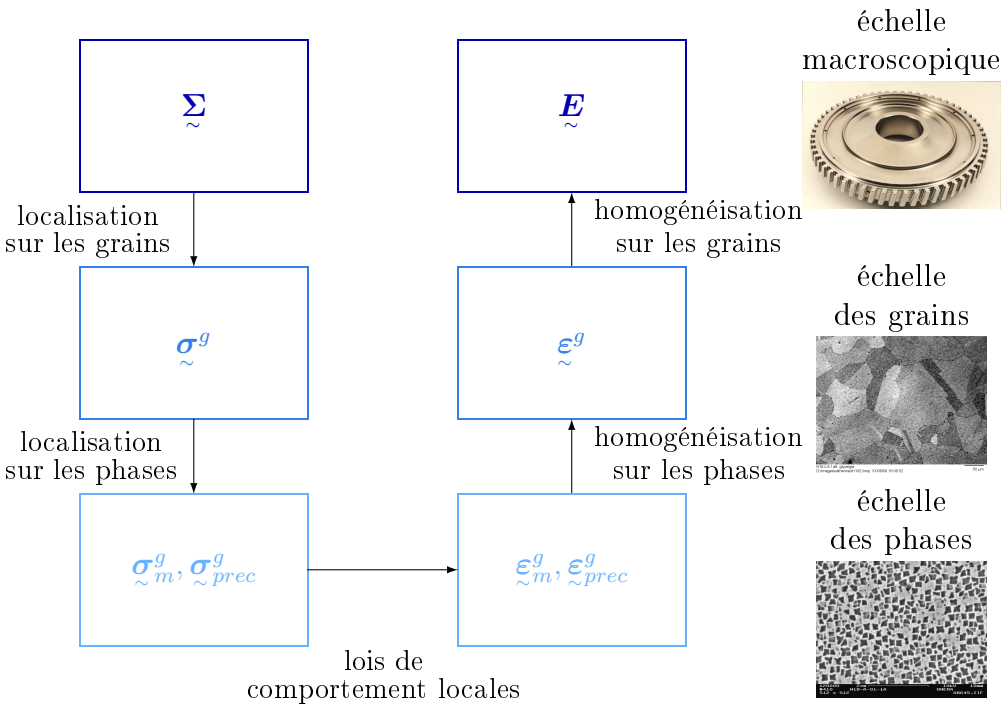


FIG. 6.2. Schéma de la double homogénéisation.

Avec la correction de Pottier qui vise à améliorer les estimations fournies par l'approche TFA (2 phases), on remplace $\underset{\approx}{\boldsymbol{F}}_{rs}$ par $\underset{\approx}{\boldsymbol{F}}^*_{rs}$, pour prendre en compte la correction par tangente asymptotique (cf. article de Chaboche *et al.* [108]) :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^g_m = \underset{\approx}{\boldsymbol{B}}_m : \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^g + \underset{\approx}{\boldsymbol{F}}^*_{m,m} : \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_m : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^g_{p,m} + \underset{\approx}{\boldsymbol{F}}^*_{m,prec} : \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_{prec} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^g_{p,prec} \tag{6.4}$$

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^g_{prec} = \underset{\approx}{\boldsymbol{B}}_{prec} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^g + \underset{\approx}{\boldsymbol{F}}^*_{prec,m} : \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_m : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^g_{p,m} + \underset{\approx}{\boldsymbol{F}}^*_{prec,prec} : \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_{prec} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^g_{p,prec} \tag{6.5}$$

Lois de comportement à l'échelle des précipités :

Les écoulements viscoplastiques sont alors obtenus par les lois de comportement des deux phases. On note respectivement les déformations locales des phases matrice et précipité de chaque grain g, $\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^g_m$ et $\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^g_{prec}$. Ici est présenté le cas général, où les comportements des deux phases sont élasto-viscoplastiques.

$$\dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}}^g_m = f(\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^g_m, var^g_{int}) \tag{6.6}$$

$$\dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}}^g_{prec} = f(\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^g_{prec}, var^g_{int}) \tag{6.7}$$

var^g_{int} désignent des variables internes de la loi de comportement.

Homogénéisation des déformations :

A partir des déformations locales, il faut maintenant calculer la déformation dans chacun des grains puis la déformation macroscopique $\underset{\sim}{\boldsymbol{E}}$:

– Déformation plastique dans chaque grain

$$\dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}_p^g = c_{prec}{}^t\underset{\approx}{\boldsymbol{B}}_{prec} : \dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}_{p,prec}^g + c_m{}^t\underset{\approx}{\boldsymbol{B}}_m : \dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}_{p,m}^g \tag{6.8}$$

– Déformation totale dans chaque grain

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^g = \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_p{}^g + \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_e{}^g = \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_p{}^g + \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}^{-1} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^g \tag{6.9}$$

Ici $\underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_g = \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}$, du fait de l'isotropie de l'élasticité.

– Déformation totale macroscopique

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{E}} = \underset{\sim}{\boldsymbol{E}}_p + \underset{\sim}{\boldsymbol{E}}_e = \sum_g f^g \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_p^g + \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}^{-1} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\Sigma}} \tag{6.10}$$

Si l'on applique la correction de la tangente asymptotique, l'équation 6.8 est modifiée en :

$$\dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}_p^g = c_{prec}{}^t\underset{\approx}{\boldsymbol{B}}_{prec} : \underset{\approx}{\boldsymbol{K}}_{prec} : \dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}_{p,prec}^g + c_m{}^t\underset{\approx}{\boldsymbol{B}}_m : \underset{\approx}{\boldsymbol{K}}_m : \dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}_{p,m}^g +$$

$$c_{prec}\underset{\approx}{\boldsymbol{L}}^{-1} : \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_{prec} : (\underset{\approx}{\boldsymbol{I}} - \underset{\approx}{\boldsymbol{K}}_{prec}) : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_{prec}^p + c_m\underset{\approx}{\boldsymbol{L}}^{-1} : \underset{\approx}{\boldsymbol{L}}_m : (\underset{\approx}{\boldsymbol{I}} - \underset{\approx}{\boldsymbol{K}}_m) : \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_m^p \tag{6.11}$$

Lors du calcul des variables internes, l'évolution de la variable $\underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}}$ est donnée par l'équation 6.12 :

$$\dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}}}^g = \dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}_p^g - (D_\beta \underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}}^g - \delta_\beta \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_p)\sqrt{\frac{2}{3}\dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}_p^g : \dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}_p^g} \tag{6.12}$$

Il est possible de définir un certain nombre de grandeurs intermédiaires, telles que la déformation et la contrainte globale dans la matrice $\underset{\sim}{\boldsymbol{E}}_m$, $\underset{\sim}{\boldsymbol{\Sigma}}_m$ ou dans le précipité $\underset{\sim}{\boldsymbol{E}}_{prec}$, $\underset{\sim}{\boldsymbol{\Sigma}}_{prec}$ par les relations suivantes :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{E}}_m = \sum_g f^g \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_m^g \tag{6.13}$$

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{E}}_{prec} = \sum_g f^g \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_{prec}^g \tag{6.14}$$

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\Sigma}}_m = \sum_g f^g \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}_m^g \tag{6.15}$$

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\Sigma}}_{prec} = \sum_g f^g \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}_{prec}^g \tag{6.16}$$

Introduction de l'effet de taille

Afin de pouvoir rendre compte des effets de la microstructure sur le comportement en fatigue, il est nécessaire de retrouver les différences de limites d'élasticité observées dans la seconde partie de ce mémoire (chapitre 4). Or, pour ces alliages, la limite d'élasticité dépend fortement de la taille des différentes populations de précipités. L'effet de la taille des précipités n'est pas prise en compte par les modèles en champs moyens. Il est donc nécessaire d'introduire l'effet de la taille des précipités directement dans le comportement monocristallin des différentes phases. En pratique, si l'on choisit de conserver un comportement des précipités purement élastique, seul le comportement de la matrice dépend de la taille des précipités.

Pour modifier la limite d'élasticité à 0,2% de déformation plastique, le plus simple est de modifier le seuil de plasticité. On pourrait envisager d'introduire un écrouissage cinématique classique rapide, mais celui-ci induirait une relaxation significative de la contrainte moyenne. Or, les résultats expérimentaux ont montré que la relaxation de la contrainte moyenne est très faible. Il faudrait donc utiliser un écrouissage multicinématique à seuil qui rendrait le modèle à l'échelle des phases trop complexe. L'effet de taille est donc introduit dans le seuil de plasticité du modèle de comportement des phases.

Afin d'introduire cet effet de taille, la fonction exposée dans la seconde partie au chapitre 4 paragraphe 4.2.1 est utilisée. Pour rappel, le seuil de plasticité, τ_0, est défini par l' équation 4.2 : $\tau_0 = \tau_{0,phase-seule} + \Delta\tau_{g'_{II}} + \Delta\tau_{g'_{III}}$

Pour les dislocations fortement couplées, l'équation 3.8 est utilisée :

$$\Delta\tau = 0,415\frac{3,34T\sqrt{f}}{bR}\left(2,56\frac{R\Gamma_{APB}}{wT_l} - 1\right)^{1/2}(0,94(1+f^{1/2}/2))[56]$$

Pour les dislocations faiblement couplées, l'équation 3.9 est utilisée :

$$\Delta\tau = 2,5\frac{\Gamma_{APB}}{2b}\left(0,35\left(\frac{\Gamma_{APB}Rf}{T_l}\right)^{1/2} + 0,35f\right)$$

avec Γ_{APB}=0,24 J/m^2, w=3,34, b=0,25 nm, $T_l = \frac{Gb^2}{2}$=2,5e-9N.

Pour chaque population de précipités, l'incrément de cission résolue critique qu'engendre cette population est déterminé en choisissant le mécanisme qui donne l'incrément minimal. Les différents incréments sont ensuite additionnés.

Entrées et sorties du modèle

Ce modèle à double homogénéisation nécessite un certain nombre de paramètres matériau. Ces paramètres ainsi que les variables internes qu'ils contrôlent sont rappelés dans le Tableau 6.1. Il faut deux paramètres, le module d'Young ($Young$) et le coefficient de Poisson (ν), pour définir le tenseur d'élasticité du précipité, de même

il en faut deux autres pour définir le tenseur d'élasticité de la matrice. Comme la matrice se plastifie, il faut également un seuil de plasticité. La loi de comportement choisie pour la matrice peut être plus ou moins complexe et compter des écrouissages isotropes et cinématiques. *A minima*, un écrouissage isotrope est nécessaire pour rendre compte du durcissement cyclique. Un écrouissage cinématique intergranulaire est introduit via la règle en β, qui nécessite trois paramètres (C_β,D_β et δ_β). Le dernier paramètre du modèle correspond à la correction de Pottier. Il ne faut donc pas moins de onze paramètres pour calibrer le modèle. Le modèle comprend *a minima*, deux variables internes macroscopiques ($\underset{\sim}{\boldsymbol{E}}_e$ et $\underset{\sim}{\boldsymbol{E}}_p$), deux variables internes par grain ($\boldsymbol{\beta}^g$ et $\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_e^g$), deux variables internes pour chaque système, soit vingt-quatre variables au total par grain (γ_s^g et r_s^g), car il y a douze systèmes de glissement octaédrique dans la maille cubique à face centrée. Ce nombre de variables internes est certes important, mais reste néanmoins comparable à celui d'un modèle d'homogénéisation à l'aide de la règle en β à un seul niveau.

De plus, le modèle intègre une estimation du seuil de plasticité à partir de la microstructure, qui nécessite également des paramètres matériau.

Concernant les sorties du modèle (présentées dans le Tableau 6.2), plusieurs options sont envisageables : soit seul le résultat de l'homogénéisation est important et l'on peut se contenter de sorties à l'échelle macroscopique, soit on souhaite obtenir aussi la répartition de la déformation au sein des grains selon leur orientation, voire même la cission résolue critique et la déformation pour chaque système de glissement et il est alors nécessaire de sauvegarder les valeurs de toutes les variables internes des échelles inférieures.

	paramètre	variables internes
Précipités	$Young, \nu$	$\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_e$ (1)
Matrice	$Young, \nu$	$\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_e$ (1)
	$R_0 = f(f_i, t_i)$	γ_p ($N_{systemes}$ x N_{grains})
	Q, b	v_s ($N_{systemes}$ x N_{grains})
	C_i, D_i	$\alpha_(s,i)$ ($N_{systemes}$ x N_{grains} x N_i)
règle en β	$C_\beta, D_\beta, \delta_\beta$	$\underset{\sim}{\boldsymbol{\beta}}^g$ (N_{grains})
Pottier	L_p	

TAB. 6.1. Paramètres matériau et variables internes du modèle. Cas de précipités purement élastiques.

échelle	sorties
échelle macroscopique	$\underset{\sim}{\boldsymbol{E}}_e$ (1) $\underset{\sim}{\boldsymbol{E}}_p$ (1) $\underset{\sim}{\boldsymbol{E}} = \underset{\sim}{\boldsymbol{E}}_e + \underset{\sim}{\boldsymbol{E}}_p$ (1)
échelle des grains	$\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^g_e$ (N_{grains}) $\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^g_p$ (N_{grains}) $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^g$ (N_{grains})
échelle des phases	$\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^g_{e,matrice}$ (N_{grains}) $\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^g_{e,precipite}$ (N_{grains}) $\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^g_{p,matrice}$ (N_{grains}) $\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^g_{p,precipite}$ (N_{grains}) $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^g_{matrice}$ (N_{grains}) $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}^g_{precipite}$ (N_{grains}) $\gamma^g_{s,matrice}$ ($N_{systemes}$ x N_{grains}) $\gamma^g_{s,precipite}$ ($N_{systemes}$ x N_{grains}) $\tau^g_{s,matrice}$ ($N_{systemes}$ x N_{grains}) $\tau^g_{s,precipite}$ ($N_{systemes}$ x N_{grains})

TAB. 6.2. Sorties du modèle.

6.2 Application du modèle à double homogénéisation à la simulation des essais sur N18 à gros grains

6.2.1 Lois de comportement des phases

D'après les résultats de l'identification du comportement du monograin au paragraphe 5.4, aucun écrouissage cinématique intragranulaire n'est nécessaire et le durcissement cyclique peut-être modélisé par un écrouissage isotrope sur les systèmes de glissement selon une loi de type Méric-Cailletaud avec pour paramètres Q=85 MPa et b=4 (cf. Tableau 5.6). Les microstructures réalisées expérimentalement au cours de ce travail comportent toutes une fraction volumique de précipités d'environ 50%. Le même écrouissage isotrope est introduit dans le modèle de comportement de la matrice. Les comportements considérés sont reportés dans les Tableaux 6.3 et 6.4. Deux approches ont été envisagées. Dans la première, les précipités sont considérés comme purement élastiques, ce qui permet de limiter le nombre de paramètres à identifier. Dans la seconde, la matrice et le précipité sont susceptibles de se plastifier. Cependant l'identification du comportement plastique de chaque phase est difficile, car aucune donnée ne permet d'attribuer les effets observés à une phase plutôt qu'à une autre. Un jeu de paramètres est néanmoins proposé dans le Tableau 6.4. Les avantages de la seconde approche sont qu'elle est un peu plus physique puisque les dislocations traversent effectivement les précipités, qu'elle ne nécessite pas d'utiliser la correction par la tangente asymptotique et surtout qu'elle permet de voir des

effets d'interaction entre les deux comportements plastiques des deux phases.

phase	E (MPa)	ν	R0 (MPa)	K ($MPa.s^{1/n}$)	n	Q (MPa)	b
matrice γ	185000	0,3	f(microstucture)	10	11	85	4
précipité γ'	210000	0,3	∞	x	x	x	x

TAB. 6.3. Coefficients de la loi de comportement de la matrice et des précipités lorsque le comportement de ceux-ci est purement élastiques.

phase	E (MPa)	ν	R0 (MPa)	K ($MPa.s^{1/n}$)	n	Q (MPa)	b
matrice γ	185000	0,3	f(microstucture)	10	11	80	4
précipité γ'	210000	0,3	f(microstucture)	10	11	120	6

TAB. 6.4. Coefficients de la loi de comportement de la matrice et des précipités dans le cas où les précipités se plastifient.

règle en β	$C_\beta(MPa)$	D_β	δ_β
règle 1	100000	350	0,2
règle 2	120000	350	0,002

TAB. 6.5. Coefficients de la règle en β.

Lors du calibrage de la règle en β défini au chapitre précédent, on avait pu remarquer qu'avec la règle identifiée (règle N°2 du Tableau 6.5) la relaxation de la contrainte moyenne était trop forte dès le premier cycle. Il est possible de limiter cette relaxation de la contrainte moyenne en augmentant le paramètre δ_β de la règle en β. Cependant cette modification entraîne aussi une augmentation de l'écrouissage cinématique linéaire et modifie fortement la courbe de traction. On peut donc choisir soit d'homogénéiser avec la règle N°2, et avoir une trop grande relaxation de la contrainte moyenne, soit d'homogénéiser avec la règle N°1 et avoir un écrouissage trop raide sur la courbe de traction. Étant donné que l'allure de la courbe de traction au-delà de 1% de déformation est hors du domaine d'application visé, c'est la règle N°1 qui est appliquée.

Pour les lois des phases identifiées pour la règle en β N°1, le seuil de plasticité est donné par :

$$R_{0,matrice} = R_{0,matrice-seule} + \Delta\tau = 50 + \Delta\tau(t_{\gamma'_{II}}, t_{\gamma'_{III}}, f_{\gamma'_{II}}, f_{\gamma'_{III}}) \quad (6.17)$$

$$R_{0,prec} = R_{0,precipites-seuls} + \Delta\tau = 175 + \Delta\tau(t_{\gamma'_{II}}, t_{\gamma'_{III}}, f_{\gamma'_{II}}, f_{\gamma'_{III}}) \quad (6.18)$$

où $\Delta\tau$ est la fonction définie au paragraphe 6.1.

Les seuils de plasticité des phases isolées n'étant pas connus, un choix arbitraire a été fait. Il considère assez logiquement que les précipités se plastifient plus tard que la matrice. En effet, les dislocations se déplacent dans la matrice et sont bloquées et/ou ralenties par les précipités.

6.2.2 Comparaison modèle/expérience

La comparaison des résultats du modèle dans lequel on considère que les précipités ont un comportement purement élastique avec les résultats expérimentaux montre que cette hypothèse n'est pas pertinente. Même en attribuant un comportement pratiquement parfaitement plastique à la matrice, le comportement homogénéisé au moyen du calcul par éléments finis de la cellule périodique est trop rigide par rapport à l'expérience. Il convient donc d'appliquer un module tangent asymptotique dans la méthode de correction par la tangent asymptotique plus faible que celui qui correspondrait à la correction de l'excès de rigidité dû au modèle d'homogénéisation, afin de corriger également l'excès de rigidité dû au choix d'un modèle de comportement purement élastique pour les précipités. De plus, la correction appliquée ici est indépendante de l'orientation de chaque grain, et ne permet donc pas de récupérer la réponse de chaque phase.

Il semble, de plus, logique de donner un comportement plastique aux précipités, étant donné que, tout comme la matrice, ils sont traversés par des dislocations et peuvent même - dans le cas de la microstructure à gros précipités - contenir des paires de dislocations vis. Toutefois, l'identification des comportements des phases lorsque la matrice et les précipités ont un comportement élasto-plastique est très difficile car un grand nombre de paramètres matériau est alors à identifier. Elle est d'autant plus difficile que seules des données macroscopiques sont disponibles. Par ailleurs, il est probable que des lois de type plasticité cristalline ne soient pas les plus adaptées pour décrire la plasticité à l'échelle des phases. Il faudrait sans doute utiliser des lois utilisant les densités de dislocations et leurs interactions. Néanmoins, un assez bon accord entre expériences et simulations est obtenu avec la calibration de la règle en β N°2 (définie dans le Tableau 6.5) et les lois de comportement définies dans le Tableau 6.4). La Figure 6.3 illustre ce fait pour les essais de fatigue à 0,9% de déformation maximale, et la Figure 6.4 pour les essais de fatigue alternée à deux niveaux de déformation imposée.

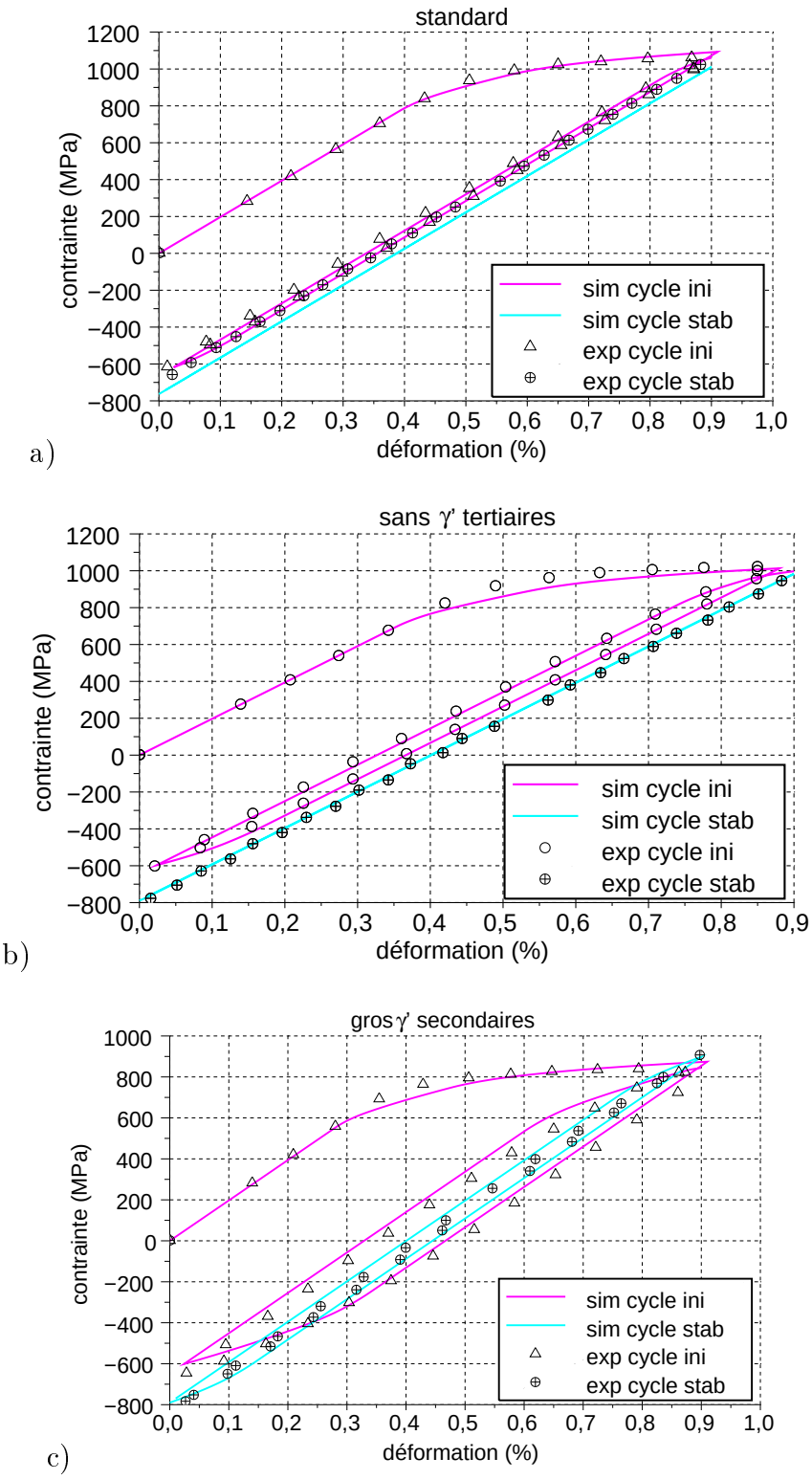


FIG. 6.3. Comparaison entre l'expérience et la simulation sur le premier cycle et le cycle stabilisé d'un essai de fatigue répétée à 0,9% de déformation maximale. La simulation est calculée à l'aide d'un modèle à double homogénéisation d'un polycristal de 10 grains ayant des précipités qui se plastifient. a) microstructure standard, b) microstructure sans γ'_{III} c) microstructure à gros γ'_{II}.

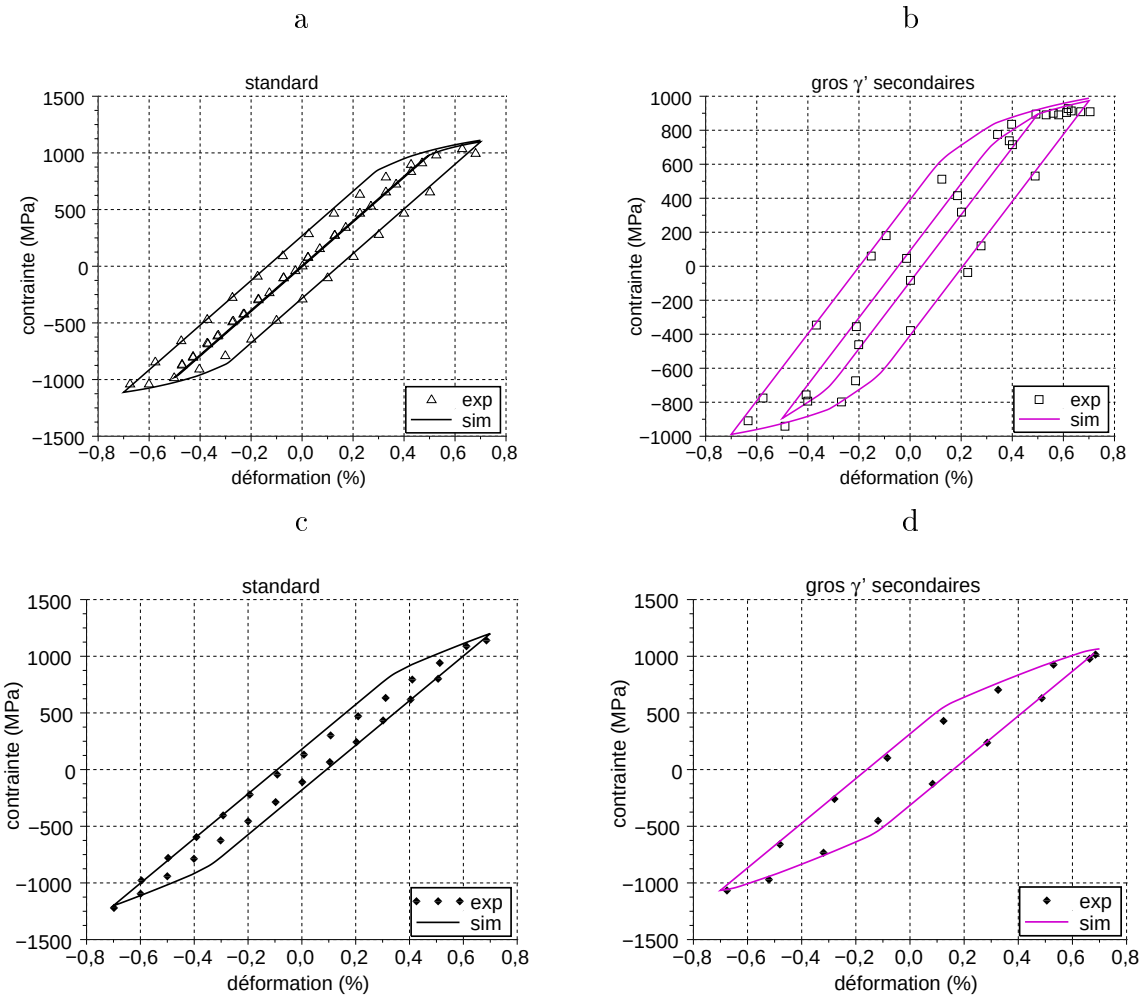


FIG. 6.4. Comparaison entre l'expérience et la simulation sur le premier cycle à $\Delta\varepsilon = 1,4\%$ et le cycle stabilisé d'un essai de fatigue alternée en déformation imposée avec 300 cycles à $\Delta\varepsilon = 1\%$ puis 300 cycles à $\Delta\varepsilon = 1,4\%$. La simulation est calculée à l'aide d'un modèle à double homogénéisation sur un polycristal de 10 grains ayant des précipités qui se plastifient. a) microstructure standard changement de niveau de déformation, b) microstructure à gros γ'_{II} changement de niveau de déformation c) microstructure standard cycle stabilisé $\Delta\varepsilon = 1,4\%$, d) microstructure à gros γ'_{II} cycle stabilisé $\Delta\varepsilon = 1,4\%$.

6.3 Discussion autour du modèle à double homogénéisation

6.3.1 Contraintes et déformations aux différentes échelles

Cette section a pour but d'analyser comment contraintes et déformations sont réparties lorsqu'un changement d'échelle est réalisé.

Les Figures 6.5 et 6.6 présentent les simulations de la réponse mécanique macroscopique de la microstructure à gros précipités secondaires ainsi que la « réponse polycristalline » des phases à un premier cycle de fatigue, respectivement dans les cas où les précipités sont purement élastiques et élasto-plastiques. La « réponse polycristalline » de la phase r est définie par $\Sigma_r = f(E_r)$. Les équations de E_r et Σ_r étant les équations 6.14, 6.15, 6.16 et 6.16. On constate que l'homogénéisation au niveau des phases a introduit un écrouissage cinématique linéaire. Par ailleurs, comme attendu dans le cas des précipités purement élastiques, ceux-ci se déforment peu tandis que la matrice élasto-plastique se déforme beaucoup. Alors que le précipité est déformé d'à peine 0,42% la matrice est déformée de plus de 1,4% soit plus de trois fois plus. Les contraintes dans les phases présentent des écarts beaucoup plus faibles. Tandis qu'au niveau macroscopique en fin de première charge, la contrainte est de 866 MPa, elle est de 840 MPa dans la matrice et de 891 MPa dans la phase précipité.

Dans le cas où les précipités sont élasto-plastiques, les deux phases jouent un rôle dans l'homogénéisation. On note cependant que leurs comportements sont assez semblables, mis à part une différence de 125 MPa sur la limite d'élasticité. L'identification du comportement des phases est difficile dans ce cas, car un grand nombre de paramètres matériau sont à identifier et l'on dispose d'assez peu d'informations permettant d'attribuer les effets macroscopiques observés à telle ou telle phase.

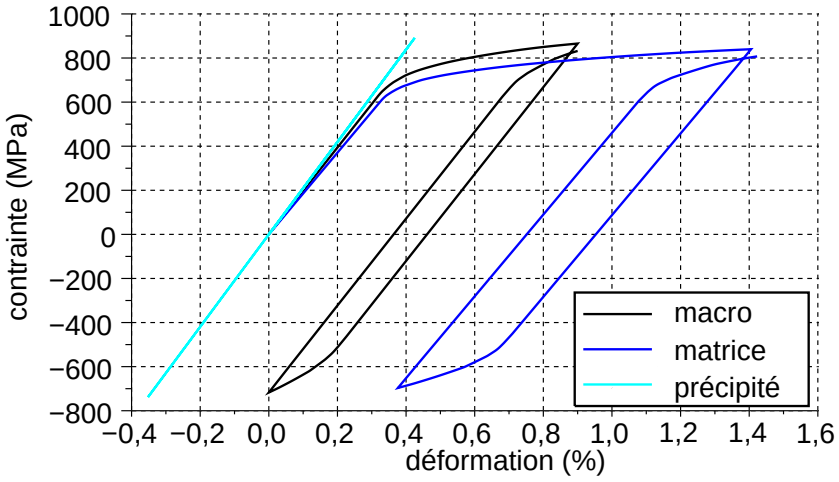


FIG. 6.5. Effet de l'homogénéisation des précipités avec la matrice pour la microstructure à gros précipités secondaires. Les courbes représentent le comportement polycristallin de chaque phase introduite dans le modèle à double homogénéisation ainsi que le comportement homogénéisé. Cas des précipités purement élastiques.

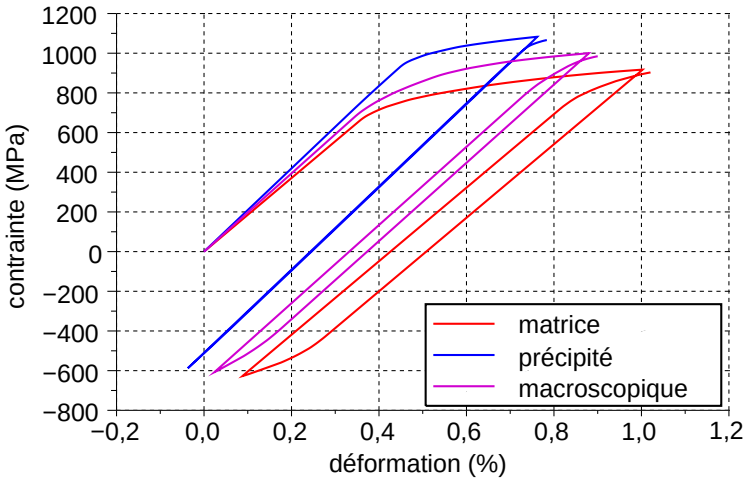


FIG. 6.6. Effet de l'homogénéisation des précipités avec la matrice pour la microstructure sans γ'_{III}. Les courbes représentent le comportement polycristallin de chaque phase introduite dans le modèle à double homogénéisation ainsi que le comportement homogénéisé. Cas des précipités élasto-plastiques.

6.3.2 Comparaison de l'influence de chaque paramètre sur la limite d'élasticité

Les Figures 6.7 à 6.11 montrent l'influence de la valeur des différents paramètres. Le paramètre du modèle qui a le plus d'influence est clairement le recalage du seuil de plasticité de la matrice (Figure 6.7). Plaçons-nous maintenant artificiellement dans le cas où le seuil de plasticité de la matrice est fixé à 315 MPa et celui de précipité à 430 MPa et faisons varier la fraction volumique de précipités dans l'étape d'homogénéisation. La Figure 6.8 montre cet effet de fraction volumique sur un premier cycle de fatigue à 0,9% de déformation pour des matériaux ayant un seuil de plasticité de la matrice fixée à 315 MPa. Une variation de 1% à 50% de la fraction volumique de précipités entraîne 130 MPa (soit environ 15 %) d'augmentation de la contrainte en fin de première montée en charge. C'est peu comparé aux presque 680 MPa qui proviennent de l'augmentation du seuil de plasticité généré par la microstructure. Ici, on compare la réponse mécanique de la matrice à celle de la microstructure sans précipités tertiaires, qui possède un seuil de plasticité médian. L'augmentation serait encore plus marquée pour la microstructure standard ou à précipités secondaires fins. En fait, la présence de précipités modifie la capacité de la matrice à se plastifier, on doit donc utiliser un comportement des phases qui dépend déjà de l'état de précipitation. De plus, dans le sens de sollicitation, la matrice qui se déforme facilement, prise entre deux précipités qui se déforment peu, est sollicité dans les trois dimensions, même si la sollicitation macroscopique est unidimensionnel. Cet effet induit également une augmentation de la contrainte à appliquer pour déformer le matériau qui n'est pas prise en compte par le modèle en champ moyen. Ici, ces effets sont traduits par une modification du seuil de plasticité des phases.

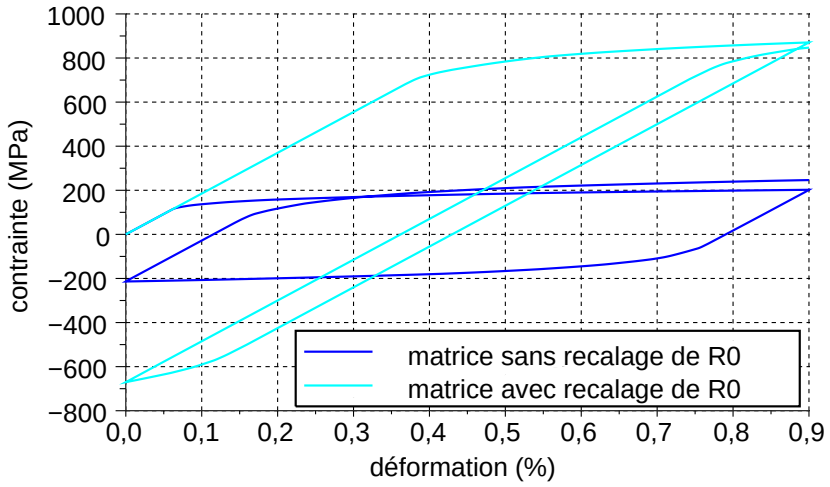


FIG. 6.7. Effet recalage du seuil de plasticité, sur le comportement de la matrice à l'aide du calcul de la cission résolue critique.

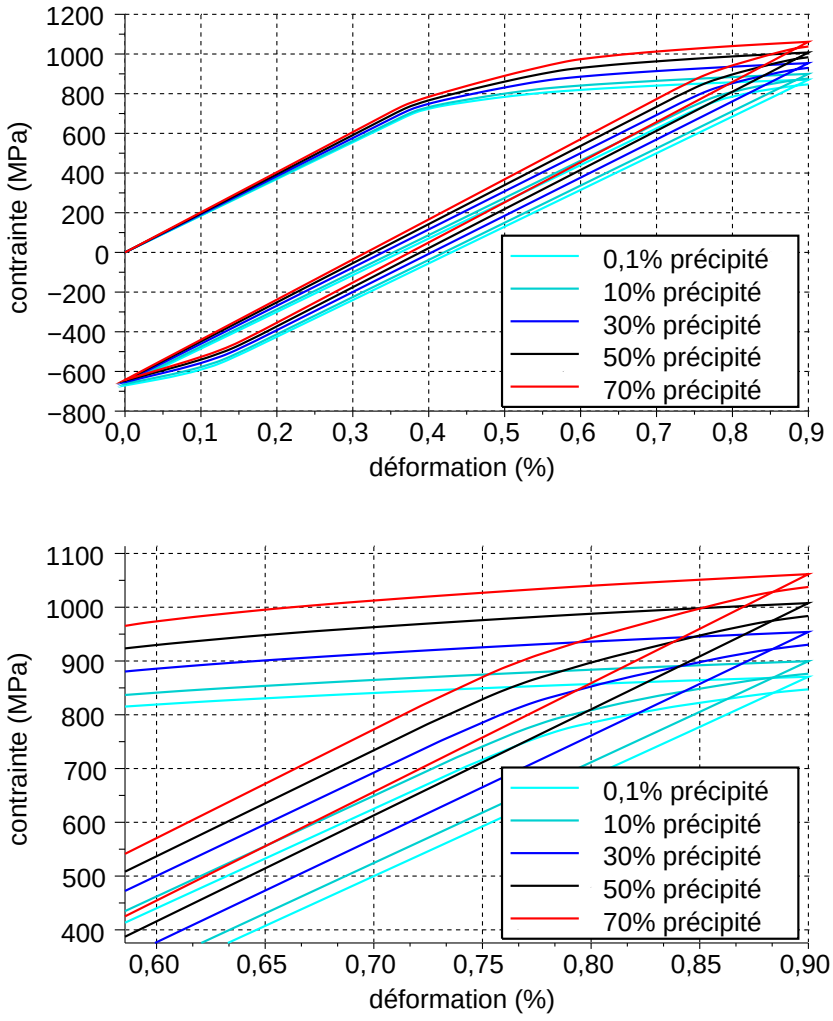


FIG. 6.8. Effet de la fraction volumique des précipités, indépendamment de la cission résolue critique de la matrice. Pour toutes les courbes la cission résolue critique de la matrice vaut 315 MPa et celle des précipités 430 MPa. Les différences sont liées à l'effet de la fraction volumique sur le comportement homogène équivalent obtenu par le modèle à double homogénéisation.

