



**HAL**  
open science

# Effets des microstructures induites par le procédé de forgeage sur la durée de vie de pièces en Inconel 718 DA

Mériem Abikchi

## ► To cite this version:

Mériem Abikchi. Effets des microstructures induites par le procédé de forgeage sur la durée de vie de pièces en Inconel 718 DA. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2014. Français. ⟨NNT : 2014ENMP0069⟩. ⟨tel-02892024v1⟩

**HAL Id: tel-02892024**

**<https://pastel.hal.science/tel-02892024v1>**

Submitted on 7 Jul 2020 (v1), last revised 7 Jul 2020 (v2)

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.



HAL Authorization

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

## Doctorat ParisTech

# THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

**l'École nationale supérieure des mines de Paris**

**Spécialité Sciences et Génie des matériaux**

*présentée et soutenue publiquement par*

**Mériem ABIKCHI**

le 24 octobre 2014

**Thèse confidentielle  
(date de fin de 16/09/2019)**

**Effets des microstructures induites par le procédé de forgeage sur  
la durée de vie de pièces en Inconel 718 DA**

Directeur de thèse : **Jérôme CREPIN**

Co-encadrement de la thèse : **Thilo F. MORGENEYER**

### Jury

**Mme. Nathalie BOZZOLO**, Professeur, CEMEF, Mines ParisTech  
**M. Éric ANDRIEU**, Professeur, CIRIMAT, ENSIACET, INP TOULOUSE  
**M. Patrick VILLECHAISE**, Directeur de recherche CNRS, Institut P' UPR 3346, ENSMA, Poitiers  
**M. Jean-Yves BUFFIERE**, Professeur, MATEIS, INSA Lyon  
**M. Jérôme CREPIN**, Directeur de recherche, CdM UMR 7633, Mines ParisTech  
**M. Jean-Yves GUEDOU**, Docteur d'état, Snecma – Groupe SAFRAN  
**M. Thilo F. MORGENEYER**, Chargé de recherche, CdM UMR 7633, Mines ParisTech  
**M. André PINEAU**, Professeur, Centre des Matériaux, Mines ParisTech  
**M. Arnaud LONGUET**, Ingénieur de recherche, Snecma – Groupe SAFRAN

Présidente  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examineur  
Examineur  
Examineur  
Examineur  
Invité

T  
H  
È  
S  
E



« SUCCESS IS THE ABILITY TO GO FROM ONE FAILURE TO ANOTHER WITH NO LOSS OF ENTHUSIASM »  
SIR WINSTON CHURCHILL



# REMERCIEMENTS

Pour moi, me lancer dans cette thèse était une évidence. Mon attirance pour la science, pour la recherche ne m'a laissé aucun doute sur ma motivation. Cependant, ça n'a pas été simple et, il faut bien l'avouer, en venir à bout a été défi personnel. Aujourd'hui, je suis fière de pouvoir vous présenter les résultats de ces quelques années de dur labeur ponctuées de tant de belles rencontres, c'est certain. Pour ma part, j'espère avoir consolidé mes compétences et enrichi mes connaissances.

Cette thèse est le fruit d'un projet en collaboration entre l'entreprise Snecma et le Centre des Matériaux de l'école des Mines de Paris. Je remercie Snecma de m'avoir donné l'occasion et les moyens de mener ce projet dans de bonnes conditions.

Ces trois années ont été jalonnées de nombreuses rencontres grâce auxquelles j'ai pu construire cette étude et évoluer tant professionnellement que personnellement.

Mes premières pensées vont à Jérôme Crépin qui a su, non seulement, encadrer ce travail mais surtout partager avec moi sa vision du monde de la recherche. Nos nombreux échanges ont forgé une vision plus réaliste de cet univers parfois rugueux mais avec tant de sincérité que mon engagement s'en est trouvé encouragé, et ma persévérance jamais entamée. Une belle rencontre tant sur le plan professionnel que sur le plan humain. Je peux maintenant le dire sans aucun doute, si c'était à refaire je n'hésiterais pas. Nous avons rarement l'occasion d'apprendre autant, et encore moins, d'apprendre sur soi.

Je souhaite remercier tous les membres du jury pour le temps qu'ils ont accordé à la lecture et à l'évaluation de mes travaux et je suis ravie que Nathalie Bozzolo ait été désignée pour présider la soutenance. Je remercie particulièrement Patrick Villechaise pour m'avoir communiqué un rapport qui a apporté beaucoup à ma réflexion sur les sujets abordés dans mes travaux. De même, je remercie Éric Andrieu d'avoir rapporté mes travaux. Éric, pour moi, vous êtes un modèle depuis les bancs de l'école, vous avez toujours su me donner envie d'apprendre, de comprendre, d'expertiser, d'aller plus loin tout simplement. Vous avez été, tout au long de mon parcours, un modèle de pédagogie et de savoir qui me laisse admirative. Je regrette que Jean-Yves Buffière n'ait pas pu assister à la soutenance cependant je tiens à le remercier vivement pour l'intérêt qu'il a accordé à mes travaux. J'adresse également mes sincères remerciements à Jean-Yves Guedou, avec lequel j'ai eu à échanger auparavant lors d'un précédent projet. Il a toujours suivi cette thèse de près, a toujours été accessible et ouvert à la discussion. Nos échanges ont ancré mon travail dans une vision plus globale grâce à sa vaste connaissance des technologies industrielles. Et enfin, j'ai une pensée admirative pour André Pineau, sa disponibilité, sa pédagogie et les heures qu'on a passées à échanger sur tant de sujets. Ces conversations ont transformé cette expérience en éternel questionnement. Un questionnement qui ne me quittera pas tant il est essentiel à ma réflexion, à mon avancement. Je ne finirai jamais d'apprendre de vous.

Ce travail n'aurait pas pu aboutir sans les nombreux échanges avec mes collaborateurs du Centre des Matériaux et de la Snecma. Tout d'abord, je voudrais remercier Thilo pour sa disponibilité. Tu m'as permis de me sentir plus sûre de mes compétences.

Alexandre Seror, tu as su rendre mes échanges avec Snecma plus agréables encore. Je suis ravie qu'on ait été amenés à travailler ensemble, je regrette seulement que cette collaboration ait débuté tardivement. Je souhaite également remercier Caroline Mary et Arnaud Longuet pour avoir lancé ce projet et pour votre vision ambitieuse de cette étude, une vision ambitieuse qui m'a laissée libre d'explorer toutes les pistes nécessaires sans limites, si ce n'est, comme toujours, celle du temps.

Merci à toutes les personnes du Centre sans lesquelles ce travail n'aurait pas abouti à cette consistance, cette matière qui je crois en font l'intérêt. En premier lieu, toutes les personnes de l'atelier auxquelles j'ai tant demandé et qui partagent généreusement un savoir-faire unique. Je remercie particulièrement René de sa compréhension et de son accueil.

Julie, Nicole, Karine et Fabrice, je tiens à vous dire que c'est une chance que d'avoir pu bénéficier de vos savoir-faire. Merci d'avoir su vous montrer toujours disponible et ouvert à la discussion.

Abdenour, Régis, l'année passée ensemble à essayer de paramétrer les essais a été forte en rebondissements, cela restera un bon souvenir. Merci également de m'avoir laissée apprendre en faisant mes propres erreurs, c'est la preuve de la confiance que vous me faites.

Franck, j'ai eu la chance de pouvoir bénéficier de tes compétences uniques au laboratoire, ton travail sublime de nombreux états effectués au CdM et je te remercie donc du temps que tu as pu m'accorder.

Odile, je suis admirative de ta patience et de ta passion pour ton travail, je pense qu'il est important de réaliser l'importance de ton rôle dans toutes ces études pour lesquelles nous ne serions rien sans bibliographie. De plus, il est toujours agréable d'échanger avec toi, de tout et de rien.

Anne, au-delà de ton aide précieuse pour les heures et les heures de cartographie EBSD que nous avons faites ensemble, je te remercie chaudement pour ton soutien et ton sourire. Je suis ravie que nos routes se soient croisées. Tu es pour moi bien plus qu'une collègue et je ne pourrais oublier de garder contact avec toi !

Loïc, avoir bénéficié de ton expérience a été une chance pour moi. Que tu partages avec moi ton savoir tant technique que scientifique, et professionnel en générale, a été un des aspects les plus enrichissants de ma thèse. Tu as un vrai sens de la pédagogie qui a rendu nos longs échanges galvanisants. J'espère sincèrement qu'on aura encore l'occasion de travailler ensemble.

Lors de cette thèse, j'ai eu la chance de travailler avec différents laboratoires qui m'ont accueillie et ont partagé avec moi leur temps et leur savoir-faire; aussi, je remercie Lukas Helfen et Mario Scheel de l'ESRF de Grenoble ainsi que Eva Héripé et Alexandre Tanguy du LMS.

Je voudrais aussi remercier les professeurs qui ont jalonné mon parcours et qui m'ont insufflé, non seulement, un intérêt certain pour la science, mais aussi, toute la confiance en moi nécessaire pour entreprendre cette thèse.

Ma principale pensée est pour Mme Hallé, ma professeur de Physique-Chimie du lycée. J'avais toujours une boule au ventre en entrant en classe tant elle inspirait autorité et discipline mais, grâce à elle, j'ai cru en moi. Je me suis sentie capable de me lancer, sans autocensure, sans peur, dans les sciences. Mme Hallé, sachez que je reprends sans cesse les gens en disant ainsi qu'"un produit naturel est aussi chimique"...

Je voudrais aussi remercier Dominique Poquillon, Daniel Monceau, Christine Blanc et bien sûr Éric Andrieu, enseignants et/ou chercheurs à l'ENSIACET et/ou au CIRIMAT, pour leur capacité à partager leurs connaissances avec leurs élèves.

Ces années passées au Centre des matériaux m'ont permis de nouer de réelles amitiés parmi tous ces camarades que sont les thésards.

Tout d'abord, Emma, FX, Romain, Agathe, Pierre, mes collègues de bureau qui ont dû supporter ma folie. Je les remercie de leur tolérance. Une pensée particulière pour un collègue particulier, un fantôme que je n'ai croisé que le temps de sa rédaction mais qui finalement est devenu un ami : Thomas. Nos « difficultés » communes nous ont fait partager bien des fous rires ! Au passage, je voudrais remercier Camille pour son sourire toujours réconfortant.

Bien sûr tous les autres: Mouhcine, notre fuite du vendredi pour la muraille de Chine avec « Background » est le symbole de notre coalition, HA et Judith, je suis ravie d'avoir appris à vous connaître, nous avons bien ri et j'espère que nous aurons encore l'occasion de passer de bons moments ensemble.

Il est difficile de savoir si nous allons réussir à garder contact avec toutes les personnes qui ont jalonné ces années mais il est évident pour moi que certaines tiennent une place particulière, tant dans le quotidien de ces années que dans le temps.

Damieng, ton accent du sud et tes yeux bleus ont ensoleillé mon passage au centre. Les bons moments passés ensemble ont suffi à transformer mon expérience de la thèse. J'espère que tu sais l'estime que j'ai pour toi.

Christophe, t'avoir rencontré m'as permis d'apprendre beaucoup. Ton recul sur la thèse m'a aidée à me remettre en question à de nombreuses reprises. J'espère rester ton ami longtemps car peu de gens me font autant rire.

Guillaume, je crois que nous n'avons pas encore essayé tous les chawarmas de Paris alors à très vite pour poursuivre ce voyage culinaire. Je te remercie d'être là et d'être toi.

Damien pour avoir partagé avec moi ton amour de l'art, tu as changé mon regard sur le monde. Tu as aussi su me soutenir dans les moments de doute, sans toi, je n'aurais sûrement pas terminé cette aventure.

Ces années représentent plus qu'une thèse finalement, ce sont les pages de notre chemin ensemble.

Je me suis fait de nombreux amis ces dernières années mais je n'oublie pas les plus anciens, ceux qui se sont toujours montrés présents et avec lesquels nous avons partagé tant d'aventures.

Christos, notre complicité me permet de savoir que je peux compter sur toi à chaque instant et dieu sait qu'il y a eu beaucoup de moments pendant cette thèse où j'ai eu besoin de toi. J'espère rester ta plus longue relation encore longtemps, en tout cas, je serai toujours là pour toi comme tu l'es pour moi.

Val, nous nous sommes soutenus mutuellement lors de la dernière ligne droite ! Je serai toujours partante pour une expo, un mur, une ruine, tout l'art de rendre l'art vivant ! Ta vision des choses toujours décontractée m'apporte de la fraîcheur dans ce monde de sérieux.

Seb, ta poésie et ton humour, qui tombent à pic, m'épatent toujours. J'espère que jamais tu ne m'oublieras pas une seconde fois mais saches que je saurais me rappeler à toi si jamais cela devait se reproduire! Je ne saurais accepter que ma vie devienne subitement moins drôle.

Marie, difficile de mettre des mots sur notre relation. Tu es un des piliers de ma santé mentale et de mon équilibre. Beaucoup de petits riens, ça fait un sacré grand tout. Je sais seulement que je pourrais vivre à Pétaouchnok si tu y es aussi.

Céline, même sans partir loin, grâce à toi et à nos papotages, j'ai pu m'évader de mes préoccupations mais je n'oublie pas que tu nous dois un voyage rien qu'à nous deux ! Je voudrais aussi remercier Manu. Je sais avec certitude qu'on est du même monde.

Jb, malgré la vision d'horreur que tu as de ma thèse à certains moments, tu n'as pas hésité à te lancer toi aussi. Saches quand même que c'est une expérience à vivre, une expérience qui permet de mieux de se connaître soi-même.

Oliv, ton calme, ton sourire omniprésent font de toi un pilier solide sur lequel je peux toujours compter pour un repos de l'esprit. Parlons peu mais parlons bien.

Flo, rien de mieux pour m'aérer l'esprit qu'une danse avec toi, tu es mon maître en la matière, ensemble on déchire tout ! Je suis heureuse de compter parmi tes amis.

Je n'oublie pas Max, Camille, Julie et Tricot sans qui la bande ne serait pas au complet ! Nos weekends réguliers sont toujours une bouffée de jeunesse (oui on vieillit) et j'espère que cela ne s'arrêtera pas de sitôt !

Morgane, tu es une des personnes les plus paisibles de mon entourage. Je te remercie d'être toujours présente et saches que tu peux m'appeler à toute heure du jour et de la nuit.

Sylvain, je te remercie de ton indulgence... Je sais que même séparer par la distance, et malgré le fait que je n'ai pas été très disponible ces dernières années, rien ne sera jamais aussi simple que de refaire le monde avec toi. Je me sais pas à la hauteur de ton amitié.

François, merci pour ce message, tout d'abord et pour tout le reste finalement... Tu m'apaises.

Mes derniers remerciements, mais non des moindres, vont à ma famille. Il est difficile de mettre des mots sur l'importance qu'ils ont pour moi.

Rachida, tu es toujours là pour me rassurer quand je perds pieds. J'admire ton obstination, ton ardeur au travail, ta passion, ta persévérance, qui sont réellement un exemple pour moi.

Iman, heureusement que tu es là pour me recadrer capillairement et vestimentairement ! Nos différences font que tu m'apportes un regard unique et franc sur moi-même qui me permet de toujours m'améliorer. Prends confiance en toi, tu es la seule à douter de tes compétences.

Wahid, ton franc parlé et ton goût pour le débat me rappellent quelqu'un, j'espère qu'on aura de plus en plus l'occasion d'échanger sur de nombreux sujets. Ton regard sur le monde est toujours enrichissant.

Majda, ton calme et ta douceur m'apaisent.

Sheima, ton dynamisme, ton rire et ta créativité me permettent de rester ancrer dans la jeunesse.

Je ne saurai vous dire à quel point j'ai été touchée de vous voir dans cette salle ce fameux jour, vous ne pouvez imaginer ce que votre présence près de moi représente à mes yeux. Vous êtes mes racines, mes piliers.

Ma maman, pour son soutien, son amour, sa compréhension, son ouverture d'esprit qui dépassent toutes les limites et qui ne cesseront jamais de me surprendre et de me redonner confiance en l'avenir et en l'humanité.

Mon père pour m'avoir permis d'en arriver jusque-là, merci de m'avoir rendue plus forte.





## TABLE DES MATIÈRES

1.	Introduction .....	1
1.1.	Contexte global.....	1
1.1.	Problématique de l'étude.....	2
1.2.	Plan de la thèse .....	3
2.	Présentation de l'alliage : Inconel 718 .....	7
2.1.	Historique .....	7
2.2.	Composition et phases.....	8
2.2.1.	Matrice austénitique .....	8
2.2.2.	Précipités $\gamma'$ .....	9
2.2.3.	Précipités $\gamma''$ .....	10
2.2.4.	Phase $\delta$ .....	12
2.2.5.	Les phases indésirables : phases topologiquement compactes.....	14
2.2.6.	Carbures et carbonitrides.....	14
2.2.7.	Les éléments à l'état de trace.....	15
2.3.	Élaboration de l'alliage.....	16
2.4.	Forgeage .....	17
2.4.1.	Effet de la déformation.....	18
2.4.2.	Effet de l'évolution de la température lors du forgeage sur la microstructure .....	19
2.4.2.1.	Effet de la température maximale atteinte lors du forgeage .....	20
2.4.2.2.	Effet du maintien à haute température.....	21
2.4.2.3.	Effet de la vitesse de refroidissement sur la microstructure .....	21
2.5.	Traitement thermique .....	22
2.6.	Comportement en traction .....	24
2.7.	Propriétés mécaniques de l'Inconel 718 DA en fatigue .....	26
2.7.1.	Comportement .....	26
2.7.2.	Durée de vie.....	27
2.7.2.1.	Effet de la microstructure sur la durée de vie .....	28
2.7.2.2.	Durée de vie et mécanismes d'amorçage .....	30
2.7.3.	Les différents mécanismes d'amorçage.....	31
2.7.3.1.	Amorçage en stade I.....	31
2.7.3.2.	Amorçage sur particules surfaciques .....	32
2.7.3.3.	Amorçage sur facettes cristallographique en sub-surface .....	34
2.7.4.	Vitesses et mécanismes de propagation.....	34
2.8.	Conclusions .....	38
3.	Influence du procédé de forgeage sur la microstructure de l'Inconel 718 DA – Étude par simulation sur Forge2® .....	41
3.1.	Présentation de l'outil de simulation : Forge 2® [Farag, 2008] .....	41
3.2.	Étude des gammes de forgeage du disque de turbine .....	42
3.2.1.	Impact des paramètres de forgeage sur les propriétés microstructurales et mécaniques de la pièce. 45	
3.2.2.	Étude des cycles thermiques vu par chaque zone du disque (dent et alésage) .....	46
3.2.2.1.	Effet de la température maximale atteinte lors du forgeage .....	48

3.2.2.2.	Effet du temps de maintien à une température supérieure à la température du solvus de la phase $\delta$ .....	48
3.2.2.3.	Effet de la vitesse de refroidissement .....	48
3.3.	Modélisation des gammes de forgeage des lopins à l'aide de Forge2® .....	49
3.3.1.	Définition des gammes de forgeage des différents lopins .....	50
3.3.1.1.	Description des caractéristiques souhaitées sur les lopins .....	50
3.3.1.2.	Gammes de forgeage proposées pour les lopins .....	50
3.3.2.	Validation des gammes de forgeage établies par simulation .....	55
3.3.2.1.	Validation de la gamme de forgeage correspondant à la dent .....	55
3.3.2.2.	Validation de la gamme de forgeage correspondant à une pièce fine extrême .....	57
3.3.2.3.	Validation de la gamme de forgeage correspondant à la dent modifiée .....	58
3.3.2.4.	Validation de la gamme de forgeage correspondant aux lopins représentatifs de la partie alésage du disque et d'une zone « épaisse extrême » .....	59
3.4.	Conclusions .....	62
4.	Caractérisation microstructurale des matériaux du disque étudié .....	65
4.1.	Distribution de taille de grains .....	65
4.1.1.	Étude de la taille de grain moyenne au sein du disque .....	65
4.1.2.	Étude de la distribution de la taille de grains dans les deux zones d'intérêts : Alésage et Dent .....	67
4.2.	Distribution des différentes phases .....	70
4.2.1.	Phases $\delta$ .....	70
4.2.2.	Phase $\gamma'$ et $\gamma''$ .....	71
4.2.3.	Étude des domaines de précipitation de chaque phase .....	72
4.3.	Taille et Distribution des particules .....	74
4.3.1.	Nitrures .....	75
4.3.2.	Carbures .....	78
4.4.	Analyses microstructurales des lopins forgés .....	80
4.5.	Conclusions .....	82
5.	Propriétés mécaniques en fatigue .....	85
5.1.	Durée de vie des matériaux issus du disque .....	85
5.1.1.	Comparaison entre les deux zones du disque : la dent et l'alésage .....	86
5.1.2.	Durée de vie des lopins expérimentaux .....	89
5.1.3.	Effet de la réponse mécanique sur la durée de vie .....	90
5.2.	Étude des faciès de rupture des différents échantillons testés .....	92
5.2.1.	Amorçage cristallographique sur les plus gros grains .....	92
5.2.2.	Amorçage sur particule interne .....	94
5.3.	Discussion sur l'absence d'observation d'amorçage surfacique .....	98
5.3.1.	Amorçage sur grains surfaciques .....	98
5.3.2.	Amorçage sur particules surfaciques .....	102
5.4.	Etude statistique de la durée de vie .....	103
5.4.1.	Confrontation à la base de données Snecma : relation mécanisme/durée de vie .....	103
5.4.2.	Discussion par rapport aux résultats de la littérature .....	105
5.5.	Conclusions : .....	106
6.	Relation entre microstructure et comportement mécanique .....	109

6.1. Description du mécanisme d'endommagement des matériaux à petits grains homogènes (amorçage sur particules).....	109
6.1.1. Amorçages sur nitrures internes et formations d'un fish-eye.....	110
6.1.1.1. Nitrures.....	110
6.1.1.2. Micro-propagation cristallographique sous vide (« fish eye »).....	111
6.1.1.3. Propagation en stade II (sous air/ sous vide).....	113
6.2. Description du mécanisme d'endommagement des matériaux à tailles de grains plus hétérogènes (amorçage sur grains).....	115
6.2.1. Amorçages sur grains sub-surfaciques.....	115
6.2.2. Grains cassés dans la zone de propagation en stade II et dans la zone de rupture ductile	115
6.2.3. Rôle des joints $\Sigma 3$ .....	119
6.2.4. Mécanisme de rupture des joints $\Sigma 3$ .....	122
6.3. Conclusions.....	132
7. Conclusions et perspectives : Retour au forgeage, Relation entre forgeage – microstructure – comportement en fatigue.....	135
8. Bibliographie.....	139
9. ANNEXES.....	149
9.1. Présentation du logiciel Forge2®.....	149
9.1.1. Architecture du logiciel.....	149
9.1.2. Fonctionnement du logiciel.....	149
9.1.2.1. Paramètres de simulation.....	149
9.1.2.2. Déroulement du calcul de forgeage.....	149
9.1.2.3. Détails de paramètres d'entrée et de sortie du logiciel.....	150
9.1.3. Définitions des paramètres fournis par le post-processeur métallurgique (PPM) Snecma [Farag, 2008].....	151
9.2. Gamme de forgeage du disque de turbine HP.....	153
9.3. Etude paramétrique par simulation numérique à l'aide de FORGE2®.....	154
9.3.1. Effet de la température des outils.....	156
9.3.2. Effet de la température de chauffage de la pièce sur les cycles de température.....	158
9.3.3. Effet de la vitesse de déformation sur les cycles de température.....	159
9.3.4. Effet du nombre de chaudes.....	159
9.3.5. Effet du mode de refroidissement.....	160
9.4. Caractérisation microstructurale.....	161
9.4.1. Distribution de taille de grains.....	161
9.4.1.1. Méthode utilisée par Snecma – norme ASTM.....	161
9.4.1.2. Analyse EBSD.....	163
9.4.2. Distribution de la phase $\delta$ et des carbures.....	164
9.4.3. Distribution de phases durcissantes et études des dislocations (analyse MET).....	164
9.4.4. Analyse ATD.....	165
9.4.5. Distribution de particules.....	166
9.4.5.1. Technique de Laminographie/Tomographie.....	166
9.4.5.2. Traitement des données de laminographie/tomographie par analyse d'image....	167
9.5. Caractérisation mécanique.....	172

9.5.1.	Essais de traction .....	172
9.5.2.	Essais de fatigue .....	173
9.5.2.1.	Protocole des essais de durée de vie .....	173
9.5.2.1.	Protocole des essais METCUT .....	174
9.5.3.	Bilan des résultats de fatigue réalisés au CdM sur les différentes éprouvettes .....	175
9.5.4.	Micrographie des faciès de rupture .....	176
9.5.4.1.	Dent du disque .....	176
9.5.4.2.	Alésage du disque .....	177
9.5.4.3.	Lopins type « dent » .....	179
9.5.4.4.	Lopins type « dent extrême » .....	181
9.5.4.5.	Lopins type « dent modifiée » .....	183





# 1. INTRODUCTION

## 1.1. CONTEXTE GLOBAL

En 2014, le marché de l'aviation est toujours en pleine expansion. 80 000 avions sillonnent, chaque jour, les cieux afin d'aller de l'un à l'autre des 14 000 aéroports répartis sur le globe. Soit un décollage et un atterrissage par seconde et une augmentation du trafic aérien de près de 5% par an pendant les 30 dernières années. En parallèle, l'évolution permanente des réglementations liées, entre autres, à l'environnement et à la sécurité conduit à l'amélioration du rendement des moteurs. Rendement qui entraîne la recherche de nouveaux matériaux capables d'endurer de plus hautes températures et des sollicitations mécaniques plus élevées, ceci afin de réduire la consommation en carburant.

Snecma, société membre du groupe Safran, fournit notamment des moteurs pour des avions commerciaux. Ainsi, le motoriste développe, produit et commercialise différents moteurs pour différents types d'avions.

Aussi Snecma a pour rôle de vérifier que toutes ces pièces répondent aux normes de sécurité tout en travaillant à l'amélioration du dimensionnement des pièces d'un point de vue économique et surtout environnemental (notamment en réduisant leur poids). Ainsi, tout changement dans l'élaboration ou le procédé de fabrication d'une pièce en vue d'améliorer ses performances doit être suivi d'essais en laboratoire visant à revoir le dimensionnement de la pièce afin de répondre aux marges de sécurité.

Les ruptures de pièces en fonctionnement normal sont, le plus souvent, dues à des sollicitations de type fatigue (thermo)-mécanique. Après les trains et bien d'autres structures mécaniques, les avions ont également été touchés par la fatigue. L'un des accidents les plus récents concerne notamment l'éclatement d'un disque moteur suite à l'amorçage d'une fissure de fatigue à partir d'un défaut [MMS, 2014].

Le 2 juin 2006, à l'aéroport de Los Angeles, pendant une opération de maintenance au sol, le feu s'est déclaré dans l'un des moteurs de l'avion et a sévèrement endommagé l'aile et le fuselage. La cause de l'accident est l'éclatement d'un disque de turbine de l'un des moteurs. Le disque s'est délogé de son emplacement dans le moteur (Figure 1-1.a) et a percé le carter. En tournoyant, il a découpé le dessous du fuselage pour finalement venir s'encastrer dans le moteur de l'aile opposée (Figure 1-1.b).

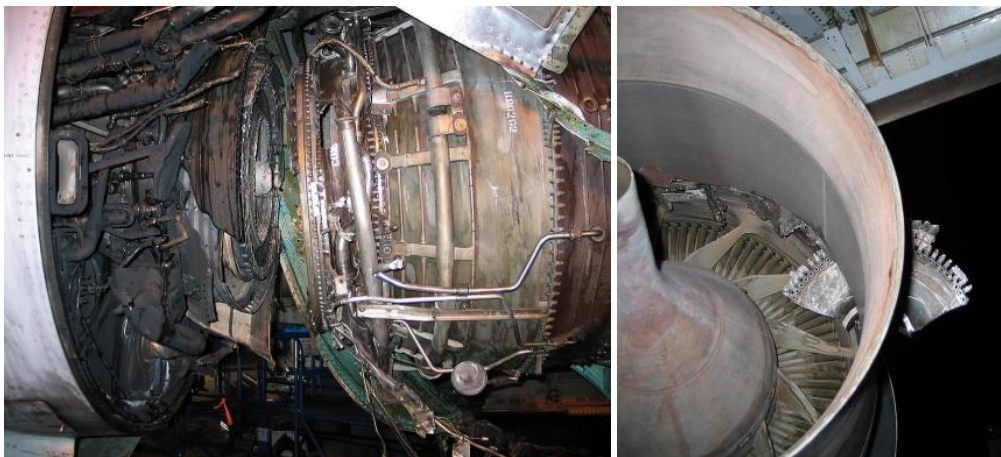


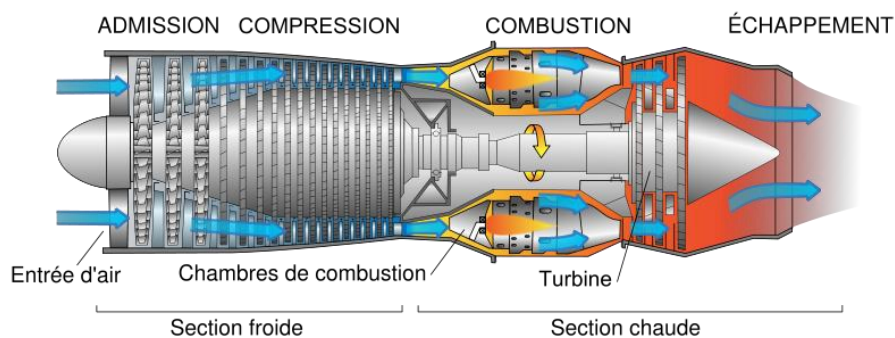
Figure 1-1 : (a) Moteur d'où le disque a éclaté et (b) morceau du disque encastré dans l'autre moteur  
(cours : [MMS, 2014])

Le rôle de ces disques est de porter les aubes permettant, d'une part, de comprimer les gaz dans la partie froide du moteur et, d'autre part, de recevoir le flux des gaz de combustion dans la partie chaude. Les carters de moteurs d'avion sont dimensionnés pour contenir les aubes pouvant se désolidariser lors d'un incident tel que l'ingestion d'oiseaux. Par contre, ces carters ne sont pas conçus pour arrêter un disque de turbine qui éclaterait en pleine rotation (Figure 1-1.b). Or, les normes en vigueur, en usant de marges de sécurité considérables, calculent ces disques de turbine en tendant vers le risque zéro d'éclatement en conditions de service. On mesure alors toute la gravité de l'accident décrit précédemment. Les images ci-dessous montrent un disque sain de turbine d'avion (Figure 1-2.a) et les débris du disque après un essai d'éclatement sur banc (Figure 1-2.b).



**Figure 1-2 : (a) Photographie d'un disque de turbine neuf et (b) d'un disque après éclatement sur un banc d'essai (cours : [MMS, 2014])**

Les disques de turbine sont situés à l'arrière du moteur (Figure 1-3) dans la partie chaude. Cependant ces pièces sont exposées à des températures relativement faibles d'environ 450°C comparées aux aubes de turbine qui peuvent atteindre des températures de 1100°C. Ce sont les conditions de sollicitations (température et contrainte mécanique) des pièces, ajoutées aux contraintes économiques, qui permettent de définir les matériaux utilisés pour la conception des structures. C'est pourquoi les disques de turbine sont élaborés à partir d'un alliage à base nickel, l'Inconel 718.



**Figure 1-3 : Schéma d'un moteur d'avion [Wikipédia, ]**

### 1.1. PROBLÉMATIQUE DE L'ÉTUDE

Cette étude entreprend d'analyser la durée de vie des matériaux des pièces tournantes précédemment évoqués : les disques de turbine haute pression (HP) d'un moteur de Snecma. Pour répondre aux sollicitations mécaniques subies lors du service et aux critères économiques, ces disques de turbine sont conçues en superalliage base nickel, en Inconel 718 DA. Ces disques sont obtenus par forgeage de lopins, suivi de traitements thermiques, puis usinage pour les finitions. Afin de dimensionner les disques pour éviter tout incident, comme celui décrit précédemment, des essais de

caractérisation des pièces sont réalisés en interne à Snecma de façon à définir les marges de sécurité à adopter. Le procédé de forgeage permet la réalisation de ces pièces en monobloc mais cela engendre des hétérogénéités de propriétés mécaniques. En effet, des essais de fatigue oligocyclique à chaud, réalisés sur des éprouvettes prélevées sur les disques et représentatifs des conditions de subies par les pièces en service, ont montré que la durée de vie dépend de la zone de prélèvement dans le disque [Zerrouki, 2000, Fargues, 2009, Casanova, 2010] (Figure 1-4). Les deux zones du disque, que sont l'alésage et la dent, présentent des domaines de durée de vie différents. L'alésage, en particulier, présente certains points très bas.

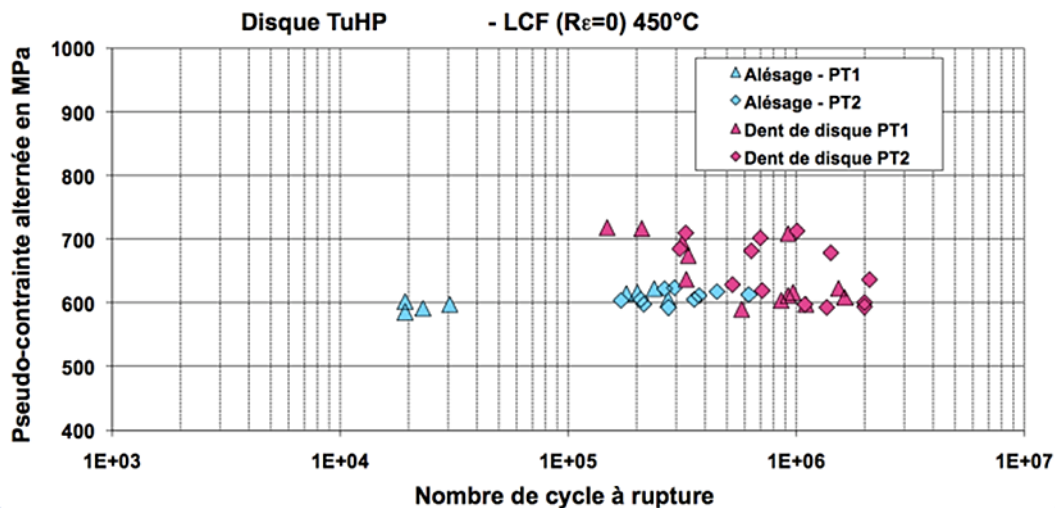


Figure 1-4 : Durée de vie des différentes zones du disque de turbine HP à 450°C à  $\Delta\varepsilon = 0,67\%$  et  $R\varepsilon = 0$  [Fargues, 2009]

Cette dispersion inattendue des résultats s'avère être un facteur très limitant d'un point de vue industriel. En effet, le dimensionnement des pièces étant conservatif, il est établi à partir des valeurs de durée de vie les plus faibles. Le but de cette étude est donc d'explicitier la relation entre les paramètres de forgeage des pièces, leurs microstructures et leurs durées de vie en fatigue afin d'en réduire la dispersion pour optimiser le dimensionnement de ces structures.

Les principales questions soulevées ici, et auxquelles ces travaux tentent de répondre sont les suivantes :

À quoi est due cette dispersion ? Quel est l'impact du forgeage sur la microstructure de la pièce ? Quel est l'impact de la microstructure sur le comportement en fatigue ? Comment modifier les paramètres de forgeage pour optimiser la microstructure et réduire la dispersion de la durée de vie ?

Comment la mise en forme joue-t-elle un rôle majeur sur la microstructure et le comportement mécanique ?

## 1.2. PLAN DE LA THÈSE

La pièce industrielle retenue pour cette étude comporte donc deux zones, l'alésage et la dent. Ces dernières présentent des comportements en fatigue bien distincts qui peuvent être attribués à leur différence de massivité, ce qui entraîne des conditions de forgeage locales différentes.

Le premier objectif est donc de reproduire les microstructures de ces zones sur des galets à forger et d'exacerber leurs différences pour mieux comprendre la relation paramètres de forgeage/microstructure puis la relation paramètres de forgeage/durée de vie. Afin de déterminer les

paramètres de forgeage pertinents pour cette étude, il faut commencer par identifier à partir de la littérature, les paramètres matériaux influant sur la durée de vie en fatigue. Puis, la seconde étape porte sur l'étude des paramètres de forgeage et leurs effets sur la microstructure. Une étude paramétrique à l'aide du logiciel FORGE® et du post-processeur métallurgique interne de Snecma permet alors d'optimiser les conditions d'élaboration de lopins expérimentaux, sensés reproduire et exacerber les microstructures (dent et alésage) du procédé industriel. Les variables d'intérêt sont, entre autres, la température de forgeage, la température des outils, la vitesse de déformation, le mode de refroidissement et les résultats obtenus portent sur les champs associés aux variables internes que sont la température pendant toute la durée du forgeage, la fraction de grains recristallisés, la taille de grains, les champs de déformation... du lopin en cours et à l'issue du processus. La corrélation est donc ainsi effectuée entre les conditions de forgeage et les données métallurgiques notamment grâce au diagramme TRC de l'Inconel 718. Cette partie simulation permet de déterminer les gammes de forgeage (6 gammes au total) des différents galets à forger pour l'étude.

À partir de ces simulations, et donc de la définition des 6 gammes de forgeage des lopins, des opérations de forgeage sont réalisées à Snecma Gennevilliers. Les 3 gammes de lopins représentant les pièces fines sont forgées et analysées en termes de microstructure et de comportement mécanique. Le forgeage des lopins représentatifs de pièces épaisses et extrêmement épaisses est, lui, effectué dans un second temps. Seules deux des trois sont alors réalisées du fait de problèmes techniques survenus sur la presse et de manque de temps. Ces derniers forgeages tardifs n'ont pas pu être examinés.

Le second objectif de cette étude a donc été d'analyser les microstructures des différents matériaux (les deux zones du disque et les lopins forgés) afin de vérifier les prédictions du logiciel de simulation de forgeage (FORGE®). Contrairement aux données du PPM qui sont des valeurs moyennes (de taille de grains notamment) par zone, la caractérisation va permettre d'évaluer les gradients de microstructures au sein d'une même zone avec plus de précision (écart type) en termes de tailles de grains, de fraction de précipités et de distribution de particules.

Enfin le dernier objectif consiste à comparer le comportement en fatigue de ces différents matériaux. Pour cela, en parallèle de cette étude de microstructure, des essais de fatigue sont réalisés sur des éprouvettes prélevées sur tous les matériaux forgés de l'étude (les deux zones du disque et les lopins expérimentaux). Ainsi, les comparatifs de leur durée de vie, de leur mécanisme d'endommagement et de leur mode de rupture sont établis. Concernant les mécanismes, ceux-ci sont caractérisés en détail et reliés aux paramètres principaux de la microstructure qui les influencent.

L'objectif final de l'étude réside dans la mise en relation des paramètres de forgeage à la microstructure, d'une part, et à la durée de vie, d'autre part. Et, suite aux corrélations ainsi établies, l'étude entend proposer des pistes de modification du procédé de forgeage qui tendent à minimiser les points bas, et donc, à optimiser le dimensionnement des disques de turbine.

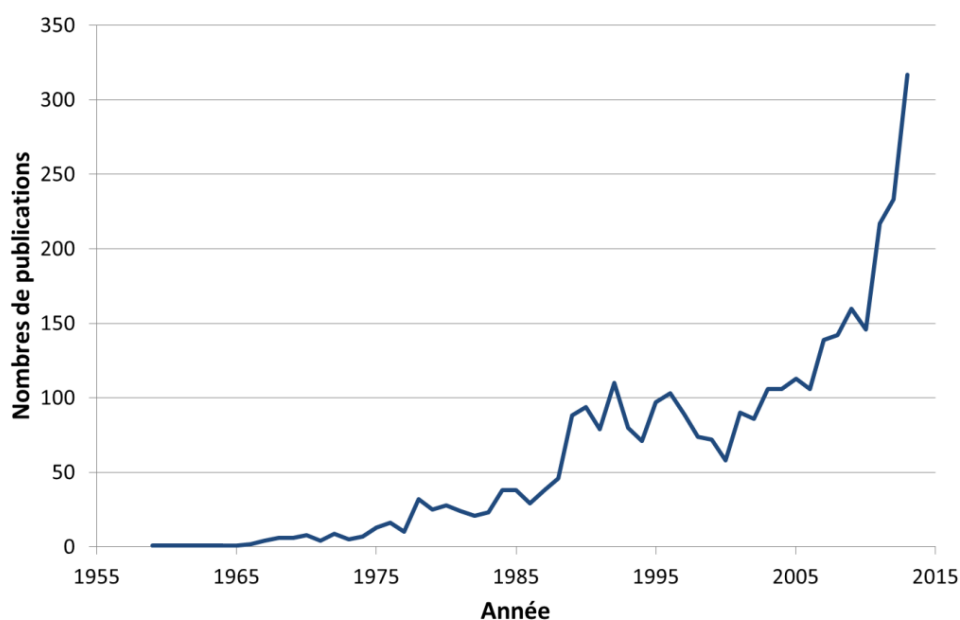




## 2. PRÉSENTATION DE L'ALLIAGE : INCONEL 718

Le superalliage, Inconel 718, est un matériau notamment utilisé dans l'industrie aéronautique. Depuis son introduction sur le marché en 1960, il est traité abondamment dans la littérature (Figure 2-1). Au cours de son développement, il n'a cessé de subir des évolutions de composition chimique et de microstructure visant à optimiser ces propriétés mécaniques. Dans l'étude qui nous intéresse, le matériau est mis en forme par forgeage puis il subit un traitement thermique appelé « direct aged ou DA ». Cette gamme de traitements thermomécaniques impacte directement sa microstructure et ses propriétés.

Dans la suite de ce chapitre, il est d'abord question des caractéristiques principales du matériau du point de vue de sa microstructure et de son procédé de mise en forme (forgeage). Ensuite, il s'agit de traiter de son comportement mécanique, notamment en fatigue, et de le corrélérer aux paramètres microstructuraux.



**Figure 2-1 : Evolution du nombre de publication annuelle traitant de l'Inconel 718 au cours du temps (données issues de ScienceDirect en 2014)**

### 2.1. HISTORIQUE

Les superalliages base nickel ont été développés afin de répondre, entre autres, à une problématique rencontrée par de nombreuses industries : avoir un matériau ayant une bonne résistance mécanique et une bonne tenue à l'oxydation pour un large spectre de température d'utilisation. L'Inconel 718 fait partie de cette famille de superalliages à durcissement par précipitation. Il a été mis au point dans les années 60 par Eiselstein [Eiselstein, 1965] pour le compte de la société Huntington Alloys Inc. Il est aujourd'hui le superalliage le plus utilisé au monde (près de 70% en masse de la consommation mondiale). En effet, grâce à ses propriétés variées, il s'adapte à de nombreux domaines d'applications : aéronautique, nucléaire, construction marine, cryogénie et pétrochimie... Son faible coût, dû à sa teneur élevée en fer, lui donne un avantage économique certain sur ses concurrents, tel que le Waspaloy.

L'emploi du 718 dans l'industrie aéronautique est justifié par :

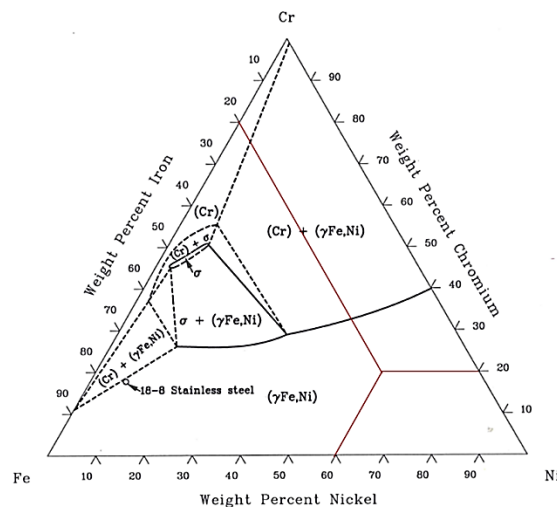
- ses hautes caractéristiques mécaniques (limites d'élasticité et de rupture) sur une vaste gamme de températures (jusqu'à  $T \leq 650^{\circ}\text{C}$ ),
- son bon comportement en fluage (thermique),
- son faible coefficient de dilatation, lui permettant de respecter les tolérances géométriques à haute température,
- son faible coût grâce à une faible teneur en cobalt.

## 2.2. COMPOSITION ET PHASES

	Al	B	C	Cr	Co	Cu	Fe	Mn	Mo	Ni	Nb+Ta	P	S	Si	Ti	O	N
Min.	0,2	-	-	17	-	-	Bas.	-	2,8	50	4,75	-	-	-	0,65	-	-
Max.	0,8	0,006	0,08	21	0,1	0,3	Bas.	0,35	3,3	55	5,5	0,015	0,015	0,35	1,15	-	-
lot matériau	0,56	0,0041	0,023	17,97	0,14	0,03	17,31	0,08	2,97	54,18	5,40	0,0106	0,0005	0,10	1,00	0,001	0,0062

**Tableau 2-1 : Composition de l'alliage 718 DA (en % massique) utilisé pour les disques de turbine Haute Pression étudiés comparé à la spécification**

La composition de cet alliage est présentée dans le Tableau 2-1. Chaque élément d'addition joue un rôle important dans le comportement de l'alliage dont la métallurgie a beaucoup été étudiée au cours de ces cinquante dernières années. En reportant les éléments principaux (Nickel, Fer et Chrome) sur un diagramme ternaire, il apparaît que la matrice du matériau est une phase austénitique  $\gamma$  (Figure 2-2). Les hétérogénéités locales de compositions conduisent à la formation d'autres phases réparties dans cette matrice.



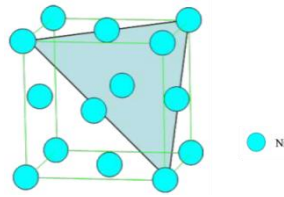
**Figure 2-2 : Diagramme de phase ternaire nickel, fer et chrome [ASM, 1992]**

Ce superalliage a été largement étudié d'un point de vue microstructural, cette partie va donc être basée sur plusieurs travaux précédents [Alexandre, 2004, Deleume, 2007, Ter-Ovanessian, 2011, Niang, 2010]

### 2.2.1. MATRICE AUSTÉNITIQUE

L'Inconel 718 est un superalliage base nickel constitué d'une matrice austénitique  $\gamma$  désordonnée. Cette solution solide présente une structure cubique à faces centrées (Figure 2-3). Certains éléments

tels que le fer, le chrome ou le molybdène sont solubles dans la matrice et provoquent donc une distorsion de réseau qui conduit à un premier durcissement du matériau par solution solide.



**Figure 2-3 : Structure cubique à faces centrées de la matrice  $\gamma$  ( $a = 0,3598$  nm) [Niang, 2010]**

Le nickel, élément de base de l'alliage, lui assure son caractère réfractaire (avec une température de fusion élevée) ce qui lui permet une bonne résistance à la corrosion. Une teneur de 53% massique permet d'obtenir la limite d'élasticité maximale à 20°C [Eiselstein, 1965].

L'ajout du fer se justifie principalement par des raisons économiques : il permet de réduire le coût de l'alliage. Il est aussi apprécié pour les propriétés de forgeabilité qu'il confère à ce dernier. Cependant, le fer a un rôle néfaste sur la résistance à la rupture et la tenue mécanique à haute température. En effet, sa présence limite celle des éléments participant au durcissement par solution solide ou durcissement structural.

Le chrome est présent dans tous les superalliages base nickel. Étant soluble seulement dans la matrice  $\gamma$  du matériau, il permet de lutter contre l'oxydation en formant des oxydes de chrome  $Cr_2O_3$ . Il améliore aussi le comportement en fluage du matériau. Toutefois, il ne faut pas dépasser 20% en masse pour ne pas diminuer la forgeabilité de l'alliage.

Cet alliage respecte la loi de Hall-Petch [Hall, 1951, Petch, 1953] donc plus la taille de grains de la matrice  $\gamma$  est faible, meilleures sont les propriétés mécaniques en traction et en fatigue en terme de limite d'élasticité et de contrainte à rupture [Kashyap and Chaturvedi, 2007] :

$$Re_{0,2} = \sigma_i + \frac{k}{\sqrt{d_m}} \quad (1)$$

Avec  $Re_{0,2}$  la limite d'élasticité conventionnelle,  $d_m$  le diamètre moyen et  $\sigma_i$ ,  $k$  des constantes dépendant de l'alliage.

Le comportement en fatigue se trouve indirectement impacté par cette propriété. En effet, la sollicitation imposée à la pièce en service s'exprime en contrainte donc lorsque la limite d'élasticité de l'alliage augmente, l'amplitude de déformation plastique associée diminue. La durée de vie étant généralement liée au cumul de la plasticité, alors pour un même niveau de contrainte, l'augmentation de la limite d'élasticité conduit directement à une augmentation du nombre de cycles à rupture [Suresh, 1998].

### 2.2.2. PRÉCIPITÉS $\gamma'$

L'alliage 718, comme tous les alliages à base nickel, doit son mode de durcissement aux précipités de formes  $A_3B$  qui sont cohérents avec la matrice austénitique  $\gamma$ . Cependant, contrairement aux autres superalliages, le durcissement structural de cet alliage est causé par la précipitation de  $\gamma''$  ( $Ni_3Nb$ ) et non  $\gamma'$  ( $Ni_3(Al-Ti)$ ). La phase  $\gamma'$  est toujours présente dans l'alliage mais joue un rôle mineur dans le durcissement par rapport à la phase  $\gamma''$  [Paulonis et al., 1969]. La fraction volumique totale des phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$  peut atteindre 15% et le rapport des fractions volumiques de  $\gamma'$  et de  $\gamma''$  s'approche de  $1/4$ , c'est une des raisons de la faible contribution au durcissement par la phase  $\gamma'$  [Brucelle, 2001].

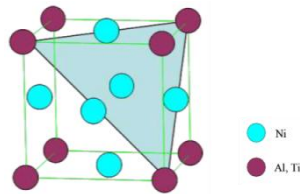


Figure 2-4 : Structure cubique simple de la phase  $\gamma'$  ( $a = 0,3603 \text{ nm}$ ) [Niang, 2010]

Les précipités  $\gamma'$  ont une structure cubique  $L1_2$  (Figure 2-4) et précipitent uniformément dans la matrice pendant les revenus de vieillissement sous forme de précipités sphériques cohérents avec la matrice (les paramètres de maille étant équivalents, distorsion de 0,5% seulement). Ces précipités ont un diamètre moyen de 10 nm (Figure 2-7).

L'aluminium et le titane ne participent pas seulement à la formation des précipités  $\gamma'$ , ils ont aussi d'autres effets sur le comportement du matériau. L'aluminium favorise la tenue à la corrosion par formation d'oxyde  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , il permet aussi d'augmenter la température du solvus  $\gamma'$  [Fu et al., 2009]. Cependant une trop grande fraction d'aluminium conduit à la formation de phase  $\sigma$  et dégrade la stabilité microstructurale.

Le titane, lui, a un effet néfaste sur la tenue à la corrosion. De plus, une quantité importante de titane conduit à la formation de phase  $\eta$  [Fu et al., 2009] et d'autre part une partie du titane a tendance à s'associer avec l'azote pour former des nitrures qui peuvent aussi nuire au comportement en fatigue de l'alliage [Alexandre, 2004].

Les travaux de Fu et ses collaborateurs [Fu et al., 2009] montrent que, pour obtenir une stabilité microstructurale optimale de l'alliage à très hautes températures, des teneurs de 1% en masse d'aluminium, de 1% en masse de titane et de 5,5% en masse de niobium sont requises.

### 2.2.3. PRÉCIPITÉS $\gamma''$

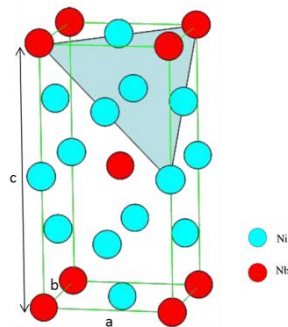


Figure 2-5 : Structure quadratique centrée de la phase  $\gamma''$  ( $a = 0,3626 \text{ nm}$  et  $c = 0,7416 \text{ nm}$ ) [Niang, 2010]

La phase  $\gamma''$ , quant à elle, présente une structure quadratique  $\text{DO}_{22}$  (Figure 2-5), ce qui engendre une distorsion importante de la maille par rapport à la matrice suivant l'axe  $c$ . En effet, la distorsion suivant l'axe  $a$  et  $b$  est équivalente à celle de la phase  $\gamma'$ , c'est-à-dire de 0,5%, alors que, suivant l'axe  $c$ , la distorsion est de près de 3% car  $c = 0,741 \text{ nm}$ . Ces déformations, engendrées par les distorsions de maille dues aux différences de paramètres de maille, sont à l'origine de l'effet durcissant de la phase  $\gamma''$  [Oblak et al., 1974]. Cette structure conduit à une précipitation sous forme de disques de diamètre 15-20 nm et d'épaisseur 5-7 nm (Figure 2-7).

Trois variants de la phase  $\gamma''$  sont possibles dans la matrice CFC. En effet, le plan de base du disque correspond à un plan cristallographique de type  $(001)_{\gamma''}$  et peut donc se positionner dans la

matrice  $\gamma$  selon trois orientations orthogonales correspondant aux plans  $\{001\}_\gamma$  comme le schématise la Figure 2-6.

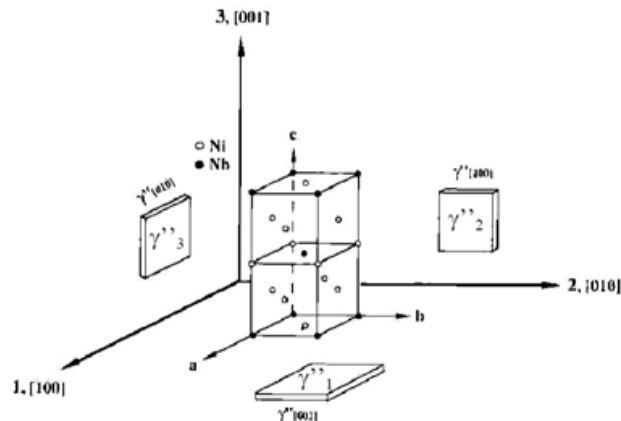


Figure 2-6 : Schéma des orientations des 3 variants de  $\gamma''$  dans  $\gamma$  [Gao et al., 1996]

La phase  $\gamma''$  est métastable, c'est-à-dire que des vieillissements prolongés à partir de 750°C, donc bien en dessous de sa température de solvus ( $T_{\gamma''} \approx 920^\circ\text{C}$ ), ont pour effet de favoriser non seulement son grossissement, mais aussi sa transformation en phase stable  $\delta$  orthorhombique [Oradei and Radavich, 1991].

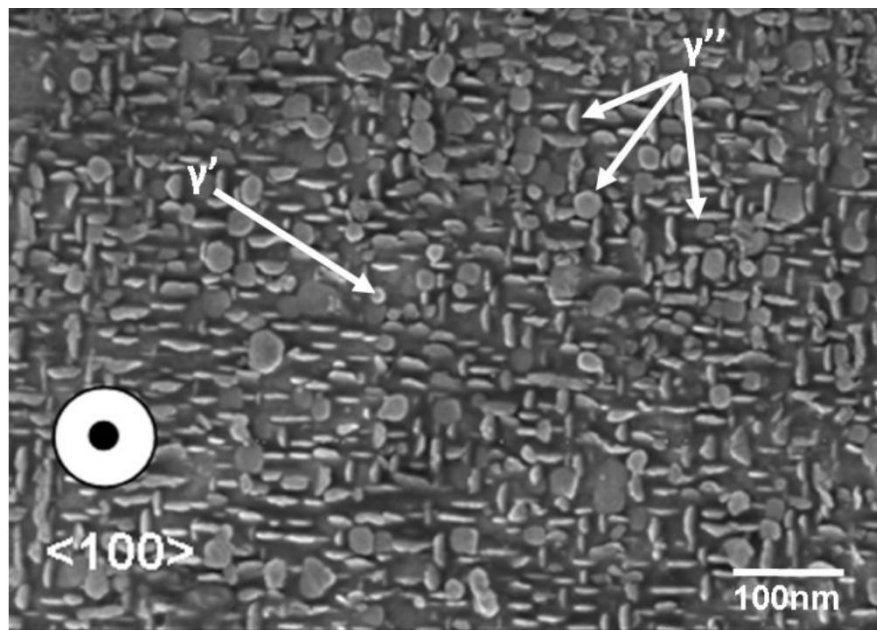
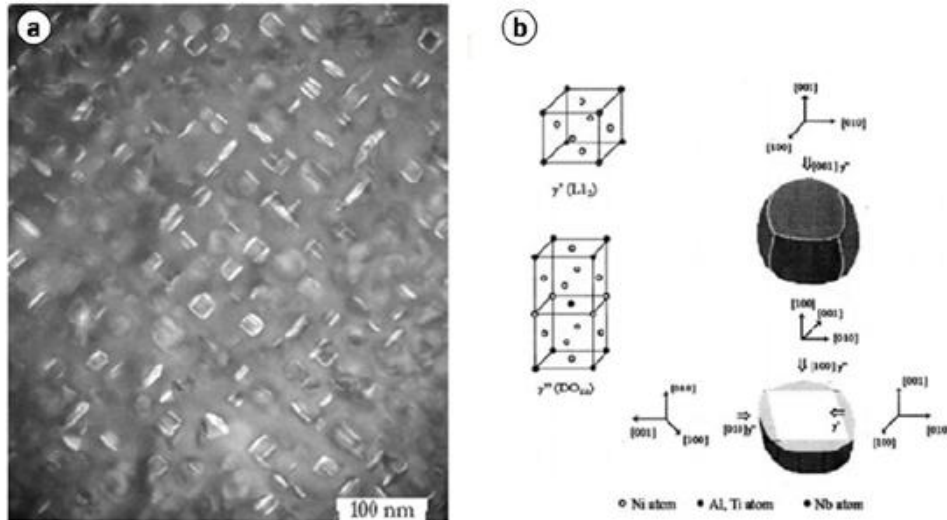


Figure 2-7 : Morphologie et distribution des phases durcissantes  $\gamma'$  et  $\gamma''$  dans l'alliage 718 par micrographie MEG-FEG [J.M. Cloué]

Les séquences de précipitation entre les phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$  sont difficiles à déterminer puisqu'elles peuvent dépendre des conditions de la mise en solution et de la vitesse de tremp. Brooks et Bridges [Brooks and Bridges, 1988] ont remarqué que la précipitation de la phase  $\gamma'$  précédait celle de la phase  $\gamma''$ , alors que Oradei et Radavich [Oradei and Radavich, 1991] ont proposé, quelques années plus tard, la séquence inverse. Les séquences de précipitation entre  $\gamma'$  et  $\gamma''$  ont toutefois pu être davantage maîtrisées en modifiant subtilement la composition chimique. Cozar et Pineau [Cozar and Pineau, 1973] ont ainsi montré que la germination de la phase  $\gamma'$  est favorisée par l'augmentation des teneurs en aluminium et titane de l'alliage. À partir d'une composition chimique modifiée (en Ti, Al et Nb) et

de traitements thermiques appropriés, il est alors possible de faire précipiter la phase  $\gamma''$  parallèlement aux six faces d'un précipité cubique  $\gamma'$  et d'obtenir une morphologie compacte (Figure 2-8) montrant une stabilité microstructurale accrue à hautes températures [Cozar, 1973] et des propriétés mécaniques comparables au 718 classique en termes de limite d'élasticité, de limite à rupture et de comportement en fluage [Andrieu et al., 1994].



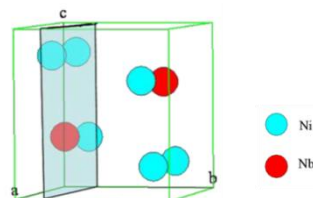
**Figure 2-8 : (a) Morphologie de la co-précipitation dans un alliage Inconel 706 [Ponnelle et al., 2001]. (b) Schématisation de la morphologie compacte pour l'alliage 718 [He et al., 1998]**

Le niobium est l'élément principal contribuant au durcissement de l'alliage puisqu'il intervient avec le nickel dans la formation de la phase durcissante  $\gamma''$ . Il augmente sa résistance mais au-delà de 5,5% la ductilité tend à diminuer significativement [Eiselstein, 1965, Fu et al., 2009], donc la quantité optimale est définie autour de cette valeur. De plus, le taux de niobium doit être suffisamment élevé pour éviter le phénomène de grossissement de grains, phénomène limité par la phase  $\delta$  qui a pour composition  $Ni_3Nb$ . Enfin, le niobium, étant carburigène, est souvent associé au carbone pour former des carbures primaires. La formation de ces carbures réduit le durcissement de l'alliage car ces derniers fixent une partie du niobium nécessaire au  $\gamma''$  [Ramaswamy et al., 1972].

#### 2.2.4. PHASE $\Delta$

La phase  $\delta$  ( $Ni_3Nb$ ), de structure orthorhombique (type  $D0a$ , Figure 2-9), est donc la forme stable de la phase  $\gamma''$ . Les précipités de phase  $\delta$  peuvent être considérés comme semi-cohérents ou incohérents avec la matrice. Les relations d'épitaxie avec la matrice  $\gamma$  sont les suivantes [Kirman, 1969, Sundararaman et al., 1994]:

$$(010)_\delta \parallel (111)_\gamma \text{ et } [100]_\delta \parallel [1-10]_\gamma.$$



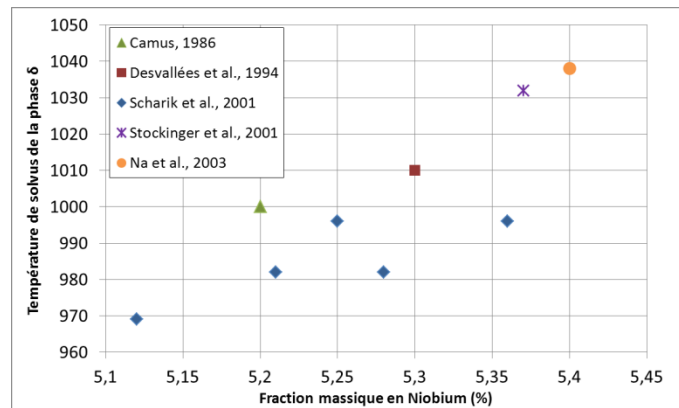
**Figure 2-9 : Structure orthorhombique de la phase  $\delta$  ( $a = 0,5114$  nm,  $b = 0,4244$  nm et  $c = 0,4534$  nm) [Niang, 2010]**

La phase  $\delta$  peut être formée suivant deux mécanismes complémentaires, l'un est favorisé par rapport à l'autre en fonction des conditions thermomécaniques et des traitements thermiques appliqués

au matériau. Lors du vieillissement thermodynamique ou durant certains procédés d'élaboration (mettant en jeu de l'écroutissage, par exemple), des dislocations peuvent conduire au cisaillement des précipités cohérents  $\gamma''$ . Suite à ce cisaillement, la mise en ordre géométrique de la séquence d'empilement conduit à la germination de la phase  $\delta$  [Kirman and Warrington, 1970].