Le choix de la matrice d'interaction semble avoir également une influence assez faible lorsque l'on ne regarde que le premier cycle comme le montre la Figure 6.9.

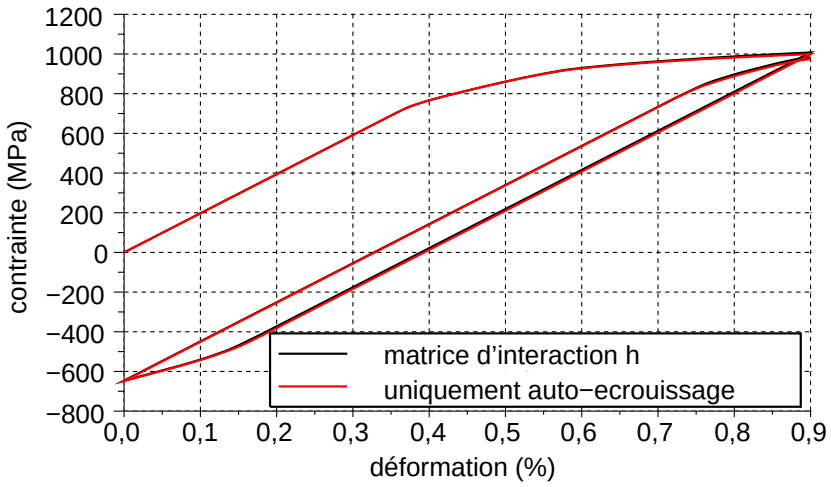


FIG. 6.9. Effet de la matrice d'interaction entre les systèmes de glissement. Dans le cas de la courbe noire, la matrice d'interaction h désigne la matrice d'interaction du Tableau 5.2. Pour le cas de l'auto-écrouissage, la matrice d'interaction est la matrice identité.

La Figure 6.10 montre l'effet de la règle en β sur le premier cycle de fatigue d'un essai à 0,9% de déformation maximale. Elle ajoute un écrouissage cinématique non linéaire qui rend compte des interactions entre les différents grains. En fin de première montée en charge l'influence de cette correction représente environ 150 MPa en choisissant le jeu de paramètre N°2 pour la règle en β.

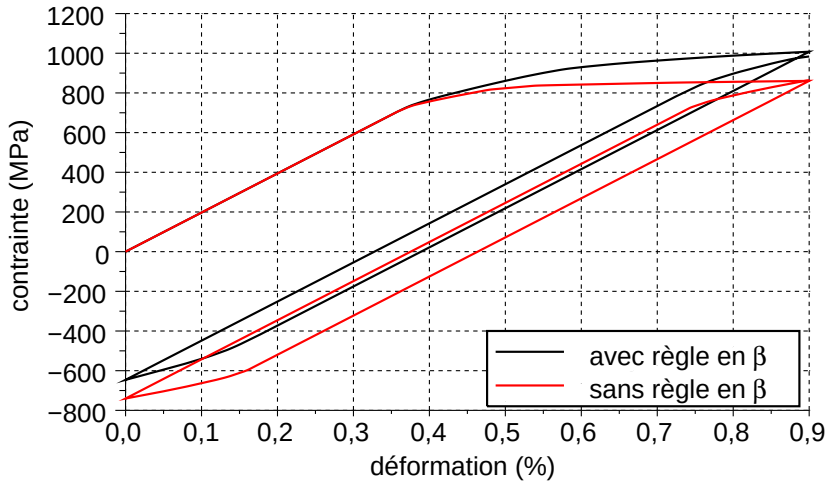


FIG. 6.10. Effet de la règle en β sur le premier cycle de fatigue.

La Figure 6.11 montre l'effet de chaque correction sur le premier cycle de fatigue d'un essai à 0,9% de déformation maximale dans le cas de précipités purement

élastiques. L'influence de chacune sur la réponse à un cycle de fatigue est assez claire : la correction en β ajoute un écrouissage cinématique non linéaire qui rend compte des interactions entre les différents grains, et la méthode de correction par la tangente asymptotique diminue fortement l'écrouissage cinématique linéaire induit par l'homogénéisation de Mori-Tanaka. Leur contribution est importante ; en fin de première montée en charge, elles représentent chacune une correction d'environ 150 MPa.

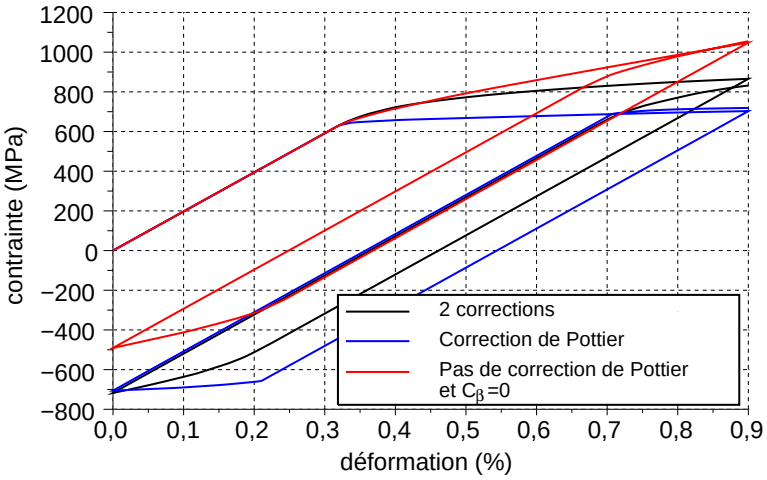


FIG. 6.11. Effet des corrections sur le premier cycle de fatigue dans le cas des précipités purement élastiques.

6.3.3 Temps de calcul

Les temps de calcul avec le modèle à double homogénéisation sont assez longs. Le Tableau 6.6 présente les temps de calcul d'un premier cycle de fatigue à 0,9% de déformation pour différentes lois de comportement. Le calcul de la réponse mécanique à l'aide de la loi cristalline avec homogénéisation en β est six fois plus rapide que le calcul avec le modèle à double homogénéisation pour un polycristal de 10 grains et 20 fois plus rapide pour un polycristal de 343 grains. Cependant, ce calcul reste 100 fois plus rapide que le calcul du polycristal par éléments finis où chaque grain est maillé.

Modèle utilisé	temps de calcul (s)
Polycristal à double homogénéisation (10 grains)	335
1 homogénéisation : plasticité cristalline grain homogène (10 grains)	57
Polycristal EF 343 grains, Elasticité isotrope	174706
Polycristal EF 343 grains, Elasticité cubique	224845
Polycristal double homogénéisation 343 grains	2315
Polycristal homogénéisation règle en β 343 grains	103

TAB. 6.6. Temps de calcul pour un premier cycle de fatigue à 0,9% de déformation.

Synthèse de la Partie III

Un modèle à double homogénéisation a été défini pour prendre en compte l'influence de la microstructure intragranulaire sur le comportement macroscopique. Il permet de calculer le comportement macroscopique du polycristal de N18 à partir des comportements cristallins des phases γ et γ'. Toutefois si le modèle donne des résultats acceptables au niveau macroscopique, pour qu'il soit réellement utilisable, il faudrait connaître de façon plus précise le comportement du monocristal et surtout celui de chacune des phases, afin de pouvoir donner un comportement élasto-plastique justifié à la fois aux précipités et à la matrice. Dans le cadre de ce travail, la quantité de données faible sur le comportement des phases a conduit à choisir :

- soit un comportement purement élastique des précipités, afin de faciliter l'identification du comportement des phases. On montre que cette hypothèse ne peut donner de résultats cohérents avec l'expérience qu'à l'aide d'une correction par la tangente asymptotique importante.

- soit un comportement élasto-plastique des précipités, mais l'identification du comportement des phases conduit à des comportements très proches des deux phases mis à part pour le seuil de plasticité. En fait, dans ce cas, il y a trop de paramètres matériau à identifier pour le nombre d'essais réalisés.

De plus, la majeure partie de l'influence de la microstructure est donc liée à la modification du seuil de plasticité des phases et non à l'effet de l'homogénéisation des phases. Cependant, ce résultat est cohérent avec les résultats expérimentaux obtenus. Les expériences réalisées dans la partie II de cette thèse ont en effet montré que seul ce seuil de plasticité est modifié par un changement de microstructure. Dans le cas de l'identification du modèle multiéchelle, l'écrouissage cinématique provient uniquement du changement d'échelle. Un écrouissage cinématique non linéaire est introduit via la règle en β et un second écrouissage résulte de l'homogénéisation sur les phases, il est contrôlé par la correction par la tangente asymptotique dans le cas des précipités purement élastiques. Ce modèle à double homogénéisation serait donc plus adapté dans le cas d'un matériau qui s'adoucit pour lequel l'effet des écrouissages cinématiques sur la réponse en fatigue est plus critique.

Le temps de calcul de ce modèle étant trop long pour envisager de l'appliquer dans une boucle d'optimisation de la microstructure, il était envisagé en premier lieu de l'utiliser pour aider à la calibration d'un modèle phénoménologique à utiliser dans un calcul de pièce. Cependant, la faible différence observée entre les différentes microstructures sur les résultats des essais de fatigue et de traction, excepté sur le seuil de plasticité, ont conduit à introduire l'effet de microstructure uniquement dans le seuil de plasticité, au niveau de la loi cristalline des phases. L'effet de la fraction volumique de précipités sur la réponse mécanique au travers du processus d'homogénéisation est faible lui-aussi. La Partie suivante vise donc à utiliser un modèle phénoménologique. Au regard des observations expérimentales et des résultats du modèle à double homogénéisation, l'effet de microstructure est limité à un effet sur le seuil de plasticité.

Quatrième partie

Optimisation du traitement thermique d'un disque

Table des matières

7 Application à un calcul de disque en N18 **207**

7.1 Identification du modèle de comportement macroscopique . 209

7.1.1 Écrouissage isotrope 209

7.1.2 Écrouissage cinématique 210

7.1.3 Influence des paramètres microstructuraux sur la loi de comportement macroscopique 211

7.1.4 Loi de fatigue 212

7.2 Comparaison du modèle de comportement macroscopique et des résultats expérimentaux 212

7.2.1 Comparaison des lois phénoménologique et multiéchelle 216

7.3 Étude de l'influence d'une variation du seuil de plasticité du matériau dans le disque sur la durée de vie 220

7.4 Effet d'un changement de traitement thermique sur la durée de vie 222

7.5 Optimisation du traitement thermique vis-à-vis de la durée de vie en fatigue 234

7.6 Perspectives et discussion sur la boucle d'optimisation . . . 235

Introduction

Cette partie a pour but d'exposer la mise en place d'une boucle d'optimisation du traitement thermique vis-à-vis de la durée de vie en fatigue, objectif final de ce travail de thèse. Elle est représentée sur le schéma de la Figure 6.12. Cette boucle comporte trois calculs par éléments finis et un post-traitement pour évaluer la durée de vie. Le premier calcul est un calcul de thermique qui permet de déterminer l'évolution du champ thermique au cours du traitement thermique. Le second est un calcul de microstructure qui donne les paramètres microstructuraux, c'est-à-dire le rayon équivalent et la fraction volumique des différentes populations de précipités, en fonction de l'évolution de la température simulée lors du premier calcul. Il sera réalisé à l'aide du modèle de précipitation identifié au Chapitre 2 de ce mémoire. Le troisième calcul vise à obtenir la réponse mécanique du disque sous la sollicitation qu'il subit en service, le comportement en chaque point de Gauss étant dépendant des paramètres microstructuraux obtenus lors du second calcul. Le modèle de comportement identifié au cours du chapitre précédent est un modèle multiéchelle, dont le temps de calcul est long. Il n'est donc pas adapté à l'utilisation au sein d'une boucle d'optimisation. C'est pourquoi un modèle macroscopique phénoménologique dépendant des paramètres microstructuraux doit être identifié. Il constitue le dernier élément nécessaire à la mise en place de la boucle d'optimisation. La boucle est ensuite appliquée au cas d'un disque de turbine.

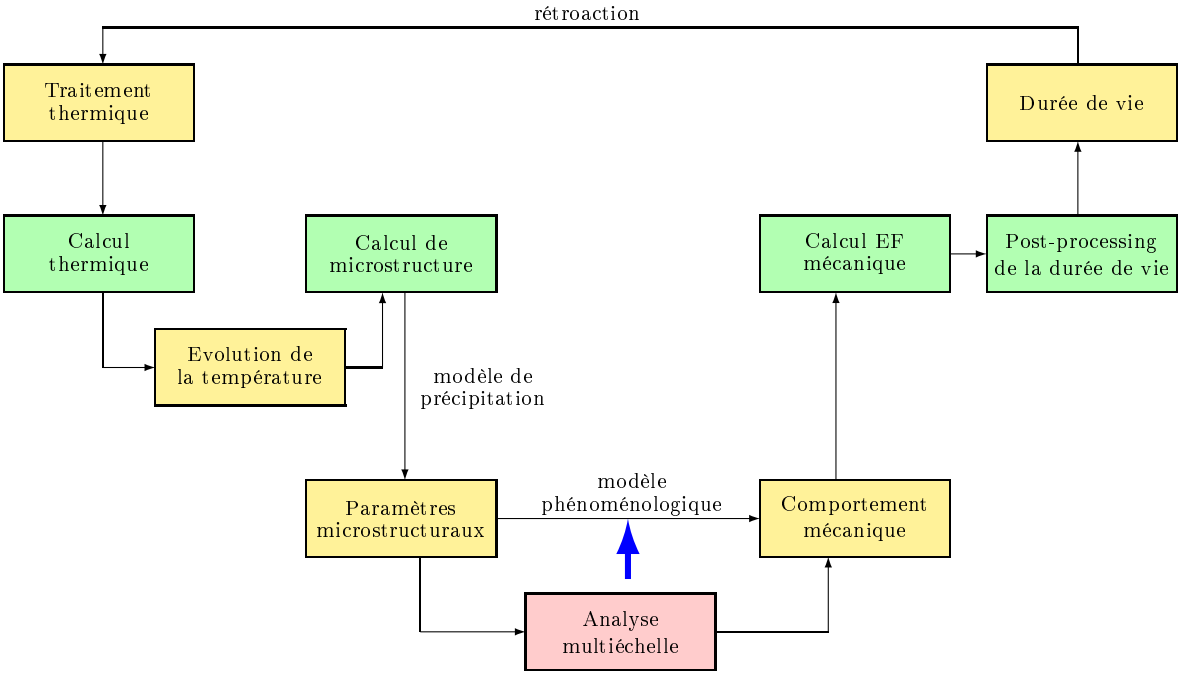


FIG. 6.12. Schéma de la boucle d'optimisation.

Chapitre 7

Application à un calcul de disque en N18

7.1 Identification du modèle de comportement macroscopique

Un modèle de comportement macroscopique dépendant des paramètres microstructuraux doit être identifié pour l'utilisation au sein d'une boucle d'optimisation. Comme les résultats expérimentaux ont montré que la microstructure intragranulaire n'avait d'influence que sur le seuil de plasticité, seul ce paramètre sera modifié en fonction de la microstructure. Pour modéliser le comportement du N18 un modèle de type Chaboche [32] pour un matériau isotrope a été utilisé.

Dans ce modèle la déformation est décomposée en une partie plastique et une partie élastique :

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}} = \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_e + \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_p = \underset{\approx}{\boldsymbol{C}}^{-1} : \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} + \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}_p \tag{7.1}$$

La fonction f traduisant l'évolution du domaine d'élasticité s'écrit à partir du critère de von Mises :

$$f = J(\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} - \underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}}) - R - R_0 \tag{7.2}$$

$$J(\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} - \underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}}) = \sqrt{\frac{3}{2}(\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} - \underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}})' : (\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} - \underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}})'} \tag{7.3}$$

avec l'écrouissage isotrope R qui correspond à une variation de la taille du domaine d'élasticité dans l'espace des contraintes et $\underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}}$ l'écrouissage cinématique, qui correspond à une translation du domaine d'élasticité.

L'évolution de la déformation plastique s'écrit :

$$\dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}}_p = \left(\frac{f}{K}\right)^n \underset{\sim}{\boldsymbol{n}} \tag{7.4}$$

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{n}} = \frac{\partial f}{\partial \underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}} = \frac{3(\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} - \underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}})'}{2\, J(\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}} - \underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}})} \tag{7.5}$$

$$\dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}}_p = \frac{3}{2}\left\langle \frac{J(\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}' - \underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}}') - R - R_0}{K} \right\rangle^n \frac{\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}' - \underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}}'}{J(\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}' - \underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}}')} \tag{7.6}$$

où $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}'$ désigne la partie déviatorique de $\underset{\sim}{\boldsymbol{\sigma}}$.

7.1.1 Écrouissage isotrope

L'alliage N18 présente un très fort durcissement cyclique, quelle que soit sa microstructure. La loi d'évolution de la variable d'écrouissage isotrope s'exprime comme :

$$R = r(p)dp \tag{7.7}$$

dont l'intégration conduit l'équation 4.3 :

$R(en\ MPa) = \sigma_M - \sigma_{M0} = 240(1 - exp(-4p))$, identifiée au paragraphe 4.2.2 sur la base des essais de durcissement cyclique.

7.1.2 Écrouissage cinématique

L'écrouissage cinématique traduit le déplacement du centre du domaine d'élasticité dans l'espace des contraintes. La contrainte de von Mises qui s'exerce alors sur le matériau doit être calculée à l'aide de la contrainte effective, différence entre la contrainte appliquée et la contrainte interne qui exerce un effort de rappel pour favoriser la déformation opposée au sens de sollicitation courant. Prager [123] a proposé un modèle d'écrouissage cinématique linéaire,

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}} = \frac{2}{3} C \underset{\sim}{\boldsymbol{\varepsilon}}^p \tag{7.8}$$

tandis que Armstrong et Frederick [124] ont introduit un écrouissage cinématique non linéaire :

$$\dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}}} = \frac{2}{3} C \dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\alpha}}} \tag{7.9}$$

$$\dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\alpha}}} = \dot{\nu}(\underset{\sim}{\boldsymbol{n}} - \frac{3}{2}\frac{D}{C}\underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}}) \tag{7.10}$$

Cependant, pour un essai à déformation imposé à valeur moyenne non nulle, ce type d'écrouissage cinématique non linéaire surestime l'effet de Rochet et entraîne également une relaxation totale de la contrainte moyenne. Or une contrainte moyenne plus élevée entraîne une durée de vie plus courte, il est donc important de la prendre en compte correctement. C'est pourquoi, il est plus pertinent d'utiliser un modèle cinématique non linéaire à seuil [9] qui permet de traduire correctement la relaxation de la contrainte moyenne sous chargement dissymétrique à déformation imposée. Ce modèle s'obtient en introduisant une fonction seuil (Φ) dans le modèle d'écrouissage non linéaire précédent.

$$\dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}}}_i = \frac{2}{3} C \dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\alpha}}}_i \tag{7.11}$$

$$\dot{\underset{\sim}{\boldsymbol{\alpha}}}_i = \dot{\nu}(\underset{\sim}{\boldsymbol{n}} - \frac{3}{2}\frac{D_i}{C_i}\Phi_i \underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}}_i) \tag{7.12}$$

$$\Phi_i = \left\langle \frac{D_i J(\underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}}) - \omega_i C_i}{1 - \omega_i} \right\rangle^{m_1} \frac{1}{(D_i J(\underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}}))^{m_2}} \tag{7.13}$$

Il y a cinq paramètres à identifier dans le cas d'un écrouissage cinématique à seuil (C_i, D_i, ω_i, m_1 et m_2), cependant on se limitera au cas où $m_1 = m_2 = 1$.

L'écrouissage cinématique est donc décrit comme la somme de plusieurs écrouissages correspondant chacun à l'un des trois modèles précédemment décrits afin de traduire au mieux les non linéarités du comportement plastique du matériau.

$$\underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}} = \sum_i \underset{\sim}{\boldsymbol{\chi}}_i \tag{7.14}$$

Le modèle est calibré avec les données expérimentales des essais de traction et de fatigue, notamment à l'aide de l'évolution de la contrainte moyenne au cycle stabilisé en fonction de la déformation imposée lors des essais de fatigue répétée, en appliquant la méthode de proposée par Chaboche et Jung [9]. Le modèle macroscopique comprend au final quatre écrouissages cinématiques à seuils et un écrouissage cinématique linéaire.

7.1.3 Influence des paramètres microstructuraux sur la loi de comportement macroscopique

La partie II de ce mémoire a montré que l'influence des paramètres microstructuraux sur la loi de comportement macroscopique pouvait porter uniquement sur le seuil de plasticité. Les paramètres de la loi phénoménologique identifiée sont présentés dans le Tableau 7.1.

E(GPa)	ν	R0(MPa)	Q(MPa)	b	K($MPa.s^{(1/n)}$)	n
196	0,3	f(microstructure)	240	4	10	11

C1(MPa)	D1	$\omega 1$	C2(MPa)	D2	$\omega 2$	C3(MPa)	D3	$\omega 3$
350 000	6000	0,95	180 000	2000	0,85	32000	800	0,75

C4(MPa)	D4	$\omega 4$	C5(MPa)
20000	300	0,75	1800

TAB. 7.1. Paramètres de la loi de comportement du N18 à gros grains à 450°C.

Afin d'introduire l'effet de taille des précipités, la fonction exposée dans la seconde partie au chapitre 4 paragraphe 4.2.1 est utilisée. Pour rappel, le seuil de plasticité, $R_0 = 2\tau_0$, est défini par l'équation 4.2 : $2\tau_0 = 2(\tau_{0,phase-seule} + \Delta\tau_{g'_{II}} + \Delta\tau_{g'_{III}})$

Pour les dislocations fortement couplées, l'équation 3.8 est utilisée :

$$\Delta\tau = 0,415\frac{3,34T\sqrt{f}}{bR}\left(2,56\frac{R\Gamma_{APB}}{wT_l} - 1\right)^{1/2}(0,94(1+f^{1/2}/2))[56]$$

Pour les dislocations faiblement couplées, l'équation 3.9 est utilisée :

$$\Delta\tau = 2,5\frac{\Gamma_{APB}}{2b}\left(0,35\left(\frac{\Gamma_{APB}Rf}{T_l}\right)^{1/2} + 0,35f\right)$$

avec $\tau_{0,phase-seule}$=85 MPa, Γ_{APB}=0,24 J/m^2, w=3,34, b=0,25 nm, $T_l = \frac{Gb^2}{2}$=2,5e-9N.

Pour chaque population de précipités, l'incrément de cission résolue critique qu'engendre cette population est déterminé en choisissant le mécanisme qui donne l'incrément minimal. Les différents incréments sont ensuite additionnés.

7.1.4 Loi de fatigue

Le modèle de fatigue utilisé dans cette partie est celui identifié en partie II de la thèse (Chapitre 4 paragraphe 4.3.2). Il s'agit d'un modèle en déformation prenant en compte la contrainte moyenne, au moyen d'une correction linéaire. Il est indépendant de la microstructure, car l'effet de la microstructure intragranulaire sur la durée de vie est traduit uniquement par le comportement. Le modèle de fatigue s'écrit sous la forme :

$$\Delta\varepsilon/2\left(1+g\frac{\bar{\sigma}}{\Delta\sigma/2}\right)=BN_f^{-\beta}+AN_f^{-\alpha}$$

avec g un paramètre matériau de correction de l'effet de la contrainte moyenne.

Les paramètres identifiés sont rappelés dans le Tableau 7.2, et la courbe de fatigue obtenue sur la Figure 7.1.

paramètre	A	α	B	β	g
valeur	0,09	0,8	0,0118	0,105	0,35

TAB. 7.2. Tableau récapitulatif des paramètres de la courbe de Manson-Coffin du N18 à gros grains à 450°C.

7.2 Comparaison du modèle de comportement macroscopique et des résultats expérimentaux

Les courbes de traction (Figure 7.2), de relaxation de la contrainte moyenne (Figure 7.3) et de durcissement cyclique (Figure 7.4) montrent le bon accord entre modèle macroscopique et expérience. La microstructure avec des précipités tertiaires de γ' fins montre un accord un peu moins bon pour le durcissement cyclique. Cependant ce résultat est compréhensible car, expérimentalement, le durcissement cyclique de toutes les microstructures est quasiment identique sauf dans le cas de cette microstructure. Un modèle de durcissement indépendant de la microstructure a donc été choisi et calibré sur la base des résultats expérimentaux des quatre autres microstructures.

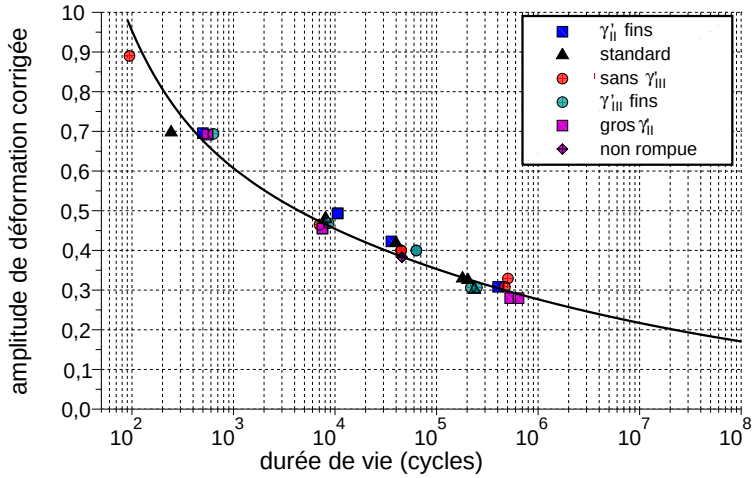


FIG. 7.1. Loi de Manson-Coffin, corrigée de l'effet de contrainte moyenne, qui s'applique à toutes les microstructures.

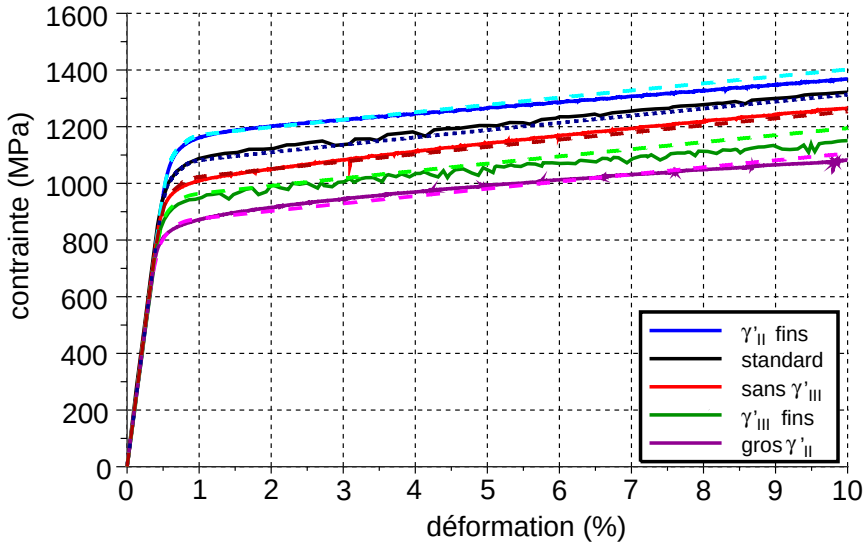


FIG. 7.2. Comparaison des courbes de traction expérimentales (trait continu) et simulées (trait pointillé) à l'aide de la loi macroscopique.

Par contre, la Figure 7.5 montre qu'il y a encore des phénomènes qui ne sont pas tout à fait correctement pris en compte, comme la forme des boucles d'hystérésis. Néanmoins, les quantités utiles au modèle de fatigue - amplitudes de contrainte et de déformation, et contrainte moyenne - sont précisément estimées par le modèle. Couplé au modèle de durée de vie, bien prédictif lui-aussi, le modèle de comportement macroscopique est donc parfaitement adapté à la prévision de la durée de vie en fatigue.

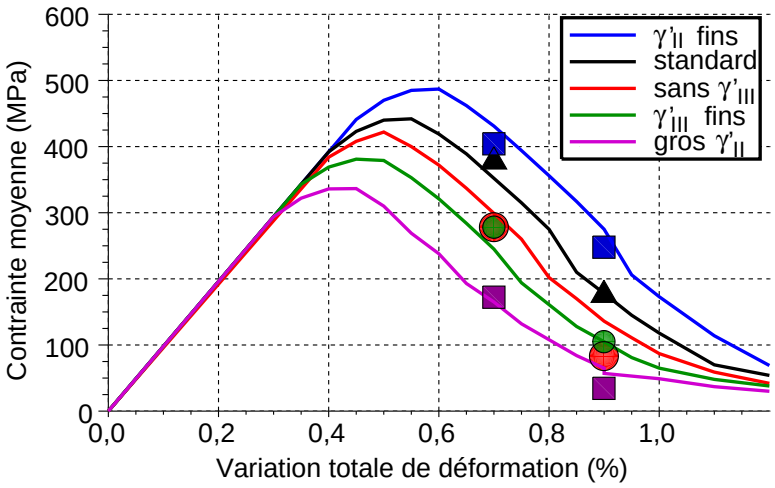


FIG. 7.3. Estimation des contraintes moyennes aux cycles stabilisés et comparaison à l'expérience. Les points désignent les données expérimentales et les courbes les résultats de la simulation avec le modèle macroscopique.

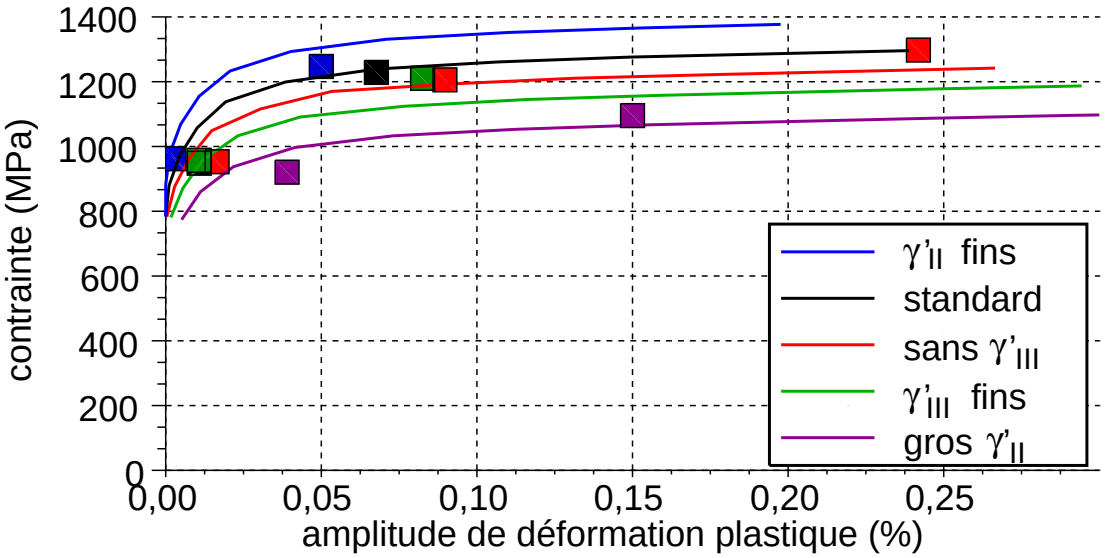


FIG. 7.4. Estimation du durcissement cyclique simulé et comparaison à l'expérience pour les différentes microstructures. Les carrés représentent les données expérimentales et les courbes les simulations avec le modèle macroscopique.

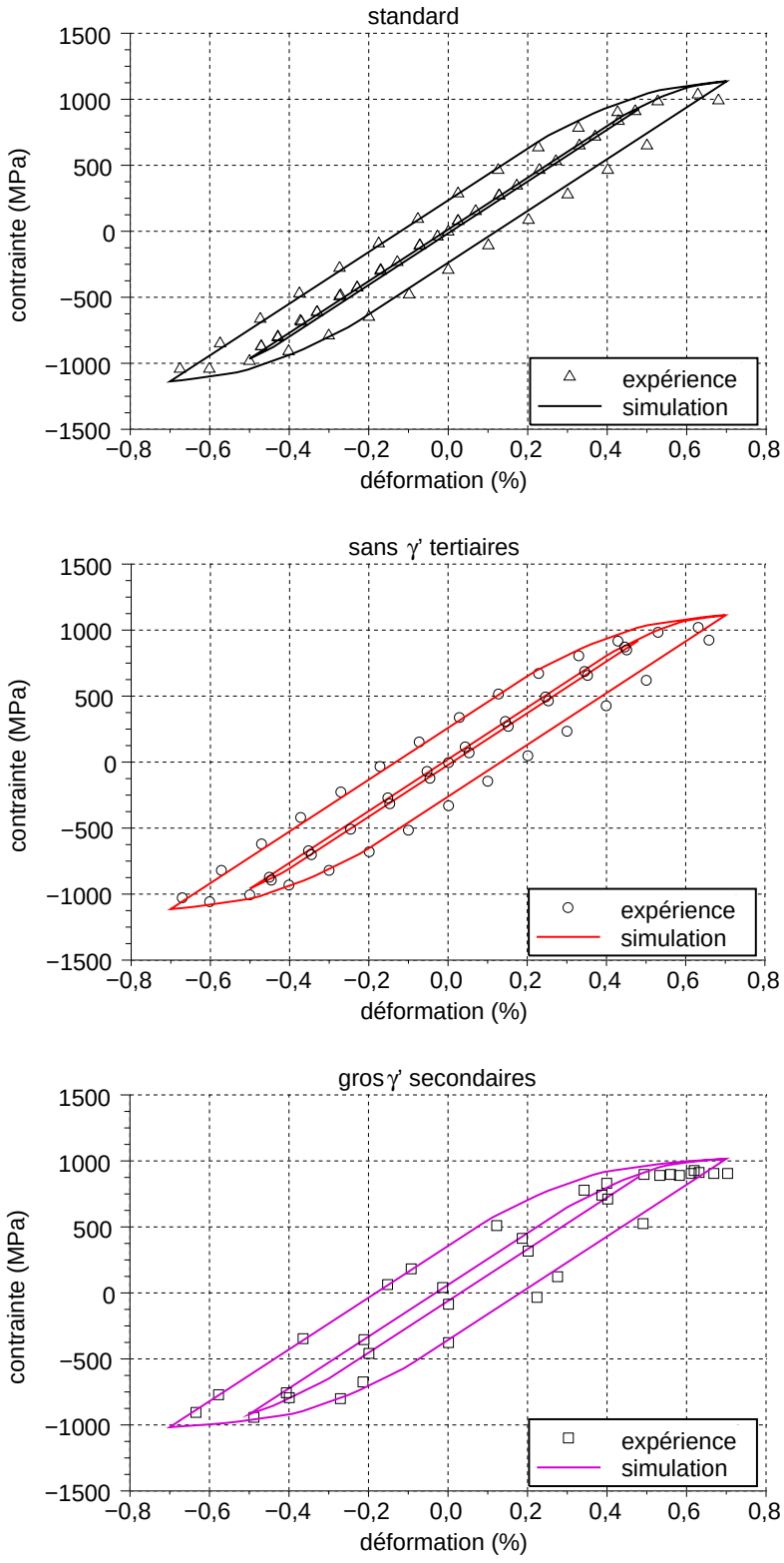


FIG. 7.5. Cycles de transition de l'essai de durcissement cyclique (essai de fatigue alternée à différents niveaux de déformation, les cycles de transition sont le dernier cycle à 0,5% d'amplitude de déformation et le premier à 0,7%) - expérimentaux et simulés à l'aide du modèle macroscopique - pour trois microstructures.

7.2.1 Comparaison des lois phénoménologique et multiéchelle

Les Figures 7.6, 7.7 et 7.8 permettent de comparer les cycles obtenus expérimentalement, et par simulations avec la loi phénoménologique macroscopique et avec la loi multiéchelle à double homogénéisation avec des précipités au comportement élasto-plastique. On constate un très bon accord entre les différentes simulations et les résultats expérimentaux.

De plus, comme le montre le Tableau 7.3, le temps de calcul de la loi macroscopique est 60 fois plus rapide que le temps de calcul de la loi multiéchelle, même en ne modélisant que 10 grains.

Modèle utilisé	temps de calcul (s)
loi à double homogénéisation (10 grains)	335
1 homogénéisation : plasticité cristalline grain homogène (10 grains)	57
loi macroscopique multi-cinématique à seuil	5

TAB. 7.3. Temps de calcul pour un premier cycle de fatigue à 0,9% de déformation.

Les résultats du Chapitre 6 ont montré que le modèle multiéchelle permet de simuler de façon précise soit la courbe de traction, soit la courbe de relaxation de la contrainte moyenne selon le choix de la calibration de la règle en β adoptée. Le modèle macroscopique est apte à bien modéliser aussi bien la contrainte moyenne au cycle stabilisé que la courbe de traction. En effet, l'introduction d'un écrouissage multicinématique à seuil dans le modèle macroscopique permet de rendre compte de la faible relaxation de la contrainte moyenne de façon plus pertinente comparativement au modèle multiéchelle. De plus, il est beaucoup plus rapide. Le modèle macroscopique sera donc utilisé pour le calcul de structure.