Le deuxième mécanisme a été établi par Niang [Niang et al., 2010], et se fonde sur des observations en Microscopie Électronique en Transmission (MET) à haute résolution. Il a alors montré que la phase  $\delta$  pouvait précipiter directement à partir de la matrice par une mise en ordre sans qu'il y ait passage par une structure métastable  $\gamma''$ .

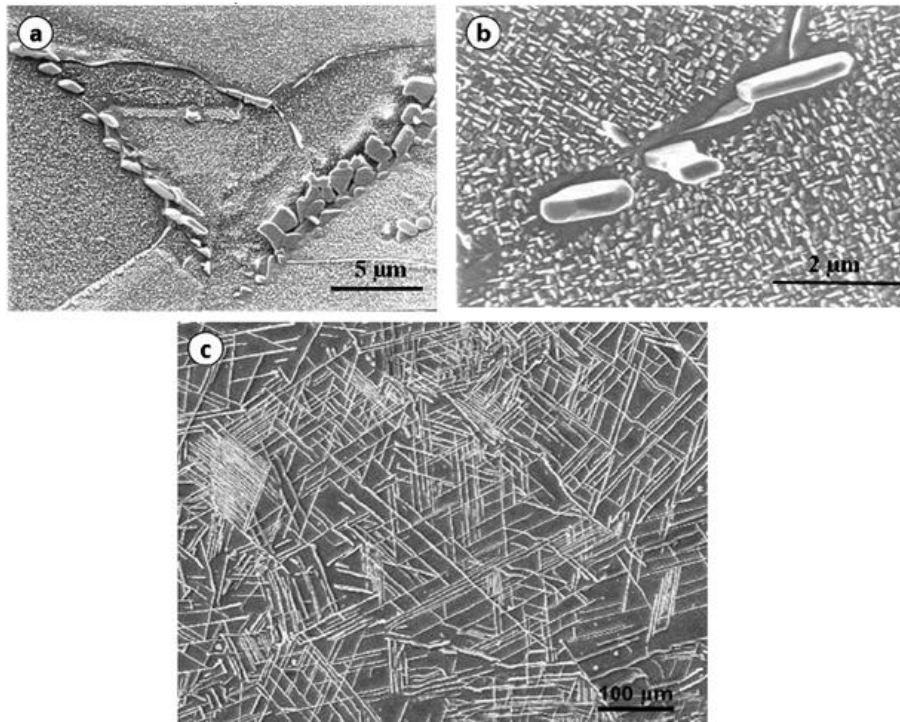
La température de solvus de cette phase varie entre 970°C et 1040°C en fonction de la teneur en niobium de l'alliage (Figure 2-10).



**Figure 2-10 : Evolution de la température de solvus de la phase  $\delta$  en fonction de la teneur en niobium dans l'alliage 718**

Cette phase  $\delta$  peut s'observer dans le matériau sous deux morphologies : une morphologie aciculaire, et une morphologie globulaire en galets [Desvallées et al., 1994]. La morphologie aciculaire germe préférentiellement sous forme d'aiguilles le long des plans denses de la matrice  $\{111\}$  (Figure 2-11.c), elle peut également germer dans les grains suite à des défauts d'empilement dans la phase  $\gamma''$  dus au passage de bandes de glissement [Kirman and Warrington, 1970]. La morphologie globulaire germe aux joints de grains principalement à cause des hétérogénéités chimiques entre le cœur et les joints de grains [Valerio et al., 1994] (Figure 2-11.a.). Une autre origine de cette morphologie pourrait être la fragmentation des aiguilles précédemment précipitées lors de traitements thermomécaniques.

La similitude de composition chimique entre  $\delta$  et  $\gamma''$  conduit à un appauvrissement en  $\gamma''$  autour des précipités  $\delta$  [He et al., 1994] comme il est observé sur la Figure 2-11.b.



**Figure 2-11 : Images MEB en électrons secondaires (a) Phase delta précipitée aux joints de grains [Spilmont, 1999]. (b) Phase delta globulaire et appauvrissement du durcissement structural [Spilmont, 1999]. (c) Phase delta sous forme d'aiguilles [Azadian et al., 2004]**

#### 2.2.5. LES PHASES INDÉSIRABLES : PHASES TOPOLOGIQUEMENT COMPACTES

Il existe différentes phases topologiquement compactes (Topologically Close Packed, T.C.P), les phases de Laves [Schirra et al., 1991] et la phase  $\sigma$  (de type  $\alpha\text{Cr}$ ) [Xie et al., 2001], qui peuvent se former dans l'Inconel 718 et qui sont néfastes pour les propriétés mécaniques du matériau .

La phase de Laves est une phase de structure cristallographique hexagonale de formule générale  $(\text{Cr,Fe,Ni})_2(\text{Si,Ti,Nb,Mo})$ .

La phase  $\sigma$ , de type  $\alpha\text{Cr}$ , a une structure cristallographique cubique à faces centrées. Cette phase est semi-cohérente ou non-cohérente avec la matrice. Sa composition est variable mais est identifiée par  $(\text{CrMo})_x(\text{Ni,Co})_y$  avec  $x$  et  $y$  qui peuvent varier entre 1 et 7 et avec  $x > y$  [Sims et al., 1987].

Ces T.C.P sont facilement évitées [Brooks and Bridges, 1988, Oradei and Radavich, 1991] lors de la formation de l'alliage en minimisant les teneurs en Si et Nb [Cieslak et al., 1989] et en maîtrisant les procédés d'élaboration [Radhakrishna and Rao, 1997].

#### 2.2.6. CARBURES ET CARBONITRURES

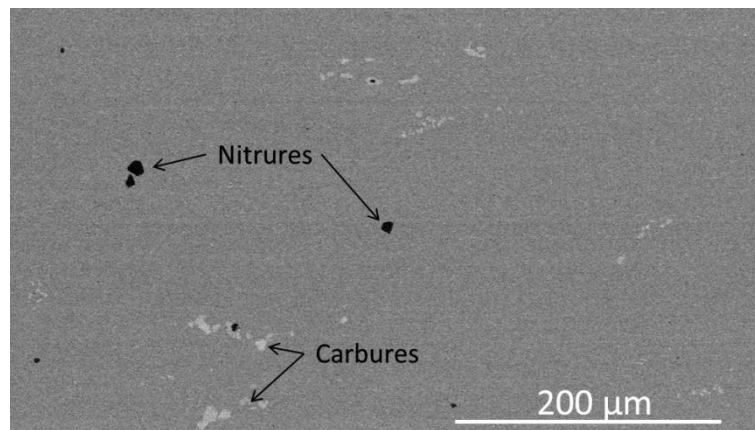
Avec une teneur en carbone de l'ordre de 0,03% en masse, l'alliage étudié est parsemé de carbures intra ou inter granulaires. Parmi ceux-ci, on différencie les carbures primaires et les carbures secondaires en fonction de leur stoechiométrie [Raymond, 1967, Ramaswamy et al., 1972, Sundararaman and Mukhopadhyay, 1993]. Dans tous les cas, la présence de ces carbures ne peut être évitée ni par la composition (étant donné que le carbone est une impureté quasi inévitable) ni par les traitements thermiques [Eiselstein, 1965]. Aussi, le solvus de ces particules, supérieur au liquidus de l'alliage, empêche toute remise en solution ultérieure par simple traitement thermique.

Qu'ils soient primaires ou secondaires, le rôle des carbures dans les superalliages est complexe. De morphologie globulaire et situés aux joints de grains, ils participent activement au blocage des

interfaces, ralentissent le grossissement des grains et sont susceptibles de renforcer la tenue en fluage en retardant le glissement intergranulaire [Sims et al., 1987]. Cependant, leur présence en forte quantité a été jugée fragilisante pour le matériau comme en attestent les travaux de Sundararaman et al [Sundararaman et al., 1997] et ceux de Liu et al. [Liu et al., 1991]. Ces études montrent qu'un film quasi-continu de carbures crée un chemin préférentiel pour la fissuration (notamment en fluage). D'autres travaux ont également identifié un rôle néfaste des carbures intergranulaires et en subsurface sur la tenue en corrosion sous contrainte de l'alliage 718 [Connolley et al., 2003] ou sur la tenue en fatigue [Alexandre et al., 2004]. En effet, l'oxydation de ces carbures et carbo-nitrures induirait des contraintes de croissance, dépendantes de la température d'essais, à l'interface entre carbures et matrice, et qui peuvent donc être suffisamment importante pour pouvoir conduire à l'amorçage de fissure dans la matrice.

### *Carbures et carbonitrures primaires*

Les nitrures, de type  $Ti(C,N)$ , et carbures, de type  $NbC$ , primaires se forment lors de la solidification des lingots. Les nitrures (et carbonitrures) précipitent en très faibles quantités et peuvent servir de germes de précipitation pour les carbures, présents en quantité plus importante dans l'alliage, généralement sous forme d'amas. La morphologie des carbures est plus arrondie que celle des nitrures (Figure 2-12).



**Figure 2-12 : Image MEB en électrons rétrodiffusés de l'alliage Inconel 718 DA de l'étude ; présence de carbures et de nitrures**

### *Carbures secondaires*

Des carbures secondaires peuvent aussi apparaître aux joints de grains lors de certains traitements thermiques. Leur composition serait du type  $M_6C$  où  $M$  représente une combinaison des éléments métalliques nickel, niobium et molybdène [Muzyka and Maniar, 1969].

#### 2.2.7. LES ÉLÉMENTS À L'ÉTAT DE TRACE

**Le bore :** Une faible augmentation de la teneur en bore permet d'améliorer significativement la durée de vie des pièces en fluage à hautes températures (durée de vie augmentée d'un ordre de grandeur pour une teneur en bore passant de 10 à 20 ppm) [Xiao et al., 2006]. Mais, dans le cas des zones soudées présentant de fortes ségrégations en bore, il tend à rendre plus sensible à la liquéfaction la zone affectée thermiquement, et donc à la propagation de fissure.

Le phosphore : Il tend à améliorer les propriétés mécaniques en fluage de l'alliage. Cet effet bénéfique s'avère être complémentaire et synergique de celui du bore [Cao and Kennedy, 1996]. En effet, le phosphore tend à ségréger aux joints de grains où il réagit avec l'oxygène, retardant par là-même la diffusion de ce dernier au niveau des joints [Deleume, 2007]. De plus, le phosphore a un intérêt pour la germination de la phase  $\delta$  et l'amélioration de la résistance à l'oxydation. L'optimum de concentration du phosphore est estimé inférieur à 130 ppm. [Liu et al., 1999].

Si la teneur en niobium est supérieure à 5,4% massique et celle en carbone inférieure à 0,001% massique, il tend à favoriser l'apparition des phases de Laves.

Le soufre : En se ségrégeant aux joints de grains et aux interfaces carbure/matrice, il tend à réduire la durée de vie de l'alliage à hautes températures par un abaissement de sa ductilité et de sa contrainte à rupture. Il précipite sous forme de sulfure de type  $MgS$  et/ou  $MnS$  à proximité des joints de grains : l'oxydation de ces sulfures peut expliquer l'amorçage et la propagation des défauts de corrosion sous contrainte [Deleume, 2007].

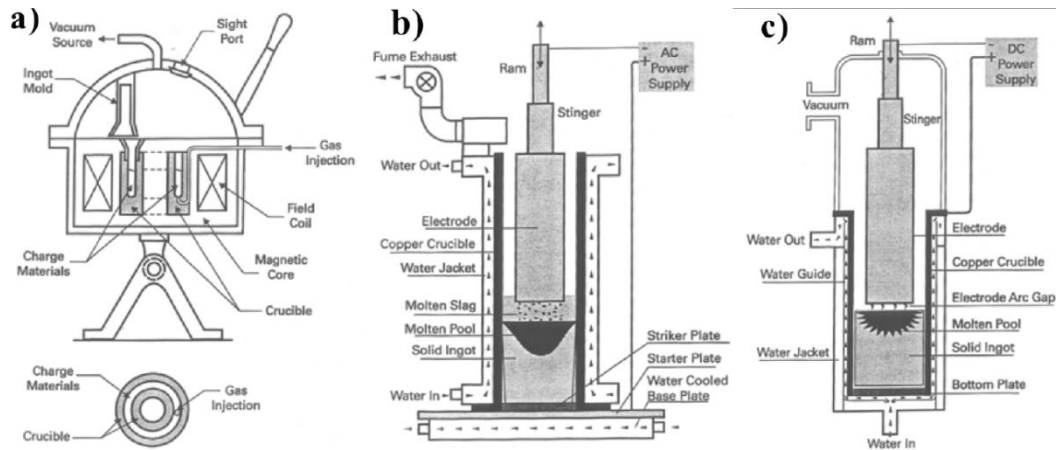
Le silicium : Il diminue la quantité de précipités  $\delta$  et favorise la formation de phases topologiquement compactes et d'oxydes [Deleume, 2007].

La multiplication des éléments dans cet alliage (Tableau 2-1) rend sa microstructure et son comportement mécanique d'autant plus complexes.

### 2.3. ÉLABORATION DE L'ALLIAGE

L'élaboration de l'alliage Inconel 718 pour une application aéronautique requiert l'utilisation du procédé de triple fusion VIM-ESR-VAR [Davis, 1997] dont les schémas de principe sont exposés dans la Figure 2-13.

La première étape, le VIM (Vacuum Induction Melting), est une première fusion dans un four à induction sous vide pour obtenir la composition chimique désirée. Le matériau est élaboré sous forme d'électrode. L'électrode ainsi formée est refondue par ESR (Eletro Slag Remelting) sous laitier électroconducteur, lors de la deuxième étape. Cette fusion intermédiaire est facultative mais permet d'optimiser la réduction des inclusions, d'affiner et d'homogénéiser la composition de l'alliage. Enfin, l'alliage subit une refusion à l'arc sous vide, VAR (Vacuum Arc Remelting), pour réduire davantage les ségrégations et le taux d'inclusions. Après ces étapes d'élaboration, un traitement d'homogénéisation à haute température ( $>1100^{\circ}C$ ) est souhaitable pour réduire les ségrégations interdendritiques [Devaux, 2007]. C'est dans cette optique qu'un traitement d'homogénéisation entre  $1150$  et  $1210^{\circ}C$  pendant une durée de 12 à 72h est effectué. Cette homogénéisation supprime un grand nombre de ségrégation notamment en fer, chrome et niobium.



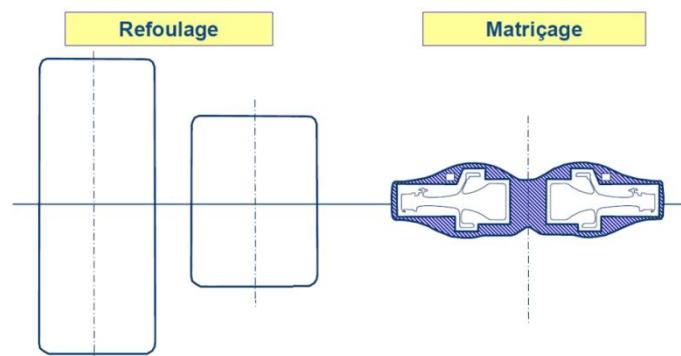
**Figure 2-13 : Schémas des différentes étapes d'élaboration utilisées pour la fabrication de l'Inconel 718. a) VIM, b) ESR et c) VAR [Alexandre, 2004]**

## 2.4. FORGEAGE

La mise en forme, le forgeage, de la pièce est l'opération qui conditionnera ses propriétés d'emploi. La taille de grains et l'écroissage résiduel font partie des paramètres qui ont une influence directe sur la tenue mécanique des composants de structure. Par conséquent, un disque doit avoir la microstructure la plus fine et la plus homogène possible.

Après le traitement d'homogénéisation, le lingot est déformé à chaud par laminage pour obtenir une billette. La mise en forme des disques des turbomoteurs s'effectue à partir de lopins prélevés dans cette billette dans le domaine de superplasticité de l'alliage, vers 980°C [Alexandre et al., 2004], soit entre les températures de solvus des phases  $\gamma''$  et  $\delta$ . Une température trop élevée, proche du solvus de  $\delta$ , peut engendrer l'apparition de gros grains, par contre, si elle est trop faible, elle limite la recristallisation en augmentant la contrainte d'écoulement du matériau.

La Figure 2-14 représente les différentes étapes de forgeage. La première étape, le refoulage en pot, consiste en une diminution de la hauteur du lopin dans un moule adapté afin d'éviter tout flambement lors de l'étape de matriçage. La seconde et dernière étape, le matriçage, est effectuée entre deux outils dont la forme permet de se rapprocher de la forme finale de la pièce à usiner.



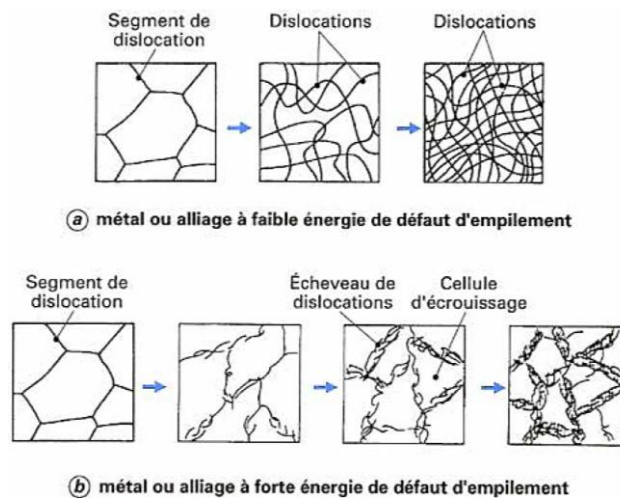
**Figure 2-14 : Schéma des étapes du procédé de forgeage [Sneema]**

Ces étapes de forgeage sont contrôlées par divers paramètres : notamment, la vitesse de déformation, la température lors du forgeage et la vitesse de refroidissement. Pour prédire l'impact du forgeage sur la microstructure finale obtenue, et donc sur les propriétés mécaniques de la pièce, il faut expliciter l'effet de la déformation ainsi que celui de l'évolution de la température lors du procédé de mise en forme.

## 2.4.1. EFFET DE LA DÉFORMATION

L'énergie créée lors de la mise en forme à chaud se décompose en deux contributions : la première consiste en un apport de chaleur et conduit à un échauffement adiabatique, la seconde correspond à l'activation des mécanismes de plasticité qui interagissent entre eux et avec la microstructure ce qui entraîne de l'écroutissage [Verlinder et al., 2007]. Ces mécanismes mettent à contribution une phase de création de dislocations, une phase de mobilité de dislocations, une phase d'interactions de dislocations entre elles et avec la microstructure (précipités, joints de grains, etc.), une phase d'arrangement de cette microstructure résultante. Lorsque le taux de déformation plastique est relativement faible, nous assistons à une distribution homogène des dislocations au sein de la microstructure voire un arrangement de la structure de dislocations sous forme d'empilement dans les plans de glissement [Jaoul, 1960]. Lorsque le taux de déformation plastique cumulé est plus élevé, nous pouvons assister à un réarrangement de la structure de dislocations, sous la forme de parois ou de veines, qui peuvent conduire à l'obtention de cellules [Montheillet, 1996]. L'Inconel 718 est un matériau à faible énergie de faute d'empilement [Fournier and Pineau, 1977]. Dans ce type de matériau, les dislocations sont donc fortement dissociées et, par conséquent, peu mobiles (Figure 2-15), la microstructure résultante sera de fait plutôt du type de la figure 15a que de la figure 15b.

D'autre part, si le forgeage à chaud du 718 se fait à une température inférieure à 975°C, le mécanisme principal d'évolution de la microstructure sera la restauration. Au-dessus de 975°C, on observe une recristallisation de la microstructure. Dans le cas du forgeage de disque de turbine, le taux de déformation important combiné aux hautes températures (supérieures à 975°C lors de la déformation) conduit au mécanisme de recristallisation dynamique.



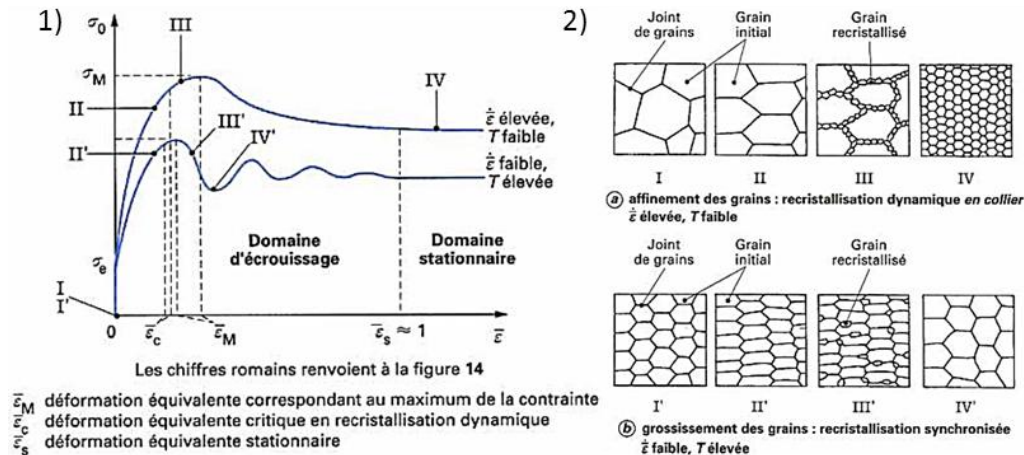
**Figure 2-15 : Représentations schématiques des modifications microstructurales subies au cours de la déformation (a) pour les matériaux à faible énergie de faute d'empilement et (b) pour les matériaux à forte énergie de faute d'empilement [Montheillet, 1996]**

Montheillet [Montheillet, 1996] propose une illustration de l'évolution de la microstructure lors de la recristallisation dynamique des matériaux à faible énergie de faute d'empilement (Figure 2-16).

Pour une déformation critique  $\epsilon_c$ , légèrement inférieure à la déformation  $\epsilon_M$  correspondant au maximum de la courbe contrainte-déformation, des germes de grains nouveaux apparaissent dans le matériau écroui. On distingue deux types de recristallisation dynamique en fonction des conditions de déformation et de température (Figure 2-16.1). Aux faibles vitesses de déformation et à température

élevée, le processus conduit à un grossissement de la taille de grains. La croissance des premiers grains recrystallisés se produit à partir de germes créés aux joints de grains (Figure 2-16.2.b). Ce phénomène se reproduit jusqu'à atteindre un niveau de contrainte stationnaire.

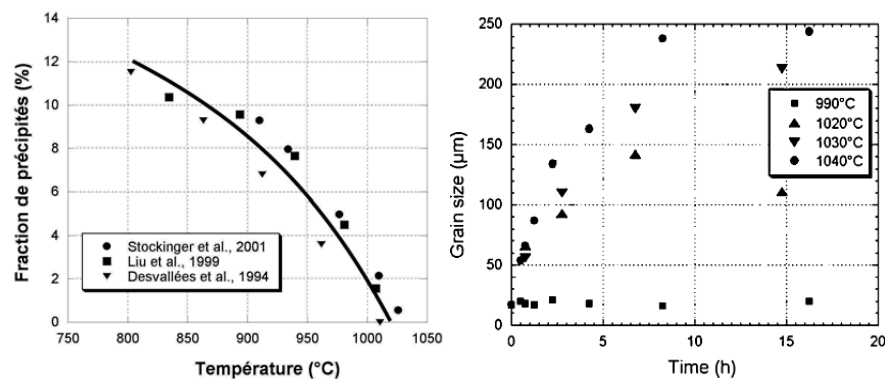
Pour des déformations plus importantes et des températures plus faibles, la recrystallisation est caractérisée par une germination « en collier » (Figure 2-16.2.a). Ce type de recrystallisation se traduit par un pic unique sur la courbe contrainte-déformation et par un affinement de la taille de grains [Montheillet, 1996].



**Figure 2-16 : 1) Recrystallisation dynamique : courbes contraintes-déformation typiques en déformation à chaud dans le cas d'un métal ou d'un alliage à faible énergie de défaut d'empilement et 2) modifications structurales subies au cours de la déformation à chaud [Montheillet, 1996]**

#### 2.4.2. EFFET DE L'ÉVOLUTION DE LA TEMPÉRATURE LORS DU FORGEAGE SUR LA MICROSTRUCTURE

Lors du forgeage, la température de la pièce évolue de manière significative notamment à cause de l'échauffement adiabatique dû à la déformation. Le lopin à forger est initialement chauffé de manière homogène à une température de 980°C comme présenté précédemment. Pendant le forgeage, il a été vérifié, grâce à un pyromètre laser et à des thermocouples judicieusement placés, que la température, en certains points de la billette, dépassait la température du solvus de la phase  $\delta$  ( $T_\delta$ ). Ce palier est important car la phase  $\delta$  joue un rôle essentiel sur la microstructure finale de l'alliage et donc sur son comportement mécanique. En effet plus l'alliage est porté à une température supérieure à  $T_\delta$ , plus cette phase  $\delta$  est dissoute et plus la taille de grain augmente (Figure 2-17). Le temps de maintien est donc un paramètre important lorsque la température du traitement est proche de  $T_\delta$ .

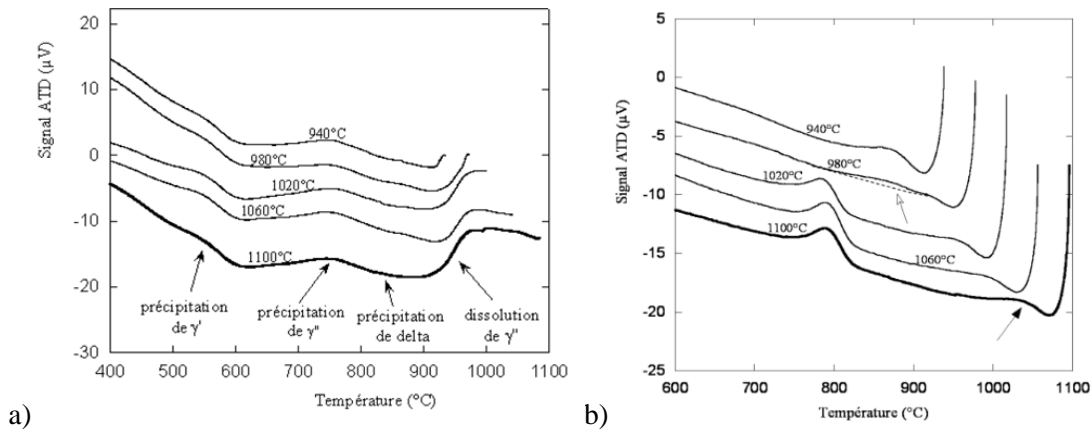


**Figure 2-17 : Évolution (a) de la fraction de phases  $\delta$  avec la température et (b) de la taille de grains avec le temps de maintien [Coste et al., 2005]**

L'évolution de la taille de grains et celle de la fraction de phase  $\delta$  sont donc étroitement liées. La phase  $\delta$  permet l'ancrage mécanique des joints de grains et limite ainsi la taille de grains. Or, l'augmentation de la taille de grains impacte directement les propriétés mécaniques, notamment en traction et en fatigue (équation 1).

#### 2.4.2.1. EFFET DE LA TEMPÉRATURE MAXIMALE ATTEINTE LORS DU FORGEAGE

L'effet de la température maximale atteinte lors du forgeage sur l'état de précipitation des différentes phases a notamment été démontré par Niang [Niang, 2010] au moyen de l'Analyse Thermique Différentielle (ATD). Niang a effectué des analyses thermiques différentielles en chauffant à une vitesse constante de 30°C/min jusqu'à des températures de 940, 980, 1020, 1060 et 1100°C et avec maintien de seulement 1s et en refroidissant à une vitesse de 10°C/min. Les résultats de ces analyses sont exposés en Figure 2-18.

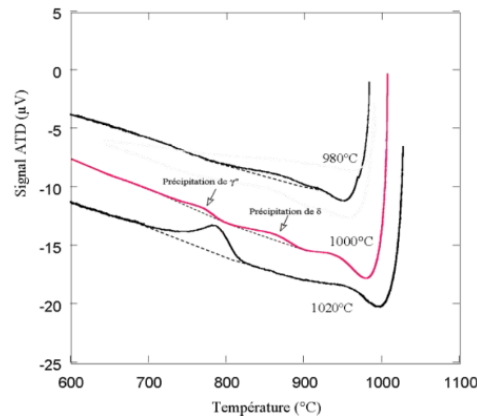


**Figure 2-18 : Courbes d'ATD enregistrées (a) lors du chauffage à 30°C/min jusqu'aux températures hautes de 940, 980, 1020, 1060 et 1100°C (maintien 1s) et (b) lors du refroidissement depuis ces températures à 10°C/min [Niang, 2010]**

Lors du chauffage la seule différence observée apparaît pour des températures inférieures ou égales à 980°C : pour ces températures, on ne dissout que partiellement la phase  $\gamma''$  alors que pour les températures supérieures ou égales à 1020°C on la dissout totalement (Figure 2-18.a).

Par contre, lors du refroidissement les différences observées sont plus marquées (Figure 2-18.b). En effet, lorsqu'on refroidit à partir d'une température inférieure ou égale à 980°C un pic apparaît vers 880°C alors que lorsqu'on refroidit à partir d'une température supérieure ou égale à 1020°C le pic se situe plutôt vers 800°C. Dans de nombreux cas, un pic étalé est visible sur l'enregistrement au retour du signal à la ligne de base (marquée par une flèche pleine sur la figure). Cette bosse est associée à une oscillation thermique due à un effet thermique non-stationnaire [Niang, 2010].

Le temps de maintien étant très court (1 sec) on peut donc bien en conclure que la température maximale atteinte joue un rôle important sur les mécanismes de dissolution et de précipitation des phases. Il apparaît alors une température de transition située entre 980°C et 1020°C. Pour mieux comprendre cette transition, Niang [Niang, 2010] a effectué la même analyse mais en prenant comme température maximale 1000°C, et ce, toujours avec un maintien d'une seconde (Figure 2-19).



**Figure 2-19 : Partie refroidissement de la courbe d'ATD avec un maintien à 1000°C pendant 1sec ainsi que celles à 980°C et 1020°C [Niang, 2010]**

Avec cette étude complémentaire, on constate que pour une température de 1000°C, il y a apparition de deux pics lors du refroidissement, à 880°C et à 780°C. Ces deux pics représentent respectivement les précipitations de  $\delta$  et  $\gamma''$ , donc, suivant la température maximale atteinte par la pièce, les états de précipitation peuvent différer au cours du refroidissement.

Ce paramètre n'est pas le seul à jouer sur l'état de précipitation, il faudra aussi prendre en compte les effets dus aux vitesses de refroidissement, au temps de maintien et au taux de déformation. Toutefois ces études ATD restent intéressantes pour découpler les effets et comprendre le rôle de la température maximale atteinte lors du procédé.

#### 2.4.2.2. EFFET DU MAINTIEN À HAUTE TEMPÉRATURE

Le temps de maintien revêt une influence d'autant plus importante que la température du traitement est proche du solvus de la phase  $\delta$  ( $T_\delta$ ). Les ségrégations interdendritiques de niobium impliquent une croissance hétérogène des grains lors de maintiens prolongés aux températures proches de  $T_\delta$  (Figure 2-17.b).

De plus, la phase  $\delta$  permet l'ancrage mécanique des joints de grains et donc limite la taille de grains du matériau. Or plus la taille de grains augmente, et plus les durées de vie en fatigue sont faibles [Hwang et al., 1989]. En effet, une taille de grains réduite conduit à une amélioration de la limite élastique et de la résistance à la rupture en traction (équation 1).

La fatigue se trouve indirectement affectée par cet effet. Puisque, pour une sollicitation en contrainte imposée, lorsque la limite d'élasticité de l'alliage augmente, l'amplitude de déformation plastique associée diminue. La durée de vie étant inversement proportionnelle à la déformation plastique, l'augmentation de la limite d'élasticité conduit, pour une même contrainte, directement à une augmentation du nombre de cycles à rupture.

#### 2.4.2.3. EFFET DE LA VITESSE DE REFROIDISSEMENT SUR LA MICROSTRUCTURE

La vitesse de refroidissement de la pièce juste après le forgeage joue aussi un rôle important sur sa microstructure finale. Pour comprendre l'effet métallurgique de cette vitesse, il faut s'intéresser au diagramme de Transformations en Refroidissement Continu (TRC) de l'alliage 718, Figure 2-20 [Slama and Cizeron, 1997]. La maîtrise de cette vitesse va être rendue possible en modifiant le fluide de refroidissement utilisé : l'air, l'eau ou l'huile possèdent des coefficients d'échange thermique différents.

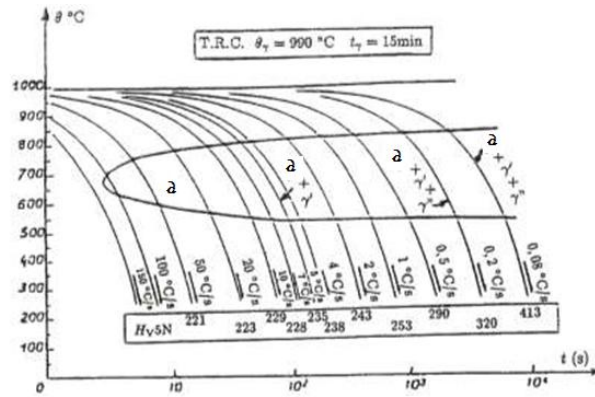


Figure 2-20 : Diagramme TRC de l'alliage 718 [Slama and Cizeron, 1997]

Sur ces diagrammes de température en fonction du temps, des courbes iso-vitesse sont tracées et interceptent les domaines de précipitation des différentes phases présentes dans l'alliage. Nous constatons que ces domaines dépendent de la gamme de vitesse utilisée.

Par exemple, plus la vitesse de refroidissement diminue, plus la proportion de phases  $\gamma'$  et surtout  $\gamma''$  est importante. Cependant, il faut retenir que ce diagramme a été tracé pour un alliage 718 homogénéisé préalablement à 990°C pendant 15 min. Or plus ce temps d'homogénéisation augmente et plus le domaine d'apparition des différentes phases se translate vers des vitesses de refroidissement lentes.

## 2.5. TRAITEMENT THERMIQUE

À la suite des étapes de mise en forme thermomécanique, une étape de traitements thermiques est appliquée au matériau afin de fixer la microstructure finale ce qui lui confère les propriétés d'emploi désirées. Ces traitements ont été paramétrés à partir des diagrammes Temps-Température-Transformation (TTT) ou TRC de l'alliage. Cependant il faut tenir compte des différences de composition chimique et d'état métallurgique entre l'alliage générique et l'alliage utilisé comme on peut le voir sur la Figure 2-21.

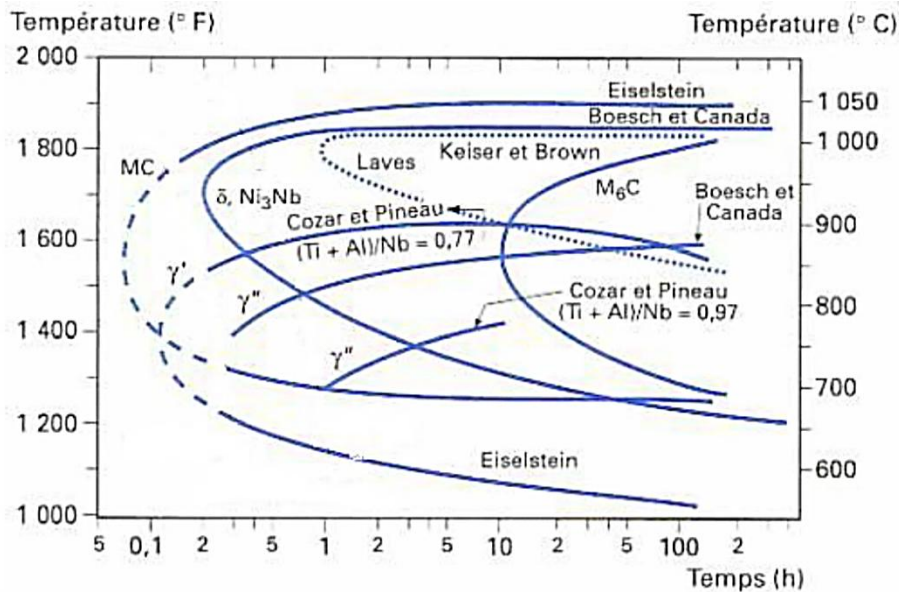
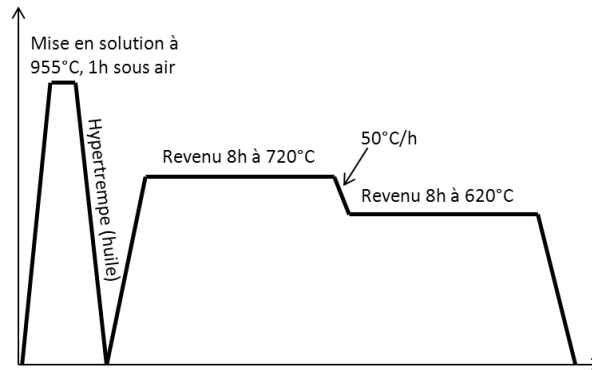


Figure 2-21 : Diagramme TTT de l'alliage 718 [Mons, 1996]

Le traitement standard (TR) de cet alliage consiste en une mise en solution pendant 1h suivie d'une hypertrempe depuis 955°C à l'huile. A cette température, la phase  $\delta$  est encore présente et limite le grossissement du grain. Les deux revenus successifs, de 8h à 720°C et 8h à 620°C, sont ensuite appliqués pour faire précipiter les phases durcissantes  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . La vitesse de refroidissement entre ces deux revenus est contrôlée : 50°C/h. La courbe de température représentant ce traitement est illustrée sur la Figure 2-22.



**Figure 2-22 : Courbe du traitement thermique TR de l'alliage 718, le traitement Direct-Aged (DA) consiste en la suppression de la mise en solution et de l'hypertrempe**

L'autre traitement thermomécanique, utilisé plus spécifiquement dans l'aéronautique, s'appelle le Direct Aging (DA). Dans ce cas, l'alliage ne subit pas de remise en solution ni d'hypertrempe et est «directement» revenu après le forgeage.

L'intérêt de ce procédé est de maintenir une structure d'écroissage et d'éviter la recristallisation lors du traitement de remise en solution. Ce traitement permet, dans le cas des disques de turbines, l'obtention d'une taille de grains comprise entre 5 et 10  $\mu\text{m}$  alors que, pour une même gamme de forgeage, le traitement TR conduit à une taille de grains de 20  $\mu\text{m}$  environ et à un écroissage résiduel inférieur. De plus, ce traitement thermique augmente la limite d'élasticité de l'alliage mais engendre également une hétérogénéité de la microstructure contrairement au traitement TR [Krueger, 1989, Jackman et al., 1991].

Le traitement thermique de vieillissement (8h à 720°C puis 8h à 620°C), effectué dans les deux cas, permet la précipitation intragranulaire de la phase durcissante  $\gamma''$ . Le vieillissement standard de l'alliage 718 a été établi par Eiselstein [Eiselstein, 1965] et comporte deux paliers : 720°C/maintien 8h/Refroidissement four 50°C/h jusqu'à 620°C/Maintien 8h/Refroidissement air. L'influence précise des paliers et du refroidissement intermédiaire sur la précipitation intragranulaire demeure cependant méconnue. La croissance de la phase  $\gamma''$  a, en revanche, été étudiée par Chaturvedi et Han [Chaturvedi and Han, 1983] avec des vieillissements isothermes : on sait donc que, comme la plupart des alliages à durcissement structural, plus la température augmente et plus la fraction volumique de phase durcissante tend vers une valeur d'équilibre.

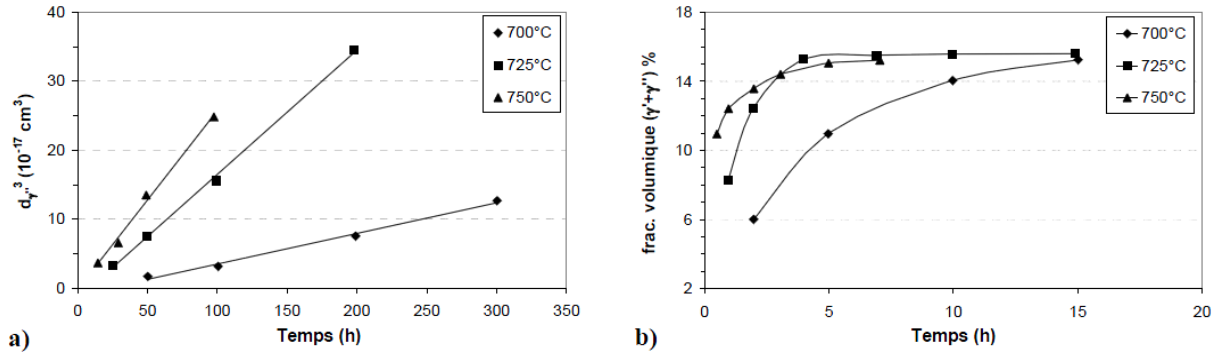


Figure 2-23 : Influence du vieillissement sur a) densité de la phase  $\gamma''$  [Han et al., 1982] et b) fraction volumique des phases ( $\gamma' + \gamma''$ ) [Chaturvedi and Han, 1983]

La Figure 2-23 illustre la variation linéaire du diamètre des précipités  $\gamma''$  avec la racine cubique du temps et la croissance des  $\gamma''$  suivant la théorie de Lifshitz, Slyozov et Wagner [Lifshitz and Slyozov, 1961] dite « LSW ».

L'effet d'un maintien prolongé entre 600°C et 700°C sur la microstructure, que l'on qualifiera par la suite de survieillance, a fait l'objet de nombreuses investigations [Chaturvedi and Han, 1983, Han et al., 1982]. La stabilité microstructurale est en effet un élément clé puisqu'elle détermine les limites d'utilisation des alliages : une microstructure instable au-delà d'une certaine température ne garantira pas le maintien des propriétés mécaniques à leur niveau initial.

### 2.6. COMPORTEMENT EN TRACTION

En traitement standard (TR), l'alliage 718 présente de bonnes propriétés mécaniques, aussi bien à basses qu'à hautes températures (jusqu'à une température de service de 650°C). La Figure 2-24.a montre l'évolution de la limite d'élasticité ( $R_{e0.2}$ ) et de la limite à rupture ( $R_m$ ) de cet alliage en fonction de la température. Il possède une limite d'élasticité toujours supérieure à 1000 MPa et un allongement à rupture proche de 20%. Au-dessus de 650°C, les propriétés de l'alliage se dégradent rapidement. Le domaine de superplasticité (domaine où le matériau présente une capacité à se déformer élevée) exploité pour le matriçage est visible à des températures voisines de 950°C avec un allongement à rupture proche de 180%. L'évolution du module de Young en fonction de la température pour le 718DA est présentée sur la Figure 2-24.b, celui-ci est de 210 GPa à température ambiante et autour de 180 GPa à 450°C.

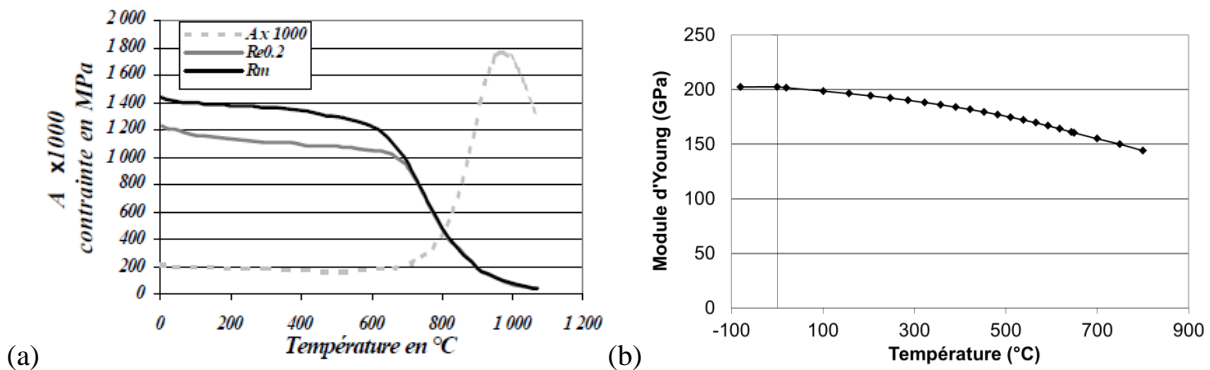
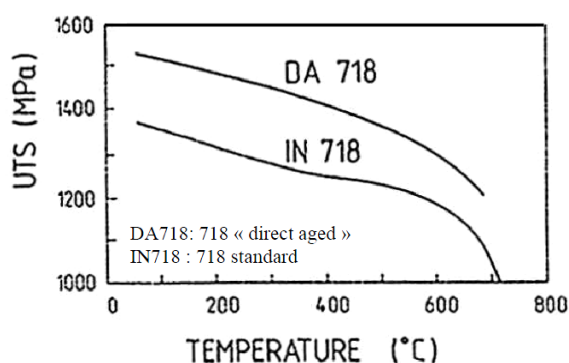


Figure 2-24 : (a) Évolution des caractéristiques de traction de l'alliage 718TR avec la température [AMS] et (b) Évolution du module de Young de l'alliage 718DA avec la température [données Snecma]

Le comportement mécanique en traction de l'Inconel 718 dépend des traitements thermomécaniques utilisés pour la mise en solution. En effet ces traitements influent sur la microstructure (parties 2.4 et 2.5) et donc sur les propriétés mécaniques.

Dans le cas de cette étude, le traitement de vieillissement direct après le forgeage (DA) utilisé confère des propriétés mécaniques en traction différentes à l'alliage du traitement standard (TR). Il est constaté que le 718 DA permet un gain au niveau de la limite d'élasticité, grâce à sa microstructure fine et à l'écroutissage issu des opérations de forgeage [Krueger, 1989, Fayman, 1987, Alexandre, 2004, Devaux, 2007]. Ce gain est quantifié sur la Figure 2-25 pour tout le domaine de température d'utilisation du matériau. D'une part, l'effet de la microstructure plus fine, illustrée par une taille de grain de 5 à 10  $\mu\text{m}$  pour le DA au lieu de 20  $\mu\text{m}$  pour le TR, agit sur les propriétés en traction suivant la loi de Hall et Petch (équation 1). Cette relation corrèle la taille de grain avec la limite d'élasticité macroscopique et montre que les grains fins favorisent une haute limite d'élasticité.



**Figure 2-25 : Influence du traitement thermo-mécanique « direct-aged » après forgeage sur les propriétés en traction [Fayman, 1987]**

D'autre part, la densité de dislocations présente dans le matériau suite au forgeage a aussi une forte influence sur les propriétés mécaniques. La plasticité faisant appel à la mobilité de celles-ci, une densité de dislocations élevée issue d'un écroutissage augmentera les propriétés mécaniques en traction en termes de contraintes. Le traitement thermomécanique DA de l'alliage 718 permet effectivement d'améliorer significativement les résistances en traction ( $R_e$  et  $R_m$ ) et cela sur toute la gamme de températures, mais les travaux de Jin et al. [Jin et al., 1986] montrent, qu'au contraire, une température de forgeage trop élevée ( $>1000^\circ\text{C}$ ) diminue considérablement les propriétés que l'on peut atteindre avec le traitement DA (Figure 2-26). Toujours est-il que l'augmentation de la température de forgeage favorise la recristallisation dynamique de plus gros grains (partie 2.4.2). Même si l'influence de la taille de grains est difficilement dissociable de celle de la phase  $\delta$ , puisque l'augmentation ou l'affinement de la taille de grain, via une déformation à chaud ou un traitement thermique de mise en solution, sont souvent corrélés à une dissolution de cette phase.

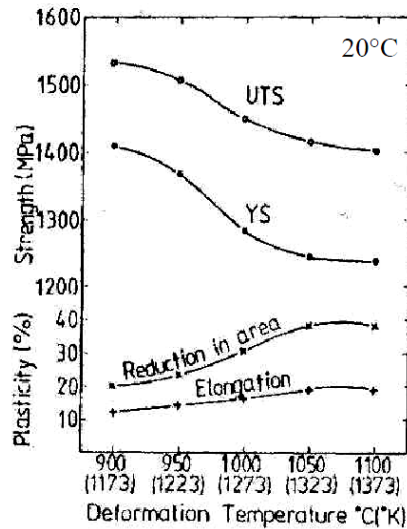


Figure 2-26 : Propriétés en traction à 20°C du traitement thermomécanique "Direct Aged" en fonction de la température de forgeage [Jin et al., 1986]

## 2.7. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DE L'INCONEL 718 DA EN FATIGUE

Dans le cas des disques de turbine, la sollicitation qui domine lors de la mise en service est de type fatigue. En fonctionnement, la contrainte en tout point du disque doit rester inférieure à la limite d'élasticité ; pour une contrainte maximale donnée, plus cette limite est élevée, plus la durée de vie en fatigue sera généralement élevée. La limite d'élasticité étant directement reliée à la taille de grains (équation 1 : relation de Hall et Petch), une taille de grains faible est privilégiée pour la tenue en fatigue.

Le comportement en fatigue de l'Inconel 718 a déjà fait l'objet de nombreuses recherches [Fournier and Pineau, 1977, Pédrón and Pineau, 1982, Krueger et al., 1987, Zerrouki, 2000, Ponnelle et al., 2001, Alexandre, 2004, Casanova, 2010], seulement, la majorité de ces recherches ont été effectuées sur de l'Inconel 718 TR et non sur du DA.

### 2.7.1. COMPORTEMENT

L'Inconel 718 est connu pour présenter un adoucissement cyclique lors de la sollicitation en fatigue. La Figure 2-27.a présente les courbes de la contrainte en fonction du nombre de cycles pour différentes températures et un taux de déformation donné. Toutes les courbes présentent lors des premiers cycles, un adoucissement de la contrainte qui se stabilise rapidement. Cependant à 298 K, il est précédé par un durcissement sur les tous premiers cycles.

Dans le cas de cet alliage, l'adoucissement est dû au cisaillement des précipités durcissants (Figure 2-27.b). Une fois cisailés, ils opposent moins de résistance ce qui conduit à l'adoucissement de l'alliage. La résistance au franchissement par les dislocations des précipités est la source de durcissement de cet alliage [Kalluri et al., 1997, Bathias and Pineau, 2009, Xiao et al., 2005]. La compétition entre les deux mécanismes (cisaillement ou franchissement) est principalement régit par la taille des précipités [Sundaraman et al., 1988].

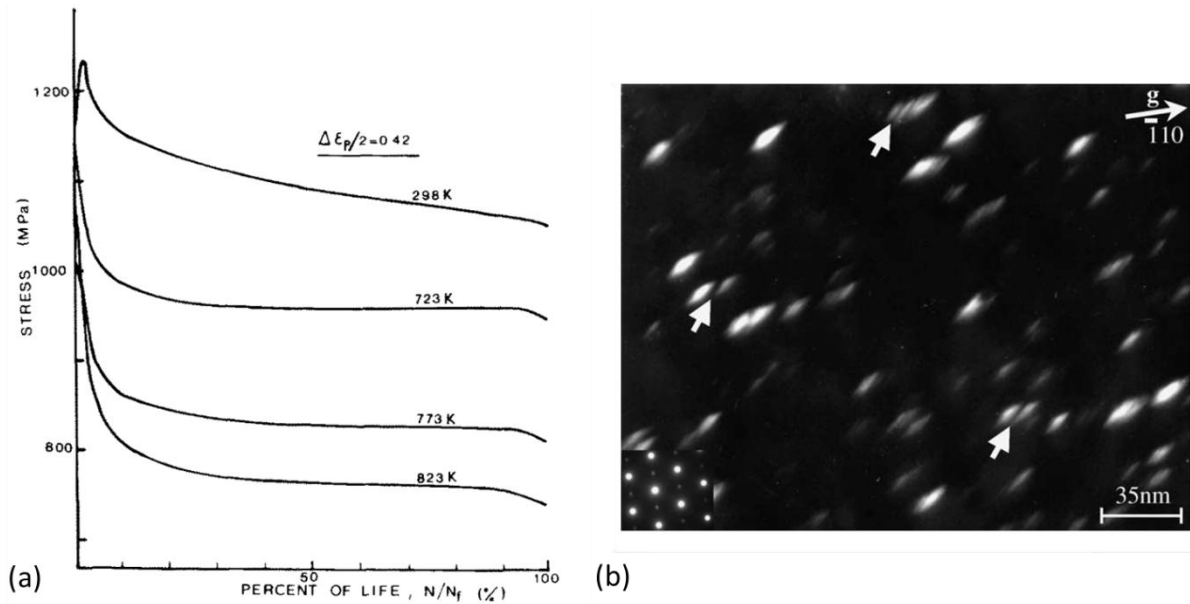


Figure 2-27 : (a) Adoucissement cyclique de l'alliage 718 [Fournier and Pineau, 1977] et (b) Image MET en champ sombre des précipités  $\gamma''$  durcissant cisailés lors de la déformation à  $\Delta\epsilon_p/2=0,6\%$  à  $650^\circ\text{C}$  [Xiao et al., 2005]

### 2.7.2. DURÉE DE VIE

La durée de vie en fatigue d'un matériau est illustrée par sa courbe de Wöhler. Cette courbe permet de connaître, pour chaque amplitude de contrainte, la durée de vie attendue du matériau. La Figure 2-28 schématise une courbe de Wöhler, trois domaines y sont distingués [Bathias and Pineau, 2009] :

- À forte contrainte, une zone de fatigue plastique oligocyclique (ou Low Cycle Fatigue, LCF). Dans ce domaine, la rupture intervient après un nombre de cycles relativement faible ( $10^2$  à  $10^5$ ) et est accompagnée d'une déformation plastique significative.
- A plus faible contrainte, une zone de fatigue ou d'endurance limitée. Dans ce domaine, la rupture est atteinte pour un nombre de cycles d'autant plus élevé que l'amplitude de contrainte est faible.
- Une zone d'endurance, ou zone de sécurité, longtemps considérée comme illimitée et qui correspond à ce qu'il est convenu d'appeler la limite d'endurance. Dans cette zone, une même amplitude de contrainte conduit à une forte dispersion de la durée de vie.

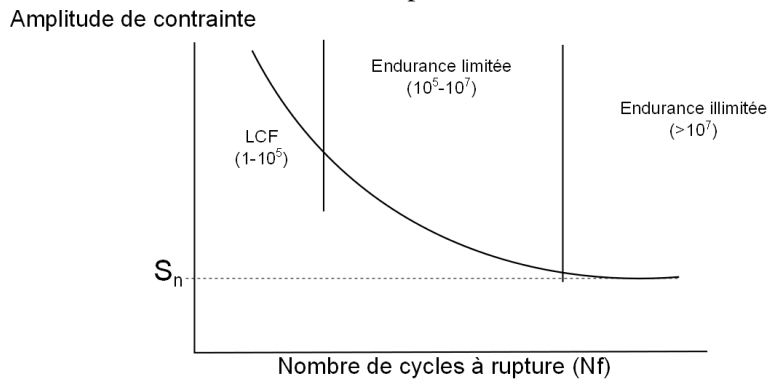
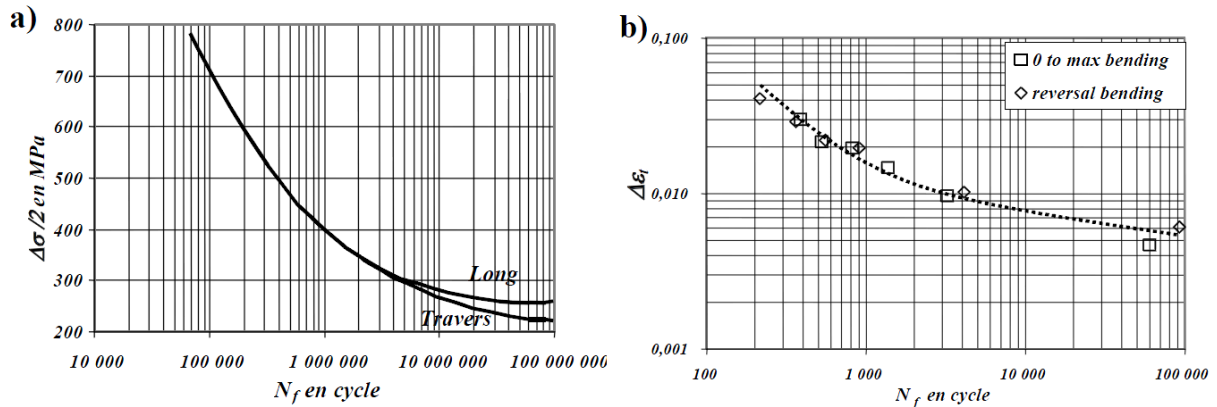


Figure 2-28 : Courbes de Wöhler et définition des différents domaines d'endurance

La courbe de Wöhler à température ambiante de l'Inconel 718 est présentée sur la Figure 2-29.a. La limite d'endurance de ce matériau se situe aux environs de 500 MPa à température ambiante. Elle est

fonction de la limite à rupture et de la limite d'élasticité du matériau. Le 718 DA va donc avoir une limite d'endurance légèrement supérieure au 718 TR.



**Figure 2-29 : Coubes d'endurance de l'alliage 718 à température ambiante a) Obtenue sur tôle en flexion plane et pour une taille de grains de 50 µm; b) en déformation totale [AMS]**

La courbe de Wöhler met en évidence la dispersion des durées de vie pour des niveaux de contraintes relativement faibles (limite d'endurance).

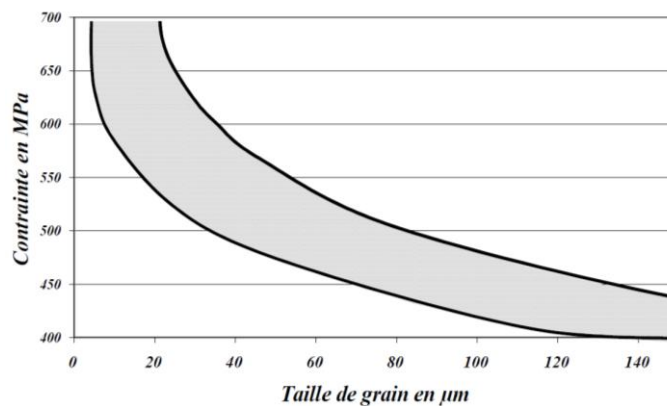
La dispersion des résultats en durée en vie en fatigue est considérée comme un fait expérimental et physique. Il est donc nécessaire d'utiliser une méthode statistique pour caractériser un matériau en fatigue. Les trois causes physiques de cette dispersion sont soit [Bathias and Pineau, 2009] :

- Internes au matériau,
- Dues à la préparation des éprouvettes (état de surfaces, rugosité, contraintes résiduelles...),
- Extérieures à l'éprouvette.

Les causes dont le mécanisme d'action est le plus mal connu sont celles qui sont de la première catégorie : inclusions, hétérogénéités de structure...

#### 2.7.2.1. EFFET DE LA MICROSTRUCTURE SUR LA DURÉE DE VIE

La microstructure, par la taille de grains notamment, peut avoir un impact direct sur la courbe de Wöhler en modifiant la limite d'endurance du matériau. La Figure 2-30 montre que plus la taille de grains augmente, plus la limite d'endurance du matériau diminue et tend vers une valeur seuil d'environ 400 MPa.

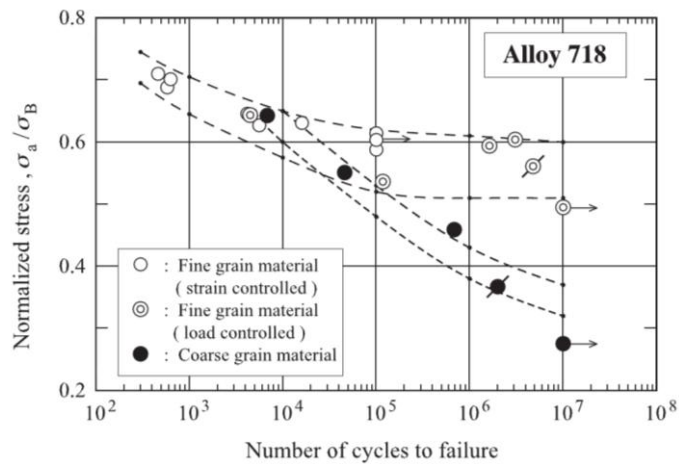


**Figure 2-30 : Effet de la taille de grains sur la limite d'endurance de l'alliage 718 à température ambiante, essais réalisés en flexion rotative [AMS, 2001]**

La taille de grains peut aussi agir de façon indirecte sur la fatigue suite à la loi Hall et Petch (équation 1). D'après cette relation, plus la taille de grains est faible plus la limite d'élasticité du matériau est élevée. Or, la durée de vie étant liée à la plasticité, si le matériau est sollicité à un niveau de contrainte donné, la durée de vie sera plus élevée pour les microstructures présentant des tailles de grains plus fines puisque la limite d'élasticité sera plus élevée. De fait, la contribution de la déformation élastique augmente au détriment de la déformation plastique.

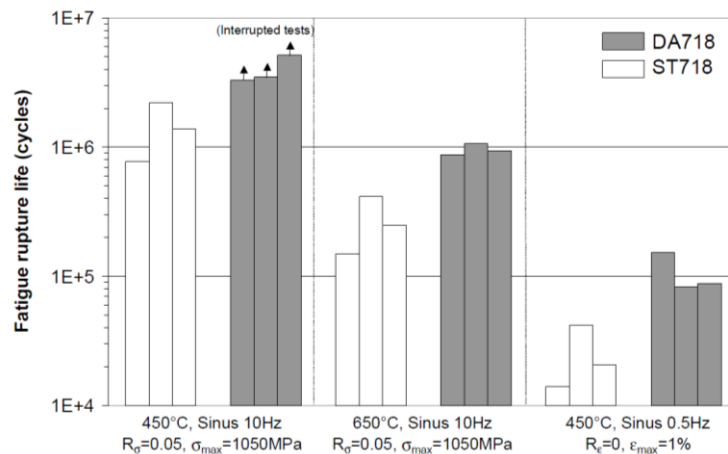
Si le matériau est sollicité à un niveau de déformation plastique donné, la contrainte appliquée au matériau augmentera avec la diminution de la taille de grains mais ne conduira pas nécessairement à une augmentation de la durée de vie.

L'effet de la taille de grains sur la durée de vie a été étudié pour cette alliage [Kobayashi et al., 2005, Kobayashi et al., 2008], et il apparait effectivement que la durée de vie est meilleure pour des microstructures ayant une taille de grains plus fine.



**Figure 2-31 : Effet de la taille de grains sur les propriétés en fatigue d'un alliage 718 : microstructure fine avec une taille de grains de 10  $\mu\text{m}$  en moyenne et microstructure grossière avec une taille de grain moyenne de 90  $\mu\text{m}$ , essais réalisés à 550°C et 600°C (contrainte normalisée par la contrainte à rupture de chaque matériau aux températures testées) [Kobayashi et al., 2005]**

Étant donné l'effet de la taille de grains sur la durée de vie, le traitement thermomécanique DA conduit aussi à une amélioration de la durée de vie (Figure 2-32).