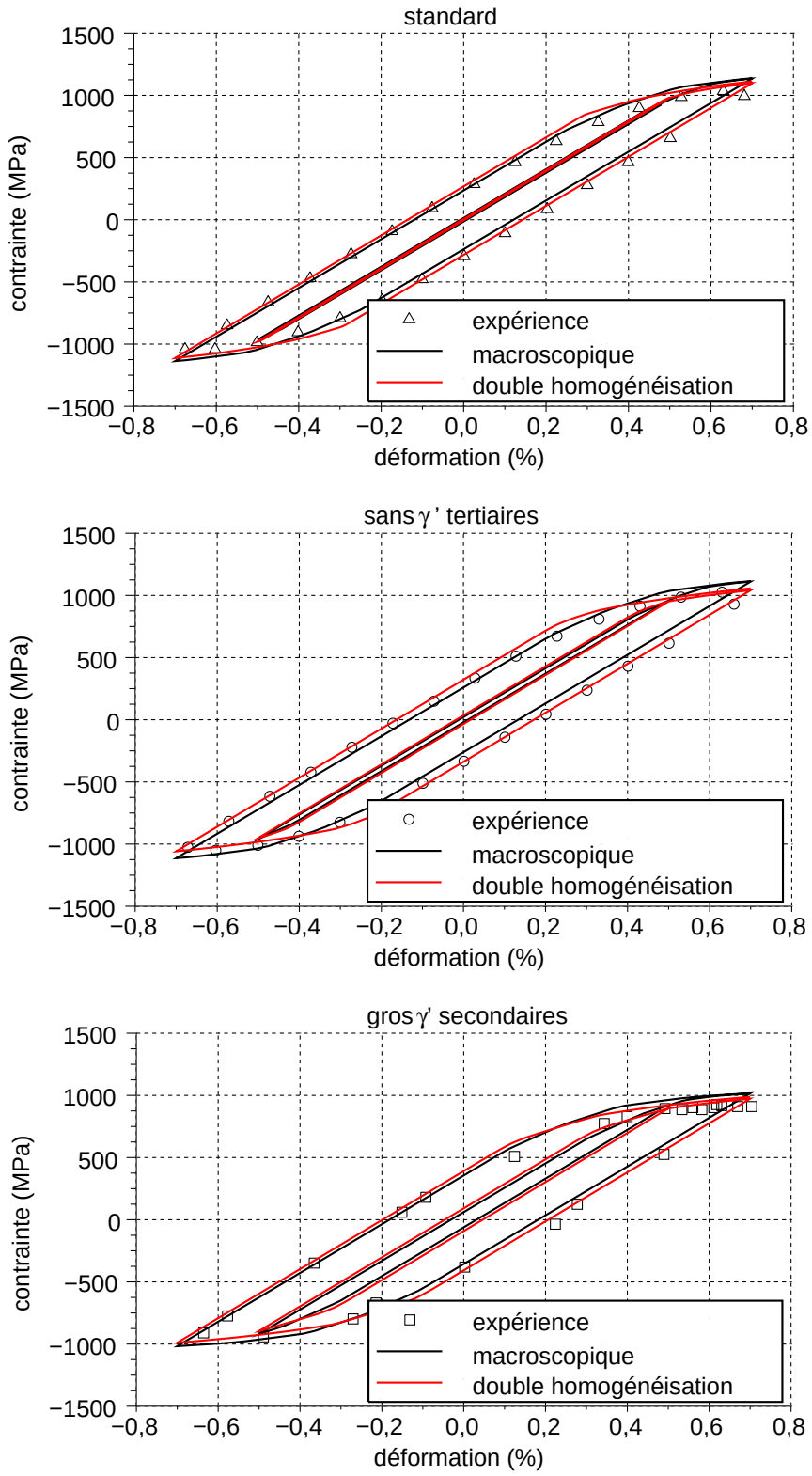


FIG. 7.6. Cycles de transition simulés à l'aide du modèle macroscopique et du modèle à double homogénéisation (10 grains) de l'essai de durcissement cyclique (essai de fatigue alternée à différents niveaux de déformations) pour trois microstructures.

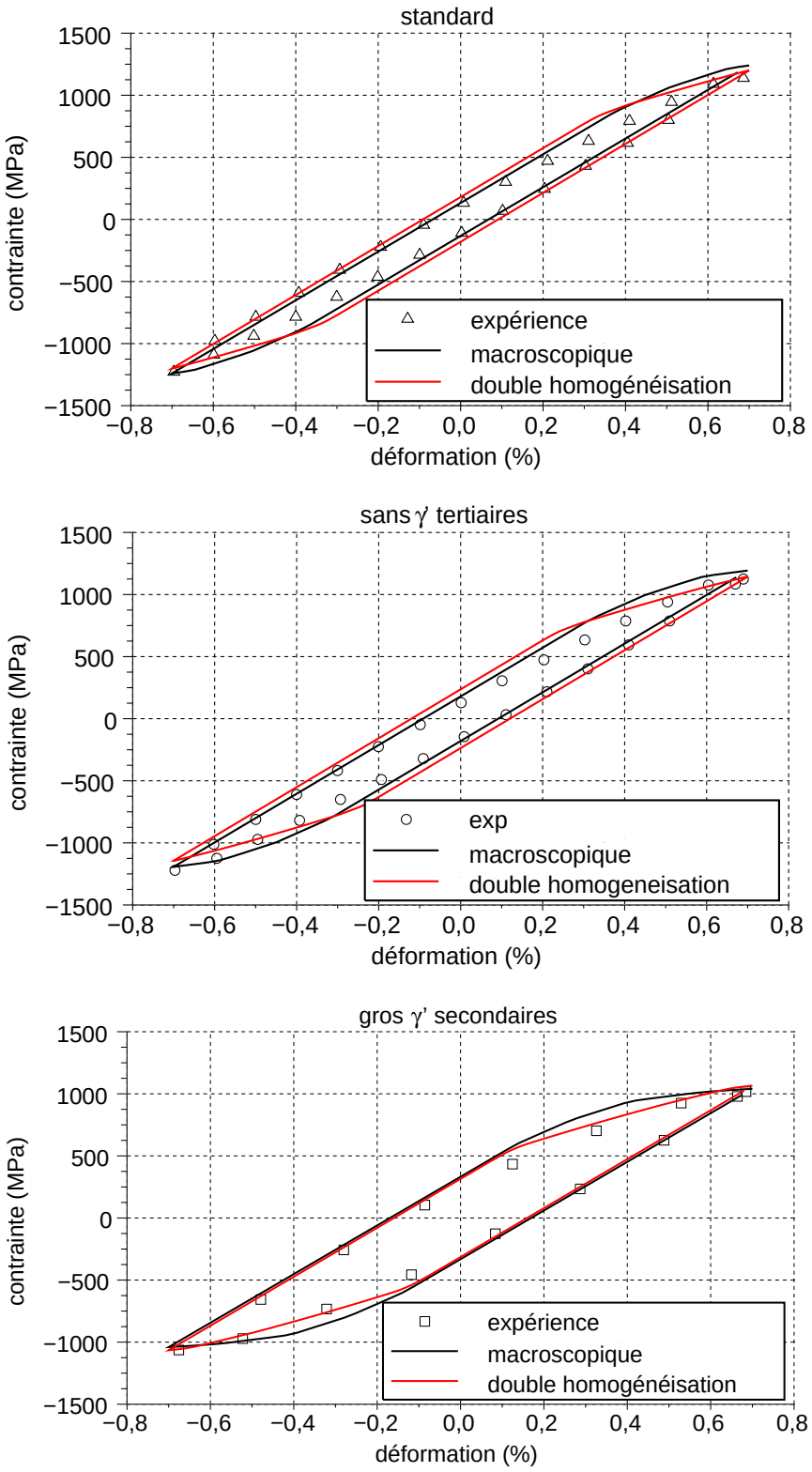


FIG. 7.7. Cycles stabilisés simulés à l'aide du modèle macroscopique et du modèle à double homogénéisation (10 grains) de l'essai de durcissement cyclique (essai de fatigue alternée à différents niveaux de déformations) pour trois microstructures.

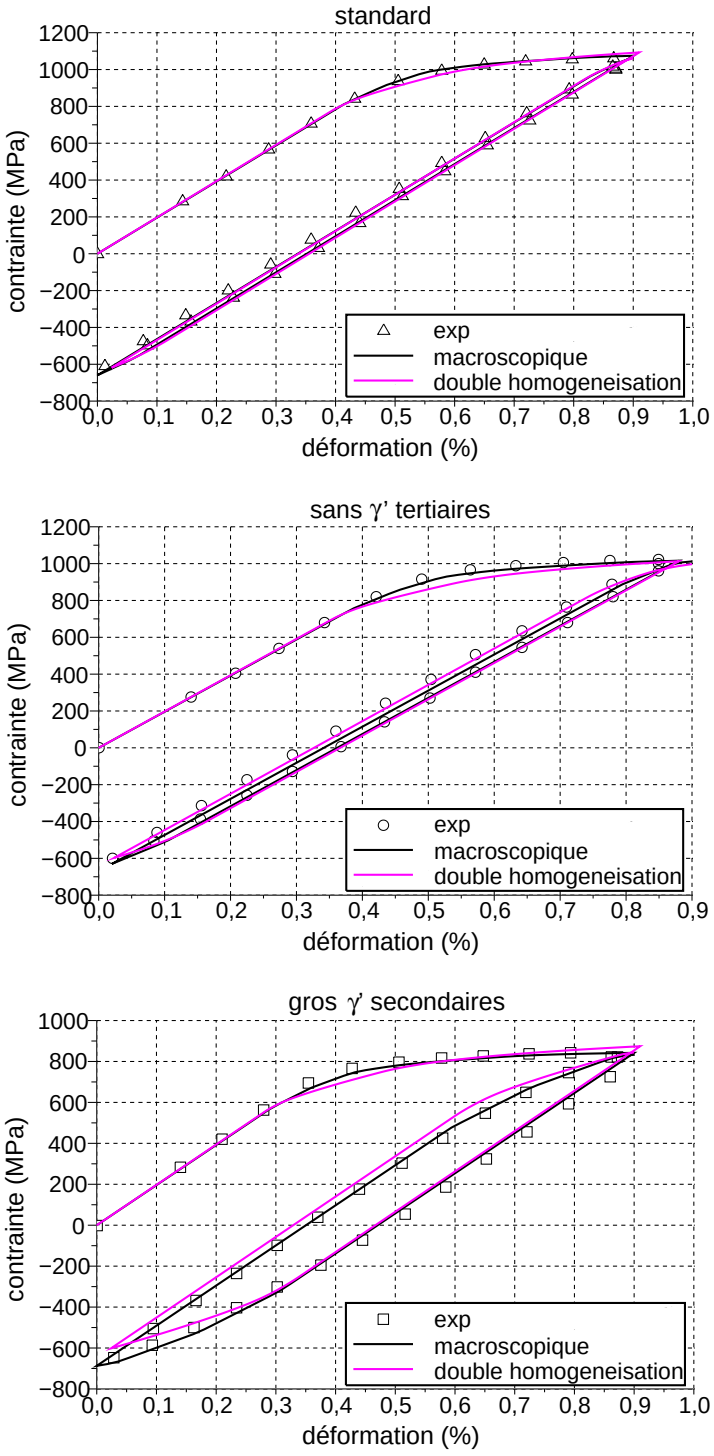
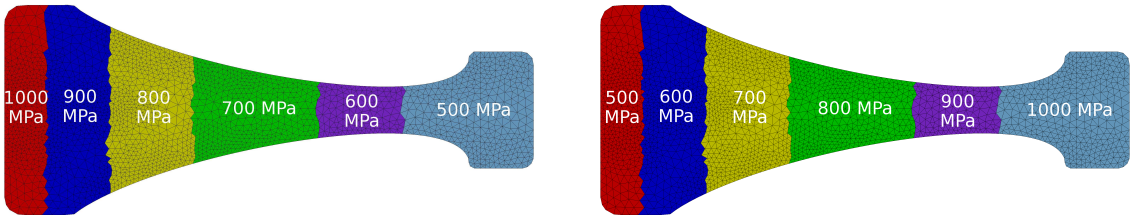


FIG. 7.8. Cycles initiaux expérimentaux et simulés à l'aide du modèle macroscopique et du modèle à double homogénéisation (100 grains) de l'essai de fatigue répétée à 0,9% de déformation maximale pour trois microstructures.

7.3 Étude de l'influence d'une variation du seuil de plasticité du matériau dans le disque sur la durée de vie

Afin de tester l'influence d'une variation du seuil de plasticité au sein d'un disque, deux disques ont été testés. Dans chacun d'eux, on a défini arbitrairement des zones dans lesquelles le seuil de plasticité est différent. Dans le disque N°1, la zone centrale (alésage) est celle qui possède la plus forte limite d'élasticité et la zone extérieure la plus faible. C'est l'inverse pour le disque N°2. Le maillage du disque avec les différentes zones est présenté Figure 7.9. Les disques sont mis en rotation à une vitesse variant entre 5000 à 25000 tr/min suivant un cycle triangulaire de 90 secondes (cf. Figure 7.10). On considère que le disque est à une température uniforme de 450°C.



disque N°1 disque N°2

FIG. 7.9. Maillage d'une demi-coupe de disque. L'axe de rotation est vertical à gauche de la coupe. Seul le seuil de plasticité de la loi de comportement identifiée pour le N18 varie d'une zone à l'autre. Les nombres inscrits dans chacune des zones représentent la valeur locale du seuil de plasticité. Les dimensions du disque sont 64,4 mm pour le diamètre intérieur, et 190 mm pour le diamètre extérieur.

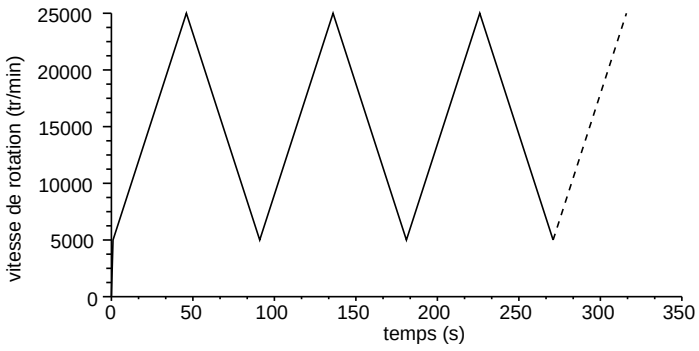


FIG. 7.10. Sollicitation appliquée au disque.

La Figure 7.11 représente les réponses mécaniques aux points critiques des deux disques. Avec cette forme de disque très massive vers le centre, le point critique est

situé dans l'alésage. Il est le même pour les deux disques bien que leurs comportements soient différents. Le fait d'avoir modifié les seuils de plasticité des disques n'a pas suffi pour déplacer le point critique. Les durées de vie des deux disques diffèrent cependant d'un ordre de grandeur après un chargement cyclique de 25000 tr/min (4.10^4 cycles pour le disque N°1 et 3.10^5 cycles pour le disque N°2). On retrouve le résultat surprenant de la partie II : le disque possédant la plus basse limite d'élasticité au point critique, possède aussi la plus longue durée de vie. L'amplitude de contrainte mesurée au cycle 250 est de 1100 MPa pour le disque N°1, et de 1096 MPa pour le disque N°2, l'amplitude de déformation est de 0,572% pour les deux disques, la seule différence concerne la contrainte moyenne qui vaut 176 MPa pour le disque N°2 contre 547 MPa pour le disque N°1. Cette différence de contrainte moyenne de 370 MPa induite par une différence de seuil de plasticité de 500 MPa (1000 MPa pour le disque N°1 et 500 MPa pour le disque N°2), engendre une différence d'un facteur 10 sur la durée de vie. Toutefois, la durée de vie en fatigue n'est pas la seule caractéristique importante d'un disque de turbine. La diminution du seuil de plasticité induit généralement une diminution de la résistance à l'éclatement. Aussi, il convient de ne pas trop diminuer ce seuil de plasticité.

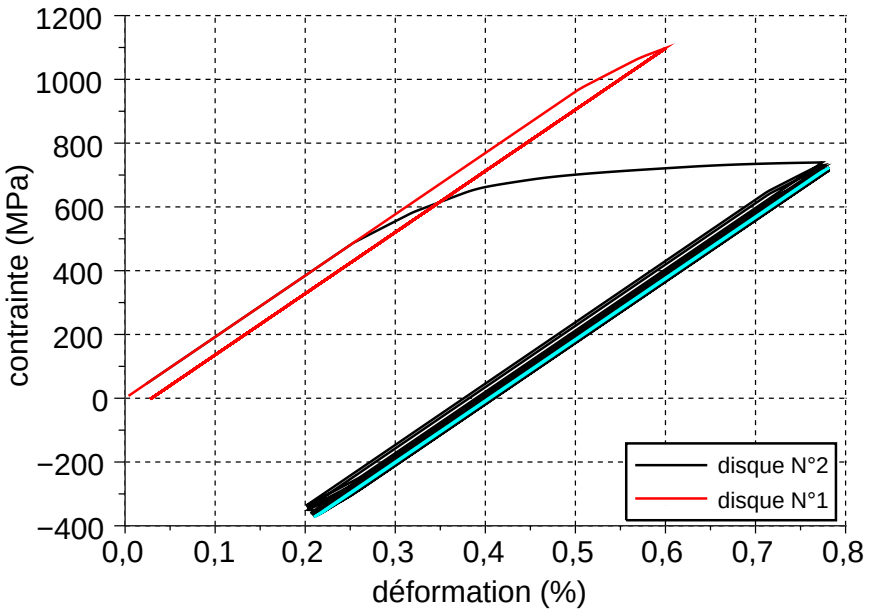


FIG. 7.11. Réponses mécaniques au point critique des deux disques. En bleu, le cycle stabilisé du disque N°2.

7.4 Effet d'un changement de traitement thermique sur la durée de vie

A présent, on dispose donc de tous les éléments nécessaires à la réalisation de la boucle d'optimisation du traitement thermique décrite sur la Figure 7.12 L'évolution du champ thermique dans la préforme est aisément calculée au moyen du module thermique de ZeBuLoN. L'évolution de la microstructure au cours de la trempe est donnée par le modèle de précipitation décrit en partie 1 (le fichier d'extension z du module Zmat qui permet de l'implémenter dans Zset ZeBuLoN est en annexe A.4). La réponse mécanique est calculée grâce au modèle phénoménologique dépendant des paramètres microstructuraux identifiés au paragraphe 7.1.3, dont les paramètres sont décrits dans le Tableau 7.1 (les fichiers associés sont en annexe A.8). Elle est également calculée grâce au logiciel éléments finis ZeBuLoN. La fonction de durée de vie appliquée lors du post-processing est celle identifiée au paragraphe 7.1.4.

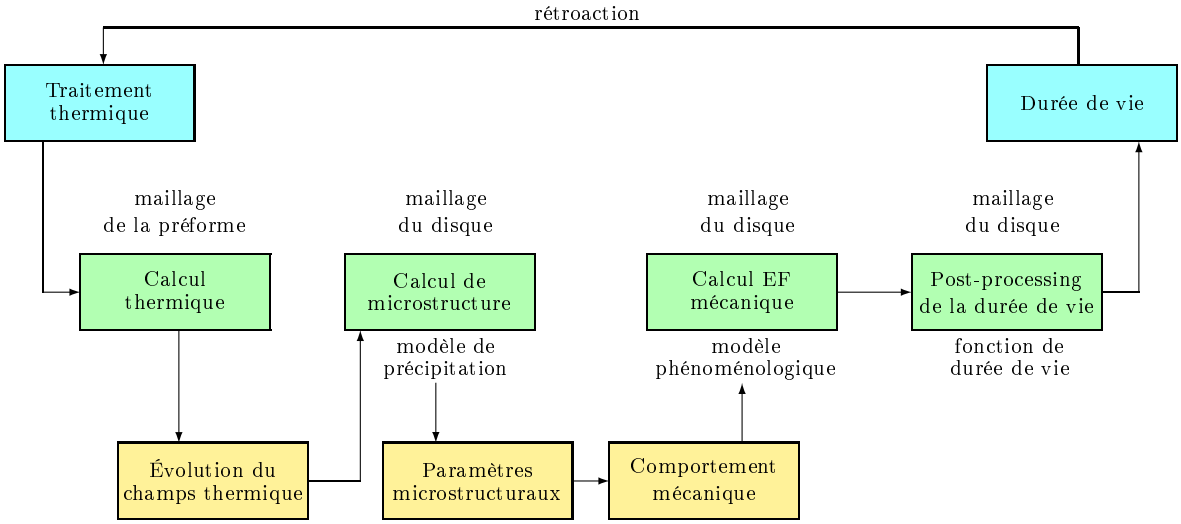


FIG. 7.12. Schéma de la boucle d'optimisation.

Le déroulé complet de cet enchaînement de calculs, allant du traitement thermique à la durée de vie, est donc appliqué aux deux disques. L'effet du traitement thermique sur la limite d'élasticité, la réponse mécanique et la durée de vie d'une pièce complète simulée par éléments finis sont ainsi évalués. Les calculs sont réalisés sur un maillage axisymétrique du disque et de la préforme associée. La géométrie de cette pièce est présentée sur la Figure 7.13. Deux types de disques ont été testés. Le maillage du disque et de la préforme sont identiques dans les deux cas, mais pour le premier disque la préforme est considérée comme percée et l'axe de rotation de la pièce est placé comme indiqué sur la Figure 7.13. Pour le second disque, la préforme est considérée comme non-percée et l'axe de rotation est confondu avec le bord gauche de la demi-coupe de la préforme. De ce fait, le premier disque possède des diamètres extérieur et intérieur beaucoup plus grands que ceux du second. Le disque de grand diamètre possède une zone critique dans l'alésage, où la contrainte

est essentiellement uniaxiale. Le disque de petit diamètre est un artifice destiné à représenter les disques sur lesquels la zone critique est dans la toile où la contrainte est multiaxiale.

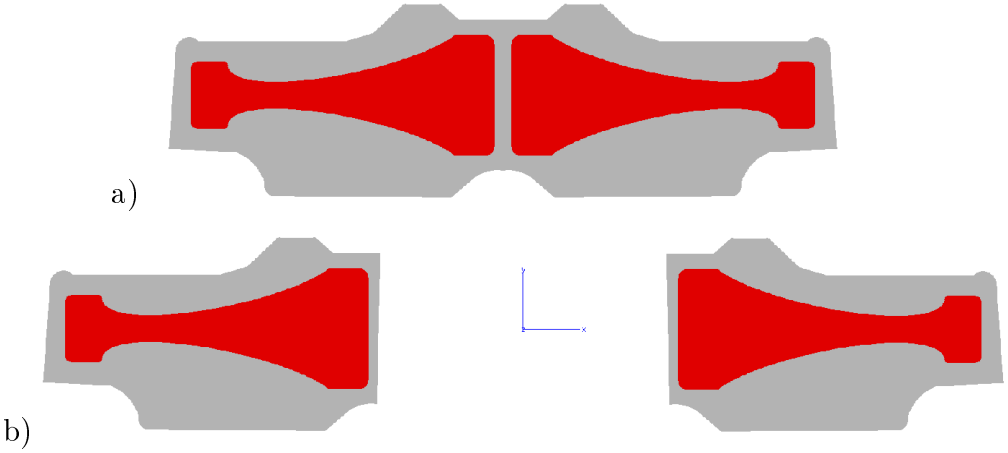


FIG. 7.13. Coupe d'une préforme (en gris) avec le disque (en rouge) extrait de cette préforme. a) Disque de petit diamètre b) Disque de grand diamètre.

Afin de modéliser l'évolution de la température au cours de la trempe, un premier calcul par éléments finis est effectué. Ce calcul est purement thermique. Initialement, la préforme est à une température uniforme de 1200°C. Les conditions aux limites imposées sont la température à l'extérieur de la pièce (20°C) et le coefficient de transfert thermique (h). Ce coefficient dépend fortement du milieu dans lequel est effectuée la trempe : une trempe à l'huile est plus rapide qu'une trempe à l'air. Le coefficient de transfert thermique (h) dépend également de la température. C'est pourquoi, deux valeurs sont données dans le Tableau 7.4, qui décrit les différents traitements thermiques. La première correspond à la valeur de h à 20°C et la seconde à 1200°C. Les valeurs aux températures intermédiaires sont interpolées linéairement. Ici, deux traitements sont testés pour les deux disques. Le premier (TT ref) est un traitement en deux temps. Pendant 60 secondes, le coefficient de transfert thermique est $h1$ qui varie entre 500 et 1000 $WK^{-1}m^{-2}$ entre 20 et 1200°C. Puis le coefficient est $h2$ qui varie entre 8000 et 10000 $WK^{-1}m^{-2}$ entre 20 et 1200°C jusqu'à la fin de la trempe. Cette durée de soixante secondes correspond au temps nécessaire pour transférer la pièce du four au fluide de trempe. Le second refroidissement (TT2) est plus lent, il correspond à un coefficient de transfert unique tout au long la trempe qui varie entre 50 et 100 $WK^{-1}m^{-2}$ entre 20 et 1200°C. Le premier traitement thermique est rapide et le second est très lent. Ils correspondent aux bornes de l'intervalle dans lequel on peut optimiser.

Une fois l'évolution de température connue en tout point de la préforme, un second calcul est effectué. Il s'agit du calcul de précipitation explicité en partie I de ce mémoire. Il permet d'estimer la taille et la fraction volumique des différentes populations de précipités. Ces paramètres microstructuraux permettent de calculer le seuil de plasticité en tout point de la pièce à l'aide d'un simple post-processing. Les

TT	$h_1(WK^{-1}m^{-2})$	$t_1(s)$	$h_2(WK^{-1}m^{-2})$
TT ref	500/1000	60	8000/10000
TT 2	50/100	-	-

TAB. 7.4. Traitements thermiques testés.

résultats de ce post-processing sont présentés sur les Figures 7.14 et 7.15. Ce calcul n'est réalisé que sur le disque et non sur toute la préforme, puisque les résultats sur la préforme ne sont pas utiles pour le calcul mécanique. Les différences de seuil de plasticité au sein d'un même disque pour un traitement thermique donné peuvent atteindre jusqu'à 200 MPa.

Un dernier calcul permet de calculer la réponse mécanique du disque en prenant en compte l'effet de la microstructure. Ici, le chargement imposé correspond à des cycles d'une durée de 90 secondes, triangulaires, entre des vitesses de rotation de 5000 tr/min et 25000 tr/min pour les disques de grand diamètre et entre des vitesses de rotation de 5000 tr/min et de 42500 tr/min pour les disques de petit diamètre (la vitesse de rotation est modifiée afin de rester dans le domaine de durée de vie de $10^4 - 10^5$ cycles) (cf. Figure 7.10). Les Figures 7.16, 7.17, 7.18 et 7.19 présentent les contraintes de von Mises et la plasticité cumulée dans les disques à la fin de la première charge. On constate bien entendu que plus la limite d'élasticité est faible, plus la contrainte est faible, et plus la déformation plastique est grande. Ce résultat a évidemment une influence sur la durée de vie calculée, comme le montrent les Figures 7.20 et 7.21. Toutefois l'écart en durée de vie reste assez faible, environ 50%. Tout comme pour le disque où l'on avait introduit des zones avec différents seuils de plasticité, le cycle stabilisé est pratiquement élastique et la différence de durée de vie est principalement liée à la contrainte moyenne. Les Figures 7.22 et 7.23 illustrent ce propos en représentant la réponse mécanique des deux disques en leurs points critiques respectifs.

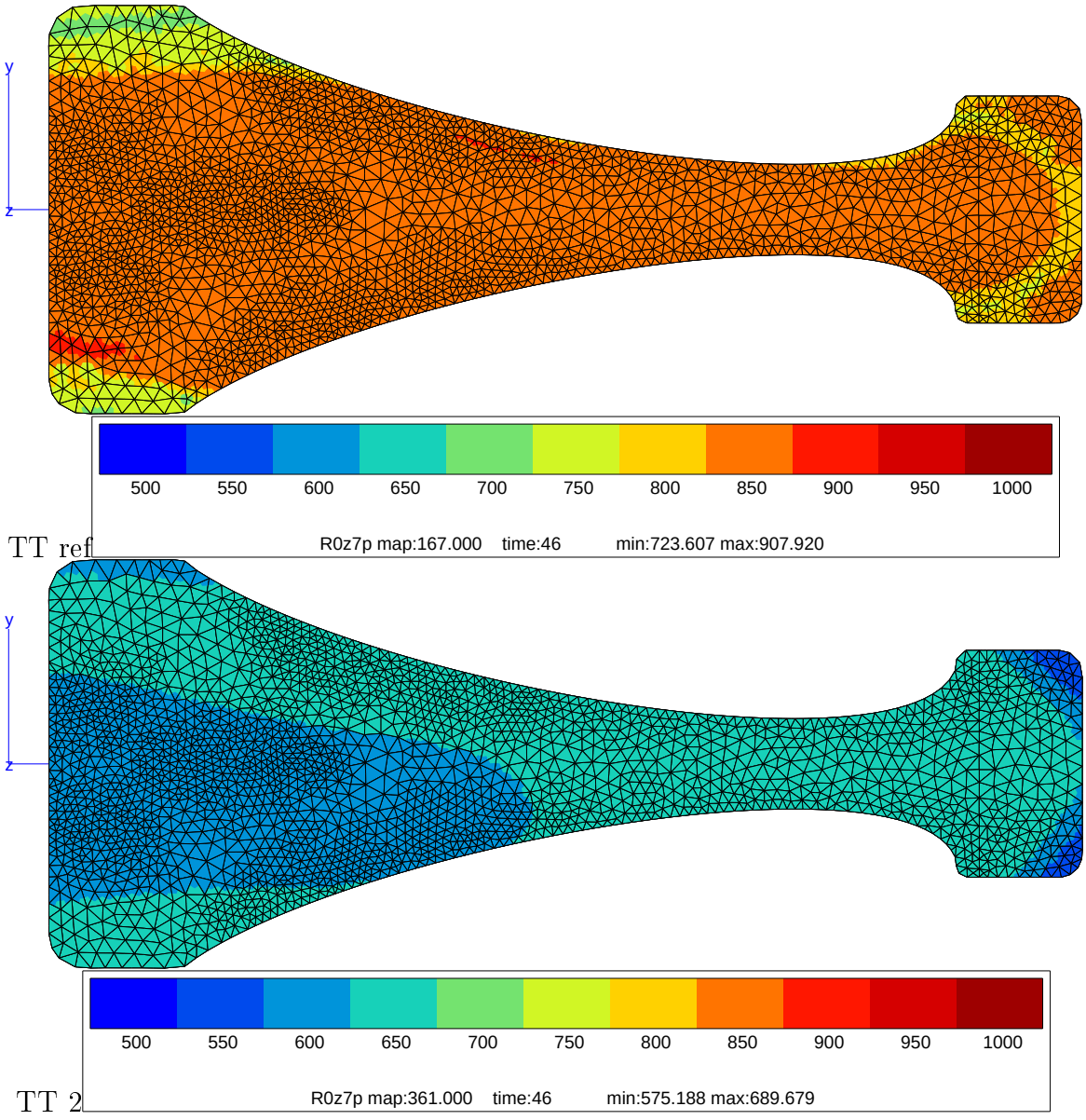


FIG. 7.14. Cartographie du seuil de plasticité (en MPa) à 450°C dans des disques de petit diamètre ayant subi différents traitements thermiques.

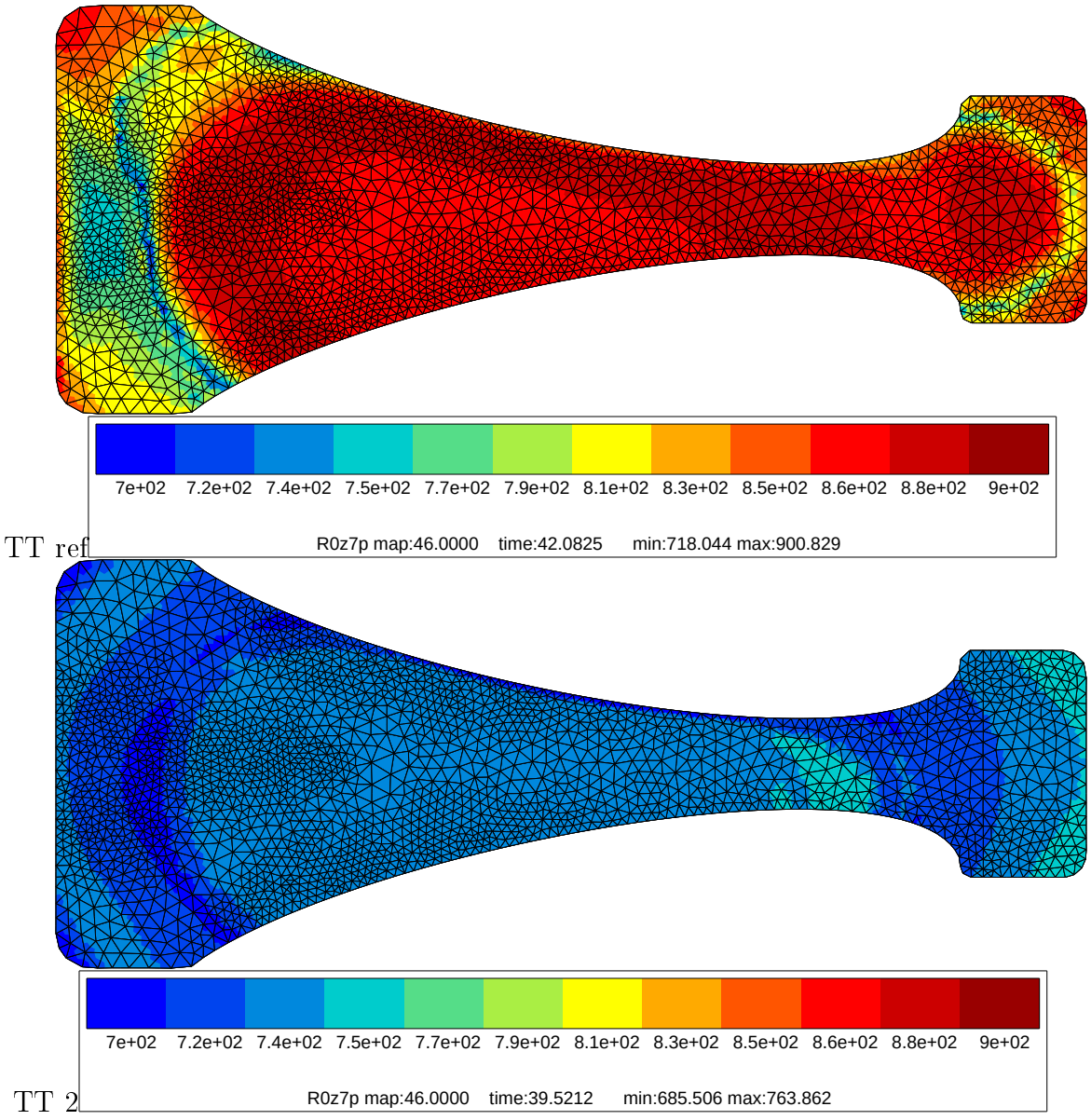


FIG. 7.15. Cartographie du seuil de plasticité (en MPa) à 450°C dans des disques de grand diamètre ayant subi différents traitements thermiques.

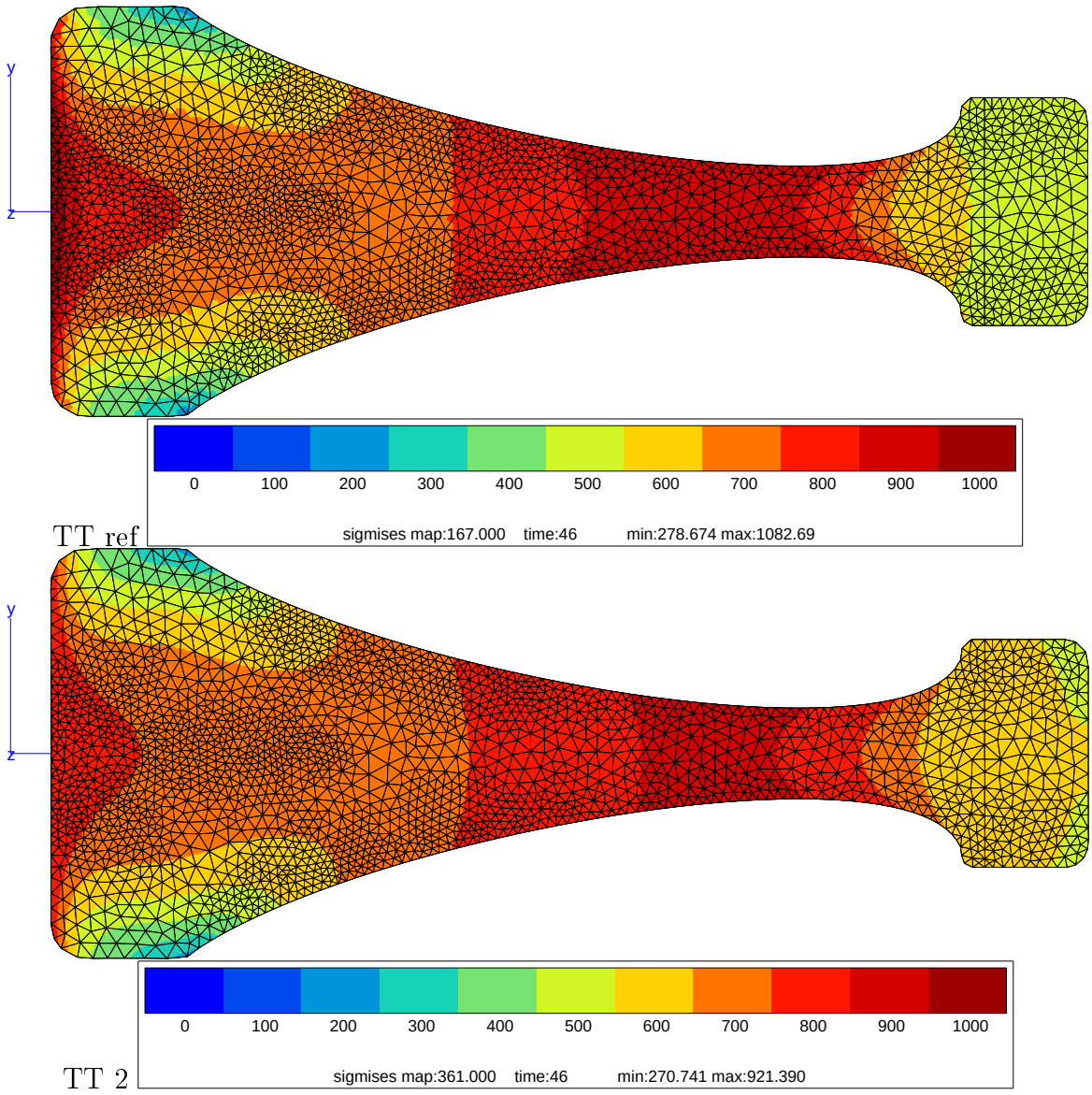


FIG. 7.16. Contrainte de von Mises (en MPa) dans le disque à la fin de la première montée en charge. Disques de petit diamètre.