**Figure 2-32 : Influence d'un "Direct Aged" sur les propriétés en fatigue [Devaux et al., ]**

## 2.7.2.2. DURÉE DE VIE ET MÉCANISMES D'AMORÇAGE

L'impact de la microstructure sur la durée de vie peut être mis en relation avec les mécanismes d'endommagement engendrés. Plusieurs travaux [Alexandre et al., 2004, Alexandre, 2004, Devaux et al., ] ont montré qu'il y avait compétition entre différents modes d'endommagement en fonction de la microstructure locale ou des conditions de sollicitations (niveau de contrainte et température).

Dans le cas de l'alliage Inconel 718, la dispersion de DDV observée pour un même niveau de sollicitation pourrait aussi s'expliquer par le mode d'amorçage de la fissure de fatigue. En effet, il s'avère que pour des conditions de sollicitations données, un matériau peut présenter plusieurs mécanismes d'endommagement et ceux-ci peuvent expliquer la dispersion de durée vie pour une même taille de grains moyenne (Figure 2-33). Les travaux de Zerrouki [Zerrouki, 2000] mettent en évidence l'influence du mécanisme d'amorçage sur la durée de vie. Il apparaît que l'amorçage sur les carbures surfaciques mène à des durées de vie plus courtes que l'amorçage sur grains ou l'amorçage sur carbures internes.

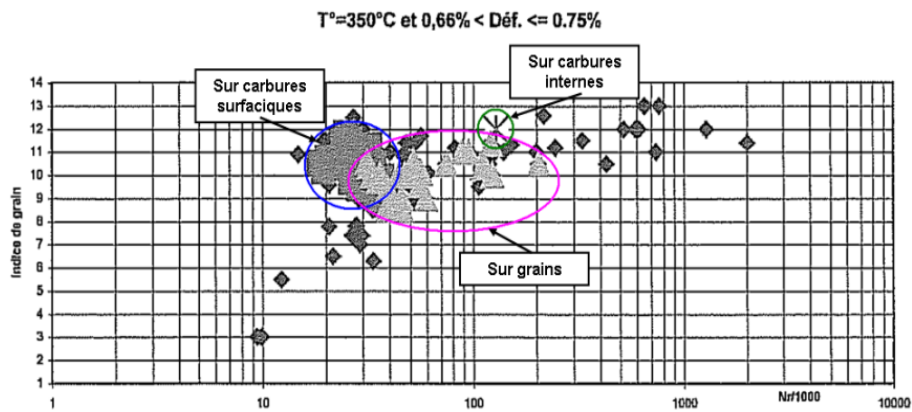


Figure 2-33 : Durée de vie en fonction de la taille de grains. Effet de l'élément d'amorçage [Zerrouki, 2000]

Dans le cas de l'étude sur éprouvette entaillée réalisée sur de l'Inconel 718 par Bhowal [Bhowal and Wusatowska-Sarnek, 2005], il est aussi apparu que les amorçages sur grains menait à des durées de vie plus longues que ceux sur carbures quand on se plaçait dans les mêmes conditions d'essais. Cependant les amorçages observés ici ne sont pas surfaciques mais sub-surfaciques (Figure 2-34.a).

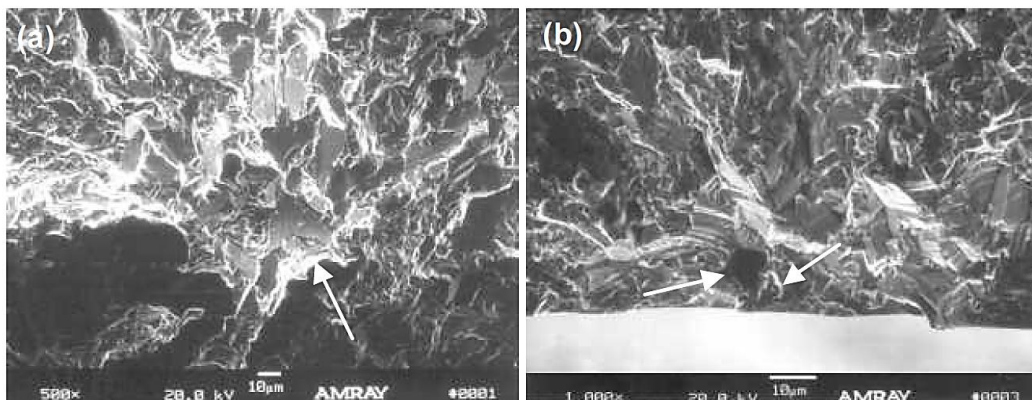


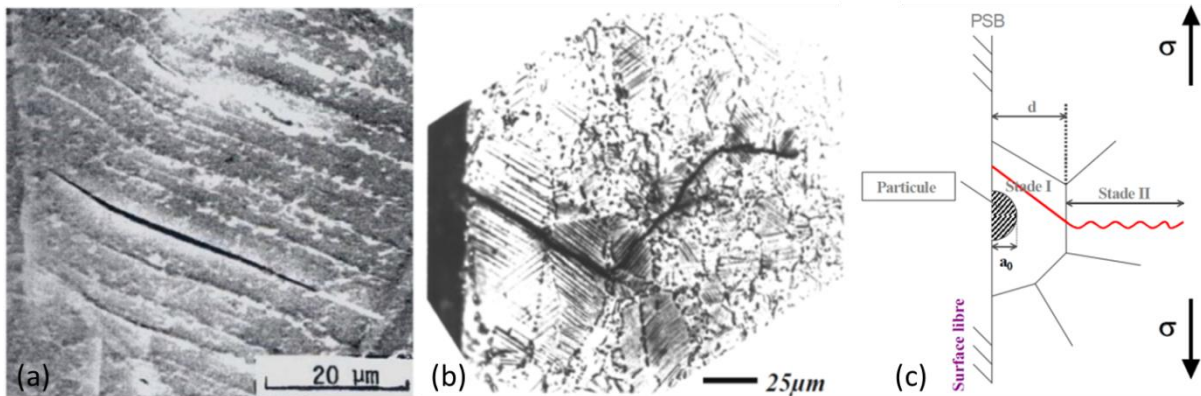
Figure 2-34 : Images MEB des sites d'initiation des éprouvettes testées à 560K et 1516 MPa, (a) amorçage sur grains et (b) sur carbures situés en sub-surface du fond d'entaille [Bhowal and Wusatowska-Sarnek, 2005]

### 2.7.3. LES DIFFÉRENTS MÉCANISMES D'AMORÇAGE

Dans un matériau contenant pas ou peu de défauts (de surface : rayures, fissures ou intrinsèques : particules...), l'amorçage le long des bandes de glissement persistantes (PSB) est considéré comme le site d'initiation en fatigue [Suresh, 1998]. Ce mode d'amorçage n'est pourtant pas le seul à apparaître dans les matériaux industriels qui contiennent particules et autres précipités. Dans cette partie, les différents mécanismes observés dans le cas de l'alliage 718 vont être décrits et reliés à la microstructure.

#### 2.7.3.1. AMORÇAGE EN STADE I

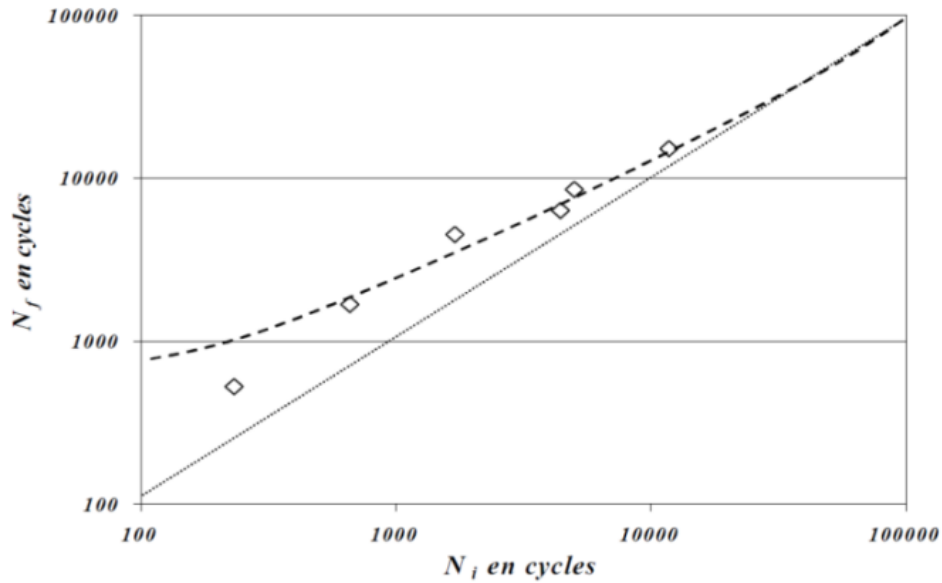
Sur éprouvettes polies, l'amorçage en fatigue est connu pour être dû à des phénomènes d'intrusion/extrusion en surface qui conduisent à la formation de bandes de déformation localisées dites « bandes persistantes » (ou Persistent Slip Band, PSB). Dans l'alliage 718, le glissement opère selon les plans denses  $\{111\}$  de la matrice  $\gamma$ . Ces bandes de glissement peuvent alors mener à la microfissure de Stade I dans les plus gros grains superficiels [Fournier and Pineau, 1977, Clavel, 1980] comme le montre la Figure 2-35.a. Ce phénomène concerne une distance de l'ordre de la taille d'un grain. Dès que la microfissure de nature cristallographique rencontre un joint de grains, elle bifurque selon le stade II et se propage perpendiculairement à la contrainte principale (Figure 2-35.b). Le stade II est régi par la loi de Paris. Ce mécanisme est notamment schématisé par F. Alexandre (Figure 2-35.c).



**Figure 2-35 : Amorçage d'une fissure en fatigue à 25°C sur une bande de glissement dans l'Inconel 718 a) sur le fût d'une éprouvette, b) sur une coupe longitudinale [Fournier and Pineau, 1977] et c) représentation schématisée du mécanisme d'amorçage sur grains en stade I [Alexandre, 2004]**

Dans certains cas, le stade I évolue à travers plusieurs grains. Il peut alors être défini comme un stade de micro-propagation.

La transition stade I/stade II est attribuée à la diminution de la contrainte de cisaillement avec la croissance de la fissure et à l'augmentation simultanée de la contrainte normale. Le stade I présente souvent une longueur faible par rapport à la surface de rupture totale mais il correspond à une durée importante par rapport à la durée de vie totale de l'éprouvette (Figure 2-36).



**Figure 2-36 : Proportion de la durée de vie occupée par l'amorçage des fissures de fatigue en stade I pour l'alliage 718 à 20°C [Jacquelin, 1983]**

Une taille de grain importante dans l'alliage 718 favorise ce mécanisme d'amorçage en stade I à partir des bandes de glissement intense. La Figure 2-33 révèle une dispersion plus importante des durées de vie en fatigue et l'apparition de fissures sur particules pour les petites tailles de grains. En effet, ce stade I n'existe pas toujours, il est en compétition avec d'autres mécanismes d'amorçage, tel que l'amorçage sur particule, qui peuvent se développer plus rapidement dans certaines microstructures et conduire plus rapidement au stade II. Pour certains matériaux, la durée du Stade I est allongée si la taille de grain est réduite [Bathias and Sertour, 1974].

Un modèle de durée de vie probabiliste a été introduit par F. Alexandre [Alexandre et al., 2004] pour ce mécanisme d'amorçage en stade I. Le nombre de cycles correspondant à l'amorçage est décrit par une formule de type Tanaka-Mura (équation 2) modifiée pour tenir compte de l'effet de la taille de grains :

$$N_i = \frac{1}{d} \frac{A_{StageI}}{(\Delta \varepsilon_p)^2} \quad (2)$$

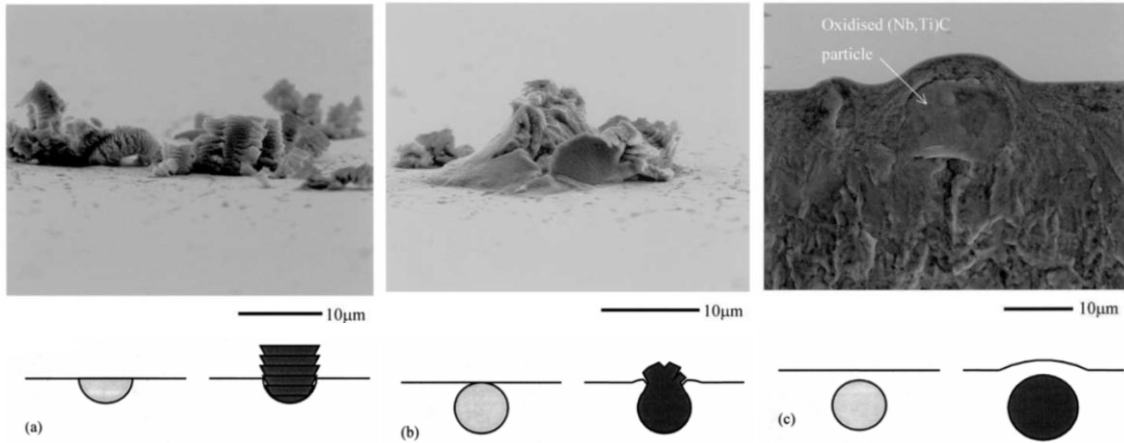
Où  $N_i$  est le nombre de cycle à l'amorçage,  $d$  la taille de grain (ici exprimé en  $\mu\text{m}$ ),  $\Delta \varepsilon_p$  est l'amplitude de déformation plastique et  $A_{StageI}$  une constante dépendant de la température.

L'amorçage en stade I dans l'Inconel 718 est connu pour être sensible à la taille des précipités  $\gamma''$  [Devaux et al., ]. En effet les précipités  $\gamma''$  influencent la répartition des bandes de glissement. Si ces derniers sont bien répartis, ils réduisent le risque d'amorçage par PSB [Krueger et al., 1987]. En effet, quand la taille de grain est petite, la taille des précipités  $\gamma''$  augmente et les bandes de glissement sont distribuées de façon plus homogène dans les grains. Cette explication donne un indice supplémentaire au modèle Tanaka et Mura, quant au fait que l'amorçage en stade I se produit sur les plus gros grains du matériau. Les structures de dislocations (PSB) et les tailles des précipités ( $\gamma''$ ) ont donc également un effet sur la durée de vie en fatigue [Krueger et al., 1987].

### 2.7.3.2. AMORÇAGE SUR PARTICULES SURFACIQUES

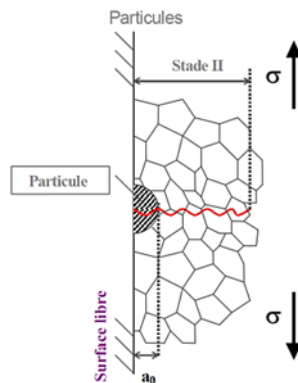
Le deuxième mécanisme d'amorçage observé est la rupture sur inclusions du fait de la concentration de contraintes qu'elles entraînent ou des clivages qui s'y développent.

L'amorçage sur particule surfacique a été mis en évidence pour des niveaux de chargement donnés et de température élevée (650°C) dans le cas de matériaux à grains fins (notamment dans le DA) [Alexandre, 2004]. Les carbures de niobium sur la surface de l'éprouvette sont fortement oxydés et se transforment en oxyde de type  $Nb_2O_5$  [Connolley et al., 2003, Alexandre et al., 2004], comme on peut le voir sur la Figure 2-37.



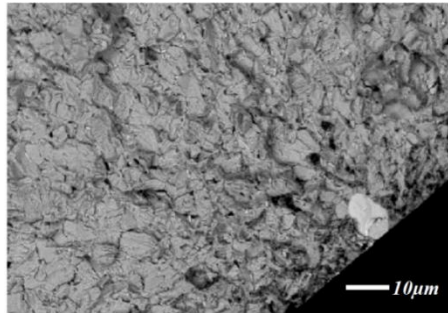
**Figure 2-37 : Présentation de différentes configurations de formation d'oxyde de niobium à partir de carbure de niobium en fonction de la position du carbure par rapport à la surface [Connolley et al., 2003] : (a) Formation de 'chou-fleur' suite à l'oxydation des (Nb,Ti)C à la surface d'éprouvette polies d'Inconel 718 exposée à 550°C pendant 16h et (b) Irruption en surface suite à l'oxydation des (Nb,Ti)C et (c) oxydation sub-surfacique d'un (Nb,Ti)C et déformation de la surface**

L'augmentation de volume des carbures et la concentration de contrainte que cela engendre peut expliquer ces amorçages de fissures précoces. Différents scénarios d'oxydation ont été recensés en fonction de la position du carbure par rapport à la surface (Figure 2-37). L'expansion volumique qui accompagne l'oxydation préférentielle des carbures de niobium peut être supérieure à un facteur 2 (rapport entre le volume initial et final après oxydation). La probabilité d'amorçage en surface est donc dépendante de la probabilité de rencontrer une particule oxydée de taille suffisante sur la surface de l'éprouvette. Cette probabilité augmente avec la taille de l'éprouvette, donc un effet d'échelle important est lié à ce mécanisme d'amorçage. Pour ce cas d'amorçage, la durée de vie en fatigue est principalement due à la propagation en stade II à partir de fissure initiale de taille équivalente à la taille des plus grosses particules.



**Figure 2-38 : Schématisation du mécanisme d'amorçage produit par l'oxydation des particules en surface [Alexandre, 2004]**

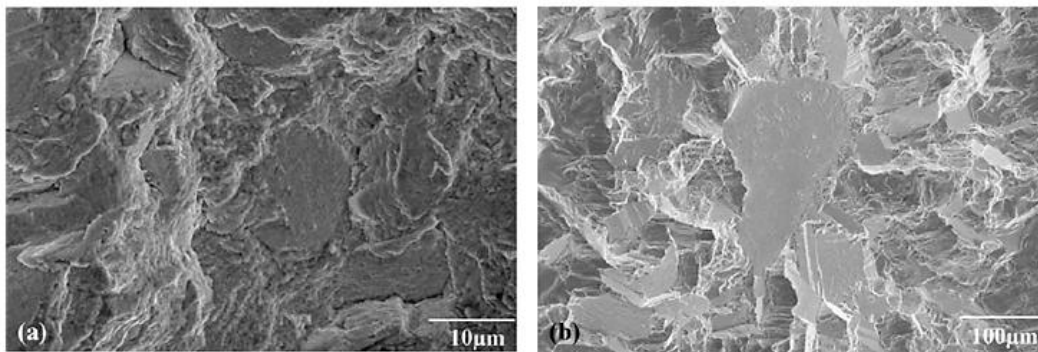
Cet amorçage sur particule surfacique a aussi été observé lors d'essai sous vide à 600°C, donc l'oxydation des particules n'est pas une condition nécessaire à l'amorçage sur particule (Figure 2-39). Dans ce cas, le clivage de la particule conduit à un  $\Delta K$  seuil suffisant pour propager la fissure.



**Figure 2-39 : Amorçage sur carbures surfacique mis en évidence par fractographie, observé sur une éprouvette testée sous vide à 600°C pour  $\Delta\varepsilon_t = 1,1\%$ ,  $R_\varepsilon = 0$  avec un cycle 10-90-10 [Alexandre, 2004]**

### 2.7.3.3. AMORÇAGE SUR FACETTES CRISTALLOGRAPHIQUE EN SUB-SURFACE

Pour un alliage 718 testé à 550°C et 600°C en fatigue, des amorçages sur facettes cristallographiques ont aussi été observés (Figure 2-40). Ces amorçages en interne conduisent à des durées de vie élevées qui varient en fonction de la taille de grains moyenne du matériau : plus la taille de grain est élevée, plus la durée de vie est courte. Ce mécanisme n'a pas été caractérisé dans le cas de cet alliage.



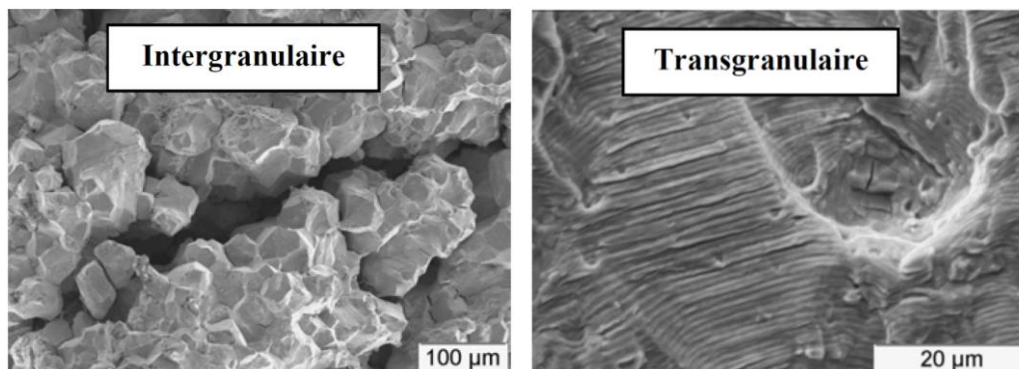
**Figure 2-40 : Images MEB des sites d'amorçage de fissures en fatigue d'un alliage Inconel 718 (a) pour un matériau présentant une taille de grains moyenne de 10 µm ( $N_f = 4,76 \times 10^6$  cycles) et (b) pour un matériau présentant une taille de grains moyenne de 90 µm ( $N_f = 1,99 \times 10^6$  cycles) [Kobayashi et al., 2005]**

### 2.7.4. VITESSES ET MÉCANISMES DE PROPAGATION

Lors de la rupture par fatigue, le processus d'endommagement se décompose en deux étapes : l'amorçage et la propagation. Les différents mécanismes d'amorçage ont été répertoriés dans la partie précédente, et leur influence sur la durée de vie a été mise en évidence. Bien que l'amorçage représente une part importante de la durée de vie totale des éprouvettes Figure 2-36, la propagation peut jouer un rôle majeur sur la durée de vie en fonction des conditions de chargement et d'environnement.

Dans le cas du 718 standard, trois types de propagation de fissures ont été observés en fonction des conditions d'essais (environnement, fréquence, amplitude de chargement...) et de la microstructure [Pédron and Pineau, 1982].

Le premier mode de propagation est intergranulaire (Figure 2-41.a), ce mécanisme est très néfaste car il donne lieu à des vitesses de propagation élevées. Il est très sensible à la microstructure et est favorisé par l'oxydation (donc actif pour des essais sous air à hautes températures). De récentes études [Krupp et al., 2003, Krupp et al., 2004] relèvent qu'une augmentation de la fraction de joints de grains spéciaux, par le biais de séquences thermomécaniques appropriés, tend à réduire la sensibilité de l'alliage à ce type de rupture intergranulaire en limitant la diffusion de l'oxygène au niveau des joints de grains. De plus les modifications microstructurales induites par un vieillissement direct après forgeage (DA) permet notamment la mise en place d'une fraction importante de joints de grains spéciaux. Ce type de propagation, très néfaste, n'est donc pas observé dans les matériaux actuels (Inconel 718).

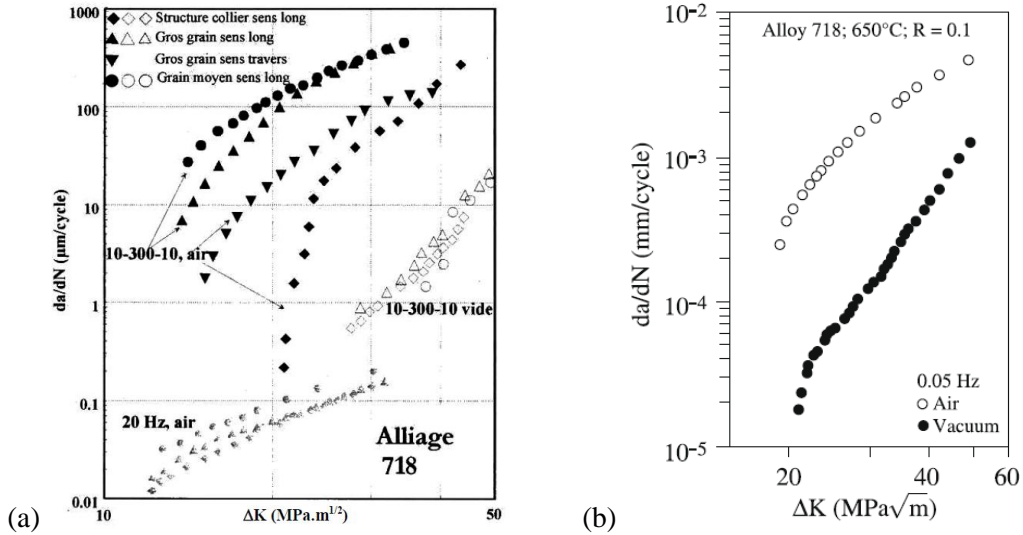


**Figure 2-41 : Différents modes de propagation de fissures observés en fonction de la température et de la fréquence : (a) mode intergranulaire et (b) mode intragranulaire [Pédron and Pineau, 1982]**

Le deuxième mode de propagation observé est intragranulaire avec des faciès présentant des stries de fatigue (Figure 2-41.b). Ce régime de propagation est peu dépendant de la microstructure et plutôt lié à l'amplitude de chargement imposée et aux effets d'environnement.

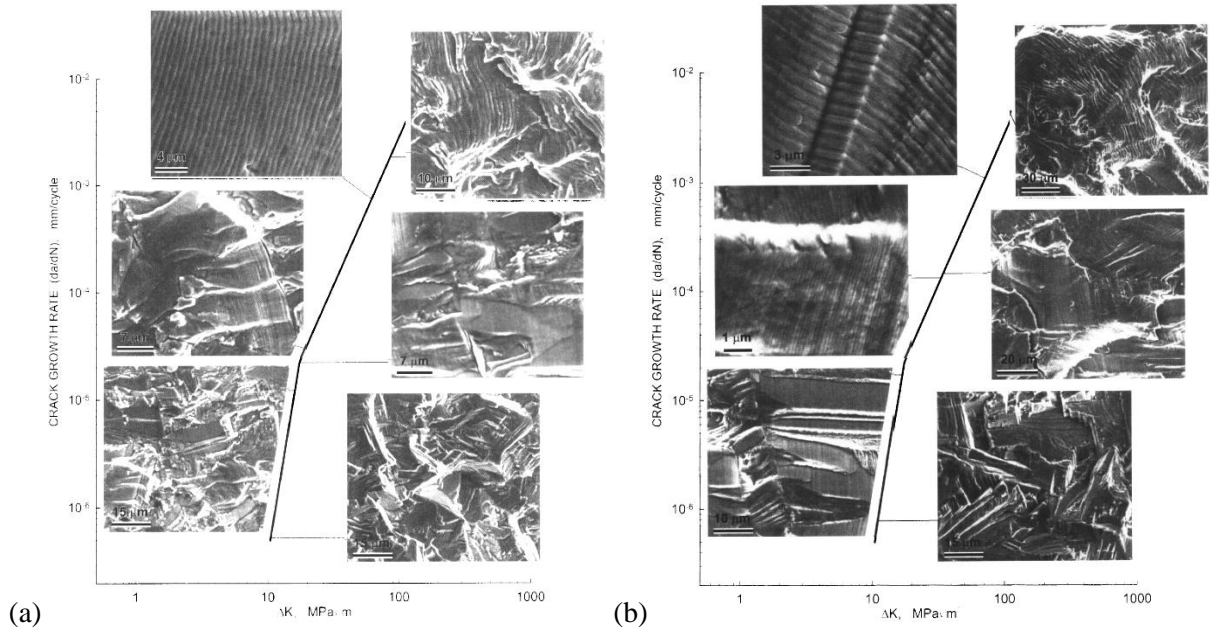
Enfin, en étudiant l'effet de la taille de grains sur la propagation de fissure un dernier mode de propagation a été mis en évidence [Pédron and Pineau, 1982]. Trois microstructures ont été comparés en termes de taille de grains : une microstructure à gros grains (3-4 ASTM), une microstructure à grains fins (6-8 ASTM) et une microstructure à collier (grains fins de 8-10 ASTM entourant des gros grains 3-4 ASTM).

Lors d'essais à 650°C sous une fréquence de 20Hz, le comportement des trois matériaux est comparable. Cependant en fatigue-fluage (10s-300s-10s), la microstructure joue un rôle important. Une structure à gros grains a une meilleure tenue à la fissuration qu'une structure à grains fins pour les faibles valeurs de  $\Delta K$ , puis les vitesses deviennent comparables (Figure 2-42). La structure à collier présente le meilleur comportement, avec un seuil de propagation et des vitesses de propagation dix fois plus faibles. Alors que la rupture est complètement intergranulaire pour les deux autres matériaux, la microstructure à collier présente des ruptures en partie intragranulaire les gros grains sont généralement rompus aux joints de macles.



**Figure 2-42 : (a) Effet de la taille sur la vitesse de propagation en fonction des conditions d'essais [Pédrón and Pineau, 1982] et (b) Effet de l'environnement sur la vitesse de propagation de fissure de l'Inconel 718 à 650°C [Ghonom and Zheng, 1992]**

Dans des études plus récentes sur un alliage 718 ayant subi un traitement thermomécanique différent, le mode de propagation intergranulaire n'est pas observé cependant pour des faibles valeurs de  $\Delta K$  un mode de propagation cristallographique apparaît [Mills and Brown, 2001]. Quelle que soit la taille de grain du matériau, une même évolution de la surface de rupture est observée (Figure 2-43).



**Figure 2-43 : Morphologies de la surface de rupture pour différentes valeurs de  $\Delta K$  (a) pour des petits grains (diamètre moyen autour de 30 µm) et (b) pour des gros grains (diamètre moyen autour de 80 µm) – Essais de propagation réalisés à température ambiante sous air [Mills and Brown, 2001]**

Pour des valeurs de  $\Delta K$  faibles ( $< 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) la surface de propagation présente des facettes cristallographiques. Quand la zone plastique est plus petite que la taille de grains moyenne, la fissuration locale le long des bandes de glissement produit une morphologie fortement facettée. Pour des valeurs des  $\Delta K$  légèrement supérieures (15-20  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ), quand la zone plastique est approximativement égale à la taille de grain, un mécanisme de glissement plus homogène est activé.

C'est alors qu'une zone de transition apparaît avec des facettes allongées présentant des stries. Enfin pour des valeurs de  $\Delta K$  plus élevées ( $> 25\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) des stries de propagation bien définies du stade II classique apparaissent sur la surface de rupture.

Enfin la vitesse de propagation peut être influencée par l'environnement. De nombreux travaux [Pédron and Pineau, 1982, Smith and Michel, 1986, Molins et al., 1997, Pineau and Antolovich, 2009] ont étudié l'impact de l'air sur la vitesse de propagation, cependant tous ces travaux ont été menés sur le 718 standard à des températures élevées (aux environs de  $600^\circ\text{C}$ ). A ces températures, l'oxydation est importante et donc influe sur la vitesse de propagation car la surface de la fissure s'oxyde et empêche sa fermeture, connu pour ralentir la propagation sous vide. Aussi cette variation de vitesse peut s'expliquer par le changement de mécanisme de rupture qui passe de intragranulaire sous vide à intergranulaire sous air.

## 2.8. CONCLUSIONS

- L'Inconel 718 est un superalliage base nickel à durcissement structural du majoritairement aux précipités  $\gamma''$ .
- Il contient également de la phase  $\delta$  et des particules de TiN et NbC qui en fonction de leur taille et de leur géométrie vont impacter son comportement mécanique.
- Dans cette étude, le matériau est forgé et subit un traitement thermique particulier, le « direct aging », qui lui confère une microstructure plus fine qui améliore son comportement, en fatigue notamment.
- En effet, plus la taille de grains du matériau est fine, plus l'amorçage est retardé.
- Il apparaît également que la présence de joints de macles dans les gros grains diminue considérablement le seuil de propagation.
- Aussi, plus la taille de grains est fine, plus la vitesse de propagation est rapide pour des faibles valeurs de  $\Delta K$ .
- La durée de vie augmente généralement quand la microstructure est affinée.
- Cependant, la dispersion de durée de vie augmente pour des microstructures fines (multiplication des mécanismes possibles d'amorçage).
- L'effet de l'environnement sur la propagation n'a pas été étudié à des températures faibles (inférieures à 650°C).
- Deux mécanismes sont principalement observés dans ce matériau jusqu'ici : l'amorçage sur particules surfaciques ou sub-surfaciques du fait notamment de l'oxydation et l'amorçage en stade I sur bandes de glissement.