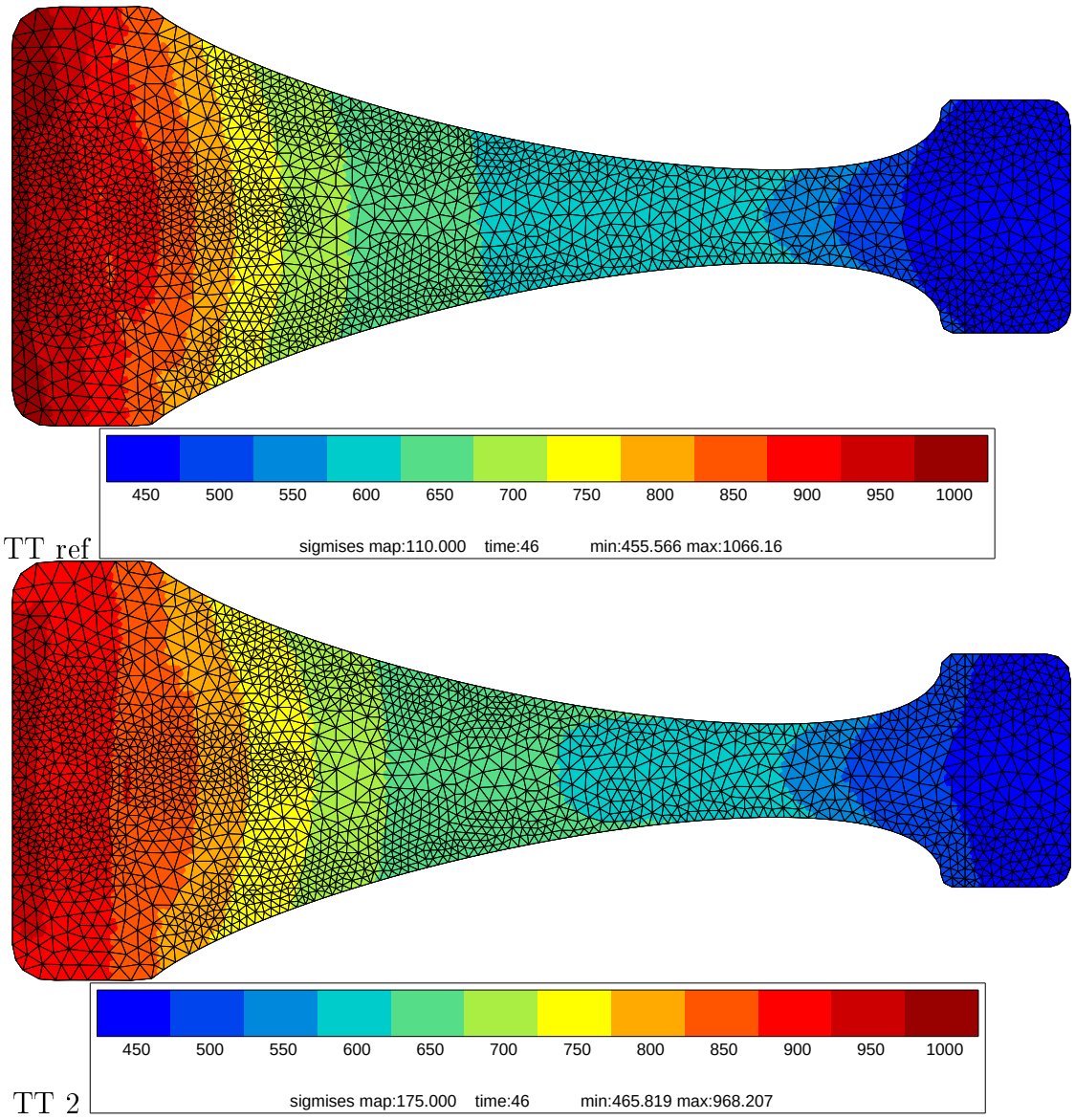


FIG. 7.17. Contrainte de von Mises (en MPa) dans le disque à la fin de la première montée en charge. Disques de grand diamètre.

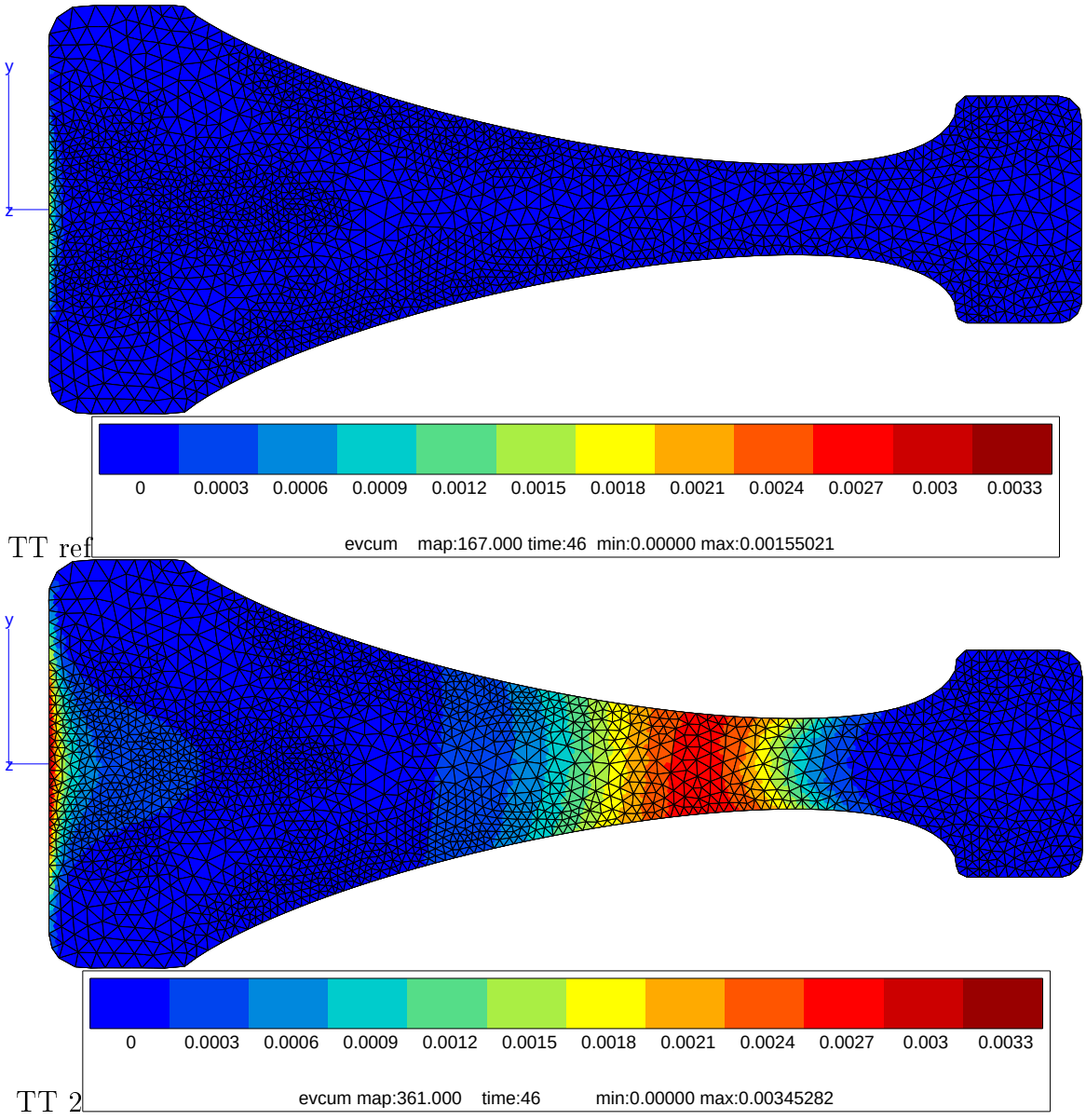


FIG. 7.18. Déformation plastique cumulée dans le disque à la fin de la première montée en charge. Disques de petit diamètre.

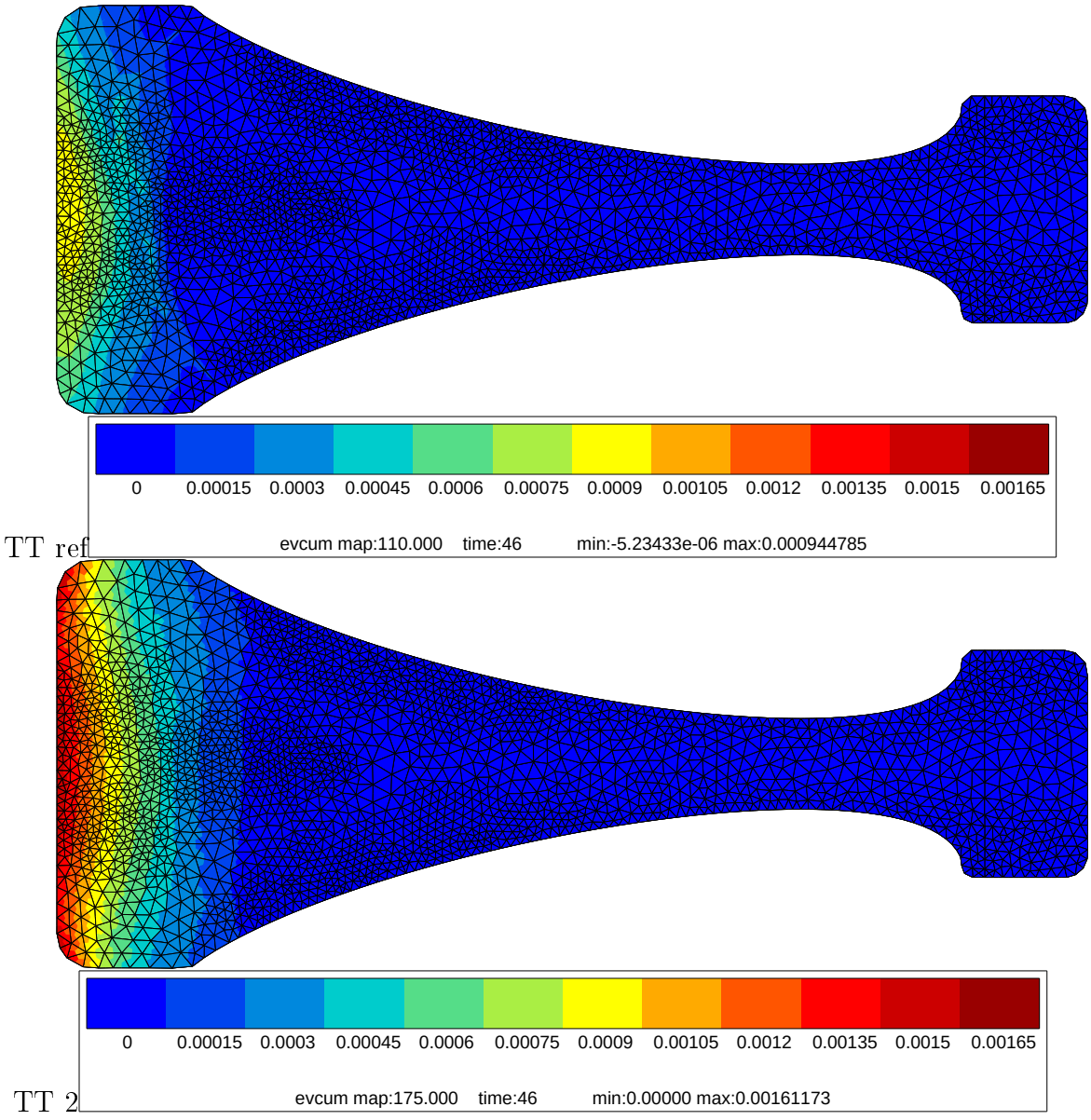


FIG. 7.19. Déformation plastique cumulée dans le disque à la fin de la première montée en charge. Disques de grand diamètre.

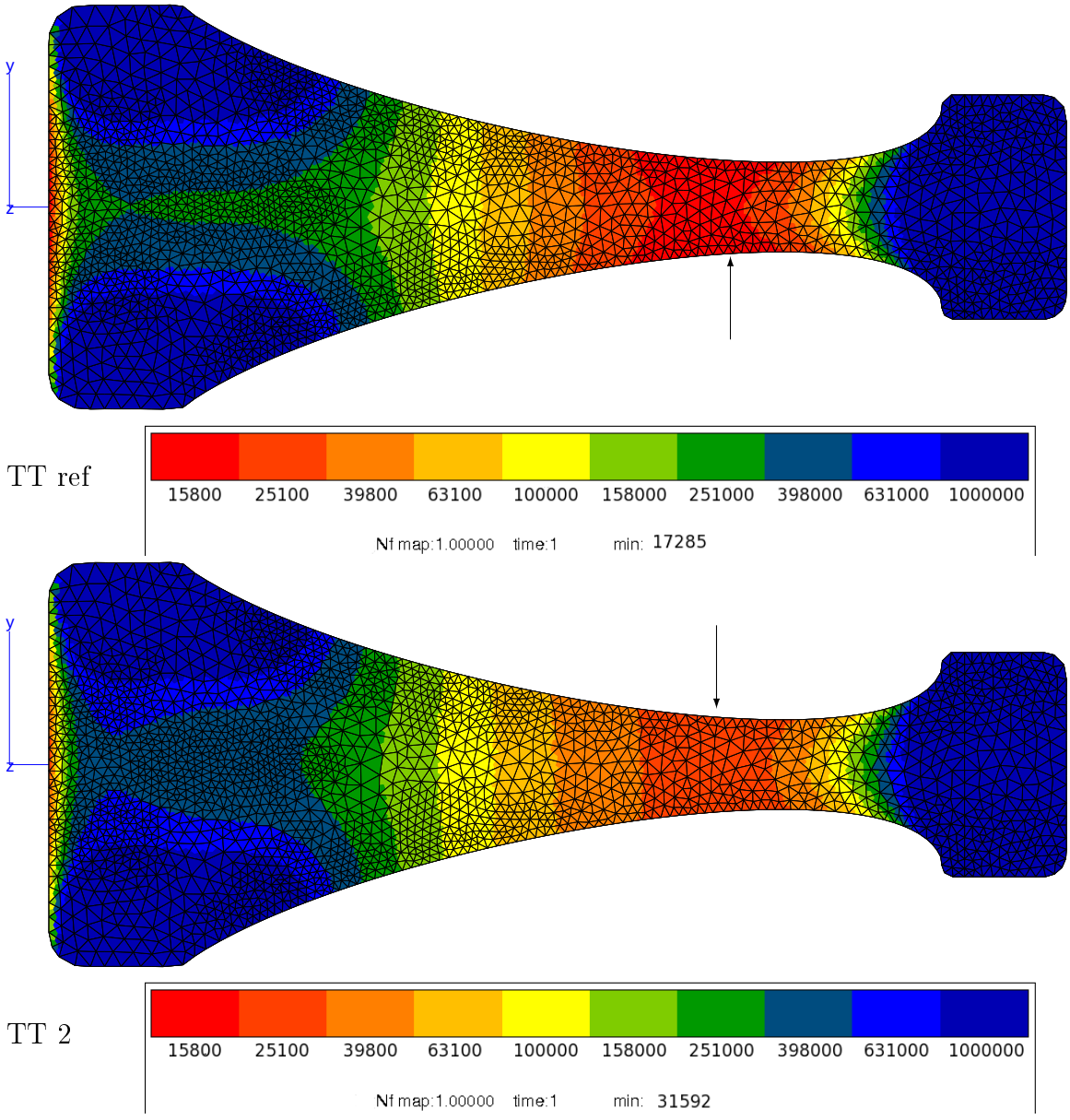


FIG. 7.20. Durée de vie (en cycles) dans les disques de petit diamètre. Les flèches indiquent les points critiques.

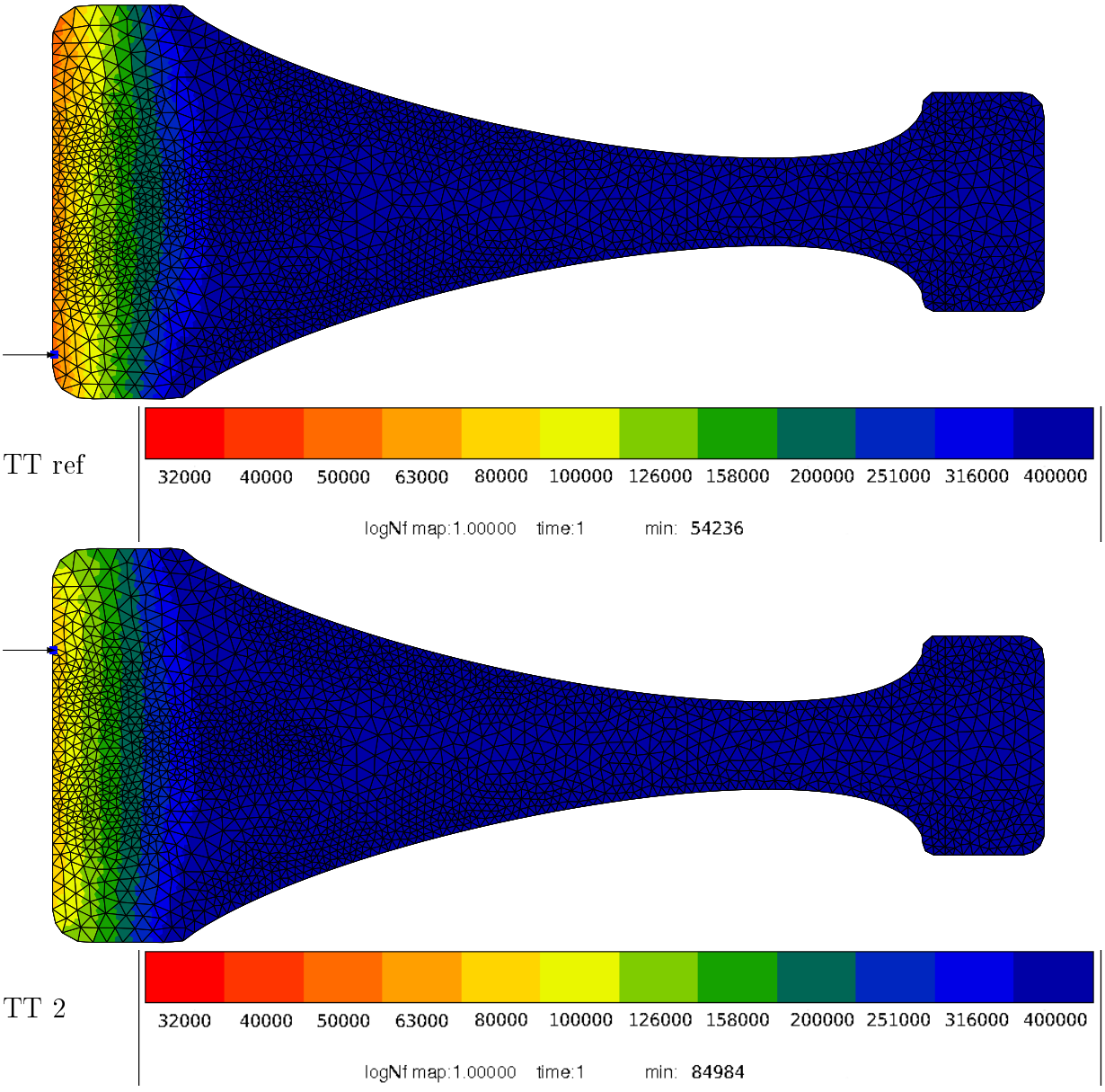


FIG. 7.21. Durée de vie (en cycles) dans les disques de grand diamètre. Les flèches indiquent les points critiques.

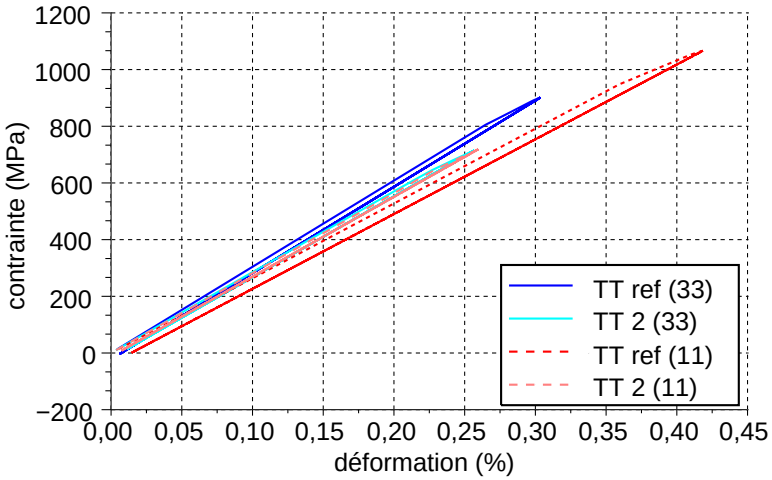


FIG. 7.22. Réponses mécaniques aux points critiques de deux disques de petit diamètre avec différents traitements thermiques, composantes 11 et 33.

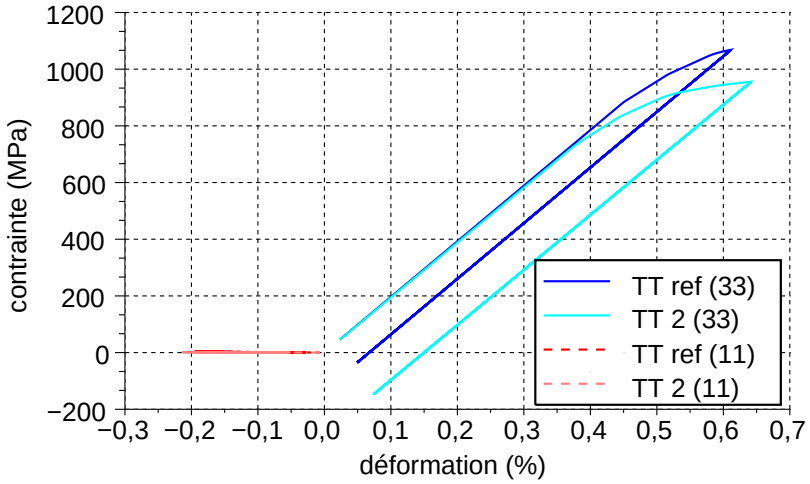


FIG. 7.23. Réponses mécaniques aux points critiques de deux disques de grand diamètre ayant subi différents traitements thermiques, composantes 11 et 33.

Dans le disque de grand diamètre, le point critique est situé dans l'alésage, dans la partie la plus proche de l'axe de rotation du disque. Dans cette zone, le chargement est majoritairement uniaxial selon l'axe $\sigma_{\theta\theta}$ comme le montre la Figure 7.23. Dans un tel cas, l'optimisation de la microstructure pour augmenter la durée de vie est aisée, il suffit que le seuil de plasticité dans la zone critique soit le plus faible possible pour avoir une contrainte moyenne sur le cycle stabilisé la plus faible possible.

Dans le disque de petit diamètre, le point critique est situé dans la toile, à cet endroit le chargement est mutiaxial comme le montre la Figure 7.22. L'optimisation de la microstructure est alors moins évidente, et dépend davantage de la microstructure dans la pièce complète. Néanmoins, on constate que, là aussi, une diminution de la vitesse de trempe entraîne une baisse du seuil de plasticité et une augmentation de la durée de vie, même si cette augmentation reste très faible (facteur 2).

7.5 Optimisation du traitement thermique vis-à-vis de la durée de vie en fatigue

Pour le disque de grand diamètre, l'optimisation du traitement thermique est aisée. Il faut rechercher simplement la limite d'élasticité la plus faible possible sur les points les plus proches du cœur du disque. Cette limite d'élasticité doit cependant être suffisante pour que le disque résiste à l'éclatement. Le traitement thermique correspondant doit ensuite être trouvé par simulation. La limite d'élasticité dans le reste du disque a peu d'importance, le chargement étant généralement suffisamment faible hors de la zone critique du cœur du disque pour que la sollicitation soit très loin d'être critique.

Considérons à titre d'exemple, que, pour résister à l'éclatement, le disque de grand diamètre de la Figure 7.13 doive présenter une limite d'élasticité à 0,2% supérieure à 850 MPa partout, ce qui correspond à un seuil de plasticité de 610 MPa. On peut créer une boucle, prenant en compte les contraintes liées aux conditions réelles du traitement thermique, qui permette de calculer le traitement thermique idéal. Les contraintes liées au conditions réelles du traitement thermique peuvent être que le disque est posé sur un support qui n'a pas le même coefficient de transfert thermique que le fluide de trempe, ou encore que le début de la trempe commence toujours par une trempe à l'air de quelques secondes le temps de mettre en place le refroidissement.

Cette boucle peut avoir une rétroaction très simple :

- augmenter la vitesse de trempe, tant que la limite d'élasticité minimale souhaitée n'est pas atteinte.

ou un peu plus complexe, comme celle-ci en deux étapes :

- Étape 1 : augmenter la température de trempe, tant que la limite d'élasticité

minimale souhaitée n'est pas atteinte pour un revenu optimal.

- définition d'un revenu optimal : avoir des précipités tertiaires de taille 30 nm, dans la zone critique.

- Étape 2 : pour obtenir un revenu optimal : diminuer la température de revenu, tant que la taille n'est pas atteinte.

Ainsi, dans le cas du disque de grand diamètre, en considérant une trempe avec un fluide dont le coefficient de transfert thermique varie du simple au double entre 20 et 1200°C, on obtient que le coefficient de transfert thermique doit être de : 300 $WK^{-1}m^{-2}$ à 20°C et de 600 $WK^{-1}m^{-2}$ à 1200°C, le minimum du seuil de plasticité sur le disque est alors de 616 MPa, mais il est de 797 MPa au point critique du disque. Il faudrait peut-être alors utiliser la boucle pour optimiser la forme de la préforme, via un maillage paramétrique afin d'obtenir une microstructure suffisamment résistante dans la toile mais avec une limite d'élasticité pas trop élevée en cœur de disque. En fait, le modèle serait probablement très utile associé à une fonction coût à minimiser qui prenne en compte la résistance à l'éclatement, à la fatigue, la forme, le traitement thermique, etc, afin de réaliser des optimisations multiobjectifs. Ce type d'optimisation requiert alors des algorithmes un peu plus évolués de type Levenberg-Marquardt.

7.6 Perspectives et discussion sur la boucle d'optimisation

Ici, seule une optimisation assez triviale a été montrée, puisque qu'il suffit de diminuer la limite d'élasticité pour allonger la durée de vie. Cependant, une optimisation multiobjectif requiérerait des algorithmes un peu plus évolués de type Levenberg-Marquardt. Ces algorithmes sont disponibles dans Zset ZeBuLoN. Aussi la boucle d'optimisation complète y a-elle été implémentée.

En perspective, on peut à la fois étendre la boucle d'optimisation et en améliorer chacun des modules. Par exemple, on pourrait utiliser les résultats de modélisation du forgeage pour obtenir la plasticité et les écrouissages résiduels présents dans le matériau au début du traitement thermique et modéliser son influence sur la précipitation et sur la taille de grains. Dans ce cas, on peut aussi imaginer d'optimiser les conditions de forgeage. Ce développement est en cours à l'ENSMA. A terme, un enchaînement de modèles permettant de modéliser la totalité des processus de mise en forme et leur influence sur les propriétés mécaniques et la durée de vie pourrait être envisagé.

Dans le cadre de ce mémoire, le modèle de précipitation choisi est assez simple. Il s'agit d'un modèle de germination/croissance assez classique, avec des paramètres matériau spécifiquement calibrés pour le superalliage N18. De plus, la température au sein du matériau est considérée comme indépendante de la précipitation, or le

changement de phase γ->γ+γ' est exothermique et devrait donc ralentir la précipitation. Il existe différents moyens d'améliorer le modèle de précipitation. Par exemple, l'influence de la chaleur latente de changement de phase γ->γ+γ' pourrait être prise en compte. Cette méthode est plus complexe car le calcul de thermique n'est alors plus indépendant du calcul de précipitation, il est nécessaire de les coupler. Par ailleurs, il serait intéressant de pouvoir obtenir le coefficient de diffusion moyen des éléments γ'-gènes dans γ et l'énergie d'interface directement à partir de la composition chimique de l'alliage afin de pouvoir optimiser la microstructure des matériaux en cours de développement. Associée au logiciel Thermo-Calc, une base de données assez large sur les alliages à base de nickel commence à rendre ce travail possible. Ces travaux sont en cours à l'Onera. Une autre voie pour affiner le modèle serait d'utiliser un modèle en dynamique d'amas en lieu et place d'un modèle de germination/croissance. En effet, ce modèle prend en compte la germination des précipités sans équations supplémentaires.

Un autre développement intéressant serait de prendre en compte dans l'analyse l'influence des contraintes résiduelles dues au traitement thermique et éventuellement au grenaillage du disque. Prendre en compte les contraintes résiduelles dues au traitement thermique nécessiterait un couplage du modèle de précipitation avec la mécanique. Ce couplage précipitation-mécanique aurait d'autres avantages : il permettrait de contrôler la pertinence du premier revenu dit « de détensionnement » qui sert justement à relaxer les contraintes induites dans le matériau par la précipitation et il permettrait de vérifier que les conditions de trempe n'entraînent pas de phénomènes de tapures de trempe (fissuration lors d'une trempe trop rapide). Par ailleurs, si l'on disposait de ce couplage précipitation-mécanique on pourrait également modéliser l'évolution de la précipitation sous chargement mécanique, en particulier la dissolution des précipités de γ'_{III} à 650°C.

L'étude présentée dans ce mémoire est limitée à une température de 450°C. Cependant un disque de turbine subit en service des températures non uniformes allant jusqu'à 650°C. Il serait donc intéressant de connaître l'évolution du comportement à la fois avec la température et la microstructure. Cela nécessiterait une campagne d'essais assez large, d'autant plus si l'on souhaite modéliser les interactions fatigue-fluage à 650°C et au-delà. En outre, au cours de cette étude, des instabilités plastiques ont été observées. Elles avaient déjà été mentionnées dans certains rapports d'essais antérieurs. Leur étude précise et leur influence n'a pu être prise en compte ici, faute de temps. Il serait néanmoins possible d'utiliser le modèle développé par Mazière [125] pour connaître l'influence des instabilités plastiques sur le comportement du disque. Une étude de l'effet des instabilités plastiques ou de l'évolution de la loi de comportement avec la température pourrait s'appuyer non seulement sur des expériences, mais aussi sur l'observation et la modélisation des micromécanismes de plasticité et donc de l'évolution des dislocations et de leurs interactions. Le présent mémoire montre que les mécanismes de plasticité évolue avec la densité de dislocations. Lorsque qu'un matériau est sollicité dans le domaine élastique adapté, tous les grains ne se sont pas plastifiés. Si l'on augmente la déformation plastique maximale, on observe des traces de cisaillement dans un nombre croissant de grains. Si une déformation plastique est cumulée à chaque cycle, une accumulation de dislocations est

observée dans la matrice et les précipités contiennent des segments de dislocations vis. On pourrait facilement envisager de donner au monocristal un comportement qui dépende des densités de dislocations sur les différents systèmes de glissement. De nombreux développements actuels sur les liens entre comportement à l'échelle microscopique et l'échelle macroscopique s'appuient, entre autres, sur l'évolution de la densité de dislocations statistiquement stockées et géométriquement nécessaires ainsi que sur la mise en place de structures de dislocations au sein des matériaux [126, 127, 128].

Le choix de considérer un comportement cristallin pour chaque phase pourrait dès lors être remis en cause. Une modélisation en dynamique des dislocations se justifierait davantage à des échelles aussi fines que la centaine de nanomètres et pourrait, de plus, permettre une meilleure compréhension de l'évolution observée des dislocations. En outre, une compréhension plus fine des mécanismes de microsplasticité pourrait aider à mieux appréhender les liens entre cette microplasticité et l'endommagement. En effet, il a été observé que les mécanismes d'amorçage pouvaient varier avec la température. Or, les mécanismes de déplacement des dislocations activés changent également avec la température. Cela pourrait permettre aussi de déterminer si les amorçages critiques en périphérie de l'éprouvette sont dus à des effets de bord ou d'environnement ou un mélange des deux et de prévoir ainsi l'influence du grenaillage sur la durée de vie.

De plus, une meilleure compréhension des mécanismes de microsplasticité aiderait à répondre aux questions : comment une accumulation de dislocations dans un plan de type {111} conduit-elle à la rupture de l'éprouvette, quelle est la quantité de dislocations et donc de déformation plastique nécessaire à la rupture d'un plan cristallin, est-ce que cette déformation dépend également de l'orientation des grains voisins ou de la nature des joints de grains, quelle est l'influence d'un pore voisin d'un grain orienté à 45° par rapport à l'axe de traction, quelle est l'influence d'un grain rompu sur la plasticité de ses premiers voisins, comment se passe la transition entre la rupture sur des facettes correspondant à des plans {111} et la rupture plus ductile observée au-delà de quelques grains, est-il possible de limiter la propagation de fissures au moyen de l'ingénierie de joints de grains ? Des modèles de « micro-endommagement » commencent à voir le jour (cf. annexe A.7). Ils tentent d'établir un lien entre la déformation plastique cumulée sur le plan de glissement, la formation de bandes de glissement, la création de « marches » en surface du grain dues à une accumulation de dislocations dans ces bandes, et l'énergie nécessaire à la rupture du plan cristallin. Ce type de modèle est adapté pour reconstituer la rupture lors d'un amorçage observé. Mais il est assez peu adapté à la prévision de la rupture car il est très local et dépend fortement de la configuration des premiers voisins. Néanmoins, il permettrait d'identifier les configurations (taille et orientations des grains, positions des pores et positions dans l'éprouvette) les plus critiques. Des études de probabilités permettraient ensuite de connaître les risques de trouver ces configurations critiques au sein du disque. Et pourquoi ne pas imaginer pour le futur, d'avoir la capacité de prévoir la statistique de présence de ces configurations critiques en fonction de chacune des étapes du processus de mise en forme et être ainsi capable d'optimiser tout le processus ...

Synthèse de la Partie 4

Une série de calculs permettant de déduire la résistance à la fatigue du traitement thermique a été mise en place. Elle a permis l'optimisation du traitement thermique d'un disque. Elle consiste en quatre calculs : un calcul de thermique pour obtenir l'évolution de température en tout point du disque, un calcul de microstructure qui permet de calculer la distribution des précipités de phases γ' et d'estimer le seuil de plasticité et un calcul mécanique pour obtenir la réponse mécanique du disque afin de pouvoir calculer finalement la durée de vie. Cette série de calculs a été intégrée à une boucle d'optimisation et permet d'optimiser le traitement thermique du disque vis-à-vis de la durée de vie en fatigue.

En fait, la durée de vie en fatigue et la résistance à l'éclatement ne sont pas les seules contraintes à prendre en compte dans le cahier des charges d'un disque. La résistance à la propagation de fissure ou même au fluage pour les disques soumis à de fortes températures sont aussi des critères importants. Or, ces propriétés varient elles aussi avec la microstructure. On peut donc intégrer dans la boucle d'optimisation d'autres contraintes portant sur la microstructure pour optimiser à la fois la résistance à la fatigue et d'autres propriétés. Un bureau d'Études pourrait également l'utiliser pour optimiser la forme de la préforme ou la forme du disque en même temps que la durée de vie ou la résistance à l'éclatement, via une fonction coût à minimiser. A terme, on peut envisager également d'ajouter d'autres étapes d'élaboration dans cette boucle afin de pouvoir optimiser la totalité du processus. Par exemple, l'influence des conditions de forgeage sur la taille de grains et la précipitation pourrait également être prise en compte.

Cinquième partie

Conclusions et Perspectives

Ce travail de thèse a permis d'étudier l'influence du traitement thermique du disque de turbine en superalliage à base de nickel N18 du moteur M88-2 du Rafale, sur sa durée de vie en fatigue. Le traitement thermique a une influence principalement sur la microstructure. Dans le cadre de cette étude, une microstructure à gros grains résultant d'un traitement thermique supersolvus a été choisie afin d'éviter l'amorçage sur inclusions et ainsi de fiabiliser la prévision de la durée de vie. Les paramètres du traitement thermique que l'on a fait varier sont donc la vitesse de trempe, ainsi que la durée et la température des revenus. Ils ont un effet sur la microstructure intragranulaire. Celle-ci est constituée de précipités sphériques à cuboïdaux de phase γ' dans une matrice de phase γ. Ces précipités peuvent être classés en plusieurs populations selon leur taille.

L'étude de l'influence du traitement thermique sur la durée de vie en fatigue a nécessité plusieurs modèles, l'un pour décrire l'effet du traitement thermique sur la microstructure et l'autre pour décrire l'effet de la microstructure sur le comportement et la durée de vie. Cette étude a abouti à une boucle d'optimisation permettant de choisir le traitement thermique aboutissant à la durée de vie en fatigue la plus longue. Cette boucle se décompose en plusieurs étapes. La première consiste à calculer le champ thermique dans la pièce tout au long du traitement thermique, afin de connaître l'évolution de la température en tout point de la pièce. La seconde étape fait appel au modèle de germination coalescence décrit dans la Partie I de ce mémoire. A partir de l'évolution de la température, le modèle permet de calculer les paramètres microstructuraux que sont les tailles et les fractions volumiques des différentes populations de précipités. Ces paramètres permettent le calcul du seuil de plasticité en tout point de la pièce. Un calcul par éléments finis avec un modèle de comportement multicinématique à seuils dont le seuil de plasticité est calculé à l'aide des paramètres microstructuraux, suivi d'un post-processing, permet d'accéder à la durée de vie de la pièce. Dans le cas où l'on optimise uniquement la durée de vie en fatigue, l'optimisation est assez triviale, puisque qu'il suffit de diminuer la limite d'élasticité et donc de diminuer la vitesse de trempe pour allonger la durée de vie. Cependant, le modèle est adapté à une utilisation avec une fonction coût intégrant des algorithmes de type Levenberg-Marquadt, si l'on souhaite une optimisation multiobjectif. Par exemple, on pourrait vérifier la tenue du disque à l'éclatement, car une diminution de la limite d'élasticité qui augmente la durée de vie en fatigue risque d'entraîner une diminution de la tenue à l'éclatement.

Pour réaliser cette boucle de calcul, plusieurs modèles ont été développés et identifiés. Tout d'abord, l'influence du traitement thermique sur la microstructure intragranulaire a été étudiée et modélisée au moyen d'un modèle de germination-coalescence. Ce modèle a été calibré sur des résultats expérimentaux de la littérature sur du N18 à petits grains et sur les résultats expérimentaux issus de la thèse pour la microstructure à gros grains.

Ensuite, l'influence de la microstructure intragranulaire sur le comportement et la durée de vie en fatigue a été étudiée afin de pouvoir prévoir la durée de vie. Trois principales conclusions sont à dégager de cette partie :

- La première concerne l'influence très faible de la microstructure intragranulaire sur la durée de vie en fatigue d'un disque de turbine à 450°C. Quelle que soit la microstructure, le N18 à gros grains à 450°C présente toujours la même courbe de fatigue.

- La seconde est que la microstructure intragranulaire joue, par contre, un rôle très important dans le comportement en fatigue, car elle contrôle la limite d'élasticité du matériau. Cette limite d'élasticité est bien modélisée par des approches de calcul analytique de cission résolue critique.

- De plus, pour le N18 qui présente un fort durcissement cyclique, la limite l'élasticité et la contrainte moyenne sont fortement liées. De ce fait, la microstructure intragranulaire « contrôle » la contrainte moyenne en chargement dissymétrique en déformation imposée. Or, c'est le type de chargement qu'on observe au point critique des disques de turbine haute pression.

Cependant, la contrainte moyenne n'a qu'une influence de second ordre sur la durée de vie (facteur 3 environ). Comme le matériau ne présente qu'une seule loi de fatigue pour toutes les microstructures, l'influence de la microstructure intragranulaire sur la durée de vie est limitée à l'influence de la contrainte moyenne et reste donc faible. Par contre, il est à noter que, contrairement à l'opinion généralement admise, une diminution de la limite d'élasticité entraîne une diminution de la contrainte moyenne et donc une augmentation de la durée de vie.