### 3. INFLUENCE DU PROCÉDÉ DE FORGEAGE SUR LA MICROSTRUCTURE DE L'INCONEL 718 DA – ÉTUDE PAR SIMULATION SUR FORGE2®

Cette étude est consacrée à la durée de vie des pièces tournantes de moteur d'avion en Inconel 718. Après la présentation générale de l'alliage, cette partie a pour objectif de se focaliser sur le procédé de forgeage de la pièce choisie : le disque de turbine HP, pièce forgée monobloc. La géométrie de cette pièce conduit à des hétérogénéités microstructurales issues des gradients des variables internes (températures, déformation, vitesses de déformation, etc...) lors de l'opération de forgeage. Afin de simplifier la problématique, nous proposons de mettre en place des gammes de forgeage sur des lopins (géométrie plus simple) qui vont ainsi permettre de découpler les effets de chaque conditions « limites » et de relier les paramètres de forgeage aux propriétés microstructurales et mécaniques du matériau. Ce chapitre sera donc construit en plusieurs parties, toutes faisant intervenir la simulation numérique à l'aide du logiciel Forge2 :

- Tout d'abord, le protocole de forgeage de la pièce va être décrit de manière globale puis, l'étude de l'impact des conditions locales de forgeage subies en différents points de la pièce va être menée. Cela dans le but d'estimer les paramètres (température de chauffage, taux de déformation finale, vitesse de déformation, température maximale atteinte, température de refroidissement...) qui ont un impact du premier ordre sur la microstructure finale et sur le comportement mécanique du matériau.
- Une fois les effets des paramètres de forgeage mis en évidence, la seconde partie de ce chapitre va permettre de proposer des gammes de forgeage pour reproduire, sur une géométrie plus simple de lopin, les caractéristiques (microstructure et mécaniques) obtenues dans les deux zones d'intérêts de la pièce industrielle (dent et alésage).
- Une fois ces gammes définies et grâce à une étude paramétrique des conditions de forgeage, il sera alors possible de réaliser des lopins présentant des caractéristiques de microstructure et de comportement mécanique exacerbées par rapport à celles de référence.

#### 3.1. PRÉSENTATION DE L'OUTIL DE SIMULATION : FORGE 2® [FARAG, 2008]

L'étude de la mise en forme de la pièce par forgeage ainsi que la détermination des nouvelles gammes sur lopins vont être effectuées grâce au logiciel éléments-finis Forge2®. Ce code éléments-finis permet de simuler le forgeage de pièces 2D (pièces de révolution ou en conditions de déformation plane) et 3D. Les matériaux considérés dans la base de données sont des métaux ferreux (acier) et non-ferreux (alliage d'aluminium, alliage de cuivre, titane, nickel) à chaud, à mi-chaud et à froid. Ce logiciel a été développé par le Centre de Mise En Forme des Matériaux (CEMEF) de l'école des Mines de Paris, MinesParisTech et est commercialisé par la société TRANSVALOR S.A.

Forge2® est utilisé dans de nombreuses industries (automobile, aéronautique, horlogerie, visserie...) et pour des applications très variées :

- La prévision de l'écoulement du matériau
- La prévision des défauts dans les pièces forgées
- Une analyse fine de la géométrie des pièces
- L'optimisation des gammes de forgeage
- L'optimisation de la durée de vie de l'outillage

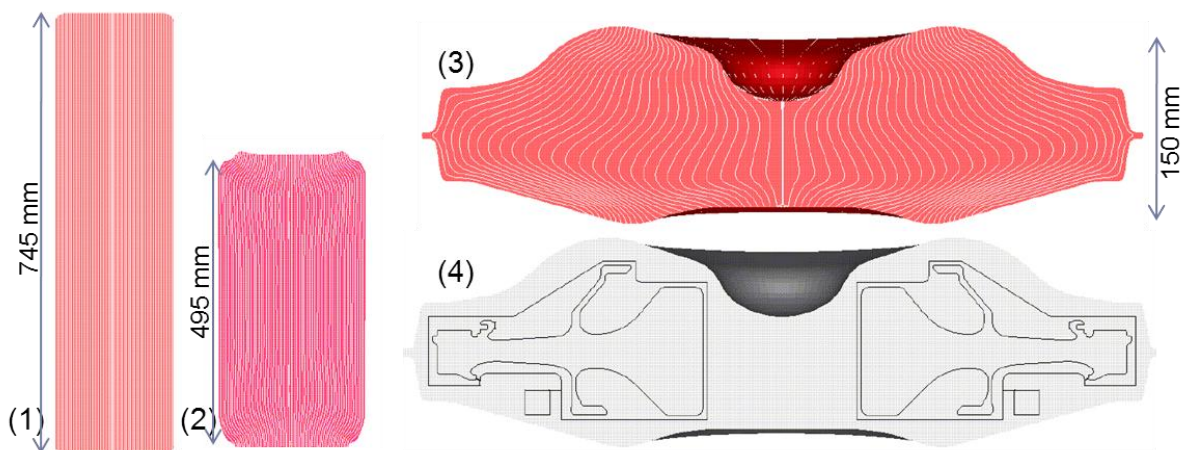
- Le dimensionnement des outils

Dans cette étude, l'opération de forgeage de la pièce est simulée par la déformation d'un lopin par un outillage rigide ; le lopin et l'outillage étant modélisés en géométrie axisymétrique, la loi de comportement retenue est la loi traditionnellement utilisée par SNECMA pour simuler habituellement ses opérations de forgeage. Par ailleurs, Snecma a développé en interne un module de post-traitement métallurgique appelé Post Processeur Métallurgique (PPM) [Frag, 2008] qui sera utilisé dans cette étude afin d'analyser les prédictions des paramètres microstructuraux de la pièce forgée. Au cours de la simulation, les paramètres suivis concernent l'évolution des champs de température, de déformation, de taille de grains, l'évolution du fibrage (texture morphologique), ... Le PPM permet, à chaque incrément de calcul, de suivre les différentes variables métallurgiques associées au procédé, comme la germination, la recristallisation ainsi que la croissance des grains. Ces simulations permettront d'obtenir, pour chaque étape de la gamme de forgeage choisie, une cartographie (mesures de champ) des propriétés métallurgiques de l'alliage.

L'architecture et le fonctionnement du logiciel Forge2® ainsi que les paramètres accessibles par l'utilisateur grâce au post-processeur métallurgique sont détaillés en ANNEXE 9.1.3.

### 3.2. ÉTUDE DES GAMMES DE FORGEAGE DU DISQUE DE TURBINE

La gamme de forgeage utilisée pour forger les disques de turbines HP peut se décomposer en deux étapes : l'ébauche et la finition, présentées sur la Figure 3-1. Il est toutefois important de souligner que l'étape d'ébauche ou refoulage est une étape préliminaire qui a un rôle secondaire vis-à-vis de l'état métallurgique final. Elle permet seulement de réduire la hauteur initiale du lopin pour éviter le flambage plastique lors de la deuxième étape de forgeage. Cette analyse va donc se focaliser sur l'étape de finition.



**Figure 3-1 : Étapes de forgeage. De (1) à (2), étape de refoulage, de (2) à (3), étape de finition. Dans le brut de forgeage, la pièce finale est ensuite usinée (4) [Snecma]**

La gamme de forgeage simulée du disque de turbine HP est détaillée dans l'ANNEXE 9.2, les valeurs essentielles sont résumées dans le Tableau 3-1.

	<b>Brut du disque de turbine</b>
<b>Dimensions initiales lopin</b>	$h_{\text{axe}} = 745 \text{ mm}$ Diamètre = 200 mm
<b>Forgeage ébauche</b>	Presse 4000 T $T = 985^\circ\text{C}$ , $v = 19 \text{ mm/s}$ , outil à $200^\circ\text{C}$ Refroidissement air
<b>Dimensions intermédiaires</b>	$h_{\text{axe}} = 495 \text{ mm}$ Diamètre = 250 mm
<b>Forgeage matriçage</b>	Presse 4000 T, $T = 985^\circ\text{C}$ , $v = 15 \text{ mm/s}$ , outil à $650^\circ\text{C}$ Refroidissement eau calme
<b>Dimensions finales</b>	$h_{\text{max}} = 150 \text{ mm}$ ; $h_{\text{max}} = 70 \text{ mm}$

**Tableau 3-1 : Paramètres de simulation de forgeage du disque de turbine utilisé sur Forge2<sup>®</sup>**

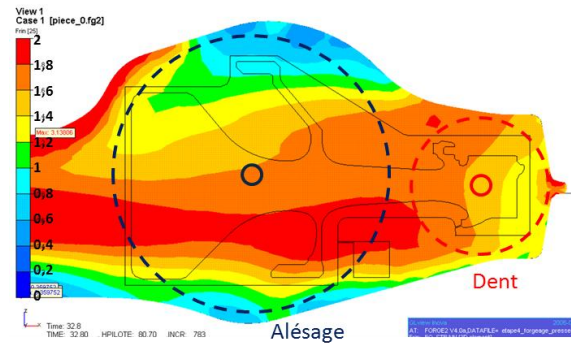
Les paramètres essentiels définissant une gamme de forgeage (pendant l'étape principale du matriçage) sont :

- la température de chauffe de la pièce,
- la température de chauffe des outils,
- la vitesse de forgeage,
- le type de fluide de refroidissement utilisé (maîtrise de la vitesse de refroidissement)

Le logiciel Forge2<sup>®</sup> permet de visualiser les effets des paramètres de forgeage sur les variables de sorties de deux façons :

- Soit par des cartographies (mesures de champ) de ces variables sur toute la pièce
- Soit par des suivis de l'évolution de ces variables au cours de tout le processus en un point précis de la pièce.

La visualisation de chacun de ces paramètres sur une cartographie de la pièce permet de rendre compte des hétérogénéités engendrées par les paramètres de forgeage sur une pièce massive présentant une géométrie complexe. Tout d'abord, pendant l'opération de forgeage, la vitesse de déplacement des outils fixée constante ne se traduit pas par un champ de vitesse de déformation homogène sur toute la pièce. En effet, le taux de déformation équivalent final diffère en tout point de la pièce à cause notamment de la géométrie finale retenue (Figure 3-2). Le profil du taux de déformation de la pièce est assez complexe. Les centres des deux zones qui vont être étudiées (alésage et dent) présentent des taux de déformation équivalente, autour de 1,4-1,8 %. Cependant, le champ présenté sur la Figure 3-2 montre des gradients de déformation au sein de toute la pièce et plus particulièrement au sein de chaque zone d'intérêt. Ces différences impactent directement la microstructure du matériau au travers par exemple des phénomènes de recristallisation dynamiques introduits dans la partie 2.4.1 de ce manuscrit.

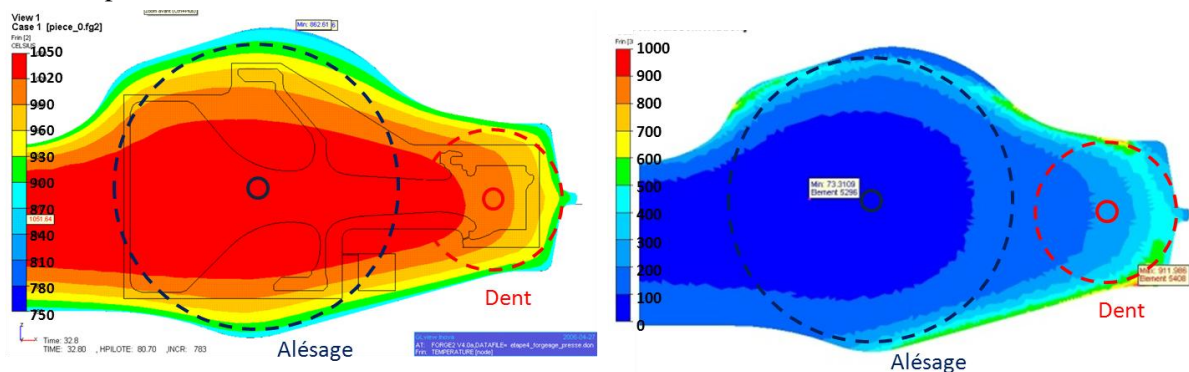


**Figure 3-2 : Exemple de champ de déformation de Von-Mises obtenu par le PPM suite à la simulation Forge2® dans le disque après le refroidissement final de la pièce. Le centre ainsi que l'étendue des deux zones d'étude (dent et alésage) sont représentés par les cercles**

En plus de l'hétérogénéité de déformation, la massivité et la géométrie de la pièce entraîne, d'une part, un échauffement adiabatique qui conduit à une hétérogénéité du champ de température lors du forgeage (Figure 3-3.a) et, d'autre part, des gradients de la vitesse de refroidissement lors de cette dernière étape (Figure 3-3.b). La température maximale atteinte à cœur de la pièce pendant l'opération de mise en forme, là où les conditions peuvent être considérées comme adiabatiques, se situe autour de 1050°C ce qui est au-dessus de la température du solvus de la phase  $\delta$  (ici égale à 1010°C). C'est aussi cette même zone au cœur du lingot qui présente la vitesse de refroidissement la plus faible. Le champ de vitesse de refroidissement correspond au domaine d'intérêt entre 825°C et 625°C, ce domaine de température correspond au domaine métallurgique du matériau. C'est-à-dire qu'il correspond à l'intervalle de température durant lequel les transformations métallurgiques sont les plus importantes. Le refroidissement du disque de turbine est simulé avec de l'eau comme fluide caloporteur, la vitesse de refroidissement en peau peut donc atteindre des valeurs très élevées de l'ordre de 900°C/min alors qu'à cœur elle n'est que de 70°C/min.

L'effet de la température de chauffe ne va pas être particulièrement étudié car cette température de 985°C est, d'une part, identique pour toute la pièce et d'autre part elle a été définie pour permettre la bonne forgeabilité du matériau sans trop altérer sa microstructure initiale.

L'évolution de la température pendant tout le cycle (forgeage et refroidissement) est l'autre variable importante du forgeage qui peut impacter la microstructure finale. Ce paramètre sera étudié dans les parties 2.4.2 et 2.4.2.3.



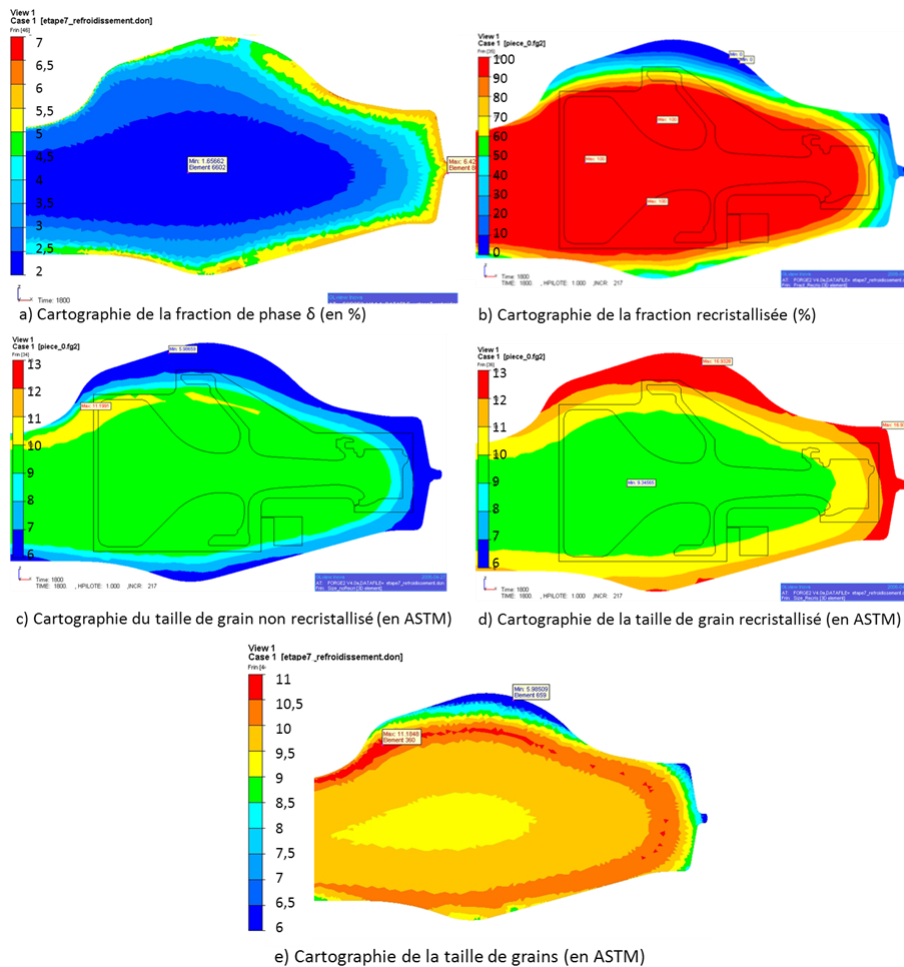
a) Cartographie de la température à la fin de l'étape de forgeage (°C)

b) Cartographie de la vitesse de refroidissement entre 825°C et 625°C

**Figure 3-3 : Cartographies obtenues par le PPM suite à la simulation Forge2® (a) de la température à la fin de l'étape de forgeage et (b) de la vitesse de refroidissement avec tremp à l'eau de la pièce suite au forgeage (Vitesses calculées entre 825°C et 625°C, domaine métallurgique de l'alliage) dans le disque**

### 3.2.1. IMPACT DES PARAMÈTRES DE FORGEAGE SUR LES PROPRIÉTÉS MICROSTRUCTURALES ET MÉCANIQUES DE LA PIÈCE.

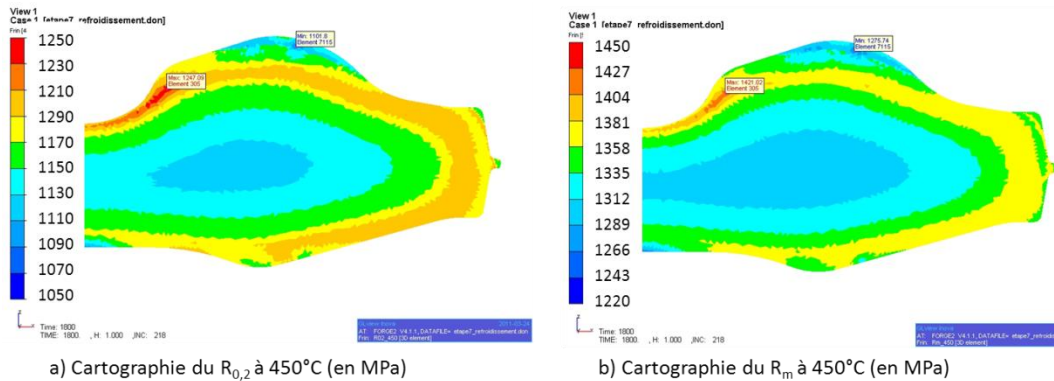
Les gradients de taux de déformation et de température générés pendant les opérations de forgeage et de refroidissement conduisent à des caractéristiques microstructurales et mécaniques hétérogènes. Grâce au post-processeur métallurgique, Forge2<sup>®</sup> permet de prédire et de visualiser les hétérogénéités microstructurales (via la taille de grains et la proportion de phase  $\delta$ ) et mécaniques (via les distributions, à 450°C, de la contrainte à rupture,  $R_m$ , et de la limite d'élasticité,  $Re_{0,2}$ ). Cette partie du travail a donc pour objet de vérifier les prédictions des simulations. Le post processeur estime tout d'abord la fraction de grains recristallisés en fonction de la densité de dislocations qui, elle, est déterminée en fonction de variables locales telles que la déformation, la vitesse de déformation et la température. Le retour d'expérience fait apparaître qu'il est important que la zone du brut de forge, contenant la pièce à usiner, atteigne une fraction recristallisée quasi de 100% comme on peut le voir sur la Figure 3-4.b, ceci afin d'optimiser les propriétés en service du matériau. A partir de la fraction de grains recristallisés et de la fraction de phase  $\delta$  calculées (Figure 3-4.a), les tailles de grains recristallisés (Figure 3-4.d) et non recristallisés (Figure 3-4.c) sont calculées pour en déduire une taille de grains suivant la normalisation ASTM (Figure 3-4.e). Toutes les formules implémentées dans le PPM sont détaillées dans l'ANNEXE 9.1.3.



**Figure 3-4 : Cartographies obtenues par le PPM suite à la simulation Forge2<sup>®</sup> (a) de la fraction volumique de phase  $\delta$  (%), (b) de la fraction de grain recristallisé, (c) de la taille de grain non recristallisé, (d) de la taille de grain recristallisé, et (e) de la taille de grains en indice ASTM**

### 3. INFLUENCE DU PROCÉDÉ DE FORGEAGE SUR LA MICROSTRUCTURE DE L'INCONEL 718 DA – ÉTUDE PAR SIMULATION SUR FORGE2®

La taille finale de grains Figure 3-4.e évolue de façon décroissante entre le cœur et les bords de la pièce, la simulation prédit que l'alésage présenterait une taille de grains moyenne (autour de 9 ASTM) supérieure à celle de la dent (qui est autour de 10 ASTM).



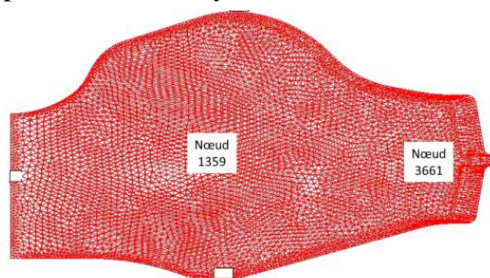
**Figure 3-5 : Cartographies obtenues par le PPM suite à la simulation Forge2® (a) de la limite d'élasticité à 450°C, (b) de la limite à rupture à 450°C après toutes les étapes de mise en forme**

Étant données les corrélations entre les variables mécaniques (limite d'élasticité et limite à rupture) et la température et la taille de grains, la forme du profil de ces variables est donc proche de celui de la taille de grains. Les contraintes ( $R_e$  et  $R_m$ ) seront donc plus importantes en surface (par exemple dans la dent) qu'au cœur de la pièce (dans l'alésage). Entre ces deux zones, les  $R_e$  et  $R_m$  à 450°C varient de 100 MPa.

Pour conclure, il semble que les hétérogénéités de taille de grains, de limite d'élasticité et de limite à rupture soient directement liées aux champs de température, issus des conditions de forgeage et de refroidissement. La corrélation entre ces grandeurs et le champ de déformation est moins évidente, nous pouvons donc conclure que l'évolution de la température est un paramètre d'ordre un conditionnant les propriétés finales de la pièce que ce soit en termes de microstructure ou de comportement mécanique.

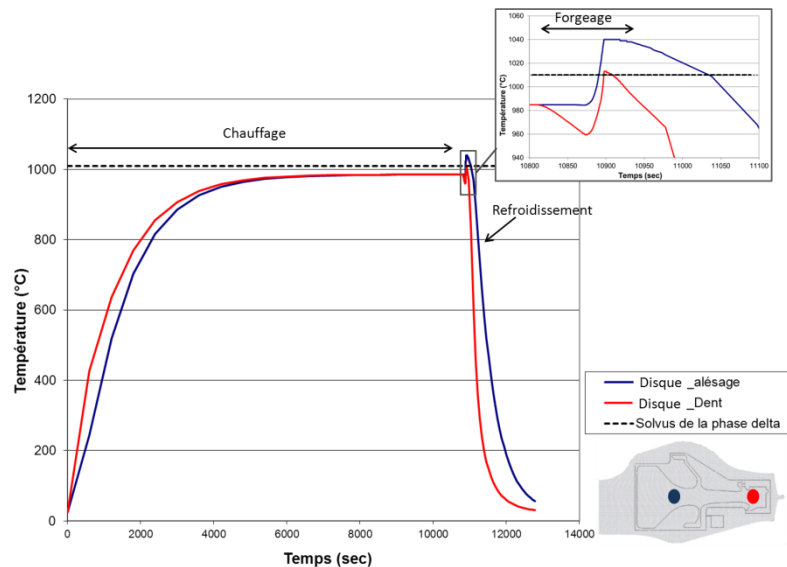
#### 3.2.2. ÉTUDE DES CYCLES THERMIQUES VU PAR CHAQUE ZONE DU DISQUE (DENT ET ALÉSAGE)

Étant donnée la massivité du disque, l'étude de l'évolution de la température au cours de toutes les étapes de la mise en forme est effectuée sur des points particuliers du disque et considérés comme représentatifs des deux zones d'intérêt : la partie à cœur de la zone épaisse (l'alésage) et la partie fine (dent). La Figure 3-6 représente le maillage de la pièce ainsi que les nœuds sur lesquels est effectué le suivi des différentes variables pendant tous les cycles de mise en forme.



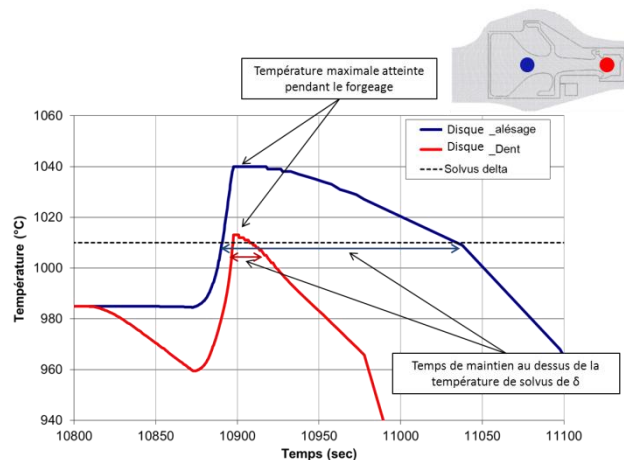
**Figure 3-6 : Maillage de la pièce et visualisation de la localisation des deux nœuds suivis lors des différentes étapes de mise en forme**

Sur les courbes d'évolution de température en fonction du temps obtenues par la simulation Forge2<sup>®</sup> (Figure 3-7), il apparaît que les principales différences entre les deux points de mesure concernent d'une part, la présence d'un pic de température plus important en début de forgeage (plus haut et plus large) pour l'alésage et d'autre part, des cinétiques de refroidissement très différentes entre les deux zones. Notons que la température relevée peut être localement supérieure à celle du solvus de la phase  $\delta$ . Ces différences (température, durée de maintien, vitesse de refroidissement) s'expliquent notamment par la géométrie de la pièce. En effet le centre de la pièce (alésage), plus massif, est plus sujet à un échauffement adiabatique lors du procédé de mise en forme et les parties plus fines (telle que la dent) vont se refroidir plus rapidement.



**Figure 3-7 : Evolutions de la température pendant le forgeage et le refroidissement, obtenues par la simulation Forge2<sup>®</sup>. Comparaison du cycle de température vu par l'alésage et la dent (la baisse de température avant le pic pour la dent s'explique par le refroidissement de la pièce lors du transfert du four à la presse)**

Dans la suite de l'étude, nous allons nous attarder sur l'impact de ces trois différences de chemin thermique sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques, ces résultats vont être confrontés à ceux issus de la littérature (partie 2.4.2).



**Figure 3-8 : Mise en évidence de deux paramètres importants caractéristiques des conditions de forgeage : la température maximale atteinte lors du forgeage et le temps passé à une température supérieure à celle du solvus de la phase  $\delta$  – Courbes obtenues par simulation sur Forge2<sup>®</sup>**

#### 3.2.2.1. EFFET DE LA TEMPÉRATURE MAXIMALE ATTEINTE LORS DU FORGEAGE

La température maximale atteinte au cœur de l'alésage est de 1040°C alors qu'elle n'est que de 1015°C dans la dent (Figure 3-8). Suite aux travaux de Niang [Niang, 2010] présentés dans la partie 2.4.2.1, il apparaît que plus on augmente la température de la pièce et plus on favorise la précipitation de la phase  $\gamma'$  par rapport à celle de la phase  $\delta$  lors du refroidissement (pour une même vitesse de refroidissement). Il est évident que la comparaison directe avec les données de Niang est impossible étant donné que le matériau n'est pas identique (celui de Niang présente une température de solvus  $\delta$  de 1040°C).

Pour les matériaux de l'étude, la fraction volumique de phase  $\delta$  serait donc plus élevée dans la partie dent que dans la partie alésage si ce paramètre est considéré d'ordre un. Ceci conduirait à une taille de grain plus importante dans l'alésage car la diminution de la proportion de phase  $\delta$  se traduit par moins de possibilité d'ancrage des joints de grains.

#### 3.2.2.2. EFFET DU TEMPS DE MAINTIEN À UNE TEMPÉRATURE SUPÉRIEURE À LA TEMPÉRATURE DU SOLVUS DE LA PHASE $\delta$

Le temps de maintien au-dessus de la température de solvus de la phase  $\delta$  diffère aussi entre les zones du disque. Dans la partie 2.4.2.2, il a été démontré que ce facteur pouvait avoir un effet majeur sur la microstructure lorsqu'il s'agit de longues durées de maintien. Cependant sur la Figure 3-8, il apparaît que ce temps est proche de 20s pour la dent et de 150s pour l'alésage, or aucune étude n'a été faite sur des durées aussi courtes. Il est donc difficile d'évaluer l'impact de cette différence de conditions aux limites sur les microstructures obtenues.

En considérant que plus le temps passé au-dessus de solvus  $\delta$  est important et plus cette phase est dissoute alors, pour les matériaux de l'étude, une fraction volumique de phase  $\delta$  plus importante est attendue dans la partie dent que dans la partie alésage. Cela engendrerait donc une taille de grains plus grande dans l'alésage, car le temps de maintien à une température supérieure à celle du solvus  $\delta$  est plus long. Cet effet va dans le même sens que celui de la température maximale, il est donc difficile de décorrélérer ces deux paramètres. En effet en augmentant la température maximale, le temps au-dessus du solvus de la phase  $\delta$  est forcément augmenté.

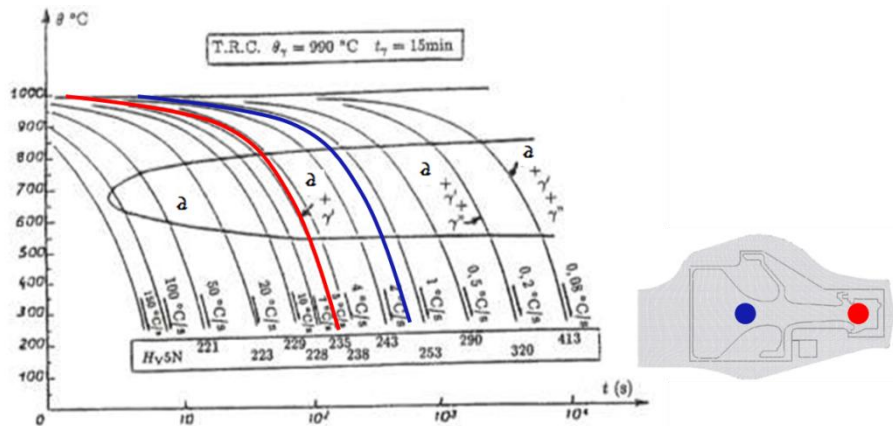
#### 3.2.2.3. EFFET DE LA VITESSE DE REFROIDISSEMENT

Enfin, l'impact de la vitesse de refroidissement va être étudié. Le diagramme TRC obtenu par Slama [Slama and Cizeron, 1997] et présenté dans la partie 2.4.2.3, montre que la vitesse de refroidissement imposée ou subie par le matériau influence l'état de précipitation des différentes phases présentes dans l'alliage.