Une autre conclusion importante concerne la durée de vie du N18. Celle de la microstructure à petits grains est plus longue en moyenne que la durée de vie du N18 à gros grains, mais la durée de vie minimale est comparable pour les deux tailles de grains. En effet, dans la microstructure à petits grains l'amorçage sur les inclusions de grandes tailles qui sont de l'ordre de la taille des poudres et, pour la microstructure à gros grains à 450°C, l'amorçage en fatigue a lieu sur des facettes cristallographiques (plan {111}) orientées à environ 45° par rapport à l'axe de traction, qui ont donc pour taille la taille du grain, c'est-à-dire à peu près la taille des poudres. On peut remarquer, de plus, que l'amorçage se produit soit sur un grain plus gros que la moyenne soit sur un cluster de grains. La taille maximale des grains joue donc un rôle critique. Pour améliorer la durée de vie, on pourrait donc envisager de diminuer la taille de grains. Si, pour cela, on revient à un traitement thermique subsolvus, la taille des inclusions de céramiques issues de l'élaboration par métallurgie des poudres sera plus grande que la taille de grains, et jouera donc le rôle d'amorce critique. Pour augmenter la durée de vie, il faudrait donc réduire à la fois la taille maximale des grains et la taille maximale des inclusions, c'est-à-dire diminuer la taille des poudres.

La démarche qui a été utilisée dans ce travail afin de construire le modèle de comportement qui dépend de la microstructure, a consisté à réaliser des microstructures différentes, à les tester en traction et en fatigue pour différents types de chargement, puis à analyser les résultats obtenus afin de construire un modèle multiéchelle qui rende compte des effets de microstructure. Ce modèle comporte une étape d'estimation du seuil de plasticité des deux phases γ et γ' et deux étapes d'homogénéisation. La première permet de calculer le comportement du monocristal à partir de celui de

chacune des phases et la seconde donne le comportement du polycristal à partir de celui du monocristal. Pour le comportement des phases, un modèle de plasticité cristalline de type Méric-Cailletaud a été choisi. L'identification du comportement du monocristal est assez aisée mais l'identification du comportement des phases est très difficile car on dispose de peu de données expérimentales sur leurs comportements respectifs.

Suite à ces résultats d'expériences et de modélisations, un modèle de comportement macroscopique qui rend compte de l'effet de la microstructure a été utilisé. Il s'agit d'un modèle multicinématique à seuils, dont le seuil de plasticité dépend des paramètres microstructuraux (rayon équivalent et fraction volumique des différentes populations de précipités). Ce modèle est plus rapide et donc plus adapté à l'utilisation dans la boucle d'optimisation.

L'approche multiéchelle est plus physique qu'une approche phénoménologique mais, faute d'avoir une bonne connaissance du comportement de chacune des phases, il n'est sans doute pas nécessaire d'aller jusqu'à leur modélisation. Le modèle à double homogénéisation apporte finalement assez peu de réponses dans le cas du superalliage N18. En effet, on montre qu'on ne peut pas considérer les précipités comme purement élastiques et qu'ils ont principalement pour effet d'augmenter le seuil de plasticité de la matrice. Un modèle avec une seule homogénéisation, celle qui permet le passage du comportement du monograin à celui du polycristal, intégrant un seuil de plasticité qui varie avec la microstructure, est suffisant pour appréhender les effets de microstructure. Le modèle à double homogénéisation aurait sans doute davantage sa place pour modéliser un matériau qui s'adoucit cycliquement et dont l'écrouissage cinématique joue un rôle plus important.

Lorsque l'on applique la boucle d'optimisation, on remarque avant tout que, du fait de la faible influence de la microstructure intragranulaire sur la durée de vie, le N18 est un matériau très robuste et qu'un changement de traitement thermique modifie très peu sa durée de vie en fatigue. Néanmoins, il reste possible de l'améliorer légèrement. Pour cela, il faut diminuer la vitesse de trempe afin d'obtenir des précipités plus gros et ainsi en diminuer la limite d'élasticité. De plus, comme on modélise le comportement et la microstructure du N18 en tout point de la pièce, il est possible de déterminer également la microstructure la plus résistante vis-à-vis du fluage, qui dépend fortement de la fraction volumique de précipités tertiaires de γ', ou vis-à-vis de la résistance à l'éclatement. Par ailleurs, on peut également envisager d'optimiser la géométrie de la préforme ou du disque pour obtenir la microstructure souhaitée sans recourir à des expérimentations coûteuses.

En perspective, on peut améliorer chacune des étapes de la boucle d'optimisation, en utilisant des modèles plus physiques, tels que la dynamique d'amas pour modéliser la précipitation, ou la dynamique des dislocations pour mieux appréhender le comportement d'un monograin. On peut également étendre la boucle d'optimisation pour y intégrer les étapes précédentes de l'élaboration, afin de connaître leur influence sur les différentes propriétés mécaniques critiques pour le disque.

Annexe A

Annexes

A.1 Moyens expérimentaux

A.1.1 Préparation des échantillons pour les observations microstructurales

MEB : Afin de pouvoir observer la microstructure intragranulaire au microscope électronique à balayage les échantillons, traités thermiquement, sont découpés, puis la face coupée est polie mécaniquement jusqu'à l'utilisation d'une pâte de diamant (1/4 micromètre). Les éprouvettes sont ensuite attaquées chimiquement avec une attaque Glyceregia pendant une minute. L'attaque Glyceregia est composé de 43% de glycérol (pur à 99,5%), de 43% d'acide chlorhydrique (concentration 32%) et de 14% d'acide nitrique (concentration 65%).

MET : Pour les observations au microscope électronique en transmission, des disques de 3 millimètres de diamètre et d'un millimètre d'épaisseur ont été extraits du centre du fût des éprouvettes rompues par électroérosion. Ces disques ont été polis mécaniquement jusqu'à une épaisseur d'environ 100 μm. Ils sont finalement amincis par voie électrolytique en utilisant la méthode du double jet dans une solution à 45% de butylcellusove, 45% d'acide acétique et 10% d'acide perchlorique à -25°C sous 13 ou 14V selon les microstructures.

A.1.2 Microscopes

Les observations au MEB ont essentiellement été réalisées en mode « électrons secondaires » (SE pour Secondary Electrons). Les deux appareils utilisés sont :

- un microscope Zeiss DSM 962

- un microscope Zeiss DSM 982 GEMINI.

L'analyse EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction) permet d'obtenir des informations sur la nature cristallographique d'un matériau, et notamment de déterminer l'orientation des grains observables en coupe transverse polie. Elle repose sur l'exploitation des diagrammes de diffraction constitués de pseudo-bandes de Kikuchi provenant des électrons rétrodiffusés diffractés par les plans cristallographiques. Il est possible par cette technique de réaliser des cartographies d'orientations cristallographiques. A l'ONERA, un microscope électronique à balayage, Zeiss DSM 960, équipé d'un système TSL (TexSEM Lab) permet d'effectuer ces analyses.

L'appareil utilisé pour la microscopie électronique en transmission est un microscope CM20 de marque Philips opérant à 200 keV.

A.1.3 Éprouvette de Fatigue

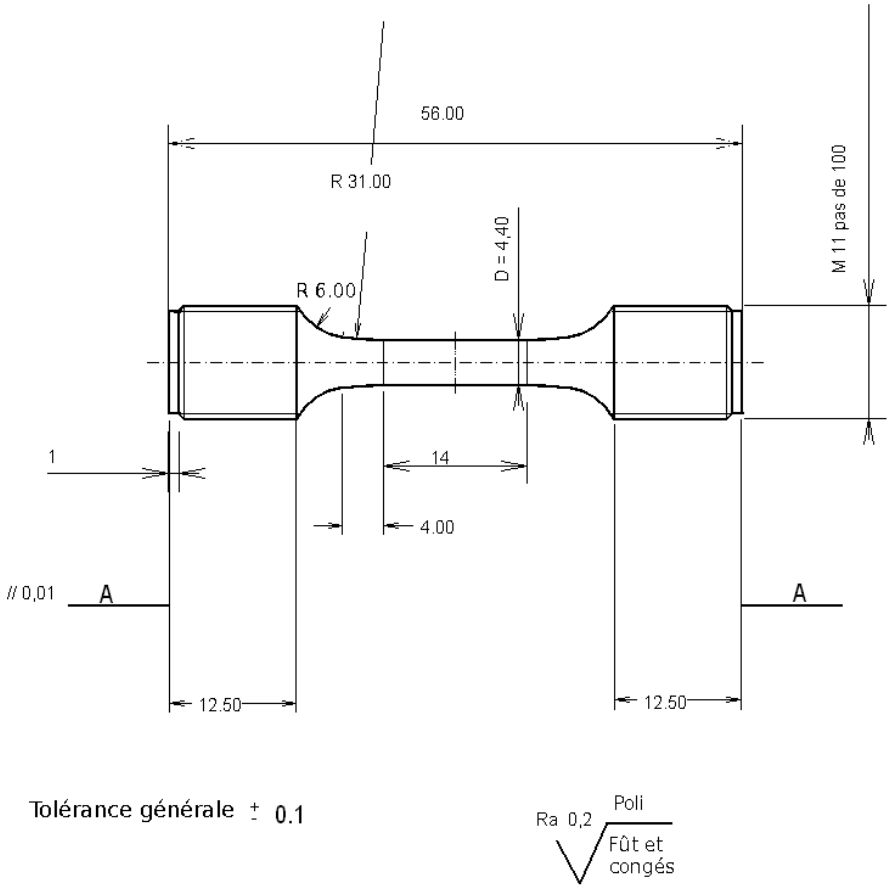


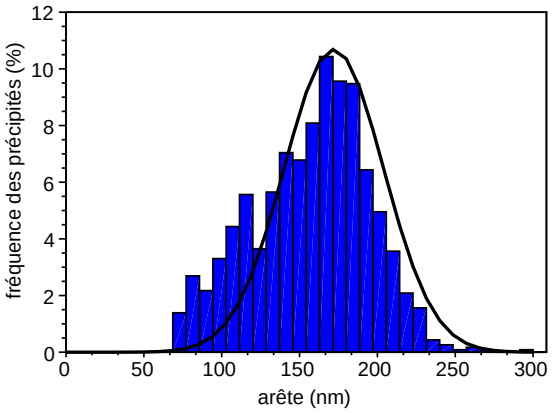
FIG. A.1. Plan d'une éprouvette de fatigue de type FCL15

Le plan des éprouvettes de traction et de fatigue utilisées est présenté sur le Figure A.1.

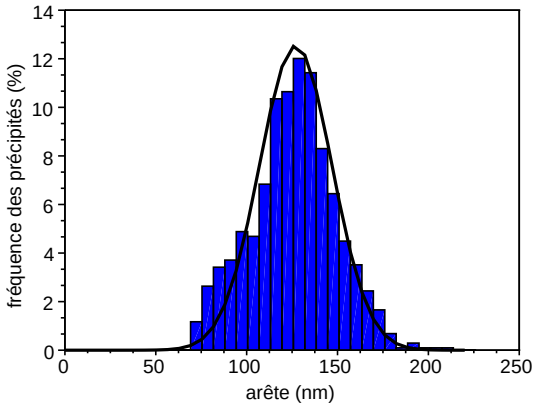
A.1.4 Machine de traction-fatigue

La machine de traction et de fatigue utilisée pour réaliser les essais de ce mémoire est une machine MTS 810 Materials System dotée d'une cellule de 100 kN et d'un bâti prévu pour 250 kN. Un four à résistance à trois zones permet de maintenir l'éprouvette à la température d'essai. Un extensomètre MTS de base 12 mm avec des pointes en biseau est utilisé pour obtenir les mesures de déformation.

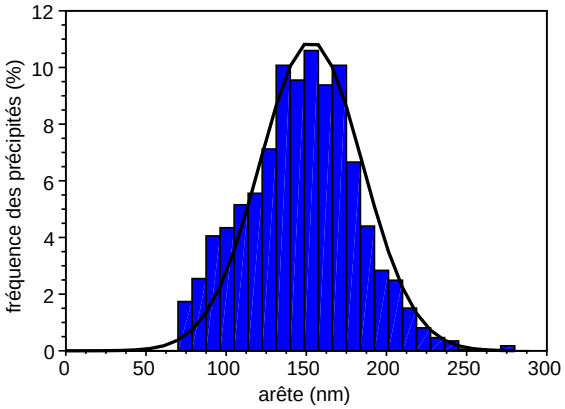
A.2 Analyse d'images



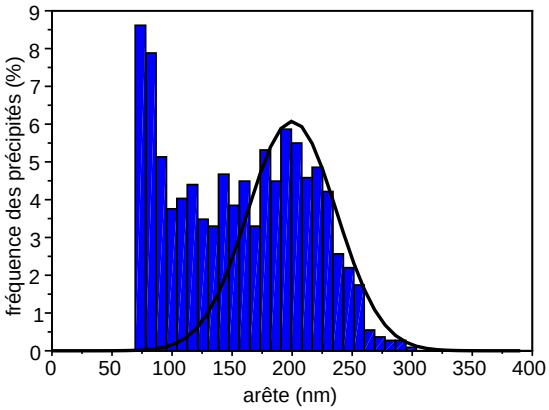
trempe à l'air et revenus standard
moyenne et écart type de la distribution
$\mu = 157\ nm$, $\sigma = 37\ nm$
moyenne et écart type de la gaussienne
$\mu = 172\ nm$, $\sigma = 32\ nm$



trempe à l'eau et revenus standards
moyenne et écart type de la distribution
$\mu = 125\ nm$, $\sigma = 23\ nm$
moyenne et écart type de la gaussienne
$\mu = 127nm$, $\sigma = 20\ nm$



trempe à l'air et revenu 900°C 1h
moyenne et écart type de la distribution
$\mu = 147\ nm$, $\sigma = 34\ nm$
moyenne et écart type de la gaussienne
$\mu = 153\ nm$, $\sigma = 32\ nm$



trempe à l'huile et revenus standards
moyenne et écart type de la distribution
$\mu = 156\ nm$, $\sigma = 56\ nm$
moyenne et écart type de la gaussienne
$\mu = 200\ nm$, $\sigma = 37\ nm$

FIG. A.2. Résultats d'analyse d'images de la taille des précipités secondaires de γ', distribution observée et courbe gaussienne approchée.

Trois à cinq images contenant chacune environ 250 précipités ont été analysées pour chaque microstructure. Chaque micrographie a été seuillée (transformation d'une image en niveau de gris en une image en noir et blanc (cf. Figure A.3)). La fraction surfacique de blanc sur l'image seuillée est assimilée à la fraction volumique de précipités secondaires de γ'. Des mesures sont effectuées ensuite sur chaque pré-

cipité identifié c'est-à-dire sur chaque particule blanche sur l'image qui ne touche aucun bord. En particulier, la hauteur, la largeur et l'aire sont mesurées. Étant données la résolution de l'image ($1px \approx 5nm$) et la forme avec les pointes arrondies des précipités, la hauteur et la largeur mesurées surestiment un peu la taille des précipités. Aussi, il a été choisi de déterminer la taille des précipités à partir de leur surface. Les précipités sont assimilés à des cubes, leur arête équivalente est donc simplement la racine carrée de l'aire des précipités.

La Figure A.2 donne les résultats de cette analyse sur quatres microstructures. « Une bosse » sur la gauche de la distribution correspondant à des tailles de 75 à 125 micromètres est aisément observable sur ces microstructures. Elle correspond à des précipités dont seul le quart est visible à cause d'une division en octocube et/ou à la gêne occasionnée par les précipités voisins lors du grossissement des précipités. Cette « bosse » correspond d'ailleurs au léger « creux » observé pour les précipités deux fois plus gros. La Figure A.3 montre comment une image a été seuillée. Le cercle bleu montre un précipité subdivisé en octocubes, correctement reconnu, et les cercles rouges montrent des précipités subdivisés en octocubes qui sont divisés en plusieurs ou dont seul un des octocubes est identifié lors du seuillage. Pour la microstructure obtenue après trempe à l'huile, les précipités tertiaires de γ' sont tellement gros qu'il n'a pas été possible de les séparer pour la mesure de la fraction volumique. La gaussienne représentée correspond donc au pic des précipités secondaires de γ'. Elle représente 60% de la fraction volumique totale des précipités secondaires de γ'.

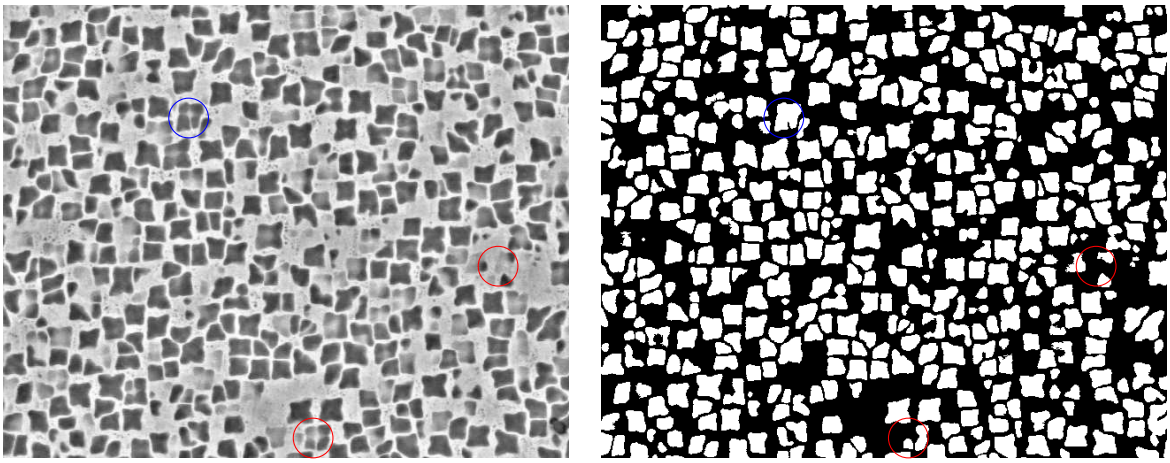


FIG. A.3. Résultats du seuillage d'une micrographie pour la microstructure standard.

A.3 Modèles de precipitation

Dans ce chapitre, différents modèles de précipitation sont exposés ainsi que leurs avantages et inconvénients compte tenu de l'utilisation souhaitée (prévision de la microstructure et du gradient de microstructure au sein d'un disque). Pour chacun de ces modèles, la cinétique et la thermodynamique doivent être prises en compte. En effet, si un diagramme de phase permet de prévoir les phases présentes à l'équilibre thermodynamique dans des conditions de température données, en réalité, le système (l'alliage) ne se trouve pas toujours dans l'état prédit par la thermodynamique (surtout juste après une trempe). Si les cinétiques sont lentes, le système se trouve dans un état hors équilibre qui dépend de l'histoire thermique qu'il a subie. Afin de prévoir correctement les microstructures, il faut donc tenir compte d'une part, de la thermodynamique qui fournit les forces motrices de l'évolution microstructurale et d'autre part, de la cinétique qui décrit la vitesse à laquelle le système évolue.

Trois étapes sont le plus souvent distinguées lors de la précipitation [129]. Tout d'abord, une étape de germination a lieu, lors de laquelle les précipités apparaissent. Puis les précipités croissent en désaturant progressivement la matrice des éléments d'alliage qui les composent. Enfin, lorsque l'un des constituants des précipités se trouve en sursaturation faible ou nulle dans la matrice, les précipités peuvent continuer à grossir par coalescence. Ainsi, le plus souvent, les plus gros précipités grossissent en absorbant peu à peu les éléments d'alliage qui composent les petits. Ces derniers se dissolvent progressivement jusqu'à disparaître complètement.

Des modèles existent pour décrire chacune de ces étapes. Par exemple trois modèles ont été proposés pour décrire l'apparition des précipités : la démixtion spinodale, la germination homogène et la germination hétérogène.

A.3.1 Germination homogène

Pour décrire la germination, il faut évaluer la force motrice thermodynamique, puis la cinétique de l'évolution. Afin de déterminer la force motrice thermodynamique, un bilan d'enthalpie libre lors de la nucléation d'un précipité est réalisé. La cinétique consiste ensuite à décrire le nombre de précipités susceptibles de se former en un temps donné, connaissant la valeur de la force motrice et de l'agitation thermique.

Thermodynamique

Lors de la nucléation d'un précipité, en négligeant les déformations du réseau cristallin, le bilan d'enthalpie libre est le suivant : la variation totale d'énergie libre due à la germination d'un nucléus ΔG résulte de trois processus. D'une part, la création d'un volume V de phase γ' entraîne une diminution de l'énergie libre de volume de $V\Delta G_V$, d'autre part la création d'une interface de surface S induit une

augmentation d'énergie libre de $S\sigma$ (σ énergie d'interface). Enfin le désaccord de densité entre les deux phases génère une énergie de déformation $V\Delta G_d$.

$$\Delta G = -V(\Delta G_V - \Delta G_d) + S\sigma \tag{A.1}$$

Afin de simplifier les calculs, on négligera le terme lié à l'énergie de déformation $V\Delta G_d$.

$$\Delta G = -V(\Delta G_V) + S\sigma \tag{A.2}$$

En considérant les germes comme des sphères de rayon r, on obtient :

$$\Delta G = -\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_V + 4\pi r^2 \sigma \tag{A.3}$$

La valeur de r pour laquelle la dérivée de ΔG s'annule est le rayon critique de germination R^* (un précipité de rayon inférieur à R^* a tendance à décroître et donc à se dissoudre et un précipité de taille supérieure à croître). La valeur de ΔG en R^* est la barrière de germination ΔG^*. C'est l'énergie qu'il faut apporter au système pour activer la germination.

$$R^* = \frac{2\sigma}{\Delta G_V} \tag{A.4}$$

$$\Delta G^* = \frac{16\pi\sigma^3}{3(\Delta G_V)^2} \tag{A.5}$$

La Figure A.4 représente l'enthalpie libre de formation d'un nucléus en fonction de sa taille et de la température pour le N18 petits grains vierge de précipité d'après le modèle choisi par Milhet-Gayraud [8]. La valeur de $\Delta G_V = \Delta G_p$ choisie est celle du binaire Ni-Al calculée par Wendt et Haasen [130]. Elle est définie comme un polynôme de degré 3 de la sursaturation en aluminium, dc ($\Delta G_p = 7495591dc^3 - 561508dc^2 + 19432,54dc$). La valeur de σ est de 0,027 $J.mol^{-1}$. Pour une température très élevée (1190°C, courbe verte) il n'est pas thermodynamiquement intéressant de créer des précipités. La courbe est donc toujours croissante, ce qui signifie que, quelle que soit leur taille, les précipités ont tendance à se redissoudre. Pour une température un peu plus faible (1185°C, courbe rouge), le rayon critique R^* est de 10 nanomètres et la barrière de germination ΔG^* est élevée (environ 50 $J.mol^{-1}$). Les précipités qui parviennent à atteindre la taille de 10 nanomètres ont donc tendance à croître tandis que les plus petits ont tendance à se redissoudre. Les deux autres courbes représentent l'enthalpie libre de formation d'un nucléus en fonction de sa taille pour des températures plus faibles. Le rayon critique de germination et la barrière de germination diminuent avec la température.

Pour les faibles rayons (partie croissante de la courbe), c'est le terme de surface qui prédomine alors que pour les plus grands (partie décroissante), c'est le terme de volume ΔG_V.

Une remarque intéressante est que pour une énergie de surface faible, la taille du germe critique est faible. De ce fait, l'énergie d'activation (ΔG^*) tend vers zéro

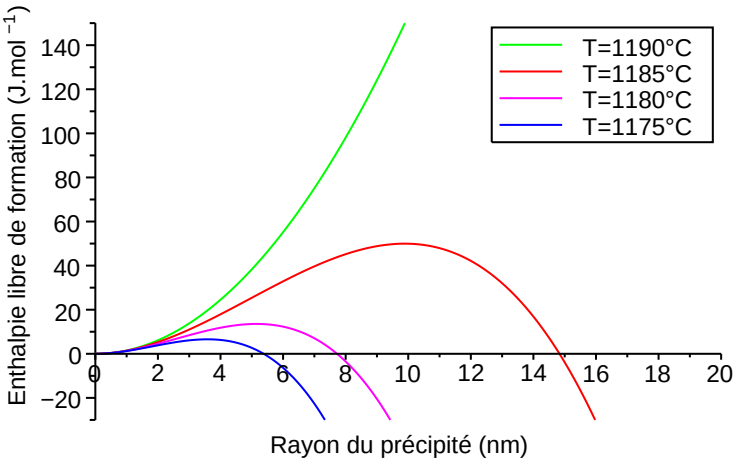


FIG. A.4. Germination homogène. Enthalpie libre de formation des nuclei en fonction de leur taille et de la temperature. Données issues de [8].

lorsque l'énergie de surface tend vers zéro. Or, du fait de la cohérence entre la matrice et le précipité, l'énergie de surface est faible dans les superalliages à base de nickel (pour des précipités cohérents elle est de l'ordre de 15 à 90 mJ/m^2). Pour de telles valeurs de l'énergie de surface, l'hypothèse d'une germination homogène est plausible, car la différence d'énergie de surface entre un germe dans la matrice et un germe sur un support (défauts, joints...) reste faible, de ce fait les différences de taille critique de germination ainsi que d'énergie d'activation entre un germe issu de la germination homogène et un autre issu de la germination hétérogène, seront très faibles.

Cinétique

La cinétique consiste à déterminer le nombre de précipités susceptibles de se former en un temps donné connaissant la valeur de la force motrice et de l'agitation thermique, c'est-à-dire le taux de germination. Il représente le nombre de germes qui franchissent la barrière d'énergie en un temps donné. Il correspond au nombre de particules de taille critique multiplié par la probabilité qu'un germe de taille critique croisse (Richard Becker et Werner Döring [131]). En effet, obtenir un germe de taille critique n'est pas une condition suffisante. Il est nécessaire de lui ajouter encore un atome pour que cet embryon de taille critique atteigne le côté descendant de la courbe d'enthalpie libre de formation d'un nucléus.

Le taux de nucléation ainsi trouvé est corrigé par le facteur de Zeldovich (1/Z). Celui-ci sert à prendre en compte la probabilité d'avortement d'un germe de taille légèrement plus grande que la taille critique (due à l'effet capillaire de Gibbs-Thompson de la forme $2\sigma/R^*$).

Le taux de germination, J_n, est donc donné par l'équation :

$$Jn = \frac{18D}{d_m^4 R^*} \left(\frac{\Delta G^*}{3\pi k_B T} \right)^{1/2} e^{\frac{\Delta G^*}{k_B T}} \tag{A.6}$$

Z facteur de Zeldovich, $Z = \left(\frac{\Delta G^*}{3\pi k_B T} \right)^{-1/2}$

D le coefficient de diffusion de l'aluminium dans le nickel (ou plus généralement des éléments γ'-gènes dans la matrice)

d_m est le paramètre de maille de la phase γ'

k_B est la constante de Boltzmann

T la température en Kelvin.

Effet lors d'une trempe

Avec ce modèle, lorsque l'on trempe rapidement, la température de début de précipitation est basse. Donc la barrière de germination est basse et le rayon critique faible. De ce fait, la probabilité de créer un germe de taille critique est forte, et le taux de germination est élevé. La microstructure contient donc en début de trempe beaucoup de germes de très petite taille. Par contre, lorsque la vitesse de refroidissement est plus faible, la température de début de précipitation est élevée. La barrière de germination est donc très élevée et le rayon critique de germination très grand. La taux de germination est donc faible. Dans ce cas, la microstructure en début de trempe contient très peu de germes mais ils sont déjà assez gros.

A.3.2 Autres modèles pour générer des nucléi dans une matrice monophasée

Dans le cas de la démixtion spinodale, il n'y a pas de germination à proprement parler. C'est la composition de la matrice dans tout le volume, simultanément, qui est modulée entre deux valeurs : l'une plus riche, l'autre plus pauvre en éléments γ'-gènes. Des interfaces séparant les deux phases apparaissent plus tard.

Dans un modèle de germination homogène, la microstructure initiale est supposée parfaite, sans le moindre défaut. Or, c'est rarement le cas dans la réalité. Dans le cas d'une solution solide, il y a souvent des joints de grains, des impuretés, des dislocations... Ces défauts constituent des lieux privilégiés pour la germination car l'énergie interfaciale d'un germe y est moindre. Le modèle de germination hétérogène permet de prendre en compte ces sites préférentiels de germination.

Cependant, dans ces alliages, la précipitation est massive et brutale, il est d'ailleurs impossible de créer une microstructure sans précipités même par hypertrempe [8].

Ce type de comportement correspond donc davantage à la précipitation homogène qu'à la précipitation hétérogène. Par ailleurs le modèle de précipitation homogène est plus simple. Il est plus difficile de faire un choix entre démixtion spinodale et germination homogène. Les arguments en faveur de la germination homogène sont que le modèle est plus ancien donc mieux connu, et qu'il a déjà été appliqué avec succès au N18 par Milhet-Gayraud [8].

A.3.3 Croissance

Un germe de taille supérieure à R^* a tendance à croître. En effet, plus il est gros, plus il est thermodynamiquement stable. Pour croître il doit absorber des atomes (éléments γ'-gènes) qui se trouvent en solution dans la matrice. Comme ces atomes doivent se trouver à proximité de l'interface pour être absorbés, la diffusion des éléments γ'-gènes dans la matrice va jouer un rôle sur la cinétique de croissance. Le second facteur clef de la croissance est la réaction de l'interface, c'est-à-dire la vitesse h à laquelle une surface unitaire de l'interface peut absorber les atomes pour des concentrations données en éléments γ'-gènes à l'interface.

Une approche classique simple [129] consiste à dire que la vitesse de croissance d'une particule est décrite par le nombre (n) d'atomes de soluté absorbés par la particule par unité de temps, ce nombre étant égal à la vitesse de réaction d'incorporation h que multiplie le flux d'atomes de soluté qui arrive à l'interface.

$$\frac{dn}{dt} = 4\pi R^2 h(c_m^{interface} - c_m^{eq}) \tag{A.7}$$

avec $c_m^{interface}$ la concentration en élément γ'-gènes à l'interface et c_m^{eq} la concentration en élément γ'-gènes à l'équilibre pour cette température.

Pour une particule de forme sphérique, dans un état quasi-stationnaire (l'interface se déplace sans que la forme du profil ne soit modifiée), l'équation de diffusion s'écrit en coordonnées polaires :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{D}{r^2}\frac{\partial}{\partial r}\left(r^2\frac{\partial c}{\partial r}\right) = 0 \tag{A.8}$$

D'où :

$$\frac{\partial}{\partial r}\left(r^2\frac{\partial c}{\partial r}\right) = 0 \tag{A.9}$$

Or, loin du précipité, c'est-à-dire pour $r = \infty$, $c$est égal à c_m et à l'interface, c'est-à-dire pour $r = R$, c est égal à $c_m^{interface}$. En intégrant l'équation A.9, il vient :

$$c = c_m - (c_m - c_m^{interface})R/r \tag{A.10}$$

Le flux à l'interface est le produit du coefficient de diffusion par le gradient de concentration à l'interface.

$$|J| = D(dc/dr)_R = D\frac{c_m - c_m^{interface}}{R} \tag{A.11}$$

A l'aide des équations A.7 et A.11 :

$$\frac{dn}{dt} = 4\pi R^2 \frac{hD}{hR + D}(c_m - c_m^{eq}) \tag{A.12}$$

Cette quantité représente le nombre d'atomes d'éléments γ'-gènes absorbés par l'interface, l'interface absorbe également des atomes déjà présents (nickel). Il faut donc multiplier cette quantité par l'inverse de $(c_{prec} - c_m^{interface})$ pour connaître le nombre total d'atomes qui sont entrés dans le précipité. Cette quantité produit un accroissement de volume de la particule de :

$$4\pi R^2 \frac{dR}{dt} \tag{A.13}$$

Avec

$$\frac{dR}{dt} = \frac{hD}{hR + D}\frac{c_m - c_m^{eq}}{c_{prec} - c_m^{interface}} \tag{A.14}$$

$c_m^{interface}$ n'étant pas connue, il est usuel est alors de prendre $c_m^{interface} \approx c_m^{eq}$.

Lorsque $D >> hR$, c'est la réaction d'interface qui pilote la croissance. Il y a peu de différence entre la concentration à l'interface et la concentration dans la matrice, les atomes ayant largement le temps de diffuser avant d'être absorbés. Lorsque $hR >> D$, c'est la diffusion qui pilote la croissance, et il y a une différence de concentration en éléments γ'-gènes entre l'interface et la matrice loin du précipité, car les éléments γ'-gènes qui diffusent jusqu'à l'interface sont aussitôt absorbés (aussi vite qu'ils arrivent). Ces deux profils sont visibles sur les courbes de la Figure A.5 a et b. Les champs de diffusion de plusieurs précipités peuvent se chevaucher (Figure A.5 c), ce qui modifie le profil de concentration.

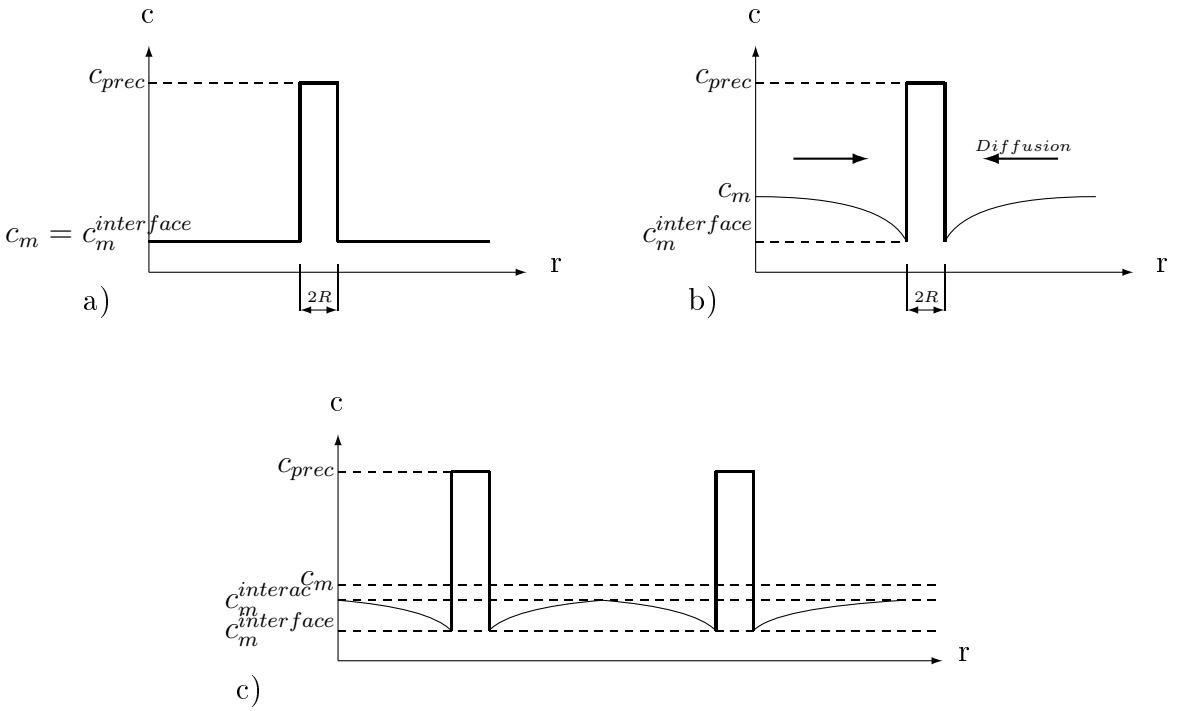


FIG. A.5. Profils de concentration en éléments γ'-gènes au cours de la croissance d'un précipité. a) Précipité isolé, croissance contrôlée par la réaction d'interface. b) Précipité isolé, croissance contrôlée par la diffusion. c) Interférence entre champs de diffusion. [129].

A.3.4 Coalescence

Loi LSW

Lifshitz, Slyozov [132] et Wagner [133] ont développé indépendamment une théorie de cinétique de la coalescence dans un système binaire. Les hypothèses de base de cette théorie sont les suivantes :

- l'évolution de taille du précipité est contrôlée par la diffusion et la concentration en soluté dans la matrice,
- l'existence de gradient de concentration est exclue,
- la diffusion à l'intérieur du précipité est négligeable,
- le précipité est sphérique et libre de toute contrainte (les interactions élastiques sont donc négligées).

Ils ont démontré que l'évolution du rayon des précipités dans ces conditions était de :

$$< R >^3 - < R_0 >^3 = \frac{8\sigma D c_m^{eq} V_m^2}{9 R_g T} t \tag{A.15}$$

avec V_m le volume molaire du précipité, et que la concentration moyenne en soluté évoluait comme :

$$\bar{c_m} - c_m^{eq} = \left(\frac{D(R_gT)^2}{9\sigma^2(c_m^{eq})V_m}t\right)^{-1/3} \tag{A.16}$$

avec c_m^{eq} la concentration d'équilibre en soluté dans la matrice.

Écriture de l'évolution de la taille des précipités

En considérant que la concentration à l'interface est contrôlée par la diffusion, la vitesse d'absorption des éléments γ'-gènes dans un précipité de rayon R est donc :

$$\frac{dn}{dt} = 4\pi R^2 J = 4\pi R^2 \frac{D}{R}(c_m - c_m^{interface}) \tag{A.17}$$

Avec c_m la concentration dans la matrice, c_{prec} la concentration dans le précipité, c_e la concentration d'équilibre dans la matrice. $c(R) = c_m^{interface}$, la concentration à l'interface γ/γ' pour un précipité de taille R

La vitesse de grossissement du précipité est donc définie par :

$$\frac{dn}{dt}\frac{1}{c_p - c_m^{interface}} = 4\pi R^2 \frac{D}{R}\frac{(c_m - c_m^{interface})}{c_{prec} - c_m^{interface}} = \frac{4\pi R^2}{V_m}\frac{dR}{dt} \tag{A.18}$$

$$\frac{dR}{dt} = \frac{DV_m}{R}\frac{c_m - c_m^{interface}}{c_{prec} - c_m^{interface}} \tag{A.19}$$

Pour calculer la concentration à l'interface γ/γ' ($c_m^{interface}$), l'équation linéaire de Gibbs est utilisée :

$$c(R) = c_m^{eq} e^{\frac{2\sigma V_m}{Rk_bT}} \approx c_m^{eq}\left(1 + \frac{2\sigma V_m}{Rk_bT}\right) \tag{A.20}$$

On en déduit la vitesse de coalescence (en admettant que $c_m^{interface} << c_{prec}$)

$$\frac{dR}{dt} = \frac{D}{R}\frac{c_m - c_m^{eq} - \frac{d_0}{R}}{c_{prec}} \tag{A.21}$$

avec $d_0 = \dfrac{2\sigma}{k_bT}V_m c_m^{eq}$.

Sans négliger $c_m^{interface}$ devant c_{prec} [134], on a :

$$\frac{dR}{dt} = \frac{D}{R}\frac{c_m - c_m^{eq} - \frac{d_0}{R}}{c_{prec} - c_m^{eq} - \frac{d_0}{R}} \tag{A.22}$$

avec $d0$ la longueur capillaire, $d_0 = \frac{2\sigma}{k_b T} V_m c_m^{eq}$.

Dans le modèle de Gayraud, la valeur de dR/dt est :

$$\frac{dR}{dt} = \frac{D}{R}(c_m - c(R)) = \frac{D}{R}\left(c_m - c_m^{eq} - \frac{d_0}{R}\right) \tag{A.23}$$

avec $d_0 = \frac{2\sigma}{k_b T c_{prec}^2} V_m c_m^{eq}$.

A.3.5 Effet des interactions élastiques

Il existe au sein du matériau plusieurs sources de distorsions élastiques du réseau. D'une part, les paramètres de maille de la phase γ et de la phase γ sont différents. De ce fait, il existe un écart paramétrique entre les deux phases. Néanmoins, cet écart paramétrique est faible (environ 0,003) si bien que la matrice γ et le précipité γ' restent cohérents. Cette cohérence est maintenue grâce à des distorsions élastiques lorsque la phase γ' précipite au sein de la phase γ.

D'autre part la mobilité de l'interface régit la croissance de la phase fille et donc son faciès. Or, cette mobilité dépend fortement de la structure cristallographique. Elle est pratiquement nulle pour une interface cohérente et maximale pour une interface incohérente. Or dans la courbure des « pointes » du cuboïde la cohérence est plus difficile à maintenir que sur les côtés. Elle a tendance à croître plus vite, ce qui entraîne une modification de la forme des précipités. Elle est de plus en plus éloignée du cube avec des pointes qui «saillent» jusqu'à devenir un octocube. Une autre explication est donnée par Doherty puis par Ricks *et al.* [16, 135]. Elle consiste à remarquer que, lorsque une instabilité engendre une excroissance sur une surface lisse, la diffusion autour d'une excroissance est plus importante qu'autour de la surface lisse. La croissance de la protubérance est accélérée, c'est l'effet «pointe de diffusion». Or, comme c'est la diffusion qui contrôle la croissance du précipité, la croissance est plus forte sur les excroissances, d'où le fait que les excroissances sont de plus en plus saillantes. Cette approche est confirmée par des analyses EDX. Lors de la précipitation, il se forme autour du précipité une zone appauvrie en éléments γ'gènes (cf. Figure A.5). Müller *et al.* [136] ont constaté que les zones appauvries sont moins étendues autour des sommets des cuboïdes qu'autour des faces.

En fait, d'après Loyer-Danflou [18], les contraintes de cohérence initient ces excroissances, puis les effets « pointe de diffusion » accélèrent la croissance des protubérances. Cependant une structure cubique ou octocubique est plus stable que la structure en ailes de papillon [136, 137] et un maintien à haute température entraîne un retour à la microstructure cubique ou octocubique.

Ces effets ne sont pas pris en compte dans le modèle présenté. En effet, dans l'équation A.1 le terme d'énergie élastique a été négligé pour simplifier les calculs.

A.3.6 Autres méthodes de modélisation de la précipitation

Dynamique d'amas

La dynamique d'amas considère les précipités comme des amas d'atomes (ou de molécules). Ces amas sont classés en fonction de leur taille, c'est-à-dire du nombre d'atomes qu'ils contiennent. Cette approche aboutit donc, elle aussi, à un modèle en classes de taille, sauf que la différence de taille d'une classe à l'autre est très faible puisqu'elle ne diffère que d'un atome. L'évolution de la précipitation est décrite par les échanges d'atomes entres les amas de différentes tailles. Cette méthode nécessite également des moyens de calculs importants, notamment en mémoire, car un grand nombre de classes de taille est nécessaire. Les atomes en solution sont représentés par les amas de tailles très faibles (quelques atomes). L'avantage de cette méthode est donc de ne pas avoir besoin d'un modèle de germination [138].

Champs de phases

La méthode des champs de phases est une approche mésoscopique globale. Les étapes de germination et croissance n'y sont pas décrites de façon séparée. Pour le cas d'un matériau biphasé la présence d'une phase dans l'espace est définie par un champ continu, une variable « variable d'ordre » qui prend la valeur 1 dans une phase (ici, par exemple γ') et 0 dans l'autre (par exemple γ). L'interface est diffuse, son « épaisseur » dépendant d'une longueur qui fait partie du modèle, et que peut modifier l'utilisateur. Les énergies libres volumiques et interfaciales causées par ces champs et leurs gradients sont calculées ainsi que la cinétique de l'évolution. Un exemple de calcul de microstructure appliqué à la mise en radeau dans les aubes de turbine est présenté Figure A.6. Cette méthode donne de très bons résultats mais nécessite de gros moyens de calcul si l'on souhaite des résultats précis. La discrétisation spatiale fait appel à la méthode des différences finies ou aux éléments finis [139, 140, 141].

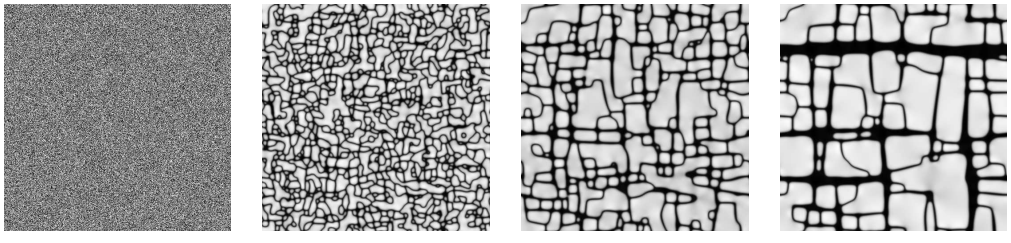


FIG. A.6. Résultats de la simulation de la formation de précipités γ' à partir d'un état initial désordonné par la méthode des champs de phases [140].

A.3.7 Avantages et inconvénients des modèles

Certaines des approximations inhérentes aux modèles de germination/croissance/coalescence et aux modèles en dynamique d'amas limitent normalement l'utilisation de ces modèles aux faibles fractions volumiques de précipités. Le superalliage N18, quant à lui, contient une forte fraction volumique de précipités (env. 50%). Le modèle de champs de phases donne des résultats plus précis et surtout est adapté aux alliages présentant une forte fraction volumique de précipités. De plus, il peut donner des images de la microstructure, plus faciles à comparer à la microstructure réelle qu'une répartition de la taille des précipités. Par contre, il nécessite des moyens de calculs importants et une bonne connaissance des mécanismes physiques en jeu lors de la germination. Or, un certain nombre des paramètres matériau nécessaires à la bonne description de ces mécanismes sont difficilement accessibles, comme par exemple la diffusion dans le système multiphasé, ou l'énergie de formation d'un précipité. Cet inconvénient est malheureusement commun à tous les modèles. Les modèles en classes de taille, tel que le modèle de germination/coalescence ou en dynamique d'amas, présentent un grand avantage en terme de temps de calcul par rapport au modèle en champs de phases. Jusqu'ici les modèles en dynamique d'amas ont toujours été appliqués à des alliages présentant une faible proportion de précipités. Par contre, les modèles de germination/croissance/coalescence, bien qu'ils ne soient pas prévus pour ces cas-là, ont déjà été utilisés pour prévoir des microstructures avec de fortes fractions volumiques de précipités. De plus, un tel modèle existe déjà pour le N18 [8]. C'est la raison pour laquelle ce modèle a été utilisé. Cependant, les paramètres matériau ont été recalibrés en fonction d'essais plus récents que ceux disponibles lors de son développement initial. Enfin, il a été nécessaire de le valider pour la microstructure à gros grains.

A.4 Fichiers, modèle de Précipitation

A.4.1 Fichier zZfrontBehavior, fichier Precip.z

```
#include <Basic_nl_behavior.h>
#include <Basic_nl_simulation.h>
#include <ZMath.h>


@Class PRECIP : BASIC_NL_BEHAVIOR, BASIC_SIMULATOR {
 @Name      Precip;

 int nmax;
 double Rmin;
 double Rmax;
 int ntrough;

 @Coefs     cal, dgp1, dgp2, dgp3, sigma, D0, q, vm2, fprim;

 @vVarInt   nR [nmax];
 @sVarInt   fp, dc;
 @sVarAux   jn, ntrough_d;
 @sVarInt   indic;
 @vVarAux   pop [nmax], f [5], rmoyp [5], rmax [5];

 STRING frep;
 VECTOR dr_sur_dt;
 VECTOR r;
 VECTOR dR;
 VECTOR vr;
 VECTOR rm;

 double rmoy, ff1, ff2, ff3, ff4, rmoyen1, rmoyen2, rmoyen3, rmoyen4;
 double fce(double);
 double fcp(double);
};

@UserRead {

  if (str=="**size_rep") {
    nmax=file.getint();
    if (!file.ok) INPUT_ERROR("Read failed");
  } else if (str=="**rep") {
    frep=file.getSTRING(); if (!file.ok) INPUT_ERROR("Read failed");
  } else return FALSE;
  return TRUE;
}
```

```
@SetUp {

  rmax[0]=0.0;
  rmax[1]=0.0;
  rmax[2]=0.0;
  rmax[3]=0.0;
  rmoyp[0]=0.0;
  rmoyp[1]=0.0;
  rmoyp[2]=0.0;
  rmoyp[3]=0.0;
  f[0]=0.0;
  f[1]=0.0;
  f[2]=0.0;
  f[3]=0.0;

  double cpi;
  VECTOR nrdr;
  nrdr.resize(nmax);
  double na;
  double rgp;
  double kgp;
  double nv;
  double rcn;
  double d;
  cpi=4.*M_PI/3.;

  calc_coef();
  r.resize(nmax);
  dR.resize(nmax);
  vr.resize(nmax);
  rm.resize(nmax);
  dr_sur_dt.resize(nmax);

  double popmax;
  double rpopmax;

  ASCII_FILE rep; rep.open(frep());

\\read the file with the size distribution
  if (rep.ok) {
    for (int i=0;i<=(nmax-1);i++){
      r[i]=rep.getdouble();
      nR[i]=rep.getdouble();
    }
  }

  na=6.023e23;
  rgp=8.3143;
  kgp=rgp/na;
```

```
//
// Calculation of the statistical values of the distribution
//

  fp=0;
  rmoy=0;
  nv=0;
  popmax=0;


  for (int i=0;i<=nmax-2;i++){
    rm[i]=(r[i]+r[i+1])/2;
    dR[i]=(r[i+1]-r[i]);
    vr[i] = cpi*rm[i]*rm[i]*rm[i];
    pop[i]=(nR[i]+nR[i+1])/2*dR[i]*vr[i];

    if (pop[i]>popmax){
      popmax=pop[i];
      rpopmax=rm[i];
    }

    rmoy=rmoy+rm[i]*nR[i];
    nv=nv+nR[i];
    fp=fp+pop[i];
  }

    dR[nmax-1]=dR[nmax-2];
    rm[nmax-1]=r[nmax-1];
    vr[nmax-1] = cpi*rm[nmax-1]*rm[nmax-1]*rm[nmax-1];
    nR[nmax-1]=0;
    pop[nmax-1]=nR[nmax-1]*vr[nmax-1];
    rmoy=rmoy+rm[nmax-1]*nR[nmax-1];
    nv=nv+nR[nmax-1];
    fp=fp+pop[nmax-1];

Out<<"r[nmax-1]=" << r[nmax-1]<<endl << flush;
\\Look at this value to be sure that the file
\\with the size distribution is correctly read
}


@Integrate {

calc_coef();

  int rank = EXTERNAL_PARAM::rank_of("temperature");
  double temperature=(*curr_mat_data->param_set())[rank];
```

```
VECTOR nrdr;
nrdr.resize(nmax);
double cpi;
double popmax;
double rpopmax;
double na;
double rgp;
double kgp;
double nv;
double rcn;
double d;

cpi=4.*M_PI/3.;
na=6.023e23;
rgp=8.3143;
kgp=rgp/na;

calc_coef();

double theta=temperature+273; //temperature in Kelvin
double ce=fce(temperature);
double cp=fcp(temperature);

// Calculation of statistical values of the distribution

fp=0;
rmoy=0;
nv=0;
popmax=0;

for (int i=1;i<=nmax-2;i++){
  nrdr[i]=(nR[i]+nR[i+1])/2.*dR[i];
  pop[i]=nrdr[i]*vr[i];
  if (pop[i]>popmax){
    popmax=pop[i];
    rpopmax=rm[i];
  }

  rmoy=rmoy+rm[i]*nrdr[i];
  nv=nv+nrdr[i];
  fp=fp+pop[i];
}

dR[nmax-1]=dR[nmax-2];
rm[nmax-1]=r[nmax-1];
nrdr[nmax-1]=nR[nmax-1]*dR[nmax-1];
vr[nmax-1] = cpi*rm[nmax-1]*rm[nmax-1]*rm[nmax-1];
pop[nmax-1]=nrdr[nmax-1]*vr[nmax-1];
rmoy=rmoy+rm[nmax-1]*nrdr[nmax-1];
```

```
  nv=nv+nrdr[nmax-1];
  fp=fp+pop[nmax-1];
  rmoy=rmoy/nv;

      //calculation of the sursaturation
  double cm=(cal-((fprim+fp*(1.-fprim))*cp))/((1.-fp)*(1.-fprim));
  //Al-concentration in the matrix at time t
  dc=cm-ce;  //sursaturation in the matrix

    // NUCLEATION

//calculation of the nucleation rate: jn

  double dgp=dc*(dgp1+dc*(dgp2+dc*dgp3));
  rcn=2.0*sigma*vm2/dgp; //critical radius of nucleation

  double DeltaG=cpi*sigma*(rcn)*rcn;
  d=D0*exp(-q/(rgp*theta));
  double d4=exp(4.0*log(vm2/na)/3.0);
  double vm4=vm2*vm2;

  jn=0;
  if (dc>0.0) {
    double dgcrt=16.0*M_PI*sigma*sigma*sigma*vm4*na
                 /(3.0*dgp*dgp*rgp*theta);
    if (dgcrt<100.0) {
      double den=d4*rcn/18.0;
      jn=(1-fp)*d*exp(log(dgcrt/(3.0*M_PI))/2.0-dgcrt)/den;
    }
  }

//nucleation
double drcn=1.e-10;
double rj=rcn+drcn;
//(the radius is incremented of one interatomic distance)
  int i=0;

  while (r[i]<rj & i!=nmax-1) {
      i=i+1;
  }
  if (jn>0.0) {
    double dn=jn*Dtime;
    if (dn>10000000.0) {
      if (r[i]!=r[0]) {
      nR[i]=nR[i]+dn/dR[i];
      }
    }
  } //of if jn>0
```

```
  //GROWTH

double rcc;
VECTOR un;
VECTOR a;
VECTOR b;
VECTOR c;
VECTOR dd;
VECTOR P;
VECTOR Q;
un.resize(nmax);
a.resize(nmax-1);
b.resize(nmax-1);
c.resize(nmax-1);
dd.resize(nmax-1);
P.resize(nmax-1);
Q.resize(nmax-1);

d=D0*exp(-q/(rgp*theta));
double delta=dc/(cp-ce);
double d0=2.0*sigma*ce*vm2/(cp*cp*rgp*theta);
rcc=2.0*d0/delta;//critical radius of coarsening

    //calculation of dr (on dt)

double testindic;
testindic=0;
for (int i=0;i<nmax-1;i++) {
  dr_sur_dt[i]=(d0*(d/(r[i]*r[i]))*(r[i]/rcc-1.0));
  un[i]=dr_sur_dt[i]*Dtime;
  if (un[i]>testindic) testindic=un[i];
} //of for i

indic=testindic;
    //equations system to solve
  a[0]=dR[1]+Zmax(un[1],0.);
  b[0]=Zmax(-un[1],0.);
  c[0]=0.;
  dd[0]=0.5*nR[0]*dR[0];
  P[0]=b[0]/(a[0]);
  Q[0]=(dd[0])/(a[0]);


  for (int i=1;i<=nmax-2;i++) {
  a[i]=dR[i]+Zmax(un[i+1],0.)+Zmax(-un[i],0.);
  b[i]=Zmax(-un[i+1],0.);
  c[i]=Zmax(un[i],0.);
  dd[i]=nR[i]*dR[i];
```

```
      P[i]=b[i]/(a[i]-c[i]*P[i-1]);
      Q[i]=(dd[i]+c[i]*Q[i-1])/(a[i]-c[i]*P[i-1]);
      }

      for (int i=nmax-2;i>=1;i=i-1) {
          nR[i]=P[i]*nR[i+1]+Q[i];
      }

   nR[0]=0;
   nR[nmax-1]=0;

// hypothesis of Schwarz and Langer
//int j=1;
//while (r[j]<rcn & j<nmax-1) {
//nR[j]=0;
//j=j+1;
//}


//calcul of fp, variable to control the time increment

   fp=0;

   for (int i=1;i<=nmax-2;i++){
     pop[i]=(nR[i]+nR[i+1])/2*dR[i]*vr[i];
     fp=fp+pop[i];
   }


//PEAKS IDENTIFICATION

   VECTOR der;
   VECTOR fint;
   VECTOR trough;
   VECTOR peak;
   VECTOR rtrough;
   VECTOR rpeak;
   rtrough.resize(4);
   rpeak.resize(4);
   peak.resize(4);
   trough.resize(4);
   VECTOR popmax2;
   rmax[0]=0.0;
   rmax[1]=0.0;
   rmax[2]=0.0;
   rmax[3]=0.0;
   rmoyp[0]=0.0;
   rmoyp[1]=0.0;
   rmoyp[2]=0.0;
```

```
  rmoyp[3]=0.0;
  f[0]=0.0;
  f[1]=0.0;
  f[2]=0.0;
  f[3]=0.0;
  der.resize(nmax);
  int npeak;

  for(int i=1;i<=nmax-1;i++){
    der[i]=pop[i]-pop[i-1];
  }

ntrough=0;
npeak=0;

  for(int i=nmax-4;i>=4;i--){
    if (((der[i-1]>=0 && der[i]>0)) && ((der[i+1]<0 && der[i+2]<=0))) {
      npeak=npeak+1;
      if (npeak<5){
        peak[npeak-1]=i;
        rpeak[npeak-1]=rm[i];
      }

      else {Out<<"npeak = "<< npeak <<
        ". Too much populations of precipitates" << endl << flush;}
    }

    if ((der[i-1]<0 && der[i]<0) && ((der[i+1]>0 && der[i+2]>0) ||
                                     (nR[i]==0))) {
      ntrough=ntrough+1;
      if (ntrough<5){
              VECTOR transit;
              transit.resize(ntrough-1);
              for (int i=0;i<ntrough-1;i++) transit[i]=trough[i];
              trough.resize(ntrough);
              for (int i=0;i<ntrough-1;i++) trough[i]=transit[i];
              trough[ntrough-1]=i;
      }

      else {
        ntrough=4;
        Out<<"ntrough = "<< ntrough <<
          ". Too much populations of precipitates" << endl << flush;
      }
      rtrough[ntrough-1]=rm[i];
    }
  }
        ntrough=ntrough+1;
```

```
  if (ntrough>1) {
//Out<<"trough0="<<trough[0]<<endl;
    popmax2.resize(ntrough);
    fint.resize(ntrough);
    fint[0]=0;
    popmax2[0]=0;
    rmoyp[0]=0;

    for(int i=trough[0]+1;i<=nmax;i++) { //the biggest precipitates
      fint[0]=fint[0]+pop[i];
      rmoyp[0]=rmoyp[0]+rm[i]*pop[i];
      if (pop[i]>popmax2[0]) {
        rmax[0]=rm[i];
        popmax2[0]=pop[i];
      }
    }

    f[0]=fint[0];
    if (fint[0]>0.) {
      rmoyp[0]=rmoyp[0]/fint[0];
    }

    for (int l=1;l<ntrough-1;l++) {
      fint[l]=0;
      rmoyp[l]=0;
      rmax[l]=0;
      popmax2[l]=0;
      for(int i=trough[l]+1;i<=trough[l-1];i++) {
        fint[l]=fint[l]+pop[i];
        rmoyp[l]=rmoyp[l]+rm[i]*pop[i];
        if (pop[i]>popmax2[l]) {
          rmax[l]=rm[i];
          popmax2[l]=pop[i];
        }
      }
      if (fint[l]!=0)  rmoyp[l]=rmoyp[l]/fint[l];
        f[l]=fint[l];
    }
    fint[ntrough-1]=0;
    rmoyp[ntrough-1]=0;
    rmax[ntrough-1]=0;
    popmax2[ntrough-1]=0;

    for(int i=1;i<trough[ntrough-2];i++) {
      fint[ntrough-1]=fint[ntrough-1]+pop[i];
//Out<<"f = "<< fint[ntrough-1] << endl << flush;
      rmoyp[ntrough-1]=rmoyp[ntrough-1]+rm[i]*pop[i];
      if (pop[i]>popmax2[ntrough-1]) {
        rmax[ntrough-1]=rm[i];
```

```
          popmax2[ntrough-1]=pop[i];
        }
      }
      if (fint[ntrough-1]!=0) {
        rmoyp[ntrough-1]=rmoyp[ntrough-1]/fint[ntrough-1];}
      f[ntrough-1]=fint[ntrough-1];
    }

    else {
      popmax2.resize(1);
      fint.resize(1);
      popmax2[0]=0;
      fint[0]=0;
      rmoyp[0]=0;
      for(int i=1;i<=nmax-1;i++) {
        fint[0]=fint[0]+pop[i];
        rmoyp[0]=rmoyp[0]+rm[i]*pop[i];
        if (pop[i]>popmax2[0]) {
          rmax[0]=rm[i];
          popmax2[0]=pop[i];
        }
      }
      if (fint[0]!=0)   rmoyp[0]=rmoyp[0]/fint[0];
      f[0]=fint[0];
    }

}

//definition of fce
double PRECIP::fce(double T)
{  double feq;
     if (T>=1190)  feq=0;
    else if ((T<1190) && (T>=1165))  feq=0.135623085*(1190-T)/(1190-1165);
    else if ((T<1165) && (T>=850)) {
        feq=-7.98e-9*T*T*T+1.9277e-5*T*T-1.5543e-2*T+4.697706;
    }
    else if (T<850)  feq=0.56-(0.56-0.513071)*(T+273.15)/(1123.15);
                     //(1123=850+273.15)

double ce=(cal-0.25*feq)/(1-feq); //ce=(cal-0.25*feq)/(1-feq)
     return ce;
  }

//definition de fcp
double PRECIP::fcp(double T)
{       double cp=2.46e-1+T*(9.47e-6+T*6.03e-10);
        return cp;
  }
```

A.4.2 Fichier matériaux, fichier N18-GG-ss-schw.mat

```
***behavior Precip
 **size_rep  1202     % nombre de lignes a lire
                      % dans le fichier de distribution
 **rep       rep5     % fichier de distribution
 **model_coef
  cal     0.1693254   % concentration initiale en element gamma'-genes

  dgp1    19432.54
  dgp2    -561508.0
  dgp3    7495591.0
                      % coefficients du polynome de
                      %l'energie libre changement de phase

  sigma   0.024       % energie d'interface gamma/gamma'
  D0      0.0164      % terme preexponentiel du coefficient de diffusion
  q       316000.     % energie d'activation de la diffusion
  vm2     7.5e-6      % volume molaire de gamma'
  fprim   0.00        % fraction volumique de precipites primaires
                      % de gamma'
***return
```

A.4.3 Fichier de distribution, fichier rep2

```
5.52585459037824e-10 0.0
5.81643419058954e-10 0.0
6.10701379080085e-10 0.0
6.42815391434044e-10 0.0
6.74929403788002e-10 0.0
7.10420876304318e-10 0.0
7.45912348820635e-10 0.0
7.8513649208535e-10 0.0
8.24360635350064e-10 0.0
8.6771001777266e-10 0.0
9.11059400195255e-10 0.0
9.58967876965248e-10 0.0
1.00687635373524e-09 0.0
1.05982340899074e-09 0.0
1.11277046424623e-09 0.0
1.17128600991235e-09 0.0
1.22980155557847e-09 0.0
1.294471234904e-09 0.0
1.35914091422952e-09 0.0
1.43061196310137e-09 0.0
1.50208301197322e-09 0.0
1.58107073667075e-09 0.0
1.66005846136827e-09 0.0
1.74735339758895e-09 0.0
1.83464833380962e-09 0.0
1.93112415861598e-09 0.0
2.02759998342234e-09 0.0
2.13422225929569e-09 0.0
2.24084453516903e-09 0.0
2.3586803736833e-09 0.0
2.47651621219756e-09 0.0
2.60674495403058e-09 0.0
2.7369736958636e-09 0.0
2.88089871403504e-09 0.0
3.02482373220647e-09 0.0
3.18388547667306e-09 0.0
3.34294722113964e-09 0.0
3.51873763530249e-09 0.0
3.69452804946533e-09 0.0
3.88880650287458e-09 0.0
4.08308495628383e-09 0.0
4.29779585300045e-09 0.0
4.51250674971706e-09 0.0
4.74979898856221e-09 0.0
4.98709122740736e-09 0.0
5.24933970886408e-09 0.0
5.5115881903208e-09 0.0
```

```
5.80141758533627e-09 0.0
6.09124698035174e-09 0.0
6.41155799892629e-09 0.0
6.73186901750085e-09 0.0
7.08586743996863e-09 0.0
7.43986586243642e-09 0.0
7.83109462399248e-09 0.0
8.22232338554853e-09 0.0
8.65469803513503e-09 0.0
9.08707268472153e-09 0.0
9.56492057315767e-09 0.0
1.00427684615938e-08 0.0
1.05708720511573e-08 0.0
1.10989756407208e-08 0.0
1.16826203696378e-08 0.0
1.22662650985547e-08 0.0
1.29112922794418e-08 0.0
1.35563194603289e-08 0.0
1.42691847420137e-08 0.0
1.49820500236985e-08 0.0
1.57698880015223e-08 0.0
1.65577259793462e-08 0.0
1.74284216005926e-08 0.0
1.8299117221839e-08 0.0
1.92613847009364e-08 0.0
2.02236521800337e-08 0.0
2.12871222133421e-08 0.0
2.23505922466504e-08 0.0
2.35259083997078e-08 0.0
2.47012245527651e-08 0.0
2.60001497846686e-08 0.0
2.72990750165721e-08 0.0
2.87346094076265e-08 0.0
3.0170143798681e-08 0.0
3.17566546595718e-08 0.0
3.33431655204626e-08 0.0
3.50965311851302e-08 0.0
3.68498968497979e-08 0.0
3.8787665591141e-08 0.0
4.07254343324841e-08 0.0
4.28669999913725e-08 0.0
4.50085656502609e-08 0.0
4.73753617356139e-08 0.0
4.97421578209669e-08 0.0
5.23578720235143e-08 0.0
5.49735862260618e-08 0.0
5.78643974927146e-08 0.0
6.07552087593675e-08 0.0
6.39500493009176e-08 0.0
```

```
6.71448898424678e-08  0.0
7.0675734696878e-08  0.0
7.42065795512883e-08  0.0
7.81087666006196e-08  0.0
8.20109536499509e-08  0.0
8.63235372937632e-08  0.0
9.06361209375756e-08  0.0
9.54022629624858e-08  0.0
1.00168404987396e-07  0.0
1.05435806544745e-07  0.0
1.10703208102094e-07  0.0
1.16524587117102e-07  0.0
1.2234596613211e-07  0.0
1.28779584922593e-07  0.0
1.35213203713076e-07  0.0
1.42323452098303e-07  0.0
1.4943370048353e-07  0.0
1.57291740219177e-07  0.0
1.65149779954824e-07  0.0
1.73834256943744e-07  0.0
1.82518733932664e-07  0.0
1.92116565339516e-07  0.0
2.01714396746368e-07  0.0
2.12321640893813e-07  0.0
2.22928885041259e-07  0.0
2.34651702793943e-07  0.0
2.46374520546628e-07  0.0
2.59330237804796e-07  0.0
2.72285955062965e-07  0.0
2.86604236999503e-07  0.0
3.00922518936041e-07  0.0
3.16746667729111e-07  0.0
3.32570816522181e-07  0.0
3.50059205571584e-07  0.0
3.67547594620987e-07  0.0
3.8687525360238e-07  0.0
4.06202912583772e-07  0.0
4.27563279204491e-07  0.0
4.48923645825209e-07  0.0
4.72530501813861e-07  0.0
4.96137357802513e-07  0.0
5.22226968508371e-07  0.0
5.48316579214229e-07  0.0
5.77150058230259e-07  0.0
6.05983537246289e-07  0.0
6.37849459721749e-07  0.0
6.69715382197209e-07  0.0
7.04932672994741e-07  0.0
7.40149963792273e-07  0.0
```

```
7.79071089395118e-07 0.0
8.17992214997964e-07 0.0
8.61006711112998e-07 0.0
9.04021207228032e-07 0.0
9.51559577390046e-07 0.0
9.9909794755206e-07 0.0
1.051635971747 83e-06 0.0
1.151635971747 83e-06 0.0
1.351635971747 83e-06 0.0
1.701635971747 83e-06 0.0
2.101635971747 83e-06 0.0
2.551635971747 83e-06 0.0
3.051635971747 83e-06 0.0
4.051635971747 83e-06 0.0
7.051635971747 83e-06 0.0
1.051635971747 83e-05 0.0
```

A.4.4 Fichier de lancement, fichier trempe-100K.inp

```
****calcul integrate
 ***mesh
  **file mon_point_de_gauss.geof

 ***resolution
  **sequence 4
   *time         705.
   *increment     7200
   *iteration    1
   *ratio 0.001
  **automatic_time fp  0.0001 dc 1.e-3
   *first_dtime          0.001
   *max_dtime            0.1
   *divergence 2.  100
   *security 1.5

 ***parameter temperature
 0.    uniform 1200.
705.   uniform  25.

***material
   *file N18-GG-ss-schw.mat
 *integration runge_kutta 1.e-6 1.e-6
 ***output
  **value_at_integration
  **frequency
  *increment 100
 **curve  var_GG_100K.dat
*gauss_var 1,1 fp dc jn f1 f2 f3 rmoyp1 rmoyp2 rmoyp3 rmax1 rmax2 rmax3
               temperature

****return
```

A.5 Résolution numérique implicite du modèle de précipitation

Modèle issu de l'article de Myrh et Grong [22].

On note R_i le rayon pour lequel la pente de la fonction de répartition change. R_i et R_{i+1} sont les bornes d'un intervalle sur lequel la fonction est linéaire et son rayon moyen est noté rm_i. dr_i est la taille de l'intervalle, $dr_i = R_{i+1} - R_i$.

L'équation de l'évolution de la distribution est :

$$\frac{\partial N}{\partial t} = -\frac{\partial}{\partial R}\left(N\frac{\partial R}{\partial t}\right) \tag{A.24}$$

En intégrant cette équation en temps et en rayons, il vient :

$$\int_{R_i}^{R_{i+1}}\int_{t}^{t+\delta t}\frac{\partial N}{\partial t}dtdR = -\int_{t}^{t+\delta t}\int_{R_i}^{R_{i+1}}\frac{\partial}{\partial R}\left(N\frac{\partial R}{\partial t}\right)dRdt \tag{A.25}$$

Entre R_i et R_{i+1} la fonction est linéaire, $N_{rm_i} = \dfrac{N_{i+1} - N_i}{dr_i}$,

$$(N_{rm_i}^{t+\delta t} - N_{rm_i}^{t})dr_i = (N\frac{\partial R}{\partial t}_{R_i} - N\frac{\partial R}{\partial t}_{R_{i+1}})\delta t \tag{A.26}$$

Le calcul de $N\dfrac{\partial R}{\partial t}$ dépend du signe de la vitesse de croissance des particules $\left(v = \dfrac{\partial R}{\partial t}\right)$. Si la vitesse en R_i est négative, les précipités de la classe comprise entre R_i et R_{i+1} décroîssent donc ont tendance à partir vers la classe de rayon inférieur, $(N\dfrac{\partial R}{\partial t})_i$ est donc $N_{rm_i}\left(\dfrac{\partial R}{\partial t}\right)_i$. Si au contraire elle est positive, les précipités de la classe comprise entre R_{i-1} et R_i croissent et ont donc tendance à partir vers la classe de taille supérieure, $(N\dfrac{\partial R}{\partial t})_i$ est donc $N_{rm_{i-1}}\left(\dfrac{\partial R}{\partial t}\right)_i$. De même pour la borne supérieure en i+1, si la vélocité est positive ce sont les précipités de la classe sur laquelle on calcule (R_i à R_{i+1}) qui partent vers la classe supérieure ($(Nv)_{i+1} = N_{rm_i}v_{i+1}$), sinon ce sont ceux de la classe supérieure qui diminuent de taille et passent dans la classe considérée ($(Nv)_{i+1} = N_{rm_{i+1}}v_{i+1}$).

On peut mettre l'équation (A.26) sous la forme (lorsqu'il n'y a pas d'indice temporel, il s'agit du temps $t + \delta t$) :

$$a_i N_{rm} = c_{i-1}Nrm_{i-1} + b_i Nrm_{i+1} + e_i^t Nrm_i{}^t \tag{A.27}$$

Si $v_{R_i} > 0$ et $v_{R_{i+1}} > 0$

$$a_i = dR_i - \delta t\left(\frac{\partial R}{\partial t}\right)_{R_{i+1}}$$

$$c_i = \delta t \left(\frac{\partial R}{\partial t}\right)_{R_i}$$

$$b_i = 0$$

$$e_i^t = dR_i$$

Si $v_{R_i} < 0$ et $v_{R_{i+1}} < 0$

$$a_i = dR_i + \delta t \left(\frac{\partial R}{\partial t}\right)_{R_i}$$

$$b_i = -\delta t \left(\frac{\partial R}{\partial t}\right)_{R_{i+1}}$$

$$c_i = 0$$

$$e_i^t = dR_i$$

Si $v_{R_i} > 0$ et $v_{R_{i+1}} < 0$

$$a_i = dR_i$$

$$b_i = -\delta t \left(\frac{\partial R}{\partial t}\right)_{R_{i+1}}$$

$$c_i = \delta t \left(\frac{\partial R}{\partial t}\right)_{R_i}$$

$$e_i^t = dR_i$$

Si $v_{R_i} < 0$ et $v_{R_{i+1}} > 0$

$$a_i = dR_i + \delta t \left(\frac{\partial R}{\partial t}\right)_{R_i} - \delta t \left(\frac{\partial R}{\partial t}\right)_{R_{i+1}}$$

$$b_i = 0$$

$$c_i = 0$$

$$e_i^t = dR_i$$

On note $d_i = d_i^t {Nrm_i}^t$

$$a_{rm_i} N_{rm_i} = a_{rm_{i-1}} Nrm_{i-1} + a_{rm_{i+1}} Nrm_{i+1} + d_i \tag{A.28}$$

Par récurrence il vient :

$$Nrm_i = P_i N_{rm_{i+1}} + Q_i \tag{A.29}$$

avec $P_i = \dfrac{b_i}{a_i - c_i P_{i-1}}$ et $Q_i = \dfrac{c_i Q_{i-1} + d_i}{a_i - c_i P_{i-1}}$

On suppose que les classes extrêmes sont toujours vides. $N_1 = 0$

$N_{R_{max}} = 0$

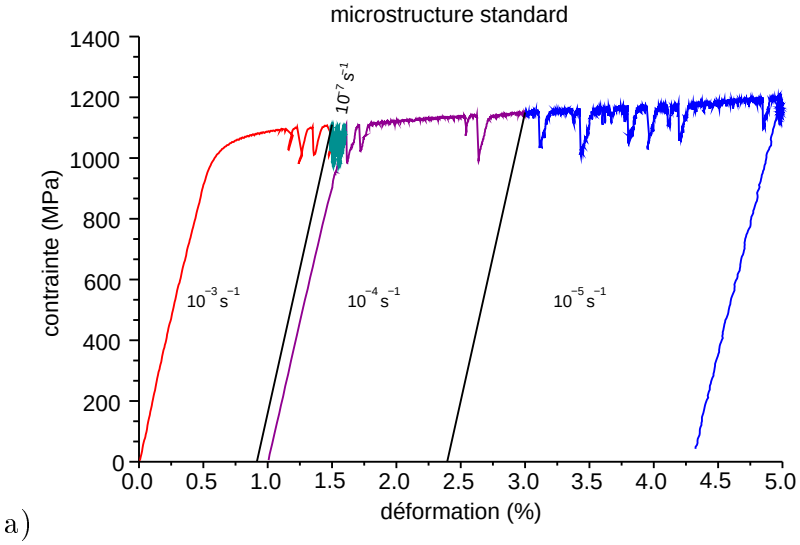
$P(1) = \frac{b_1}{a_1}$

$Q(1) = \frac{d_1}{a_1}$

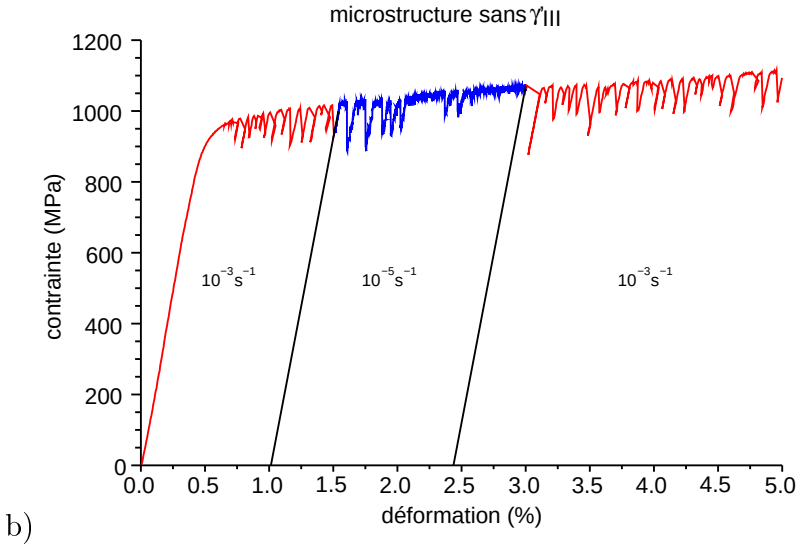
A.6 Annexe B : Vieillissement dynamique, effet Portevin-Le Châtelier et pseudo-Portevin-Le Châtelier

Traction à différentes vitesses de déformation

Afin de comprendre l'origine des instabilités plastiques observées, deux essais de traction ont été réalisés, lors desquels la vitesse de déformation a été modifiée en cours d'essai. Les résultats sont présentés Figure A.7 a et b. Un petit effet inverse de la vitesse est observé sur la traction de l'éprouvette ayant une la microstructure sans γ'_{III} (cf. Annexe B plc). Il est de l'ordre de 15 MPa et visible uniquement sur la transition $10^{-5}s^{-1}$-$10^{-3}s^{-1}$. Cependant cet effet n'est pas observable pour la microstructure standard. Par ailleurs il semble qu'il y ait des plages sans forte instabilités pour les deux microstructures à une vitesse de $10^{-5}s^{-1}$ et $10^{-4}s^{-1}$, et qu'il n'y en ait pas à $10^{-3}s^{-1}$.



a)



b)

FIG. A.7. Traction à différentes vitesses de déformation à 450°C. Les vitesses de traction sont indiquées sur la figure. a) Microstructure standard, b) Microstructure sans γ'_{III}.