Sur la Figure 3-9 est superposé au diagramme TRC, les vitesses de refroidissement estimées lors de notre étude numérique afin d'estimer l'état de précipitation préférentielle des différentes phases qui constituent l'alliage et ce pour chacune des zones de la pièce. Cependant il est important de rappeler que ce diagramme a été tracé pour un alliage 718 homogénéisé préalablement à 990°C pendant 15 min. N'étant pas obtenu pour un alliage traité dans les mêmes conditions que celui utilisé pour le disque de l'étude, il peut simplement permettre d'avoir une idée qualitative du sens de l'évolution de la précipitation en fonction de la vitesse de refroidissement.

Selon ce diagramme, seule la dent du disque présenterait une précipitation de la phase  $\delta$  alors que dans l'alésage, il y aurait une précipitation conjointe de  $\delta$  et de  $\gamma'$ . La conclusion qualitative serait

donc une précipitation plus importante de la phase  $\delta$  dans les zones à refroidissement plus rapide telle que la dent.



**Figure 3-9 : Domaines de précipitation des phases pour chaque zone du disque déterminé à partir de l'estimation des vitesses de refroidissement [Slama and Cizeron, 1997]**

Les trois paramètres (température maximale atteinte lors du forgeage, temps de maintien au-dessus de la température de solvus de la phase  $\delta$  et vitesse de refroidissement) conduisent à la même conclusion ; à savoir que la précipitation de la phase  $\delta$  est favorisée dans la dent. En effet cette zone subit des conditions thermomécaniques favorables à cette précipitation :

- Une température maximale atteinte lors du forgeage relativement faible
- Un temps de maintien au-dessus de la température de solvus de  $\delta$  minimisé
- Et une vitesse de refroidissement rapide.

Il apparaît, de ce fait, que cette zone devrait présenter une taille de grain plus fine (Figure 3-4.e).

Cette partie a permis de confronter les résultats de Forge2®, notamment ceux du module PPM, à ceux de la littérature et de faire apparaître les paramètres d'ordre un qui devraient avoir une influence significative sur l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques résultantes. Le cycle de température vu par une zone semble être le paramètre pertinent.

### 3.3. MODÉLISATION DES GAMMES DE FORGEAGE DES LOPINS À L'AIDE DE FORGE2®

Dans ce paragraphe, nous nous attacherons à déterminer des jeux de paramètres de forgeage permettant de reproduire d'une part, sur des lopins « de laboratoire », les caractéristiques microstructurales de chacune des deux zones du disque et d'autre part, d'exacerber ces caractéristiques. Afin de réaliser ces lopins, une étude préliminaire de sensibilité aux paramètres a donc été effectuée, cette étude est présentée en ANNEXE 9.3. Cette étude permettra donc de quantifier, sur une géométrie simple tel que le lopin, l'effet de chaque paramètre associé au procédé de forgeage (vitesse de déformation, vitesse de refroidissement, température des outils...) sur les variables obtenues (évolution et homogénéité de la température au sein de la pièce, vitesse de refroidissement au cœur de la pièce...)

### 3.3.1. DÉFINITION DES GAMMES DE FORGEAGE DES DIFFÉRENTS LOPINS

#### 3.3.1.1. DESCRIPTION DES CARACTÉRISTIQUES SOUHAITÉES SUR LES LOPINS

L'objectif de ce travail concerne la compréhension des différences de comportement observées entre la dent et l'alésage du disque, et plus précisément les corrélations entre conditions de forgeage, évolutions microstructurales et comportements mécaniques observées notamment en fatigue. Pour mener à bien cette étude, nous allons chercher à reproduire sur différents lots de lopins des microstructures homogènes équivalentes à celles observées dans chacune des zones du disque, soit un lot représentatif de l'alésage et soit un autre de la dent. Les lopins ayant une géométrie très simplifiée au regard de la géométrie d'un disque, les conditions de forgeage de chacun des lots seront mieux maîtrisées. La géométrie initiale et finale du lopin a été fixée par Snecma pour des raisons de capacité de la presse mise à disposition. De plus, il a été choisi de fixer un taux de déformation identique pour tous les lopins afin de focaliser l'étude sur les cycles thermiques subis.

Une fois les gammes déterminées pour ces deux lopins, deux autres gammes de forgeage seront définies en cherchant à exacerber les paramètres de forgeage afin de définir des microstructures « extrêmes ».

L'effet du pic thermique pendant le forgeage sera étudié. Pour cela, deux techniques vont être mises en place : on forgera un lopin identique à celui représentatif de la dent avec toutefois une modification de la vitesse de forgeage afin d'obtenir un maximum de température et un temps de maintien au-delà de  $T_{\delta}$  plus importants. Enfin on forgera un lopin avec les paramètres représentatif de l'alésage mais en deux passes afin de minimiser le pic à haute température et donc de minimiser le temps passé à une température supérieure à  $T_{\delta}$ .

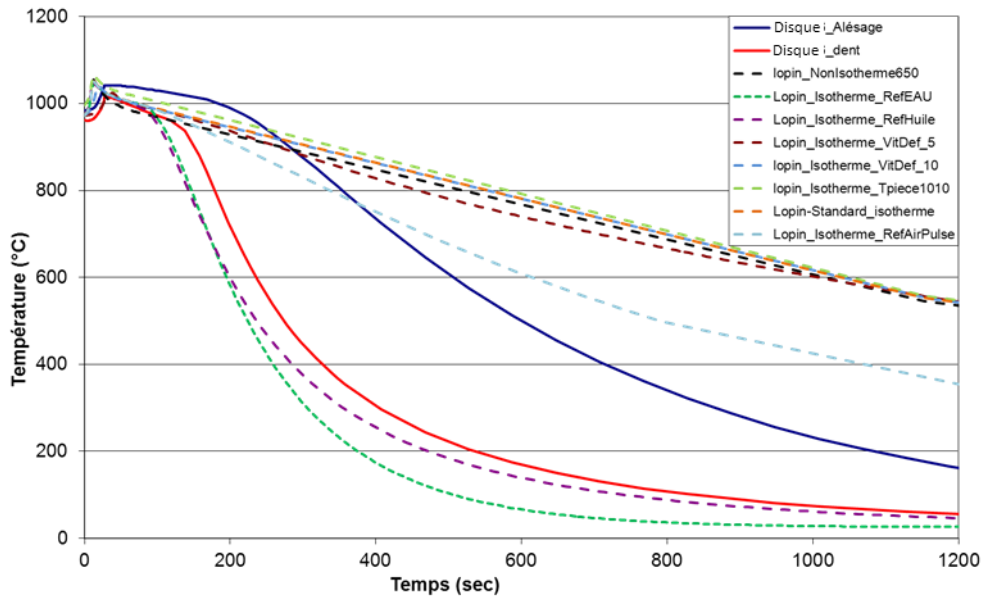
#### 3.3.1.2. GAMMES DE FORGEAGE PROPOSÉES POUR LES LOPINS

La comparaison de l'évolution de la température obtenue pour les deux zones du disque avec celles des différentes simulations de l'étude paramétrique est effectuée sur la Figure 3-10. Les paramètres de l'étude paramétrique sont rappelés dans le Tableau 3-2 et détaillés dans l'ANNEXE 9.3

	Nombres de passes	Température outil (°C)	Température pièce (°C)	Vitesse de déformation (mm/s)	Mode de refroidissement
Standard (référence)	1	900	985	15	Air
Effet non isotherme	-	600	-	-	-
Effet température pièce	-	-	1010	-	-
Effet vitesse de déformation	-	-	-	5 - 10	-
Effet vitesse de refroidissement	-	-	-	-	Eau - Huile - Air pulsé
Effet nombres de chaudes	2*	-	-	-	-

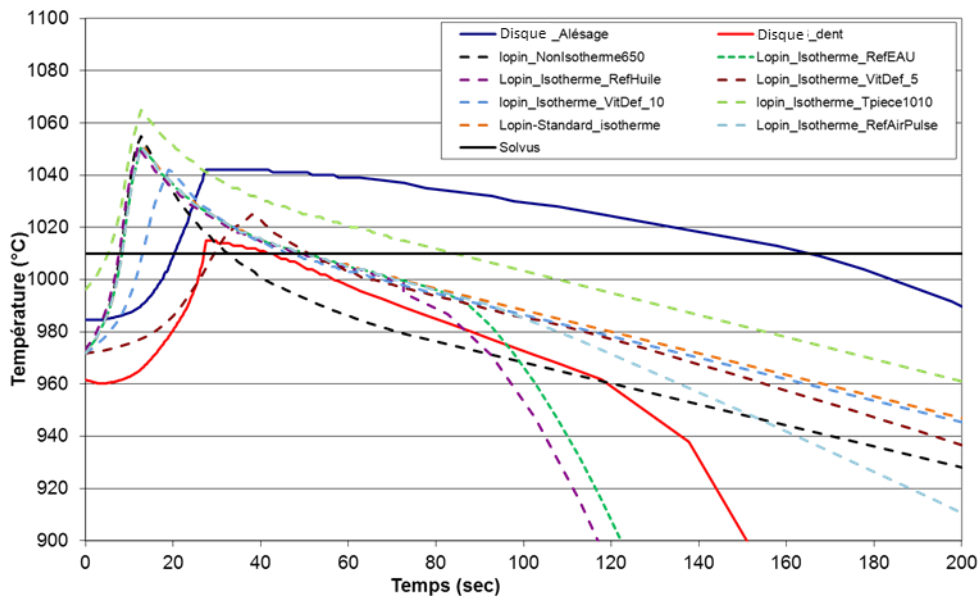
\* les deux chaudes sont effectuées à niveau de déformation égal

**Tableau 3-2 : Détails des paramètres d'entrée utilisés pour l'étude paramétrique (seules les modifications par rapport au lopin de référence sont indiquées dans le tableau)**



**Figure 3-10 : Evolution de la température (à cœur) lors du forgeage du disque et des lopins de l'étude paramétrique (courbes débutant à l'étape de la mise en forme, étant donné que l'étape de chauffage est identique dans tous les cas de figure)**

Sur la Figure 3-10, on peut observer certaines similitudes entre les conditions de forgeage vis-à-vis de leur effet sur la vitesse de refroidissement. Le domaine d'intérêt concerne le domaine métallurgique, soit, pour cet alliage, une température comprise entre 825°C et 625°C. On peut constater que la vitesse de refroidissement de la dent est similaire à la vitesse obtenue sur un lopin refroidi à l'eau ou à l'huile alors que la vitesse de refroidissement de la partie alésage se situe proche de celle d'un refroidissement par air pulsé. Il ne sera donc pas possible de reproduire exactement la même vitesse de refroidissement pour la partie alésage mais comme mentionné sur le diagramme TRC (Figure 2-20), les domaines de précipitation sont suffisamment larges pour atteindre un état représentatif de la microstructure avec un refroidissement de type air pulsé.



**Figure 3-11 : Zoom de la Figure 3-10 sur l'évolution du pic de température lors du forgeage des disques et des lopins de l'étude paramétrique**

En comparant plus en détail (Figure 3-11) les courbes de température au niveau de l'étape de mise en forme, il apparaît clairement que d'autres paramètres de forgeage (comme par exemple la vitesse de déformation) doivent être modifiés pour se rapprocher de l'évolution de la température au sein des zones représentatives du disque.

Pour la dent, le pic de forgeage est très petit avec un faible maintien au-dessus du solvus  $\delta$  alors que pour l'alésage, le pic est très étiré et le temps passé au-dessus de cette température de solvus est important (près de 150 s).

En partant de la comparaison des évolutions de température à cœur des zones des disques avec celles obtenues par simulation numérique au cœur des lopins, il est possible de valider les premiers paramètres de forgeage qui devraient permettre de reproduire de façon homogène sur chacun des lopins, les hétérogénéités microstructurales observées sur disque.

Par exemple, pour reproduire le traitement thermique subi par la dent, un forgeage à une vitesse très faible (environ 5mm/s) suivi d'un refroidissement « eau » sera effectué afin de reproduire à la fois le pic de température et la vitesse de refroidissement. La comparaison des évolutions de la température pour les deux conditions, est donnée sur la Figure 3-12.

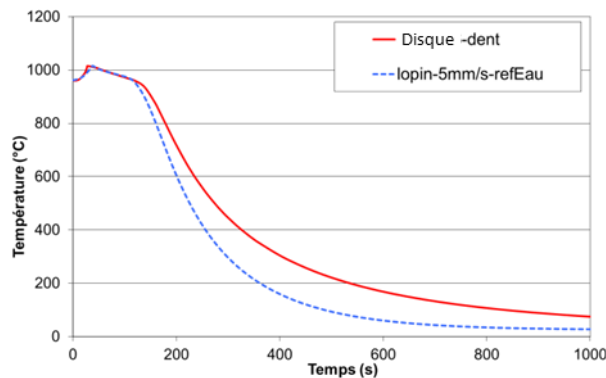


Figure 3-12 : Comparaison des évolutions de la température lors du forgeage de la dent et du lopin déformé à 5 mm/s avec un refroidissement eau

De même les paramètres de forgeage d'un lopin correspondant à une pièce fine extrême ont été identifiés (Figure 3-13.a), ainsi que les conditions correspondant à une pièce fine modifiée avec un pic de température plus important (Figure 3-13.b).

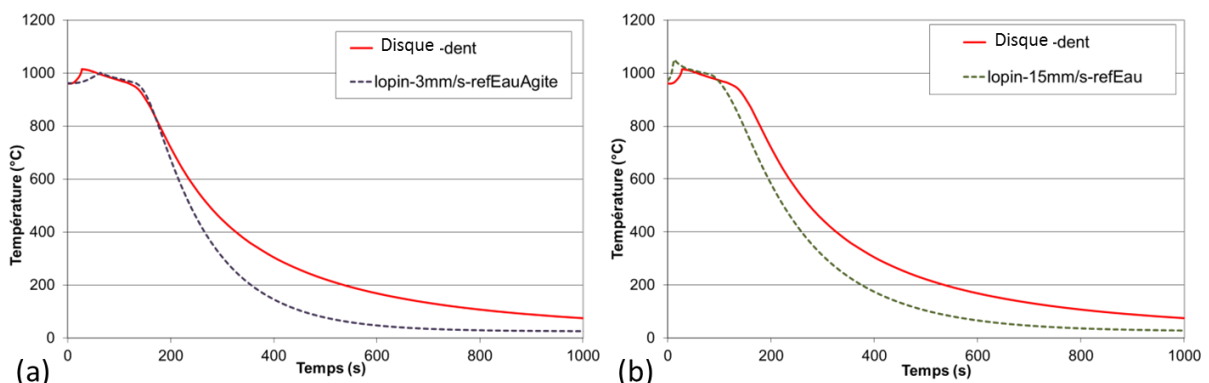
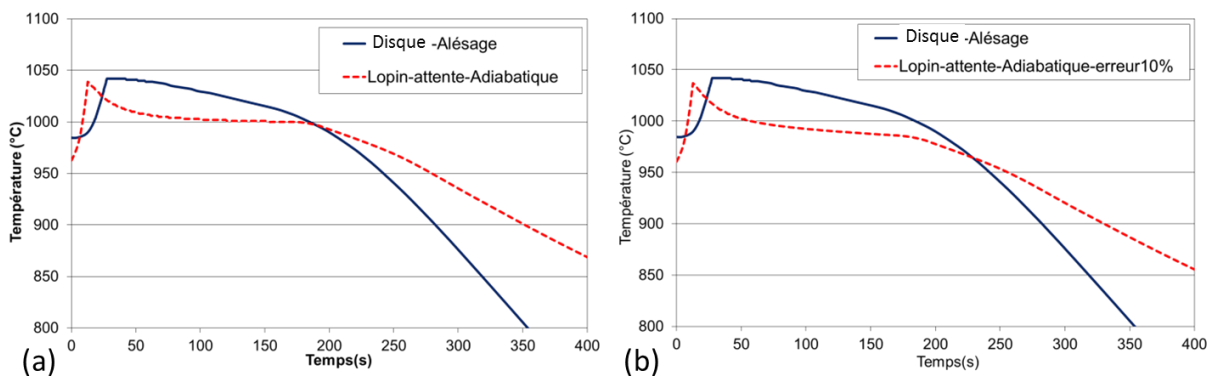


Figure 3-13 : (a) Comparaison des courbes de simulation de température lors du forgeage de la dent et du lopin déformé à 15mm/s avec un refroidissement eau et (b) comparaison des courbes de simulation de température de la dent du disque et du lopin déformé à 3mm/s et refroidi à l'eau agité

Pour le lopin correspondant à l'alésage, la Figure 3-11 laisse apparaître une difficulté technique, le maintien à une température supérieure à  $T_{\delta}$  est supérieur à 150 s et ne correspond à aucune condition

de simulation effectuée sur lopin. En effet ce temps particulièrement long à haute température est principalement dû à la massivité de la pièce, ce qui ne peut être reproduit sur des lopins de taille réduite. Un grand nombre de combinaison de paramètres a donc été effectué afin de s'approcher au mieux des conditions de traitement thermique du disque. Les résultats n'ont toutefois pas été satisfaisants, ce qui nous a amené à proposer des modifications des conditions aux limites du forgeage, à savoir trouver une solution expérimentale, basée sur le maintien de la température afin de ralentir la vitesse de refroidissement. La solution retenue consiste à envelopper, lors du forgeage, le lopin dans une cage constituée d'un matériau isolant thermique, et de maintenir le lopin dans cette cage en fin de forgeage. Une simulation de l'effet de ces conditions aux limites est effectuée, sous Forge2®, afin de valider la démarche expérimentale.

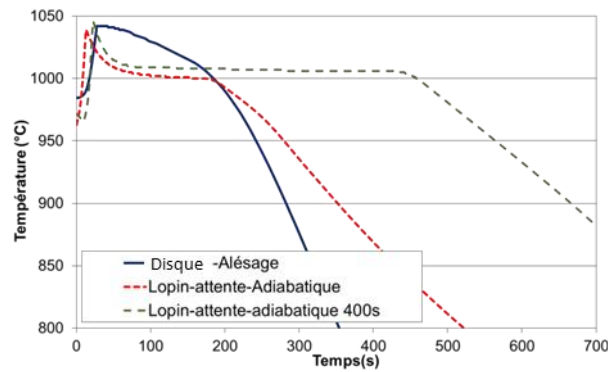
Pour représenter ces conditions de forgeage par la simulation, des conditions adiabatiques lors de l'étape de forgeage et de maintien ont été appliquées, ce qui correspondrait à des conditions idéales lors des essais. La Figure 3-14.a compare l'évolution de la température au cœur de l'alésage à celle au cœur du lopin avec déformation et maintien de 150 s dans des conditions adiabatiques. Le maintien adiabatique permet de maintenir une température proche de 1000°C pendant 150 s, ce qui est certes inférieur à la température de solvus de la phase  $\delta$  mais il semble difficile de réaliser un forgeage plus représentatif du fait de la massivité des pièces industrielles comparées à celle des lopins. C'est pourquoi, nous retenons ces conditions de forgeage pour le lopin représentatif de l'alésage. Dans la suite de l'étude, les données obtenues grâce au PPM vont permettre de vérifier si notre gamme de forgeage conduit bien à une microstructure et des propriétés mécaniques équivalentes à celles de l'alésage.



**Figure 3-14 : Comparaison des évolutions de température dans la zone alésage et dans le lopin forgé en (a) conditions adiabatiques (maintien pendant 150 s pour simuler le maintien du lopin dans une boîte parfaitement isolante) et (b) en conditions quasi-adiabatiques avec 10% de perte de chaleur**

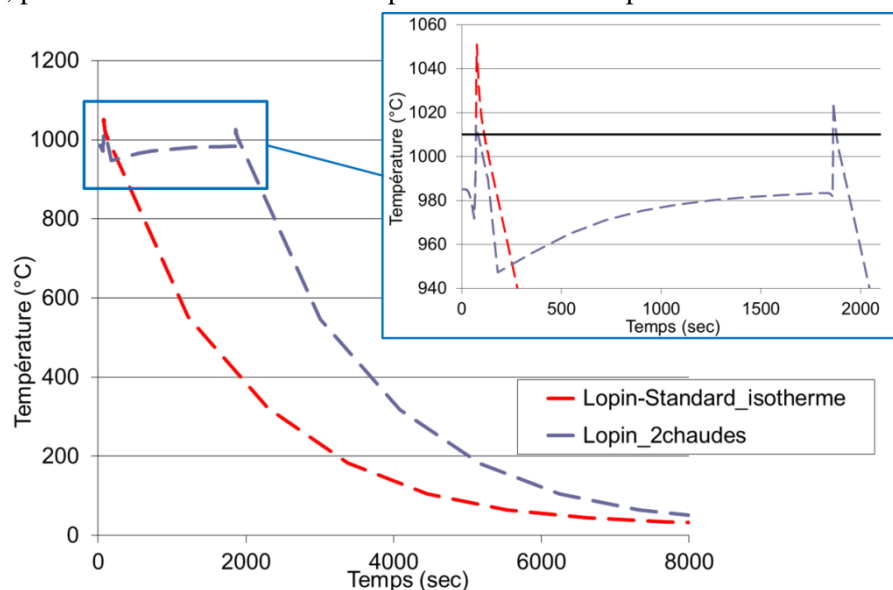
Pour valider la faisabilité expérimentale de la gamme de forgeage proposée, des essais sur des lopins instrumentés vont devoir être effectués. Ces essais vont aussi permettre d'estimer les fuites thermiques du système d'isolation thermique (boîte en acier et isolant thermique). Il est en effet peu probable que la boîte soit parfaitement adiabatique. C'est pourquoi, une simulation a été effectuée en considérant 10 % de perte de chaleur, le résultat est présenté sur la Figure 3-14.b. Nous considérons que les conditions quasi-adiabatiques sont acceptables en termes d'évolution de température.

Suite à ces essais, la validation de la simulation de la gamme de forgeage de l'alésage et de la pièce épaisse extrême, conditions aux limites équivalentes avec un temps de maintien plus important (d'environ 400 s, présenté sur la Figure 3-15) sera effectuée.



**Figure 3-15 : Comparaison des évolutions de température dans la zone alésage et dans le lopin forgé en conditions adiabatiques (maintien pendant 400 s pour exacerber les conditions représentatives de l'alésage)**

Afin d'éviter le grossissement des grains, conséquence du pic de température associé au temps passé au-delà de  $T_\delta$ , une gamme de forgeage en deux passes est proposée. Les conditions de forgeage choisies sont identiques à celles du lopin représentatif de l'alésage mais le taux de déformation appliquée à chacune des passes sera la moitié de la réduction finale initiale. Une telle gamme limitera voir annulera le pic de température au-delà de  $T_\delta$  comme illustré sur la Figure 3-16. Les outils de post-traitement (PPM) ne sont malheureusement pas encore adaptés pour fournir les états métallurgiques correspondants, problème de transferts de champs entre les deux étapes de la simulation.



**Figure 3-16 : Évolution de la température lors du forgeage des deux lopins expérimentaux déformé à 5mm/s avec un refroidissement eau (conditions représentatives de la dent)**

Cette partie du travail a permis, grâce aux simulations numériques, de définir les paramètres de forgeage à appliquer sur des lopins pour obtenir des évolutions de température représentatives de celles subies dans les deux zones de la pièce industrielle. Ainsi, la connaissance de l'impact de chaque paramètre de forgeage sur l'évolution du cycle de température couplée à l'effet de celle-ci sur la microstructure a permis de définir des conditions de forgeage devant conduire à la production de matériaux à caractéristiques exacerbées. Les conditions de forgeage pour chaque lopin défini sont rappelées dans le Tableau 3-3.

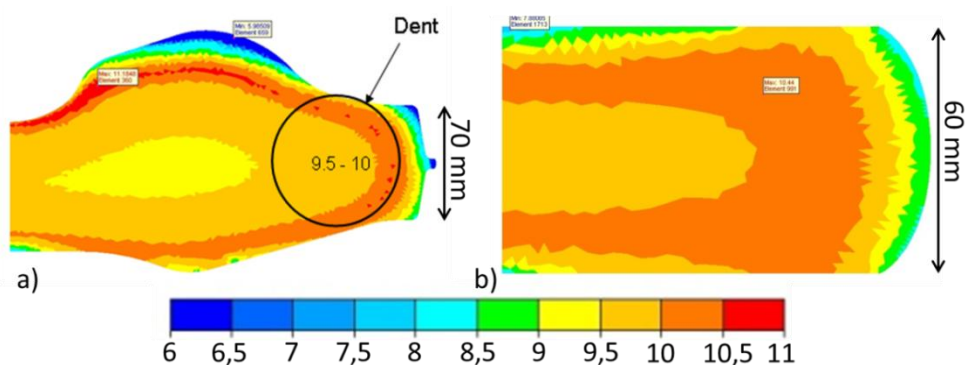
Variable contrôlée Nom du lopin	Température maximale lors du forgeage	Temps de maintien à T > 1010°C	Vitesse de refroidissement
Lopin dent	Vitesse déformation 5 mm/s	Vitesse déformation 5 mm/s	Eau
Lopin dent modifiée	Vitesse déformation 15mm/s	Vitesse déformation 15mm/s	Eau
Lopin « Pièce fine extrême »	Vitesse déformation 3mm/s	Vitesse déformation 3mm/s	Eau
Lopin alésage	10mm/s	Temps de maintien avec cage en acier et isolant (150s)	Air (plus lent que dans disque réel mais pas d'effet métallurgique)
Lopin « Pièce épaisse extrême »	Vitesse déformation 15mm/s	Temps de maintien encore plus long avec cage en acier et isolant (400s)	Air
Lopin 2 chaudes (avec chauffage entre les 2 chaudes)	Vitesse déformation 10mm/s	Temps de maintien avec cage en acier et isolant (150s)	Air

**Tableau 3-3 : Résumé des paramètres de forgeage définis grâce à la simulation numérique permettant d'obtenir les cycles de température choisis pour chaque lopin**

### 3.3.2. VALIDATION DES GAMMES DE FORGEAGE ÉTABLIES PAR SIMULATION

Afin de valider les gammes de forgeage proposées dans la partie précédente, il nous faut, dans un premier temps, comparer, pour les lopins et les zones du disque, les prédictions des variables associées aux propriétés métallurgiques et mécaniques fournies par le PPM. Ensuite, bien évidemment, il nous faudra comparer les résultats des simulations, si elles sont validées, à la caractérisation expérimentale des lopins.

#### 3.3.2.1. VALIDATION DE LA GAMME DE FORGEAGE CORRESPONDANT À LA DENT



**Figure 3-17 : Cartographie de la taille de grain (ASTM) du disque (a) et du lopin forgé pour représenter la dent du disque(b) – données fournies par le PPM suite à la simulation numérique Forge2®**

Il apparaît sur la Figure 3-17, que la taille de grains est identique au sens de la norme ASTM entre la dent et le lopin forgé. Cependant une hétérogénéité (gradient) microstructurale importante est prédite dans le lopin du fait de la différence de massivité de la pièce. Cette hétérogénéité sera prise en compte lors du prélèvement des éprouvettes dans celui-ci. En effet, la géométrie des éprouvettes utilisées pour la caractérisation mécanique, nous laisse espérer pouvoir prélevées ces dernières dans

3. INFLUENCE DU PROCÉDÉ DE FORGEAGE SUR LA MICROSTRUCTURE DE L'INCONEL 718 DA – ÉTUDE PAR SIMULATION SUR FORGE2®

différentes zones homogènes (VER) du lopin, ces zones présentant toutefois des hétérogénéités microstructurales entre elles. Le repérage des éprouvettes dans les zones de prélèvement s'avère donc être une nécessité.

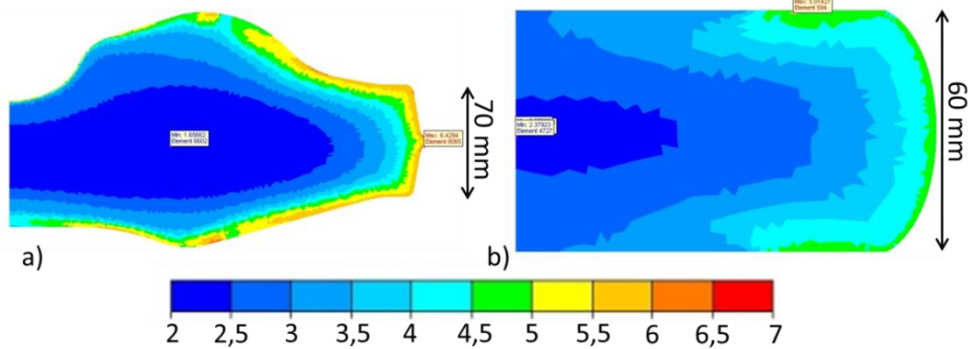


Figure 3-18 : Cartographie du taux de phase delta (%) du disque (a) et du lopin forgé pour représenter la dent du disque (b) – données fournies par le PPM suite à la simulation numérique Forge2®

Du point de vue de la prévision du taux de phase delta (Figure 3-18), les résultats des simulations sont dans la bonne gamme de valeur et le gradient évolue dans le bon sens.

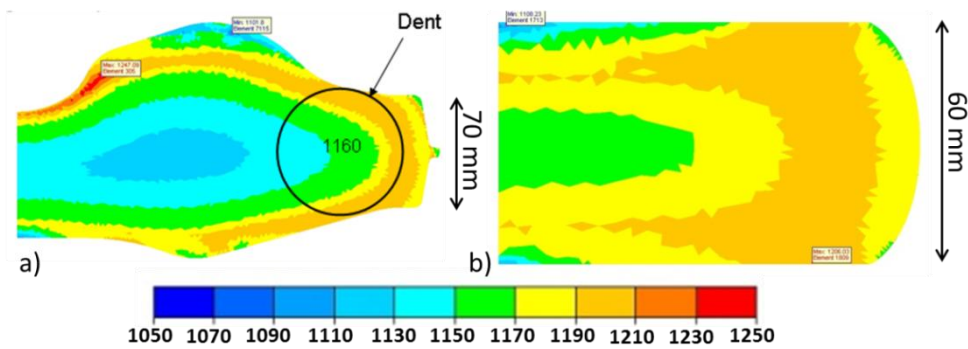


Figure 3-19 : Cartographie de la limite d'élasticité (MPa) du disque (a) et du lopin forgé pour représenter la dent du disque(b) – données fournies par le PPM suite à la simulation numérique Forge2®

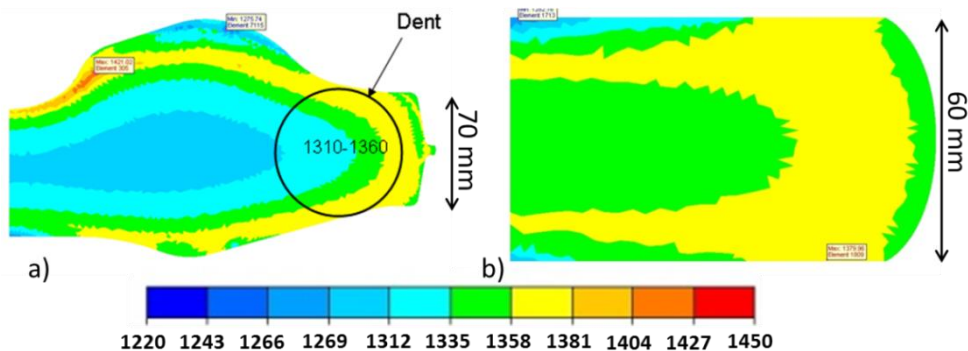
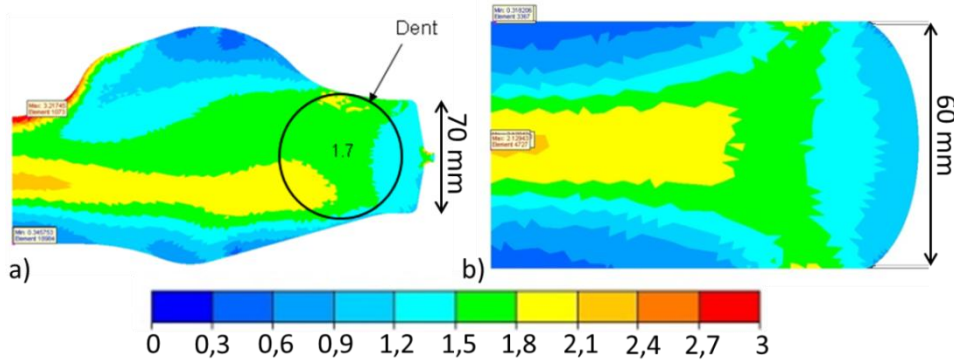


Figure 3-20 : Cartographie de la limite à rupture (MPa) du disque (a) et du lopin forgé pour représenter la dent du disque(b) – données fournies par le PPM suite à la simulation numérique Forge2®

À partir de la Figure 3-19 et de la Figure 3-20, il apparaît que les propriétés mécaniques attendues à 450°C (Re et Rm), dans la dent du disque sont bien représentées par celles du lopin simulé, ceci aux incertitudes de calcul près et pour la loi de comportement utilisée.