A.7 Modèles de fatigue basés sur des critères locaux

Un superalliage polycristallin comme le N18 est constitué d'un ensemble de grains possédant chacun une orientation cristallographique spécifique. Chaque grain possède un comportement anisotrope lié à son caractère monocristallin. Cependant, du fait de l'orientation aléatoire des grains, le comportement macroscopique du N18 est vu comme isotrope. Le comportement est donc très différent selon l'échelle à laquelle se place l'observateur. De même pour les modèles de fatigue : les modèles décrits dans les paragraphes précédents sont des modèles macroscopiques. Il existe également des modèles basés sur des critères locaux, c'est-à-dire à des échelles plus fines, comme celle du grain. Parmi eux, ceux qui s'appuient sur l'extrusion à la surface d'un grain décrits dans les travaux de Risbet, Feaugas et leurs collaborateurs [142, 143, 144], ou de Shyam et Milligan [145].

Cette extrusion est causée par l'accumulation de dislocations dans les bandes de glissement. Shyam et Milligan relient la hauteur et l'espacement des pics extrudés à la quantité de glissement irréversible. En effet, une fois que la dislocation est sortie du matériau en créant une petite marche à la surface, elle ne se déplacera pas en sens inverse lors de la seconde partie du cycle, contrairement aux dislocations restées à l'intérieur du matériau. La plasticité irréversible est donc un facteur influent du seuil de fatigue. Cependant, du fait du caractère local de cette approche, ils préfèrent l'appliquer à la prévision de la propagation plutôt qu'à celle de l'amorçage de la fissure.

Risbet, Feaugas et leurs collaborateurs [142, 143, 144], ont proposé un modèle pour définir l'amorçage de fissure en fonction d'un niveau critique de déformation plastique irréversible définie sur la vase de mesures d'extrusion par microscopie à force atomique. Pour eux, ce niveau critique est un facteur nécessaire mais pas suffisant pour amorcer une fissure.

Sangid *et al.* [146] vont plus loin en tentant de calculer l'énergie stockée dans une bande de glissement persistante et considèrent que la fissure s'amorce lorsque la bande ne peut plus stocker assez d'énergie pour accommoder l'énergie dégagée lors de la déformation. Ils s'appuient eux aussi sur l'extrusion pour calculer ces énergies.

Ce type d'approche en énergie a déjà été décrite par Venkataraman *et al.* [147, 148]. Ils considèrent un système de bandes de glissements multiples parallèles. Chacune de ces bandes de glissement est modélisée par une accumulation de dipôles de dislocations coins. La densité de dislocations croît avec le cyclage en fatigue. Par conséquent, la densité d'énergie de déformation stockée à l'intérieur des bandes de glissement s'élève à chaque cycle. Lorsqu'elle atteint un certain niveau, il devient énergétiquement favorable de créer une microfissure à l'intérieur des bandes de glissement. Le nombre de cycles pour lequel ce niveau est atteint est le nombre de cycles nécessaire à la germination d'une fissure.

Un autre article de Chan [149] propose un modèle du même type pour l'initiation et la propagation des microfissures. Il inclut des paramètres microstructuraux

(largeur des bandes de glissement (h), taille de grains (ou taille caractéristique de la microstructure) (d) et taille de la microfissure (c)) et peut s'appliquer aux superalliages à base de nickel.

Ce type d'approche locale peut paraître plus précis, car mieux justifié par la physique, mais nécessite aussi de se poser des questions d'ordre stochastique : en effet, le nombre de cycles de fatigue déterminé par ce type de modèle dépend de l'orientation du grain (voire de l'orientation de ses voisins) et de sa taille. Quelle est donc la probabilité pour qu'un tel grain se trouve au point critique ? McDowell et Dunne [27] soulignent que les études de fatigue prenant en compte la microstructure ne doivent pas se préoccuper de définir une résistance moyenne, comme c'est le cas lorsque l'on fait de l'homogénéisation pour obtenir le comportement mécanique. Ils conseillent plutôt d'utiliser des éléments de volume statistiques (SVE), plus petits que des VER (Volumes Élémentaires Représentatifs), permettant de calculer une large variété de réponses possibles et donc de ne pas négliger la forme de la queue de courbe de distribution qui correspond aux grains très mal orientés, critiques vis-à-vis du modèle, et donc à une durée de vie courte. L'idée est de savoir quelle est la probabilité de se trouver dans la queue de courbe, plutôt que de connaître le comportement moyen.

Par ailleurs, l'identification de la largeur de la bande de glissement ainsi que différents paramètres matériaux intervenant dans ces modèles est très difficile à réaliser. Le passage du monocristal au polycristal dans ces approches n'a également rien d'évident. Aussi, il est important de pouvoir utiliser les deux approches, locale et macroscopique aussi bien pour le comportement que pour la fatigue.

A.8 Fichier Zmat, modèle à double homogénéisation

A.8.1 Fichier zZfrontBehavior, fichier Polyc-mori-tanaka.z

```
#include <Basic_nl_behavior.h>
#include <Basic_nl_simulation.h>
#include <Elasticity.h>
#include <Dimension.h>
#include <Zstream.h>
#include <Newton_raphson.h>
#include <Zminmax.h>
#include <ZMath.h>
#include <stdio.h>
#include <Eshelby.h>
#define RADEG   (4*atan(1.)/180.)



@Class polyc-mori-tanaka : BASIC_NL_BEHAVIOR, BASIC_SIMULATOR {
   @Name polyc-mori-tanaka;
   @SubClass ELASTICITY elasticity_matrix;
   @SubClass ELASTICITY elasticity_prec;
   @Coefs gamma,r0_mono,K_matrix,n_matrix,C_betarule,D_betarule;
   @Coefs delta,Q_matrix,C_matrix,D_matrix,omega_matrix,b_matrix;
   @Coefs C_prec,D_prec,fact_R0_prec,Q_prec,b_prec,K_prec,n_prec;
   @Coefs f2,f3,t2,t3,f4,t4;
   //betarule
   @Coefs h0,h1,h2,h3,h4,h5;
   //interaction
   @Coefs c_matrix,c_prec, Lp;
   //mori_tanaka

   ////////////////////////var int systemes
   @vVarInt gvcum_matrix [Ngrain*Nsyst];
   @vVarInt alpha_matrix [Ngrain*Nsyst];
   @vVarInt gvcum_prec [Ngrain*Nsyst];
   @vVarInt alpha_prec [Ngrain*Nsyst];
   @vVarAux tau_matrix [Ngrain*Nsyst];
   @vVarAux tau_prec [Ngrain*Nsyst];
   @vVarAux tau [Ngrain*Nsyst];

   ////////////////////////macroscopique variables
   @sVarInt evcum;
   @tVarInt eel;
   @tVarAux beta;
   @tVarAux ev;
   @tVarUtil devi;
```

```
   ////////////////////variables on grains
   @tVarInt betag [Ngrain];
   @tVarInt eto_g [Ngrain];
   @tVarAux_eel_g [Ngrain];
   @tVarAux sig_g [Ngrain];
   @tVarInt sig_prec [Ngrain];
   @tVarInt sig_matrix [Ngrain];
   @tVarInt eto_prec [Ngrain];
   @tVarInt eto_matrix [Ngrain];
   @tVarInt evloc_matrix [Ngrain];
   @tVarInt evloc_prec [Ngrain];
   @tVarInt eel_prec [Ngrain];
   @tVarInt eel_matrix [Ngrain];
   @tVarInt evloc [Ngrain];
   @tVarUtil eigen_mat_loc [Ngrain];
   @tVarUtil eigen_prec_loc [Ngrain];
   @tVarInt eigen_sig_prec [Ngrain];
   @tVarInt eigen_sig_matrix [Ngrain];
   ////////////////////variable on the phases
   @tVarInt ev_matrix;
   @tVarInt ev_prec;
   @tVarAux sigPrec;
   @tVarAux sigMatrix;
   @tVarAux etoPrec;
   @tVarAux etoMatrix;

 ////////////////////////////
 //homogenized elasticity tensor
   TENSOR4 L;
   TENSOR4 Linv;

 ////////////////////////////
 //plasticity thresholds of the phases
   double R0_matrix;    double R0_prec;

   ////////////////////////
   int Ngrain,Nsyst;
   STRING forient,fsyst;
   void calc_torient(double,double,double,int);
   void norm_frac();
   void calc_hh(SMATRIX& hh);
   MARRAY<TENSOR2> torient;
   MARRAY<TENSOR2> torientg;


//////////////////////////
   SMATRIX hh;//interaction matrix
   VECTOR frac;//volume fraction of the grains
   VECTOR q_matrix;
```

```
   VECTOR q_prec;
//////////////////////
//localization and influence tensors
   TENSOR4 A_prec;
   TENSOR4 A_matrix;
   TENSOR4 Wf;
   TENSOR4 B_prec;
   TENSOR4 B_matrix;
   TENSOR4 D_mm;
   TENSOR4 D_mp;
   TENSOR4 D_pm;
   TENSOR4 D_pp;
   TENSOR4 Eshel;
   TENSOR4 Km ;
   TENSOR4 F_mm;
   TENSOR4 F_mp;
   TENSOR4 F_pm;
   TENSOR4 F_pp;
   TENSOR4 S_matrix;

//Correction "stifness" after Pottier, and Chabocher et al.
//       J.-L. Chaboche, S. Kruch, J.-F. Maire and T. Pottier
//       "Towards a micromechanics based inelatic and damage
//         modeling of composites",
//        Int. J. of Plasticity, Vol.17, pp. 411-439
};

//////////////////reading data
@UserRead {
   if (str=="**grain_number") Ngrain=file.getint();
   else if (str=="**system_number") Nsyst=file.getint();
   else if (str=="**orientation_file")  forient= file.getSTRING();
   else if (str=="**system_file")  fsyst= file.getSTRING();
   else return FALSE;
   if(!file.ok)return FALSE;
   return TRUE;
}

@SetUp {
   int isyst,igrain;
   int jsyst;
   double phi1,PHI,phi2;
   hh.resize(Nsyst);
   calc_coef(); calc_hh(hh);
   frac.resize(Ngrain);
   q_matrix.resize(Nsyst);
   q_prec.resize(Nsyst);
   torientg.resize(Nsyst);
   torient.resize(Ngrain*Nsyst);
```

```
ASCII_FILE syst; syst.open(fsyst());
if (syst.ok) {
   Out <<"Reading "<<Nsyst<< " systems in "<<fsyst<<endl;
   Out <<"Designed for 12 systems octahedral, "<<endl;
   Out << "elasto-plastic matrix, elastic-plastic precipitates"<<endl;
   Out <<"Think to weigth (h=100.) the colineary systems."<<endl;
   TENSOR2 mm(tsz());
   double n1,n2,n3,l1,l2,l3,nmag,lmag;
   for(isyst=0;isyst<Nsyst;isyst++){
      n1=syst.getdouble(); n2=syst.getdouble(); n3=syst.getdouble();
      l1=syst.getdouble(); l2=syst.getdouble(); l3=syst.getdouble();
      lmag=sqrt(l1*l1 + l2*l2 + l3*l3); l1/=lmag; l2/=lmag; l3/=lmag;
      nmag=sqrt(n1*n1 + n2*n2 + n3*n3); n1/=nmag; n2/=nmag; n3/=nmag;
      if(!syst.ok) ERROR("error reading "+fsyst+" line "+itoa(isyst+1));
      mm[0]=n1*l1;                  // m11
      mm[1]=n2*l2;                  // m22
      mm[2]=n3*l3;                  // m33
      mm[3]=(n1*l2 + n2*l1)/M_SQRT2; // m12  multiplied by sqrt(2)
      mm[4]=(n2*l3 + n3*l2)/M_SQRT2; // m23  multiplied by sqrt(2)
      mm[5]=(n3*l1 + n1*l3)/M_SQRT2; // m31  multiplied by sqrt(2)
      torientg[isyst]=mm; }
   Out<<"Read OK"<<endl;
}
ASCII_FILE orient; orient.open(forient());
if (orient.ok) {
   Out <<"Reading "<<Ngrain<< " grain orientations in "<<forient<<endl;
   for(igrain=0;igrain<Ngrain;igrain++){
      phi1=orient.getdouble();
      PHI =orient.getdouble();
      phi2=orient.getdouble();
      frac[igrain]=orient.getdouble();
      if(!orient.ok) ERROR("error reading "+forient
        +" line "+itoa(igrain+1));
      calc_torient(phi1,PHI,phi2,igrain); }
   Out<<"Read OK"<<endl;
   norm_frac();
}

S_matrix = inverse(*elasticity_matrix);
double  E_matrix = 1/S_matrix(0,0);
double  nu_matrix = -S_matrix(0,1)*E_matrix;
double d1=(7.0-5.0*nu_matrix)/(15.0*(1.0-nu_matrix));
double d2=(5.0*nu_matrix-1.0)/(15.0*(1.0-nu_matrix));
double d3=(4.0-5.0*nu_matrix)/(15.0*(1.0-nu_matrix));
int tt,i;
tt = tsz();

//////////////////////////
//calculation of Eshelby tensor, Eshel
```

```
   Eshel.resize(tt);
   for (i=0;i<3;i++){
    Eshel(i,i)=d1;}
  //   Out<<"Eshel=" << Eshel<< endl << flush;

   Eshel(0,1)=d2;
   Eshel(0,2)=d2;
   Eshel(1,2)=d2;
   Eshel(1,0)=d2;
   Eshel(2,0)=d2;
   Eshel(2,1)=d2;
   for (i=3;i<6;i++){
   Eshel(i,i)=2*d3;    }


//calculation of the plasticity threshold of the matrix
          double T=2.5e-9;
          double durciss2=1.e-6*0.415*T*3.34*rootn(f2,2)/0.25e-9/t2
              *rootn((3.14159*3.14159*t2*gamma/(4*T*3.34)-1),2)*0.94
              *(1+rootn(f2,2)/2);
          double durciss3;
          double durciss3sc=1.e-6*0.415*T*3.34*rootn(f3,2)/0.25e-9/t3
              *rootn((3.14159*3.14159*t3*gamma/(4*T*3.34)-1),2)*0.94
              *(1+rootn(f3,2)/2);
          double durciss3wc=1.e-6*gamma/(2*0.25e-9)*0.35
              *(rootn(gamma*t3*f3/T,2)-f3)*2.5;
          if (durciss3sc>durciss3wc) durciss3=durciss3wc;
          else durciss3=durciss3sc;
          if (durciss3wc<0.) durciss3=0.;
          double durciss4wc=1.e-6*gamma/(2*0.25e-9)*0.35
              *(rootn(gamma*t4*f4/T,2)-f4)*2.5;
          R0_matrix= r0_mono+durciss2+durciss3+durciss4wc;
          R0_prec= fact_R0_prec*R0_matrix;

   int s;
   tt = tsz();
   TENSOR4 unity; unity.resize(tt); unity=0.;

   //calculation of the localization and influence tensors
   for (i=0;i<tt;i++) unity(i,i)=1.;
   TENSOR4 Tesh=unity+Eshel*S_matrix
                *(*elasticity_prec-*elasticity_matrix);
   Tesh=inverse(Tesh);
   A_prec=Tesh*inverse((c_matrix*unity+c_prec*Tesh));
   A_matrix=(unity-c_prec*A_prec)/c_matrix;
   TENSOR4 Wf=*elasticity_prec*Tesh*S_matrix;
   B_prec=Wf*inverse(c_prec*Wf+(1-c_prec)*unity);
   B_matrix=(unity-c_prec*B_prec)/c_matrix;
```

```
    D_mm=(unity-A_matrix)*inverse(*elasticity_matrix-*elasticity_prec)
        **elasticity_matrix;
    D_mp=(unity-A_matrix)*inverse(*elasticity_prec-*elasticity_matrix)
        **elasticity_prec;
    D_pm=(unity-A_prec)*inverse(*elasticity_matrix-*elasticity_prec)
        **elasticity_matrix;
    D_pp=(unity-A_prec)*inverse(*elasticity_prec-*elasticity_matrix)
        **elasticity_prec;

    F_mm=-1.*(unity-B_matrix)*inverse(inverse(*elasticity_prec)-S_matrix)
        *S_matrix;
    F_pm=-1.*(unity-B_prec)*inverse(inverse(*elasticity_prec)-S_matrix)
        *S_matrix;
    F_mp=(unity-B_matrix)*inverse(inverse(*elasticity_prec)-S_matrix)
        *inverse(*elasticity_prec);
    F_pp=(unity-B_prec)*inverse(inverse(*elasticity_prec)-S_matrix)
        *inverse(*elasticity_prec);

    L.resize(tt);
    Linv.resize(tt);
    Linv = 0.;

    //calculation of the homogenized elasticity tensor
    L= c_matrix**elasticity_matrix*A_matrix+c_prec**elasticity_prec*A_prec;
    Linv = inverse(L);

//calculation of the localization and influence tensor
//in case of correction of the asymptotic tangent stiffness
    if (Lp!=0) {
      Out <<"correction of asymptotical tangent" <<endl;
      TENSOR4 L_p=Lp*unity;
      L_p=inverse(inverse(*elasticity_matrix)+inverse(L_p));
      TENSOR4 Teshc=unity+Eshel*inverse(L_p)*(*elasticity_prec-L_p);
      Teshc=inverse(Teshc);
      TENSOR4 Ac_prec=Teshc*inverse((c_matrix*unity+c_prec*Teshc));
      TENSOR4 Ac_matrix=(unity-c_prec*Ac_prec)/c_matrix;
      TENSOR4 Wfc=*elasticity_prec*Teshc*inverse(L_p);
      TENSOR4 Bc_prec=Wfc*inverse(c_prec*Wfc+(1-c_prec)*unity);
      TENSOR4 Bc_matrix=(unity-c_prec*Bc_prec)/c_matrix;
      Km=D_mm; Km(2,2)=1.; Km=inverse(Km);
      TENSOR4 temp=inverse(Ac_matrix)*inverse(L_p);
      temp*=Lp;
      Km(2,2)=0.; Km=Km*(Ac_matrix-A_matrix)*temp;
      D_mm=Km*D_mm;
      D_pm=Km*D_pm;
      F_mm=Km/1000*(F_mm+(unity-c_matrix*A_matrix*Linv**elasticity_matrix)
          *(inverse(Km)-unity)*S_matrix);
      F_pm=Km/1000*(F_pm+(-1.*c_matrix*A_prec*Linv**elasticity_matrix)
          *(inverse(Km)-unity)*S_matrix);
```

```
  }

  Out <<"R0_matrix="<<R0_matrix<<" and " <<endl;
  Out <<"R0_prec="<<R0_prec<<endl;
  Out <<"end setup"<<endl;
}

@StrainPart {

  m_tg_matrix=L;
  sig  = L*eel;
  ev=eto-eel;
  sigMatrix=0.;sigPrec=0.;  etoMatrix=0.;etoPrec=0.;
  int igrain;
  for(igrain=0;igrain<Ngrain;igrain++){
  eel_g[igrain]=Linv*sig_g[igrain];
  eto_g[igrain]=eel_g[igrain]+evloc[igrain];
  eel_prec[igrain]=inverse(*elasticity_prec)*sig_prec[igrain];
  eel_matrix[igrain]= inverse(*elasticity_matrix)*sig_matrix[igrain];
  sigMatrix+=frac[igrain]*sig_matrix[igrain];
  sigPrec+=frac[igrain]*sig_prec[igrain];
  eto_matrix[igrain]=eel_matrix[igrain]+evloc_matrix[igrain];
  eto_prec[igrain]=eel_prec[igrain]+evloc_prec[igrain];
  etoMatrix+=frac[igrain]*eto_matrix[igrain];
  etoPrec+=frac[igrain]*eto_prec[igrain];
 }

}

@Derivative {
  sig  = L*eel;
  ev=eto-eel;
  int i,s,tt;
  tt = tsz();
  TENSOR4 unity; unity.resize(tt); unity=0.;
  for (i=0;i<tt;i++) unity(i,i)=1.;

  ////////////////////////////////////////////////////////////
  //                  Localization                          //
  ////////////////////////////////////////////////////////////


  int isyst,jsyst,lsyst,igrain;
    for(igrain=0;igrain<Ngrain;igrain++){
    sig_g[igrain]=sig+C_betarule*(beta-betag[igrain]);
    devloc_matrix[igrain]=0.;     devloc_prec[igrain]=0.;
    sig_matrix[igrain]= B_matrix*sig_g[igrain]
        +F_mm* eigen_sig_matrix[igrain]
        +F_mp * eigen_sig_prec[igrain];
```

```
    sig_prec[igrain]=B_prec*sig_g[igrain]
        +F_pm* eigen_sig_matrix[igrain]
        +F_pp * eigen_sig_prec[igrain];
    }

  ////////////////////////////////////////////////////////////
  //                  local behaviors                       //
  ////////////////////////////////////////////////////////////

  double crit_matrix,rsum_matrix,stmx_matrix,xs_matrix,rs_matrix;
  double crit_prec,rsum_prec,stmx_prec,xs_prec,rs_prec;
  double taus_matrix,taus_prec;
  double deveq;
  devi=0.;
  dev_matrix=0.;
  dev_prec=0.;
  beta=0.;
  for(igrain=0;igrain<Ngrain;igrain++){
    beta+=frac[igrain]*betag[igrain];
  }
  // Loop on the grains
  for (igrain=0;igrain<Ngrain;igrain++){
dbetag[igrain]=0.;

    for(isyst=0;isyst<12;isyst++){
        lsyst=igrain*Nsyst+isyst;
        q_matrix[isyst]=1.-exp(-b_matrix*gvcum_matrix[lsyst]);
        q_prec[isyst]=1.-exp(-b_prec*gvcum_prec[lsyst]);
    }

    // Loop on the systems

    for(isyst=0;isyst<12;isyst++){
        lsyst=igrain*Nsyst+isyst;
        tau_matrix[lsyst]=taus_matrix=sig_matrix[igrain]||torient[lsyst];
        tau_prec[lsyst]=taus_prec=sig_prec[igrain]||torient[lsyst];

         //Loop of microstructral homogenization->solving local equilibrium
        rsum_matrix=0.;
        for(jsyst=0;jsyst<Nsyst;jsyst++)rsum_matrix+=hh(isyst,jsyst)
           *q_matrix[jsyst];
        xs_matrix=C_matrix*alpha_matrix[lsyst];
        rs_matrix=R0_matrix+Q_matrix*rsum_matrix;
        crit_matrix=fabs(taus_matrix-xs_matrix)-rs_matrix;
        if(crit_matrix<=0.){dgvcum_matrix[lsyst]=dalpha_matrix[lsyst]=0;}
        else {
            if((taus_matrix-xs_matrix)>0.)stmx_matrix=1.;
            else stmx_matrix=-1.;
            dgvcum_matrix[lsyst]=pow(crit_matrix/K_matrix,n_matrix);
```

```
        dalpha_matrix[lsyst]=dgvcum_matrix[lsyst]
            *(stmx_matrix-D_matrix*alpha_matrix[lsyst]);
        devloc_matrix[igrain]+=stmx_matrix*dgvcum_matrix[lsyst]
            *torient[lsyst];
        eigen_mat_loc[igrain]=*elasticity_matrix*devloc_matrix[igrain]
            *c_matrix;

    }
        rsum_prec=0.;
    for(jsyst=0;jsyst<Nsyst;jsyst++){
        rsum_prec+=hh(isyst,jsyst)*q_prec[jsyst];}
    xs_prec=C_prec*alpha_prec[lsyst];rs_prec=R0_prec+Q_prec*rsum_prec;
    crit_prec=fabs(taus_prec-xs_prec)-rs_prec;
    if(crit_prec<=0.){dgvcum_prec[lsyst]=dalpha_prec[lsyst]=0;}
    else {
        if((taus_prec-xs_prec)>0.)stmx_prec=1.; else stmx_prec=-1.;
        dgvcum_prec[lsyst]=pow(crit_prec/K_prec,n_prec);
        dalpha_prec[lsyst]=dgvcum_prec[lsyst]
            *(stmx_prec-D_prec*alpha_prec[lsyst]);
        devloc_prec[igrain]+=stmx_prec*dgvcum_prec[lsyst]*torient[lsyst];
        eigen_prec_loc[igrain]=*elasticity_prec*devloc_prec[igrain]
                                *c_prec;
    }

}

////////////////////////////////////////////////////////////
//                    Homogenization                      //
////////////////////////////////////////////////////////////

  //Mori-Tanaka
  TENSOR4 Bft=transpose(B_prec);
  TENSOR4 Bmt=transpose(B_matrix);
  devloc[igrain]=c_prec*Bft*devloc_prec[igrain]
      +c_matrix*Bmt*devloc_matrix[igrain];
  if (Lp!=0){
    devloc[igrain]=devloc[igrain]+c_matrix*Linv*S_matrix*(unity-Km)
        *devloc_matrix[igrain]+c_prec*Linv*inverse(*elasticity_prec)
        *(unity-Km)*devloc_prec[igrain];}

  //betarule
  deveq=(devloc[igrain]|devloc[igrain])/1.5;
  deveq= (deveq>0.0) ? sqrt(deveq) : 0.0;
  dbetag[igrain]=devloc[igrain]
      -D_betarule*(betag[igrain]-delta*evloc[igrain])*deveq;
  devi+=frac[igrain]*devloc[igrain];
  dev_matrix+=frac[igrain]*c_matrix*devloc_matrix[igrain];
  dev_prec+=frac[igrain]*c_prec*devloc_prec[igrain];
  deigen_sig_matrix[igrain]=-1.*(eigen_mat_loc[igrain]);
```

```
    deigen_sig_prec[igrain]=-1.*(eigen_prec_loc[igrain]);

  }

  devcum=sqrt((devi|devi)/1.5);

  resolve_flux_grad(L, deel, deto, devi);
  prn("==================================",Time);
  prn(dtoa(zf__tau,"%8.3e"),sig);
  prn("  devi  ",devi);
  prn("  dbetgr 1=",dbetag[0]);
  prn("  dbetgr 2=",dbetag[1]);
  prn("   tau_matrix     ",tau_matrix  );
  prn("  dgvcum_matrix   ",dgvcum_matrix);
  prn("  dalpha_matrix   ",dalpha_matrix);
  prn("   tau_prec      ",tau_prec  );
  prn("  dgvcum_prec   ",dgvcum_prec);
  prn("  dalpha_prec   ",dalpha_prec);

  @Criterion  yield  = devcum;
}

void polyc-mori-tanaka::calc_torient(double phi1,double PHI,
                                     double phi2,int igrain){
double c1,c2,s1,s2,cg,sg;
TENSOR2 rotat(utsz());
 c1=cos(phi1*RADEG); s1=sin(phi1*RADEG);
 c2=cos(phi2*RADEG); s2=sin(phi2*RADEG);
 cg=cos(PHI *RADEG); sg=sin(PHI *RADEG) ;
 rotat[0]=c1*c2-s1*s2*cg;
 rotat[1]=-s1*s2+c1*c2*cg;
 rotat[2]=cg;
 rotat[6]=s1*c2+c1*s2*cg;
 rotat[7]=c2*sg;
 rotat[8]=s1*sg;
 rotat[3]=-c1*s2-s1*c2*cg;
 rotat[4]=-c1*sg;
 rotat[5]=s2*sg;
 for(int isyst=0;isyst<Nsyst;isyst++){
   torient[igrain*Nsyst+isyst]=rotate_tensor(torientg[isyst],rotat);}
}

inline void polyc-mori-tanaka::norm_frac(){
double sum=0.;int igrain;
 for(igrain=0;igrain<Ngrain;igrain++)sum+=frac[igrain];
 for(igrain=0;igrain<Ngrain;igrain++)frac[igrain]/=sum;}

void polyc-mori-tanaka::calc_hh(SMATRIX& hh)
{  int i,j;
```

```
    for (i=0;i<12;i++) hh(i,i)=h0;

    hh(0,1) =hh(0,2) =hh(1,2) =hh(3,4) =hh(3,5) =hh(4,5) =hh(6,7) =
    hh(6,8) =hh(7,8) =hh(9,10) =hh(9,11) =hh(10,11) =h1;

    hh(0,8) =hh(0,10) =hh(1,4) =hh(1,11) =hh(2,5)= hh(2,7) =hh(3,8)
    =hh(3,10) =hh(4,6) =hh(5,9) =hh(6,11) =hh(7,9) =h2;

    hh(0,3) = hh(1,6) = hh(2,9) = hh(4,11) = hh(5,7) =hh(8,10) =h3;

    hh(0,4) =hh(0,5) =hh(0,6) =hh(0,9) = hh(1,3) =hh(1,7) =hh(1,8) =
    hh(1,9) =hh(2,3) =hh(2,6) =hh(2,10) =hh(2,11) = hh(3,7) =hh(3,11) =
    hh(4,7) =hh(4,9) =hh(4,10) =hh(5,6) =hh(5,8) =hh(5,11) = hh(6,10) =
    hh(7,10) = hh(8,9) = hh(8,11) = h4;

    hh(0,7) =hh(0,11) =hh(1,5) =hh(1,10) =hh(2,4) =hh(2,8) =hh(3,6) =
    hh(3,9) =hh(4,8) =hh(5,10) =hh(6,9) =hh(7,11) =h5;
     for (i=12;i<Nsyst;i++) hh(i,i)=hselfcub;
    for(i=0;i<12;i++) {
      for (j=12;j<Nsyst;j++){
         hh(i,j)=h_oct_cub;
      }
    }
    for(i=12;i<Nsyst;i++) {
      for (j=i+1;j<Nsyst;j++){
         hh(i,j)=h_cub_cub;
      }
    }
    for (i=0;i<Nsyst;i++) {
        for (j=i+1;j<Nsyst;j++) hh(j,i)=hh(i,j);
    }

}
```

A.8.2 Fichier matériaux loi à double homogénéisation, fichier N18-2hom.mat

```
***behavior polyc_mori_tanaka
 **elasticity_matrix
young 185000.00
poisson 0.300000
 **elasticity_prec
young 210000.00
poisson 0.300000
 **system_file       octa1
 **system_number     12
 **grain_number      10
 **orientation_file orient1
 **model_coef

%seuil de plasticite
r0_mono 50.
gamma 0.24
f2 0.5
t2 124.e-9
f3 0.0
t3 15.e-9

add_R0_prec 125.

%matrice
c_matrix 0.5

K_matrix  10.
n_matrix   11.
C_matrix 00.
D_matrix 00.
Q_matrix 80.0
b_matrix 4.0

%precipite
c_prec 0.5

K_prec  10.
n_prec   11.
C_prec 00.
D_prec 00.
Q_prec 120.
b_prec 6.

%regle en beta
C_betarule 100000.
D_betarule 350.
```

```
delta 0.2

%matrice d'interaction
h0 1.
h1 1.
h2 0.2
h3 100.
h4 3.
h5 3.
hselfcub 1.
h_cub_cub 0.
h_oct_cub 0.

%correction de la tangente asymptotique
%Lp 00.

**coefficient
masvol 8.1e-9
***return
```

A.8.3 Fichier d'orientations, fichier orient1

```
%angles d'Euler
 219.492190186837 217.35360416442 52.9904288284608 1.
 61.0900600437067 190.266127376617 165.825257091196 1.
 106.178949424858 286.324867497062 275.790894121517 1.
 30.597394896909 337.571966036003 316.066061068606 1.
 268.441495440489 309.553658851979 307.721031260024 1.
 79.2976705255332 341.663767428874 23.2416192671838 1.
 298.769207455664 137.53422528018 72.8135881814906 1.
 197.975531075094 168.291914172912 215.546786331591 1.
 84.5504901669051 169.199392862574 173.765196545608 1.
 308.965239821926 96.1247543455775 82.7310640051638 1.
```

A.8.4 Fichier de systèmes, fichier octa1

```
%%-systemes de glissement-%%
%plan            %direction
%h    k    l     u    v    w
 1.   1.   1.   -1.   0.   1.
 1.   1.   1.    0.  -1.   1.
 1.   1.   1.   -1.   1.   0.
 1.  -1.   1.   -1.   0.   1.
 1.  -1.   1.    0.   1.   1.
 1.  -1.   1.    1.   1.   0.
-1.   1.   1.    0.  -1.   1.
-1.   1.   1.    1.   1.   0.
-1.   1.   1.    1.   0.   1.
```

$$
\begin{array}{cccccc}
1. & 1. & -1. & -1. & 1. & 0. \\
1. & 1. & -1. & 1. & 0. & 1. \\
1. & 1. & -1. & 0. & 1. & 1.
\end{array}
$$

A.8.5 Fichier matériaux loi phénoménologique, fichier N18-macro.mat

```
****behavior gen_evp runge_jacobian
 **elasticity isotropic
     young      196000.00
     poisson    0.300000
 **potential gen_evp ev
  *criterion mises
  *flow norton
    n          11.
    K          10.00
  *kinematic nonlinear_with_crit X4
    C          32000.0
    D          800.0
    m1         1.00
    m2         1.00
    omega      0.75
  *kinematic nonlinear_with_crit X1
    C          350000.0
    D          6000.0
    m1         1.00
    m2         1.00
    omega      0.95
   *kinematic nonlinear_with_crit X2
    C          180000.0
    D          2000.0
    m1         1.00
    m2         1.00
    omega      0.85
   *kinematic nonlinear_with_crit X3
    C          20000.0
    D          300.0
    m1         1.00
    m2         1.00
    omega      0.75
   *kinematic linear X5
    C          1800.0


  *isotropic nonlinear
    R0          function R0z7p;
    %R0z7p est un parametre defini dans le fichier .inp
    Q           240.00
    b           4.00
 **coefficient
  masvol 8.1e-9

***return
```

A.8.6 Fichier de calcul du seuil de plasticité, fichier calcR0.z7p

```
ARRAY<STRING> input()
{
ARRAY<STRING> i;
i.resize(6);
i[0]="f1"; i[1]="f2"; i[2]="f3";
i[3]="rmoyp1"; i[4]="rmoyp2"; i[5]="rmoyp3";
%les donnees d'entree que ZeBuLoN
%lit dans le fichier de precipitation .integ
return(i);
}
ARRAY<STRING> output()
{
ARRAY<STRING> o;
o.resize(4);
o[0]="z7pmises";o[1]="g3wc";o[2]="g4wc";o[3]="taille_g2_g3_proche";
%les donnees de sorties
return(o);
}
void compute()
{
TENSOR2 precip;
double R0_calc;
double durciss4;
double durciss3;
double durciss3wc;
double durciss3sc;
double durciss4wc;
double durciss4sc;

double durciss2;
double interm;
double fmoy;
double tmoy;
double g3_wc;
double g4_wc;
double taille_proche;
taille_proche=0;

precip.reassign(6,in,0);

durciss2=sqrt(3.14159*3.14159*precip[3]*0.24/(4*2.5e-9*3.34)-1)*0.94
      *(1+sqrt(precip[0])/2)*1.e-6*0.415*2.5e-9*3.34
      *sqrt(precip[0])/0.25e-9/precip[3];
 %valeur de l'augmentation de cission critique resolue
 %provoquee par les precipites secondaires,
 %cas des dislocations fortement couplees
```

```
interm=(3.14159*3.14159*precip[4]*0.24/(4*2.5e-9*3.34)-1);
% interm sert a savoir si les precipites tertaires sont suffisamment
% gros pour que le calcul de l'increment de cission resolue
% dans le cas de dislocations fortement couplees ait un sens

if (interm>0.) {
% si interm est positif on peut calculer l'increment de cission
% resolue du aux precipites tertiaires
% dans le cas 'sc' des dislocations fortement couplees
       durciss3sc=sqrt(interm)*0.94*(1+sqrt(precip[1])/2)*1.e-6
              *0.415*2.5e-9*3.34*sqrt(precip[1])/0.25e-9/precip[4];

% et dans celui 'wc' des dislocations faiblement couplees
       durciss3wc=1.e-6*0.24/(2*0.25e-9)*0.35
              *(sqrt(0.24*precip[4]*precip[1]/2.5e-9)-precip[1])*2.5;

% L'increment du aux precipites tertiaires
% est le plus petits resultats obtenus
       if (durciss3wc<durciss3sc){
              durciss3=durciss3wc;
              g3_wc=1; % signifie que les tertiaires sont cissailles
                       % par des dislocations faiblement couplees
       }
       else {
              g3_wc=0; % signifie que les tertiaires sont cissailles
                       % par des dislocations fortement couplees

              if (precip[4]/precip[3]>0.85) {
              % si les tailles des precipites secondaires
              % et tertiaires sont tres proches,
              % on utilise une addition quadratique
              % de la contribution des tertaires et des secondaires
                     taille_proche=1;
                     durciss3=0;
                     fmoy=precip[0]+precip[1];
                     tmoy=(precip[0]*precip[3]+precip[1]*precip[4])
                            /(fmoy);
                     durciss2=sqrt(3.14159*3.14159*tmoy*0.24
                                  /(4*2.5e-9*3.34)-1)*0.94
                                   *(1+sqrt(fmoy)/2)
                                   *1.e-6*0.415*2.5e-9*3.34
                                   *sqrt(fmoy)/0.25e-9/tmoy;
              }
              else {
                     durciss3=durciss3sc;
              }

       }
```

```
 }
 else {
 % si interm est negatif, les precipites tertiaires sont cisailles
 % par des dislocations faiblement couplees
        durciss3=1.e-6*0.24/(2*0.25e-9)*0.3
                 *(sqrt(0.235*precip[4]*precip[1]/2.5e-9)-precip[1])*2.5;
 }

if (durciss3<0) {durciss3=0;}

interm=(3.14159*3.14159*precip[5]*0.24/(4*2.5e-9*3.34)-1);
 if (interm>0.) {
        durciss4sc=sqrt(interm)*0.94*(1+sqrt(precip[2])/2)*1.e-6*0.415
                   *2.5e-9*3.34*sqrt(precip[2])/0.25e-9/precip[5];
        durciss4wc=1.e-6*0.24/(2*0.25e-9)*0.35
                   *(sqrt(0.24*precip[5]*precip[2]/2.5e-9)-precip[2])*2.5;

        if (durciss4wc<durciss4sc){
                durciss4=durciss4wc;
                g4_wc=1;
        }
        else {
                g4_wc=0;
                if ((precip[4]-precip[5])/precip[4]<0.85) {
                        if ((precip[3]-precip[5])/precip[3]<0.85) {
                                durciss4=0;
                                durciss3=0;
                                durciss2=sqrt((durciss4sc*durciss4sc)
                                              +(durciss3*durciss3)
                                              +(durciss2*durciss2));
                        }
                        else {
                                durciss4=0;
                                durciss3=sqrt((durciss4sc*durciss4sc)
                                              +(durciss3*durciss3));
                        }
                }
                else {
                        durciss4=durciss4sc;
                }

        }
 }
 else {
        durciss4=1.e-6*0.24/(2*0.25e-9)*0.3
                 *(sqrt(0.235*precip[5]*precip[2]/2.5e-9)-precip[2])*2.5;
 }
if (durciss4<0) {durciss4=0;}
```

```
R0_calc=2*(85.+durciss4+durciss2+durciss3);
% le seuil de plasticite macroscopique est le double de la cission
% resolue. Elle se calcule par addition de toutes les contributions
% 85 MPa est la valeur de la cission resolue de la matrice vierge
% de precipites
out.resize(4);
out[0]=R0_calc;
out[1]=g3_wc;
out[2]=g4_wc;
out[3]=taille_proche;
}
```

A.8.7 Fichier de lancement du post-processing, fichier calcul-R0.inp

```
****post_processing
 ***data_source Z7
 **open precipitation_disque
 ***local_post_processing
  **file integ
  **elset ALL_ELEMENT
  **output_number 382
  **process z7p
    calc-R0.z7p
****return
```

A.8.8 Fichier de lancement du calcul mécanique, fichier meca.inp

```
****calcul
%****restart
 ***mesh
  **file disque.geof

 ***parameter
  **file R0z7p
   *ip
   *rec_size 26028
    0.0      file  post5_R0.integ 1
    45000.0  file  post5_R0.integ 1
    % R0z7p est lu dans la premiere donnee du fichier post5_R0.integ
    % ici, il ne varie pas dans le temps

 ***linear_solver frontal %sparse_dscpack

 ***resolution newton
  **automatic_time evcum 0.00002 evi33 0.00001 global 4
   *first_dtime    1.
   *max_dtime      2.0
```

```
   *divergence 2. 20
   *security 1.2
  **sequence
   *time  1.0
   *increment 6
   *iteration 10
   *ratio 0.0001
   *algorithm p1p2p3
  **cycles 101
   *dtime  45.0 45.0
   *increment 20
   *iteration 10
   *ratio     0.0001
   *algorithm p1p2p3
%
%**********************************************************************
 ***table
  **name premieremontee
   *time 0.0 1.0
   *value 0.0 1.0
%
%**********************************************************************
  **cycle moncycle 1.0 450001.5
   *time 0.0 45.0 90.0
   *value 1.0 8.5 1.0
   % ZeBuLoN fait de lui meme une interpolation lineaire
   % entre les valeurs donnees.
   % 1.0 c'est pour avoir le temps de definir la montee au regime mini
   % 450001.5 est le temps maximum a l'arret du cyclage
   % il faut mettre une valeur superieure ou egale
   % au nombre de cycles souhaites que multiplie la duree d'un cycle
%
%**********************************************************************
 ***bc
  **impose_nodal_dof
    Orig U2 0.0
  **centrifugal
    ALL_ELEMENT (0.0 0.0) d2 524.3 premieremontee moncycle

   % (0.0 0.0) EST UN POINT PAR OU PASSE L'AXE DE ROTATION, ICI L'ORIGINE.
   % d2 est la direction de l'axe de rotation, d2 obligatoire en
   % axisymetrique.
   % 524.3 est omega(5000tr/min) vitesse de rotation en radian par seconde
   % (524.3 rad/sec) puisque le temps est en secondes.
   % premieremontee et moncycle sont des noms de tables pour l'evolution
   % temporelle.
   % Le programme multiplie ensuite omega par moncycle
   % pour connaitre la vitesse de rotation au temps t.
   % Lorsque l'on utilise centrifugal il ne faut pas oublier
```

```
   % de definir ro dans le fichier .mat
   % et avec la bonne unite
   %(consistance avec la vitesse de rotation et les unites de longueurs).
%
%*****************************************************************************
 ***material
   *file N18-macro.mat
   *integration runge_kutta 1.e-6 1.e-6
 ***output
  **save_parameter
  **component
    sig11 eto11 evi11 sig22 eto22 evi22 sig33 eto33 evi33
     sig12 eto12 evi12 evgeq evcum
  **frequency
   *cycle 1
   *cycle 2
   *cycle 3
   *cycle 4
   *cycle 10
   *cycle 100
   *cycle 500
   *cycle 1000
****return

****post_processing
 ***local_post_processing
  **file integ
  **elset ALL_ELEMENT
  **output_number 240-287
  **material_file N18.fat
  **process cycle
   *period 90.0
   *process mises max 2
   *process trace average 2
   *process range 2
   *process range 3
   *process swt 2

 ***global_post_processing
  **file integ
  **elset ALL_ELEMENT
  **process min
   *list_var Nf_cyc
   *localization
  **process max
   *list_var Dsig_cyc Devi_cyc sigii_cyc sig_swt_cyc
   *localization

 ***local_post_processing
```

```
  **process function
   *output logNf
   *expression log(Nf_cyc);
****return

****post_processing
  **process mises
   *var sig
  **process trace
   *var sig
  **process range
   *var evi
   *factor 0.666
  **process swt
   *var sig
   *expression manson
   *plastic_strain evi
****return

****post_processing
  **process range
   *var sig
****return
```

Bibliographie

[1] Magazine Environnement PAPER BLOG : http ://www.paperblog.fr/3915068/les-composants-du-turboreacteur/. le 18/03/2011.