**Figure 3-21 : Cartographie du taux de déformation du disque (a) et du lopin forgé pour représenter la dent du disque(b) – données fournies par le PPM suite à la simulation numérique Forge2®**

Enfin, la Figure 3-21 présente la comparaison entre la dent du disque et le lopin représentatif, du champ de déformation à l'issue de la mise en forme. Il apparaît que la déformation moyenne est bien reproduite mais que l'hétérogénéité de déformation est plus marquée au sein du lopin qu'au sein de la dent. Cela signifie, que les éprouvettes prélevées dans le lopin seront bien repérées afin d'estimer le rôle de cette variation du taux de déformation sur les propriétés microstructurales et mécaniques. Notons, que le champ de déformation sera identique pour tous les lopins étant donné que leurs géométries (initiale et finale) sont fixées. Ce paramètre ne va donc pas être étudié par la suite.

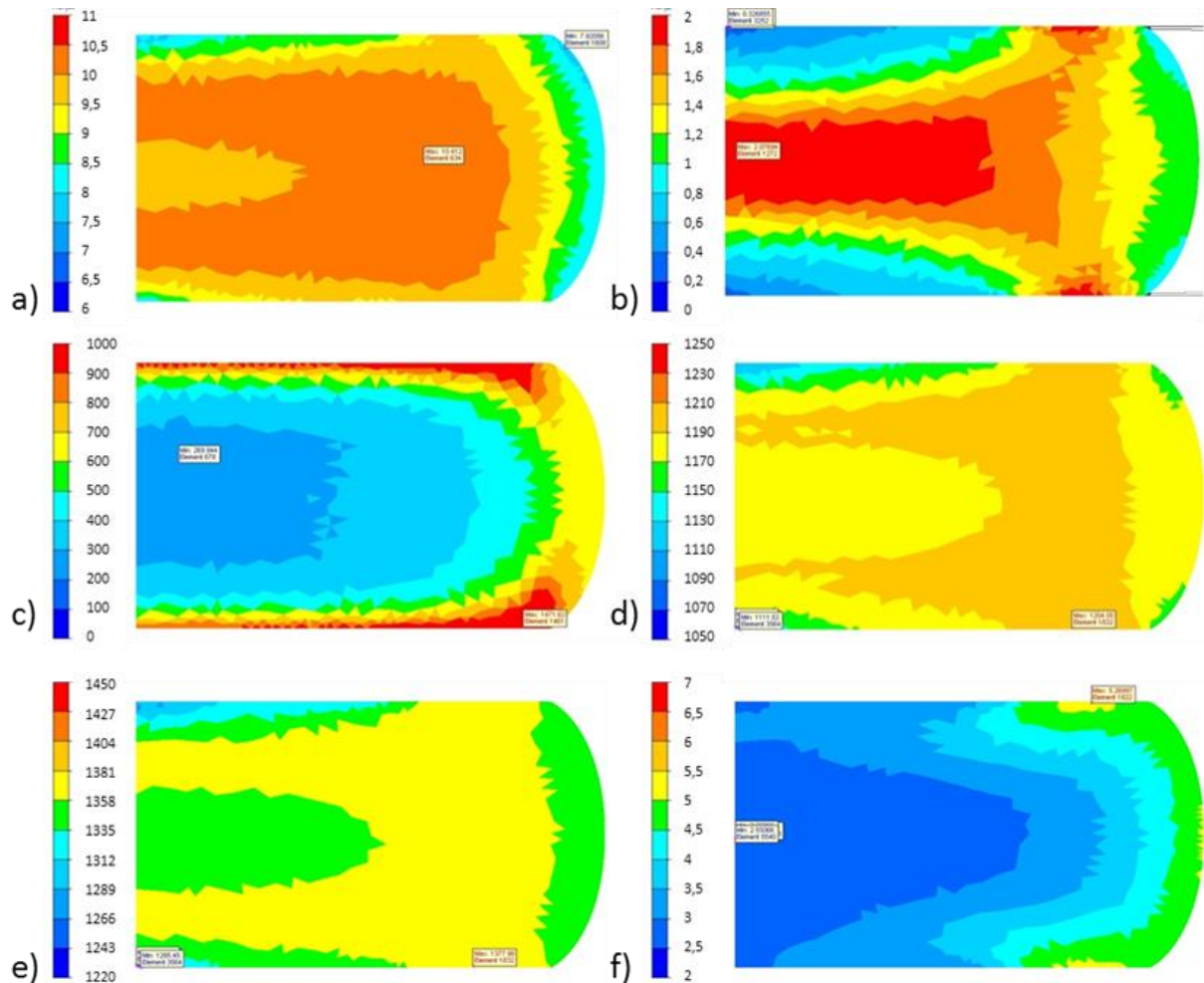
L'ensemble des résultats de cette étude par la simulation permet donc de conclure que les conditions de forgeage ainsi déterminées pour le lopin expérimental semblent pertinentes pour que celui-ci soit représentatif des propriétés de la dent du disque.

Enfin, ces cartographies devront être confrontées à l'étude microstructurale du matériau forgé et permettre ainsi de valider et/ou d'améliorer les prédictions du logiciel de post traitement. La même démarche a été effectuée pour toutes les autres conditions de forgeage.

### 3.3.2.2. VALIDATION DE LA GAMME DE FORGEAGE CORRESPONDANT À UNE PIÈCE FINE EXTRÊME

Pour le lopin correspondant au traitement thermique de la pièce fine extrême, le but est d'exacerber les différences microstructurales caractérisant la dent à travers l'optimisation des paramètres de forgeage. Avec les conditions de forgeage choisies, nous obtenons une taille de grains moyenne plus faible, (environ 0,5 ASTM de plus que pour le lopin représentatif de la dent) ce qui conduit à l'obtention de limites d'élasticité et de rupture légèrement plus élevées. Dans ces conditions de forgeage, le taux de phase delta devrait être plus important que dans la dent (d'environ 0,5% d'après la Figure 3-22). Il nous est toutefois difficile d'exacerber d'avantage ces paramètres car les limites matérielles imposées par la capacité de la forge, notamment en termes de vitesse de déformation, mais aussi de vitesse de refroidissement sont rapidement atteintes. Pour ce lopin, la vitesse de déformation choisie est de 3mm/s et le mode de refroidissement le plus rapide à notre disposition est la trempe à l'eau, fluide aussi utilisé pour le forgeage du lopin représentatif de la dent.

### 3. INFLUENCE DU PROCÉDÉ DE FORGEAGE SUR LA MICROSTRUCTURE DE L'INCONEL 718 DA – ÉTUDE PAR SIMULATION SUR FORGE2®

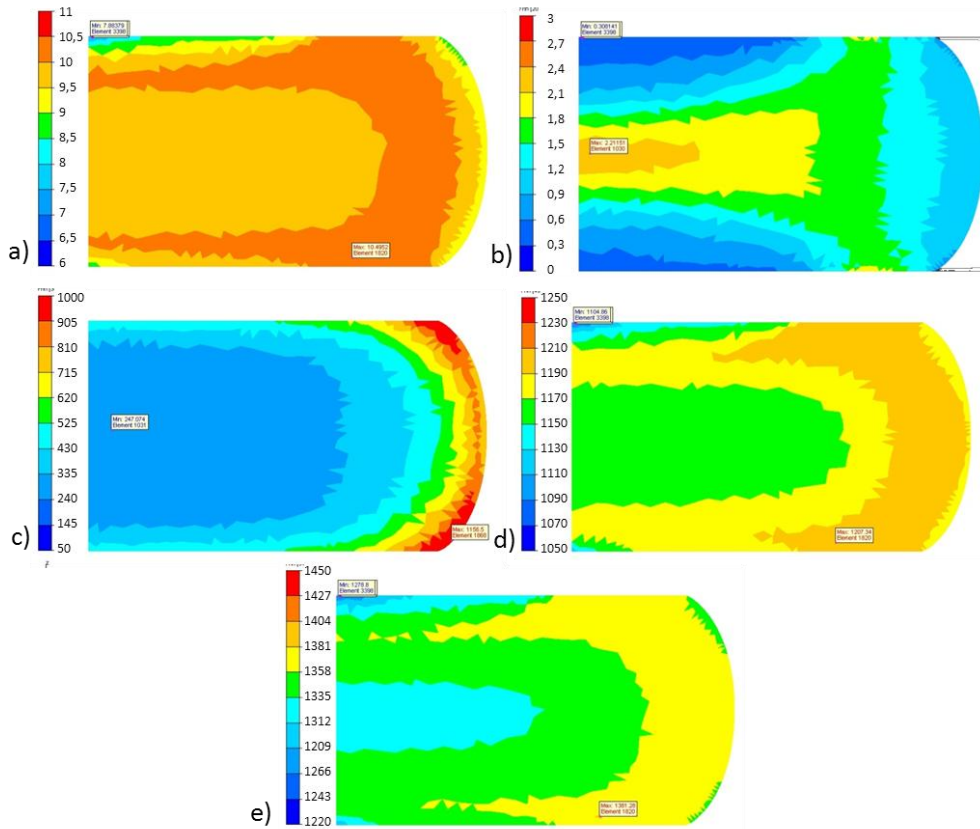


**Figure 3-22 : Cartographies fournies par le PPM suite à la simulation numérique Forge2® du lopin forgé pour représenter « une pièce fine extrême » – a) taille de grain (ASTM) ; b) taux de déformation ; c) vitesse de refroidissement (°C/min) ; d) limite d'élasticité (MPa) ; e) limite à rupture (MPa) et f) taux de phase delta (%)**

#### 3.3.2.3. VALIDATION DE LA GAMME DE FORGEAGE CORRESPONDANT À LA DENT MODIFIÉE

Ce lopin est forgé avec des paramètres de forgeage identiques à ceux du lopin représentatif de la dent à l'exception de la vitesse de forgeage qui est de 15mm/s au lieu de 5mm/s (Figure 3-13.a).

Les modifications au niveau des propriétés microstructurales et mécaniques simulées (Figure 3-23) semblent faibles. On peut supposer que l'effet de la vitesse de refroidissement est du premier ordre sur l'obtention des propriétés microstructurales et mécaniques du matériau final, cela sera vérifié par les analyses microstructurales et les essais mécaniques réalisés sur les lopins.

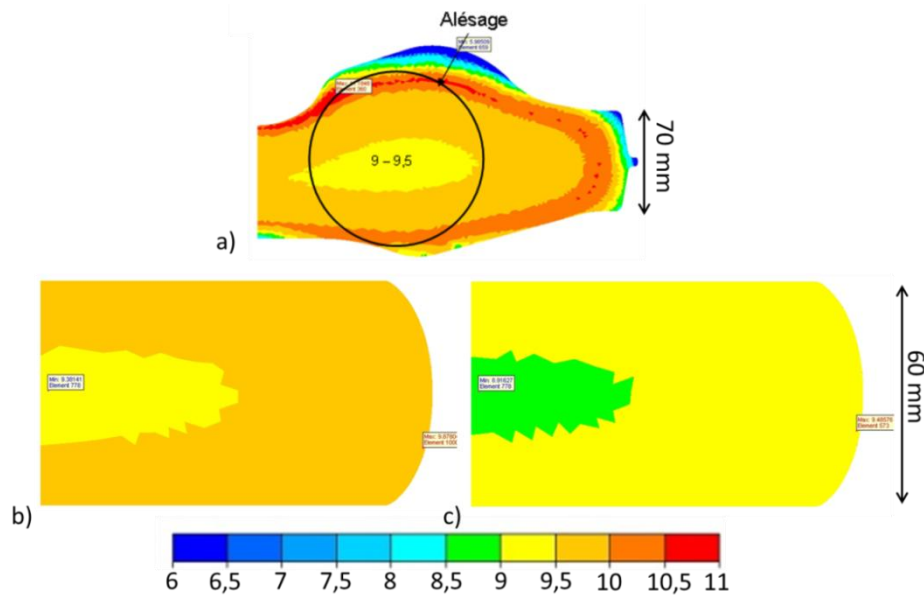


**Figure 3-23 : Cartographies fournies par le PPM suite à la simulation numérique Forge2® du lopin forgé pour représenter la dent modifiée – a) taille de grain (ASTM) ; b) taux de déformation ; c) vitesse de refroidissement (°C/min) ; d) limite d'élasticité (MPa) ; e) limite à rupture (MPa)**

#### 3.3.2.4. VALIDATION DE LA GAMME DE FORGEAGE CORRESPONDANT AUX LOPINS REPRÉSENTATIFS DE LA PARTIE ALÉSAGE DU DISQUE ET D'UNE ZONE « ÉPAISSE EXTRÊME »

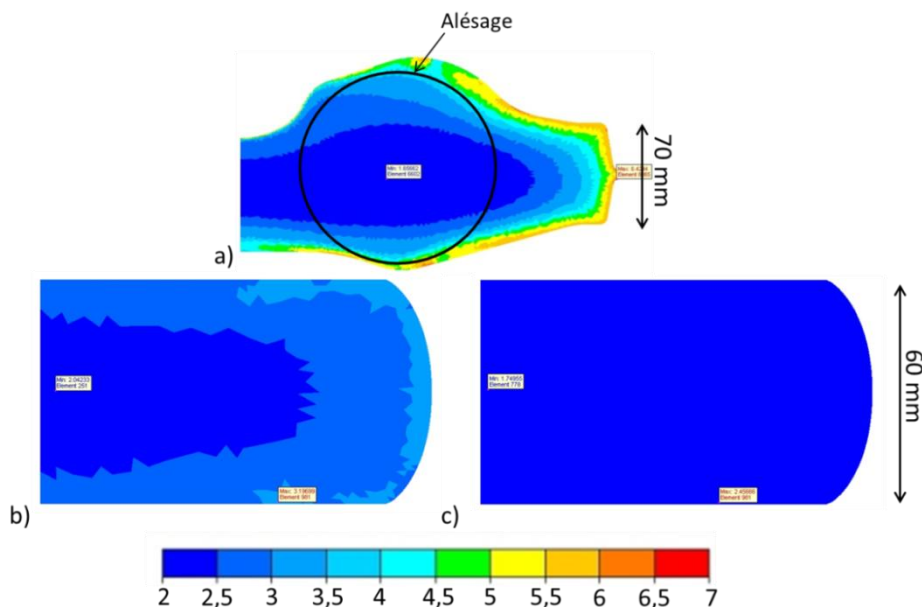
Comme nous l'avons vu, pour représenter l'alésage, c'est-à-dire la partie épaisse du disque, les conditions de forgeage définies nécessitent une isolation thermique supplémentaire pour permettre de conserver une température élevée dans le lopin pendant un temps équivalent à celui de la pièce réelle. En effet, dans la pièce, la température est maintenue grâce à la massivité de cette dernière. Les comparaisons des cartographies des propriétés microstructurales et mécaniques prédites par les simulations sont présentées sur la Figure 3-24.

Il apparaît que la taille de grain simulée dans l'alésage est identique à celle simulée dans le lopin représentatif de cette zone (Figure 3-24.a et b). De plus les conditions choisies pour exacerber les particularités microstructurales de l'alésage, c'est-à-dire un temps de maintien de 400s, permettent bien d'obtenir une taille de grain beaucoup plus importante, environ 0,5 ASTM de moins (Figure 3-24.c).



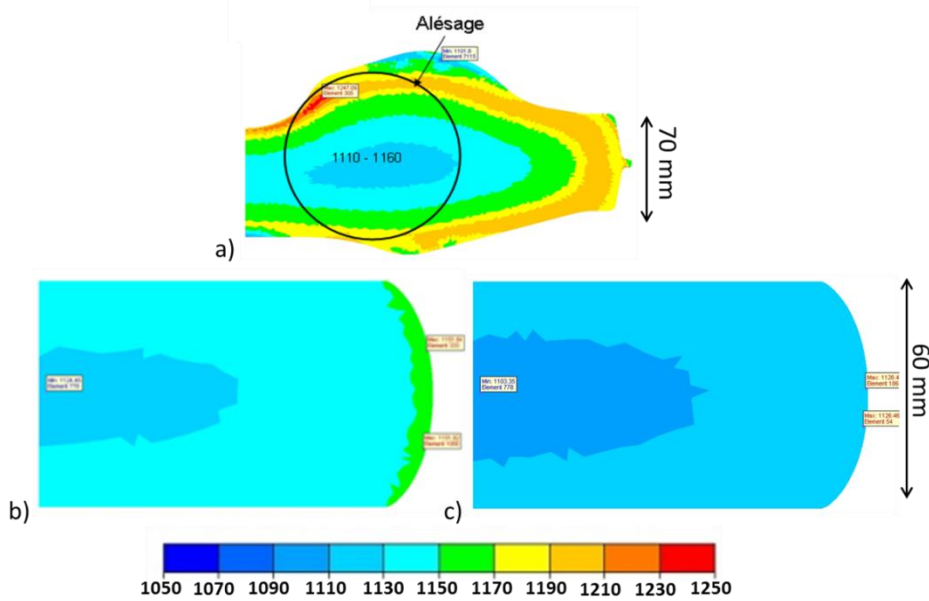
**Figure 3-24 : Cartographie de la taille de grain (ASTM) (a) dans le disque de turbine HP fournie - Etude de la zone alésage, (b) des lopins forgés dans une boîte adiabatique avec attente adiabatique pendant 150s et (c) attente adiabatique pendant 400s – données fournies par le PPM suite à la simulation numérique Forge2®**

Le taux de phase  $\delta$  prédit par la simulation pour l'alésage est de  $2,0 \pm 0,5 \%$  (Figure 3-25.a), et ce taux est de  $2,2 \pm 0,3 \%$  dans le cas du lopin représentant cette zone (Figure 3-25.b). On peut donc considérer que ces cartographies sont similaires. Pour ce qui est du lopin représentant « une pièce épaisse extrême », le taux de phase delta estimé est de  $2,0 \pm 0,3\%$  (Figure 3-25.c), comparativement, le taux de phase  $\delta$  devrait être plus faible dans ce lopin par rapport au lopin représentant l'alésage. Ceci devrait nous permettre d'étudier l'effet de ce paramètre microstructurale.



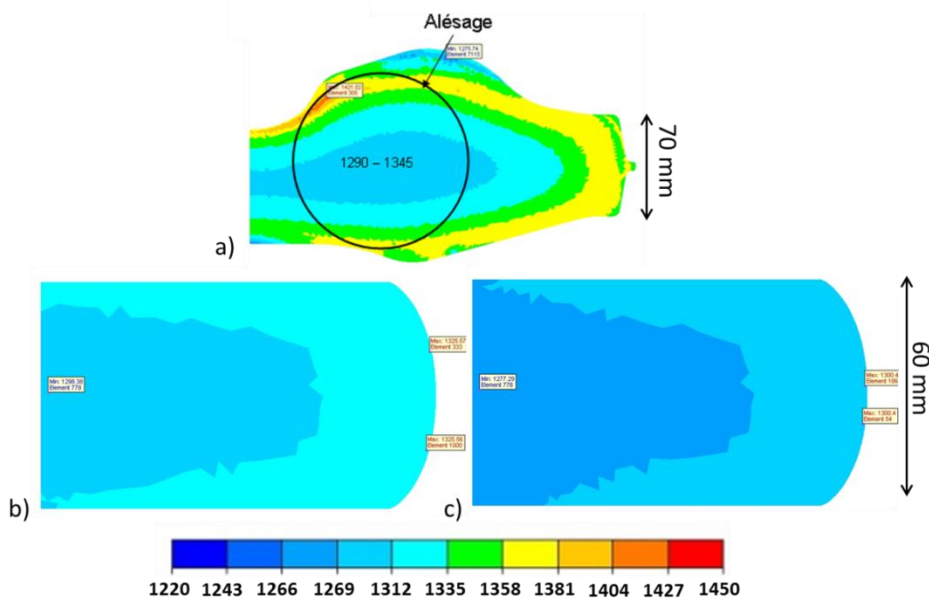
**Figure 3-25 : Cartographie du taux de phase delta (%) (a) dans le disque de turbine HP fournie - Etude de la zone alésage, (b) des lopins forgés dans une boîte adiabatique avec attente adiabatique pendant 150s et (c) attente adiabatique pendant 400s – données fournies par le PPM suite à la simulation numérique Forge2®**

La limite d'élasticité à 450°C prédite dans l'alésage (Figure 3-26.a) est similaire à celle du lopin représentatif de cette zone (Figure 3-26.b). Pour le lopin représentant « une pièce épaisse extrême », on trouve bien une limite inférieure d'environ 20MPa dans tout le lopin (Figure 3-26.c), ce qui est cohérent avec l'évolution attendue de la taille de grains.



**Figure 3-26 : Cartographie de la limite d'élasticité (MPa) à 450°C (a) dans le disque de turbine HP fournie - Etude de la zone alésage, (b) des lopins forgés dans une boîte adiabatique avec attente adiabatique pendant 150s et (c) attente adiabatique pendant 400s – données fournies par le PPM suite à la simulation numérique Forge2®**

On observe les mêmes résultats pour la prédiction des limites à rupture à 450°C (Figure 3-27). Les estimations des propriétés mécaniques sont donc bien reproduites pour le lopin représentant l'alésage et légèrement amplifiées pour celui représentant « une pièce épaisse extrême ».



**Figure 3-27 : Cartographie de la limite à rupture (MPa) à 450°C (a) dans le disque de turbine HP fournie - Etude de la zone alésage, (b) des lopins forgés dans une boîte adiabatique avec attente adiabatique pendant 150s et (c) attente adiabatique pendant 400s – données fournies par le PPM suite à la simulation numérique Forge2®**

### 3.4. CONCLUSIONS

- Les simulations numériques réalisées couplées à l'outil de post traitement Snecma permettent d'estimer d'une part, les hétérogénéités microstructurales, en termes de taille de grains et de taux de phase delta, et d'autre part de prédire des cartographies des propriétés mécaniques (Re et Rm) au sein du disque de turbine, propriétés dont les hétérogénéités de distribution sont la conséquence des gradients locaux des conditions de forgeage, inhérents au procédé (évolution des taux de déformation, de la température ...).
- Le paramètre de forgeage, identifié comme étant de premier ordre, en termes de conséquence sur la microstructure et les propriétés mécaniques résultantes est la température et son évolution tout au long du procédé de mise en forme (forgeage et refroidissement).
- L'étude paramétrique effectuée par simulation numérique permet de visualiser l'effet de chaque paramètre de forgeage sur les variables de sortie et donc de déterminer les conditions limites à imposer lors du procédé pour permettre l'obtention de microstructures homogènes représentatives de chacune des zones du disque. Il est aussi possible d'optimiser ces paramètres afin d'exacerber les différences microstructurales vis-à-vis de celles observées dans les parties alésage ou dent du disque HP. L'objectif étant de relier les états microstructuraux aux propriétés mécaniques obtenues notamment vis à vis de la prédiction de la durée de vie.
- La simulation prédit que l'alésage présente une taille de grain en moyenne plus importante que celle de la dent avec un taux de phase  $\delta$  plus faible. Il apparaît donc que cette zone épaisse présente une limite d'élasticité et une limite à rupture à 450°C plus faibles, ce qui conduit à partir des données de la littérature à des durées de vie plus faible. Toutefois, le post processeur Snecma ne donne pas d'information sur la durée de vie en fatigue.
- La définition de gammes de forgeage établies grâce au logiciel Forge2®, sur des lopins pour reproduire et exacerber les microstructures des deux zones d'intérêt du disque est possible mais il apparaît que, même au sein d'une géométrie simplifiée, des hétérogénéités subsistent.
- Une fois forgés, ces lopins vont être caractérisés du point de vue microstructural et mécanique afin de valider les paramètres de sortie des simulations numériques. Une attention toute particulière sera alors portée sur les gradients associés aux hétérogénéités recensées que ce soit vis-à-vis de la taille de grains ou des propriétés mécaniques afin de définir des volumes homogènes de matière (VER) qui soient compatibles avec des géométries d'éprouvettes qui seront testées mécaniquement, et ceci pour chacune des conditions étudiées.





## 4. CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE DES MATÉRIAUX DU DISQUE ÉTUDIÉ

Cette étude a un double objectif :

- Caractériser les différences engendrées par le forgeage entre les deux zones du disque afin de valider ou d'invalider les relations entre paramètres de forgeage locaux et microstructure.
- Relier ces différences de microstructure à la dispersion de durée de vie en fatigue.

Au vu des prédictions des simulations numériques du forgeage de la pièce, la microstructure de celle-ci devrait être hétérogène en fonction de la zone étudiée. Dans cette étude, deux zones d'intérêt ont clairement été définies : la dent et l'alésage. La comparaison microstructurale de ces deux zones sera effectuée dans cette partie. Cette caractérisation portera entre autre sur la distribution de taille de grains et les relations d'orientations cristallographiques (nature des joints de grains) ainsi que sur le taux des différentes phases présentes mais aussi sur la distribution des précipités. La première partie de ce chapitre de caractérisation va porter sur les deux zones du disque de turbine HP présenté sur la Figure 4-1.

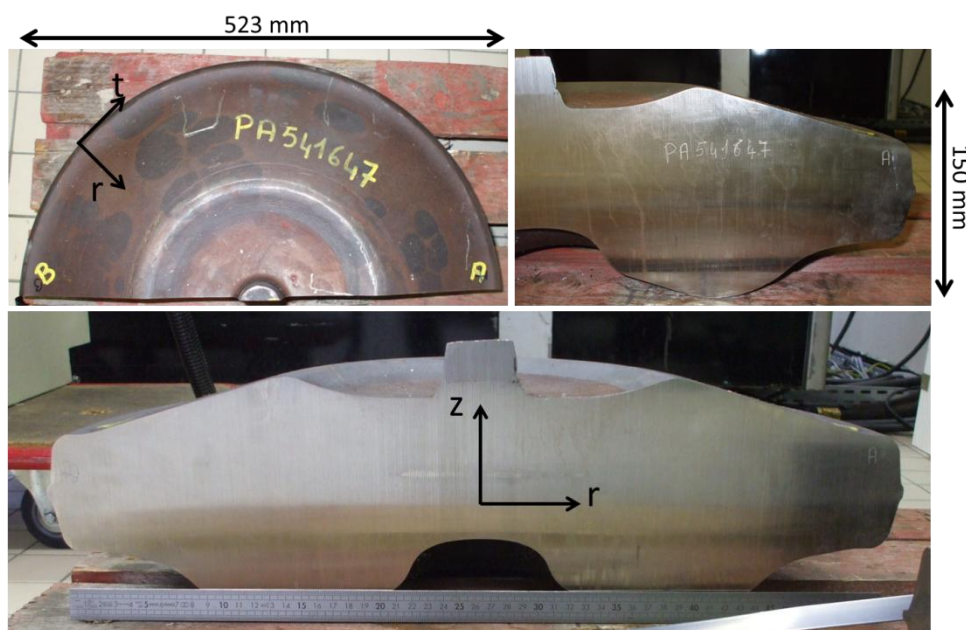


Figure 4-1 : Brut de forge pour usiner un disque de turbine HP

### 4.1. DISTRIBUTION DE TAILLE DE GRAINS

#### 4.1.1. ÉTUDE DE LA TAILLE DE GRAIN MOYENNE AU SEIN DU DISQUE

La taille de grain dans tout le disque forgé a d'abord été estimée par la méthode utilisée par Snecma correspondant à la norme NF A04-102 décrite en annexe 9.4.1.1. Cette annexe détaille la méthode de révélation de la microstructure ainsi que celle de l'estimation de tailles de grains à partir des micrographies (Figure 4-2). Les résultats de cette analyse sont illustrés sur la Figure 4-3. La taille de grains est donnée en indice ASTM (numéro de la norme ASTM américaine): plus cet indice est important plus la taille de grains en micromètres est faible. Le tableau présentant les équivalences entre ces deux unités est présenté en annexe 9.4.1.1.

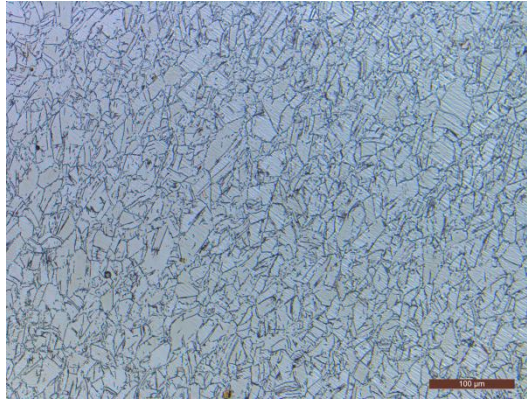


Figure 4-2 : Micrographie type obtenue dans l'alésage après l'attaque

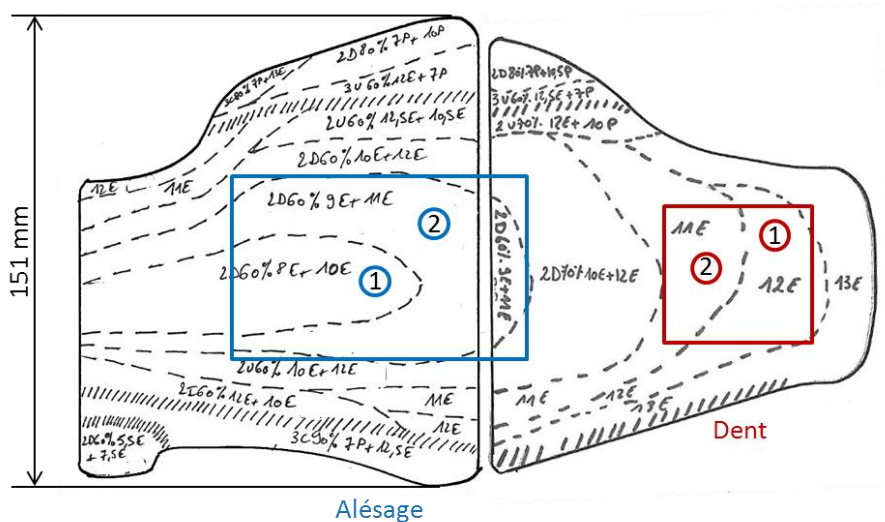


Figure 4-3 : Cartographie de la taille de grain en ASTM obtenue sur une tranche du disque forgé dans les conditions décrite dans la partie 3.2. Zones d'intérêts de cette étude : alésage en bleu et dent en rouge [fournie par Snecma]

La zone de la dent est divisée en deux sous-domaines, chacun contenant une distribution homogène de grain de morphologie équiaxe :

- dans le premier, la taille de grain est en moyenne de 12 ASTM, soit 5,5 µm,
- dans le deuxième, elle est de 11 ASTM, soit 7,8 µm.