[2] B. FLAGEOLET : *Effet du veillissement du superalliage base nickel N18 pour disques de turbines sur sa durabilité en fatigue et en fatigue fluage à 700°C.* Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 2005.

[3] W.W. MILLIGAN, E.L. ORTH, J.J. SCHIRRA et M.F. SAVAGE : Effects of microstructure on the high temperature constitutive behavior of IN 100. *In* K.A. Green et AL., éditeur : *Proceedings of Superalloys 2004*, pages 331–339. TMS, Warrendale PA. USA, 2004.

[4] J-Y. GUEDOU, J-C. LAUTRIDOU et Y. HONNORAT : N18, PM superalloy for disks : development and applications. *In* S.D. Antolovitch et AL., éditeur : *Proceedings of Superalloys 1992*, pages 267–276. TMS, Warrendale PA. USA, 1992.

[5] J.C. RUNKLE et R.M. PELLOUX : Micromechanisms of low-cycle fatigue in nickel-based superalloys at elevated temperatures. *In* J.T. FONG, éditeur : *Fatigue mechanisms ASTM-NBS-NSF symposium*, pages 501–527, Kansas City Mo., May 1978. American Society for Testing and Material.

[6] G. HOCHSTETTER : *Propagation des fissures à hautes températures dans le superalliage N18 pour disques de turbomachine. Interactions entre la nature des sollicitations mécaniques et des effets d'oxydation.* Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1994.

[7] T.P. GABB, P.T. KANTZOS, J. TELESMAN, J. GAYDA, C.K. SUDBRACK et B. PALSA : Fatigue resistance of the grain size transition zone in a dual microstructure superalloy disk. *Int. J. Fatigue*, 33:414–426, 2011.

[8] N. MILHET-GAYRAUD : *Etude expérimentale et modélisation de la précipitation γ' dans le superalliage N18.* Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1994.

[9] J-L. CHABOCHE et O. JUNG : Application of a kinematic hardening viscoplasticity model with thresholds to the residual stress relaxation. *Int. J. Plast.*, 13:785–807, 1998.

[10] B. FLAGEOLET, P. VILLECHAISE, M. JOUIAD et J. MENDEZ : Ageing characterisation of the powder metallurgy superalloy N18. *In* K.A. Green et AL.,

éditeur : *Proceedings of Superalloys 2004*, pages 371–379. TMS, Warrendale PA. USA, 2004.

[11] D. Locq, C. Ramusat et P. Caron : Rapport technique : Pea turbomachines 08. tâche 1.7, superalliages pour disques de turbomachines élaborés par métallurgie des poudres. Rapport technique, ONERA, 2001. RT 16/00950 DMMP.

[12] L. Nazé : Microstructures du N18. Centre des Matériaux.

[13] D. Locq, M. Marty et P. Caron : Optimisation of the mechanical properties of a new PM superalloy for disk applications. *In* T.M. Pollock et al., éditeur : *Proceedings of Superalloys 2000*, pages 393–403. TMS, Warrendale PA. USA, 2000.

[14] P.R. Bhowal, E.F. Wright et E.L. Raymond : Effects of cooling rate and γ' morphology on creep and stress-rupture properties of a powder metallurgy superalloy. *Metall. Trans. A*, 21A:1709–1717, 1990.

[15] G. Raisson et J.H. Davidson : N18, a new generation PM superalloy for critical turbine components. *In* E. Bachelet et al., éditeur : *High Temperature Materials for Power Engineering*, pages 1405–1416. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, Pays Bas, 1990.

[16] R.A. Ricks, A.J. Porter et R.C. Ecob : The growth of γ' precipitates in nickel-base superalloys. *Acta Metall.*, 31:43–53, 1983.

[17] http ://www.owlnet.rice.edu/ msci301/spring2006.htm. le 28/03/2011.

[18] H. Loyer-Danflou : *Etude de la formation des joints de grains dentelés et de leurs effets sur les propriétés mécaniques d'un superalliage à base de nickel à 750°C.* Thèse de doctorat, Université Paris Sud, 1993.

[19] H. Loyer-Danflou, M. Macia, T.H. Sanders et T. Khan : Mechanisms of formation of serrated grain boundaries in nickel base superalloys. *In* R.D. Kissinger et al., éditeur : *Proceedings of Superalloys 1996*, pages 119–127. TMS, Warrendale PA. USA, 1996.

[20] R.J. Mitchell, H.Y. Li et Z.W. Huang : On the formation of serrated grain boundaries and fan type structures in an advanced polycrystalline nickel base superalloy. *J. of Mater. Process. Technol.*, 2008.

[21] M.P. Jackson et R.C. Reed : Heat treatment of UDIMET 720 Li: the effect of microstructure on properties. *Mater. Sci. and Eng. A*, 259:85–87, 1999.

[22] O.R. Myrh et O. Grong : Modelling of non isothermal transformations in alloys containing a particle distribution. *Acta Mater.*, 48(1):1605–1615, 2000.

[23] C.E. Campbell, W.J. Boettinger et U.R. Kattner : Development of a diffusion mobility database for Ni-base superalloys. *Acta Mater.*, 50:775–792, 2002.

[24] M. Perrut : Discussion informelle sur la précipitation du N18. Onera.

[25] J.S. Langer et A.J. Schwartz : Kinetics of nucleation in near-critical fluids. *High Phys. Rev.*, A 21:948–958, 1980.

[26] S.T. Wlodek, M. Kelly et D. Alden : The structure of N18. *In* S.D. Antolovitch et al., éditeur : *Proceedings of Superalloys 1992*, pages 467–476. TMS, Warrendale PA. USA, 1992.

[27] D. McDowell et F.P.E. Dunne : Microstructure sensitive computational modeling for fatigue crack formation. *Int. J. Fatigue*, 32:1521–1542, 2010.

[28] P.J.E. Forsyth : A two stage process of fatigue crack growth. *In Proceedings of the Crack Propagation Symposium*, pages 76–94. Cranfield College of Aeronautics, Bedfordshire, UK, 1961.

[29] J. Ruau : Expertise du comportement à chaud du N18. Rapport technique S-00/6525000A, DGA-CEAT, octobre 2000.

[30] A. de Bussac : Compétition entre amorçage interne et amorçage de surface dans le N18. Rapport technique YKOM1-60358, Snecma, novembre 1993.

[31] C. Duquenne : Comportement en fatigue oligocyclique du N18$<$75 μm à 450°C sur petite éprouvette. Rapport technique YKOL1-98-40084, Snecma, janvier 1999.

[32] J. Lemaitre et J-L. Chaboche : *Mécanique des matériaux solides 2ed.* Dunod, 2004.

[33] L.F. Coffin : A study of the effect of cyclic thermal stresses on a ductile metal. *Trans. ASME*, 76:931–950, 1954.

[34] S.S. Manson : Behavior of materials under conditions of thermal stress. Rapport technique, Lewis Fight Propulsion Laboratory, Cleveland, OH, 1954. National Advisory Commision on Aeronautics :report 1170.

[35] S.S. Manson : Fatigue: a complex subject - some simple approximations. *Exp. Mech.*, 5:193–226, 1965.

[36] J-L. Chaboche et P-M. Lesne : A non linear continuous fatigue damage model. *Fatigue and Fracture of Engng Mat and Struct*, 11:1–17, 1988.

[37] K.N. Smith, P. Watson et T.H. Topper : A stress-strain function for the fatigue of metals. *J. Mater.*, 5:767–778, 1970.

[38] *et al.* V. Bonnand : Programme pluriannuel de recherche concerté en durée de vie. Rapport de fin des tâches de l'Onera, Partie I. Rapport technique RT 11/12160 DMSM, Onera, 2009.

[39] O.H. Basquin : The exponential law of endurance tests. *In Proceedings of the American Society for Testing and Materials*, volume 10, pages 625–630, 1910.

[40] M. Chaudonneret et M. Robert : Fatigue lifetime prediction methods : An analysis of the different approximations involved in local approaches. *Int. J. Pres. & Piping*, 66:113–123, 1996.

[41] V. Bonnand, J.L. Chaboche, P. Gomez, P. Kanouté et D. Pacou : Investigation of multiaxial fatigue in the context of turboengine disc applications. *Int. J. Fatigue*, doi 10.1016/j.ijfatigue.2010.12.018, 2011.

[42] P. Kanouté : Rapport technique d'identification du critère unifié (critère TOS) sur la base des courbes de Manson-Coffin. Rapport technique, ONERA, 2007. RT 3/12160 DMSE.

[43] G.B. Marquis et D.F. Socie : *Multiaxial Fatigue*. Society of Automotive Engineers, Warrendale, PA, USA, 2000.

[44] G.R. Halford : The energy required for fatigue. *Journal of Materials*, 1:3–18, 1966.

[45] T.P. Gabb, G. Welsch, R.V. Miner et J. Gayda : The low cycle fatigue deformation response of a single-crystal superalloy at 650 °C. *Mater. Sci. and Eng. A*, 108:189–202, 1989.

[46] A. Vattré : *Strength of single crystals superalloys: from dislocation mechanisms to continuum micromechanics*. Thèse de doctorat, Mines-ParisTech, 2009.

[47] http ://mompiou.free.fr/wiki/index.php ?title=géométrie_et_quasi-cristaux. le 04/04/2011.

[48] F. Sansoz : *Propagation des petites fissures de fatigue dans les zones de concentration de contraintes dans le superalliage N18*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2000.

[49] http ://aciers.free.fr/index.php/2010/03/01/le-mecanisme-dorowan-dans-le-durissement-structurale/.

[50] http ://deuns.chez.com/sciences/matiere/disloc34.html. le 04/04/2011.

[51] E. Nembach et G. Neite : Precipitation hardening of superalloys by ordered γ'- particles. *Progress in Materials Science*, 29:177–319, 1985.

[52] W. Huther et B. Reppich : Interaction of dislocations with coherent, stress-free, ordered particles. *Z. Metallkd.*, 69:628–634, 1978.

[53] L.M. Brown et R.K. Ham : Dislocation-Particle Interactions. *In* A. Kelly et R.B. Nicholson, éditeurs : *Strengthening Methods in Crystals*, pages 9–135. Elsevier,Amsterdam, 1971.

[54] B. Reppich : Particle strengthening. *In* H. Cahn et al. (Eds), éditeur : *Materials science and Technology*, volume 6, 1993.

[55] M. Heilmaier, U. Leetz et B. Reppich : Order strengthening in the cast nickel-based superalloy IN100 at room temperature. *Mater. Sci. and Eng. A*, 319-321:375–378, 2001.

[56] B. Reppich : Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in γ' precipitating Ni-base alloys - I. Theoretical concept. *Acta Metall.*, 30:87–94, 1982.

[57] M. Shenoy, Y. Tjiptowidjojo et D. McDowell : Microstructure sensitive modeling of polycrystalline IN100. *Int. J. Plast.*, 24:1694–1730, 2008.

[58] A.J.E. Foreman et M.J. Makin : Dislocation movement through random arrays of obstacles. *Philos. Mag.*, 13:911–924, 1966.

[59] S.I. Rao, T.A. Parthasarathy, D.M. Dimiduk et P.M. Hazzledine : Discrete dislocation simulations of precipitation hardening in superalloys. *Philos. Mag.*, 84, N°30:3195–3215, 2004.

[60] A. Coujou et N. Clément : Mobilité des défauts à différentes températures dans les superalliages base nickel. *J. de Physique IV*, 6,C2:89–96, 1996.

[61] L. Kovarik, R.R. Unocic, Ju Li, P. Sarosi, C. Shen, Y. Wang et M.J. Mills : Microtwinning and other shearing mechanisms at intermediate temperatures in Ni-based superalloys. *Prog. Mater. Sci.*, 54:839–873, 2009.

[62] J.X. Zhang, Y. Ro, H. Zhou et H. Harada : Deformation twins and failure due to thermo-mechanical cycling in TMS-75 superalloy. *Scripta Mater.*, 54(4): 655–660, 2006.

[63] D.M. Knowles et Q.Z. Chen : Superlattice stacking fault formation and twinning during creep in γ/γ' single crystal superalloy CMSX-4. *Mater. Sci. and Eng. A*, pages 88–102, 2003.

[64] D.L. Milam : *Effect of forging temperature on the structure and mechanical properties of low carbon powder metallurgy Astroloy.* Thèse de doctorat, Purdue University, 1978.

[65] F. Torster, G. Baumeister, J. Albrecht, G. Lütjering, D. Helm et M.A. Daeubler : Influence of grain size and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of the nickel-base superalloy U 720 Li. *Mater. Sci. and Eng. A*, 234-236:189–192, 1997.

[66] J. Gayda, P.T. Kanzos et J. Telesman : The effect of heat treatment on the fatigue behaviour of Alloy 10. Rapport technique TM-2003-212473, NASA, 2003.

[67] D. Rice, P. Kantzos, B. Hann, J. Neumann et R. Helmink : P/M Alloy 10 - a 700° C capable nickel-based superalloy for turbine disk applications. *In* R.C. Reed et al., éditeur : *Proceedings of Superalloys 2008*, pages 139–147. TMS, Warrendale PA. USA, 2008.

[68] S.K. Jain, B.A. Ewing et C.A. Yin : The development of improved performance PM Udimet 720 turbine disks. *In* T.M. Pollock et al., éditeur : *Proceedings of Superalloys 2000*, pages 785–794. TMS, Warrendale PA. USA, 2000.

[69] J.H. Moll et J.J. Conway : Characteristics and properties of as-HIP P/M Alloy 720. *In* T.M. Pollock et al., éditeur : *Proceedings of Superalloys 2000*, pages 135–142. TMS, Warrendale PA. USA, 2000.

[70] J. Albrecht : Comparing fatigue behavior of titanium and nickel-based alloys. *Mater. Sci. and Eng. A*, 263:176–186, 1999.

[71] M.L. Brogdon et A.H. Rosenberg : Evaluation of the influence of grain structure on the fatigue variability of Waspaloy. *In* R.C. Reed et al., éditeur : *Proceedings of Superalloys 2008*, pages 583–588. TMS, Warrendale PA. USA, 2008.

[72] T. Krol, D. Baither et E. Nembach : The formation of precipitate free zones along grain boundaries in a superalloy and the ensuing effects on its plastic deformation. *Acta Mater.*, 52:2095–2108, 2004.

[73] T. Osada, N. Nagashima, Y. Gu, Y. Yuan, T. Yokokawa et H. Harada : Factors contributing to strength of a polycrystalline nickel-cobalt base superalloy. *Scripta Mater.*, 64:892–895, 2011.

[74] J. Mao, K.M. Chang, W.Yang, D.U. Furrer, K. Ray et S.P. Vaze : Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy Rene88DT. *Mater. Sci. and Eng. A*, 332:318–329, 2002.

[75] T.P. Gabb, J. Gayda, J. Telesman et A. Garg : The effects of heat treatment and microstructure variations on disk superalloy properties at high temperature. *In* R.C. Reed et al., éditeur : *Proceedings of Superalloys 2008*, pages 121–130. TMS, Warrendale PA. USA, 2008.

[76] D. Locq : Optimisation des propriétés mécaniques de superalliages élaborés par métallurgie des poudres. Rapport technique, ONERA, 1999. RT 62/1931 DMMP/Y.

[77] S. Sinharoy, P. Virro-Nic et W.W. Milligan : Deformation and strength behaviour of two nickel-base turbine disk alloys at 650° C. *Metall. Mater. Trans.*, A32:2021–2032, 2001.

[78] H.T. Pang et P.A.S. Reed : Fatigue crack initiation and short crack growth in nickel-base turbine disc alloys—the effects of microstructure and operating parameters. *Int. J. Fatigue*, 25:1089–1099, 2003.

[79] S.A. Sajjadi, H.R. Elahifar et H. Farhangi : Effects of cooling rate on the microstructure and mechanical properties of the Ni-base superalloy UDIMET 500. *J. Alloys and Compounds*, 20:215–220, 2008.

[80] M. Zimmermann, C. Stöcker et H.-J. Christ : On the effects of particle strengthening and temperature on the VHCF behavior at high frequency. *Int. J. Fatigue*, 33:42–48, 2011.

[81] H.T. Pang et P.A.S. Reed : Microstructure effects on high temperature fatigue crack initiation and short crack growth in turbine disc nickel-base superalloy Udimet 720Li. *Mater. Sci. and Eng. A*, 448:67–79, 2007.

[82] E.Y. Chen, S. Sauer, M. Meshii et W.T. Tucker : Fatigue microcrack distributions and the reliability of a nickel base superalloy. *Int. J. Fatigue*, 19(S1):S75–S82, 1997.

[83] M. Goto et D.M. Knowles : Initiation and propagation behaviour of microcracks in Ni-based superalloy Udimet 720 Li. *Eng. Frac. Mech.*, 60(1):1–18, 1998.

[84] A.D. Boyd-Lee : Fatigue crack growth resistant microstructures in polycrystalline Ni-base superalloys for aeroengines. *Int. J. Fatigue*, 21:393–405, 1999.

[85] H. Loyer-Danflou, M. Marty et A. Walder : Formation of serrated grain boundaries and their effect on the mechanical properties in a P/M nickel base superalloy. *In* S.D. Antolovitch et al., éditeur : *Proceedings of Superalloys 1992*, pages 63–72. TMS, Warrendale PA. USA, 1992.

[86] A. Korner : Weak-beam study of superlattice dislocations moving on cube planes in Ni_3(Al-Ti) deformed at room temperature. *Philos. Mag.*, 58:507–522, 1988.

[87] C. Bontemps et P. Veyssière : The geometrical configuration of kinks on screw superdislocations in Ni_3Al deformed at room temperature. *Phil. Mag. Lett.*, 61:259–267, 1990.

[88] K.J. Hemker et M.J. Mills : Measurements of antiphase boundary and complex stacking fault energies in binary and B-doped Ni_3Al using TEM. *Philos. Mag.*, 68:305–324, 1993.

[89] D.M. Dimiduk, A.W. Thompson et J.C. Williams : The compositional dependence of antiphase-boundary energies and the mechanism of anomalous flow in Ni_3Al alloys. *Philos. Mag.*, 67:675–698, 1993.

[90] L. Espié : *Etude expérimentale et modélisation numérique du comportement mécanique de monocristaux de superalliages.* Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1996.

[91] R.W. Kozar, A. Suzuki, W.W. Milligan, J.J. Schirra, M.F. Savage et T.M. Pollock : Strengthening mechanisms in polycrystalline multimodal nickel-base superalloys. *Metall. Mater. Trans.*, A40:1588–1603, 2009.

[92] U.S. Department of Defense : *Military Handbook - MIL-HDBK-5H : Metallic Materials and Elements for Aerospace Vehicle Structures.* Knovel Interactive Edition, http ://www.knovel.com/web/portal/basic_search/display ?_EXT_KNOVEL_DISPLAY_bookid=754, 2003.

[93] J. Miao, T.M. Pollock et J.W. Jones : Crystallographic fatigue crack initiation in nickel-based superalloy René 88DT at elevated temperature. *Acta Mater.*, 57:5964–5974, 2009.

[94] C. Stöcker, M. Zimmermann, H.-J. Christ, Z.-L. Zhan, C. Cornet, L.G. Zhao, M.C. Hardy et J. Tong : Microstructural characterisation and constitutive behaviour of alloy RR1000 under fatigue and creep-fatigue loading conditions. *Mater. Sci. and Eng. A*, 518:27–34, 2009.

[95] K. Gopinath, A.K. Gogia, S.V. Kamat, R. Balamuralikrishnan et U. Ramamurty : Low cycle fatigue behaviour of a low interstitial Ni-base superalloy. *Acta Mater.*, 57:3450–3459, 2009.

[96] Yong Gao, J.S. Stölken, Mukul Kumar et R.O. Ritchie : High cycle fatigue of nickel-base superalloy René 104 (ME3) : Interaction of microstructurally small cracks with grain boundaries of known character. *Acta Mater.*, 55:3155–3167, 2007.

[97] C. Stöcker, M. Zimmermann et H.-J. Christ : Localized cyclic deformation and corresponding dislocation arrangements of polycrystalline Ni-base superalloys and pure nickel in the VHCF regime. *Int. J. Fatigue*, 33:2–9, 2011.

[98] A. Roos, J-L. Chaboche, L. Gélébart et J. Crépin : Multiscale modelling of titanium aluminides. *Int. J. Plast.*, 20:811–830, 2004.

[99] J.D. Eshelby : The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *In* R.E. Peierls, éditeur : *Proceedings of the Royal Society Proc. R. S. Lond. A*, volume 241, page 376, 1957.

[100] M. Bornert, T. Bretheau et P. Gilormini : *Homogénéisation en mécanique des matériaux 1.* Hermès Science Publications, 2001.

[101] T. Mori et K. Tanaka : Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions. *Acta Metall.*, 21:571–574, 1973.

[102] A.V. Hershey : The elasticity of an isotropic aggregate of anisotropic cubic crystals. *J. Appl. Mech.*, 21:236–240, 1954.

[103] G. Dvorak : Transformation field analysis of inelastic composite materials. *In Proceedings of the Royal Society Proc. R. S. Lond. A*, volume 437, pages 311–327, 1992.

[104] R. Hill : Continuum micro-mechanics of elastoplastic polycrystals. *J. Mech. Phys. Solids.*, 13:89–101, 1965.

[105] P. Ponte-Castañeda : The effective mechanical properties of nonlinear isotropic composites. *J. Mech. Phys. Sol.*, 39:45–71, 1991.

[106] A. Zaoui et R. Masson : Micromechanics-based modeling of plastic polycrystals : an affine formulation. *Mater. Sci. and Eng. A*, 285:418–424, 2000.

[107] J-L. Chaboche, P. Kanouté et A. Roos : On the capabilities of mean-field approaches for the description of plasticity in metal matrix composites. *Int. J. Plast.*, 21:1409–1434, 2005.

[108] J-L. Chaboche, S. Kruch, J-F. Maire et T. Pottier : Towards a micromechanics based inelastic and damage modeling of composites. *Int. J. Plast.*, 17:411–439, 2001.

[109] E. Kröner : Zur plastischen Verformung des Vielkristalls. *Acta Metall.*, 9:155–161, 1961.

[110] G. Cailletaud et P. Pilvin : Utilisations de modèles polycristallins pour le calcul par éléments finis. *Revue Européenne des Éléments Finis*, 3:515–541, 1994.

[111] C. Gérard : *Mesures de champs et identification de modèles de plasticité cristalline*. Thèse de doctorat, Université Paris XIII, 2008.

[112] A. De Bussac et P. Poubanne : Rapport technique YKOM1-60291, SNECMA, juin 1992.

[113] P. Franciosi : *Plasticité à froid des monocristaux CFC : étude du durcissement latent*. Thèse de doctorat, Université Paris Diderot - Paris VII, 1978.

[114] B. Devincre, T. Hoc et L.P. Kubin : Collinear interactions of dislocations and slip systems. *Mater. Sci. and Eng. A*, 400-401:182–185, 2005.

[115] V. Sass et M. Feller-Kniepmeier : Orientation dependance of dislocation structures and deformation mechanisms in creep deformed CMSX-4 single crystals. *Mater. Sci. and Eng. A*, 245:19–28, 1998.

[116] L. Méric, P. Poubanne et G. Cailletaud : Single crystal modeling for structural calculations : Part 1 - Model Presentation. *J. of Eng. Mat. Technol.*, 113:162–170, 1991.

[117] M. Sauzay : Cubic elasticity and stress distribution at the free surface of polycrystals. *Acta Mater.*, 55:1193–1202, 2007.

[118] G. Faivre : Déformations de cohérence d'un précipité quadratique. *Phys. Stat. Sol.*, 35:249–259, 1964.

[119] J. K. Lee et W. C. Johnson : Elastic strain energy and interactions of thin square plates which have undergone a simple shear. *Scripta Metall.*, 11:447, 1977.

[120] Y.P. Chiu : On the stress field due to initial strains in cuboid surrounded by an infinite elastic space. *J. Appl. Mech.*, 44:587–590, 1977.

[121] T. Mura : *"Micromechanics of Defects in Solids. Second, revised edition."*. Martinus Nijhoff Publishers, 1987.

[122] M. Sauzay, P. Evrard, A. Steckmeyer et E. Ferrié : Physically-based modeling of the cyclic macroscopic behaviour of metals. *Procedia Eng.*, 2:531–540, 2010.

[123] W. Prager : A new method of analysis stress ans strain in work hardening plastic solids. *ASME J. of Appl. Mech.*, 78:493, 1956.

[124] P.J. Armstrong et C.O. Frederick : A mathematical representation of the multiaxial Baushinger effect. Rapport technique CEGB RD/B/N731, Berkeley Nuclear Laboratories, 1966.

[125] M. Maziere : *Eclatement des disques de turbomachines.* Thèse de doctorat, Mines-ParisTech, 2007.

[126] M. Delincé, Y. Bréchet, J.D. Embury, M.G.D. Geers, P.J. Jacques et T. Pardoen : Structure–property optimization of ultrafine-grained dual-phase steels using a microstructure-based strain hardening model. *Acta Mater.*, 55:2337–2350, 2007.

[127] C.W. Sinclair, W.J. Poole et Y. Bréchet : A model for the grain size dependent work hardening of copper. *Scripta Mater.*, 55:739–742, 2006.

[128] H. Proudhon, W.J. Poole, X. Wang et Y. Bréchet : The role of internal stresses on the plasticity of the Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111. *Philos. Mag.*, 88:621–640, 2008.

[129] J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet et P. Combrade : *Métallurgie du minerai au matériau 2e édition.* Dunod, 2002.

[130] H. Wendt et P. Haasen : Nucleation and growth of γ' precipitates in Ni14%Al. *Acta Metall.*, 31:1649, 1983.

[131] R. Becker et W. Döring : Kinetische Behandlung der Keimbildung in übersättigten Dämpfen. *Annalen der Physik*, 24:719, 1935.

[132] I.M. Lifshitz et V.V. Slyozov : The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions. *J. Phys. Chem. Solids*, 19:35–50, 1961.

[133] C.Z. Wagner : Theorie des Altering von Niederschlagen durch Unlösen. *Z. Elektrochem.*, 65:581–594, 1961.

[134] H. A. Calderon, P. W. Voorhees, J. L. Murray et G. Kostorz : Ostwald ripening in concentrated alloys. *Acta Metall. Mater.*, 42(3):991–1000, 1994.

[135] R. Doherty : Role of interfaces in kinetics of internal shape changes. *Met. Sci.*, 16:1–13, 1982.

[136] L. Müller, U. Glatzel et M. Feller-Kniepmeier : Modelling thermal misfit stresses in nickel-base superalloys containing high volume fraction of γ' phase. *Acta Metall. Mater.*, 40-6:1321–1327, 1992.

[137] U. Glatzel et M. Feller-Kniepmeier : Calculations of internal stresses in the γ/γ' microstructure of a nickel-base superalloy with high volume fraction of γ'-phase. *Scripta Metall.*, 23-11:1839–1844, 1989.

[138] E. Clouet, A. Barbu, L. Laé et G. Martin : Precipitation kinetics of Al_3Zr and Al_3Sc in aluminium alloys modelled with cluster dynamics. *Acta Mater.*, 53:2313–2325, 2005.

[139] J. Z. Zhu, T. Wang, A. J. Ardell, S. H. Zhou, Z. K. Liu et L. Q. Chen : Three dimensional phase-field simulations of coarsening kinetics of γ' particles in binary Ni-Al alloys. *Acta Mater.*, 52(9):2837–2845, 2004.

[140] A. Gaubert : *Modélisation des effets de l'évolution microstructurale sur le comportement mécanique du superalliage monocristallin AM1.* Thèse de doctorat, Mines-ParisTech, 2009.

[141] K. Ammar, B. Appolaire, G. Cailletaud et S. Forest : Phase field modeling of elasto-plastic deformation induced by diffusion controlled growth of a misfitting spherical precipitate. *Phil. Mag. Lett.*, 91(3):164–172, 2011.

[142] M. Risbet et X. Feaugas : Some comments about fatigue crack initiation in relation to cyclic slip irreversibility. *Eng. Frac. Mech.*, 75:3511–3519, 2008.

[143] M. Risbet, X. Feaugas, C. Guillemer-Neel et M. Clavel : Use of atomic force microscopy to quantify slip irreversibility in a nickel-base superalloy. *Scripta Mater.*, 49:533–538, 2003.

[144] H.S. Ho, M. Risbet, X. Feaugas, J. Favergeon et G. Moulin : Fundamental mechanisms of surface damage associated to the localization of the plastic deformation in fatigue. *Procedia Eng.*, 2:751–757, 2010.

[145] A. Shyam et W.W. Milligan : A model for slip irreversibility, and its effect on the fatigue crack propagation threshold in a nickel-base superalloy. *Acta Mater.*, 53:835–844, 2005.

[146] M. D. Sangid, H. J. Maier et H. Sehitoglu : A physically based fatigue model for prediction of crack initiation from persistent slip bands in polycrystals. *Acta Mater.*, 59:328–341, 2011.

[147] G. Venkataraman, Y.W. Chung et T. Mura : Application of minimum energy formalism in a muliple slip band model for fatigue - I Calculation of slip band spacings. *Acta Metall. Mater.*, 39-11:2621–2629, 1991.

[148] G. Venkataraman, Y.W. Chung et T. Mura : Application of minimum energy formalism in a muliple slip band model for fatigue - II Crack nucleation and derivation of a generalised Coffin-Manson law. *Acta Metall. Mater.*, 39-11:2631–2638, 1991.

[149] K.S. Chan : A microstructure-based fatigue-crack-initiation model. *Metallurgical and Materials Transactions*, 34A:43–58, january 2003.

Expérimentation numérique pour l'aide à la spécification de la microstructure et des propriétés mécaniques d'un superalliage base Ni pour des applications moteurs

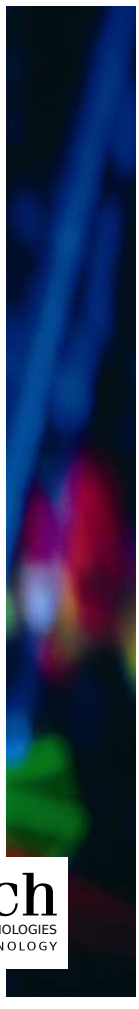
Résumé : Une boucle de calcul permettant d'optimiser le traitement thermique vis-à-vis de la durée de vie en fatigue d'un disque de turbine haute pression en superalliage à base de nickel N18 a été construite. Cette boucle comporte trois calculs par éléments finis et un post-processing de la durée de vie. Le premier calcul est un calcul de thermique qui permet de déterminer l'évolution de la température au cours du traitement thermique en tout point du disque. Le second est un calcul de microstructure qui donne les paramètres microstructuraux, c'est-à-dire le rayon équivalent et la fraction volumique des différentes populations de précipités, en fonction de l'évolution de la température simulée lors du premier calcul. Le troisième calcul consiste à obtenir la réponse mécanique du disque à la sollicitation qu'il subit en service, le comportement en chaque point de Gauss étant dépendant des paramètres microstructuraux résultant du traitement thermique. Afin de construire cette boucle, un modèle de précipitation a été implémenté dans le code ZeBuLoN et calibré pour le N18 présentant une microstructure à gros grains. De plus, l'influence de la microstructure fine sur le comportement et la résistance en fatigue a été étudiée au moyen d'essais mécaniques spécifiques conduits à 450°C. Ces essais ont montré que la microstructure intragranulaire n'a a priori pas d'influence sur la fonction de durée de vie développée pour les superalliages pour disque. Mais elle a par contre une influence très importante sur la limite d'élasticité du matériau, qui a elle-même une influence directe sur la contrainte moyenne au cycle stabilisé. Et la contrainte moyenne est l'un des paramètres clés gouvernant la résistance en fatigue du matériau. Un modèle multiéchelle a par ailleurs été construit afin de mieux comprendre le rôle de la microstructure fine sur le comportement en fatigue. La boucle d'optimisation intègre un modèle phénoménologique et montre qu'un refroidissement lent du disque après le traitement de mise en solution, conduit à une limite d'élasticité plus basse au point critique du disque et permet d'allonger la durée de vie. Cependant, la tenue à l'éclatement constitue aussi un critère dimensionnant du disque et requiert quant à elle une bonne résistance mécanique du matériau.

Mots clés : superalliage, optimisation, fatigue, traitement thermique, microstructure, précipitation, polycristal, analyse multiéchelle

Numerical experiment to help to the specification of the microstructure and the mechanical properties of an Ni-based superalloy for engine applications

Abstract: A computation loop allowing the optimization of the thermal treatment in relation to the fatigue life of a Ni-base superalloy N18 turbine disc was built. This loop is constituted of three finite element calculations and one post-processing for the fatigue life. The first calculation is a thermal calculation which allows the determination of the temperature evolution on each point of the disc. The second one is a calculation of the precipitation, which gives the microstructural parameters, i.e. the volume fraction and the size of the different populations of precipitates. The third one is the calculation of the mechanical response of the disc to the service loading. The behavior in each Gauss point is a function of the microstructural parameters deduced from the second calculation. To build this loop, a model of precipitation was implemented in ZeBuLoN code and recalibrated for coarse grained microstructure N18. Moreover the influence of the intragranular microstructure on the fatigue behavior was studied through specific mechanical tests performed at 450°C. This study showed the fatigue life function developed for disc superalloys is a priori no dependent from the intragranular microstructure. But it has a very strong influence on the yield stress, which has a direct impact on the mean stress at the stabilized cycle. And the mean stress is one of the key parameters for the fatigue resistance of the material. A multiscale model was built to account for the role of the fine microstructure on the fatigue behavior. The optimization loop is built with a phenomenological model and shows that a slower cooling, leading to a lower yield stress at the critical point of the disk allows to enhance the fatigue life. Meanwhile, the bursting resistance also constitutes a major criterion for the design of the disk and requires a high mechanical resistance of the superalloy.

Keywords: Superalloy, optimization, fatigue, thermal treatment, microstructure, polycristal, multiscale analysis



MINES ParisTech

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY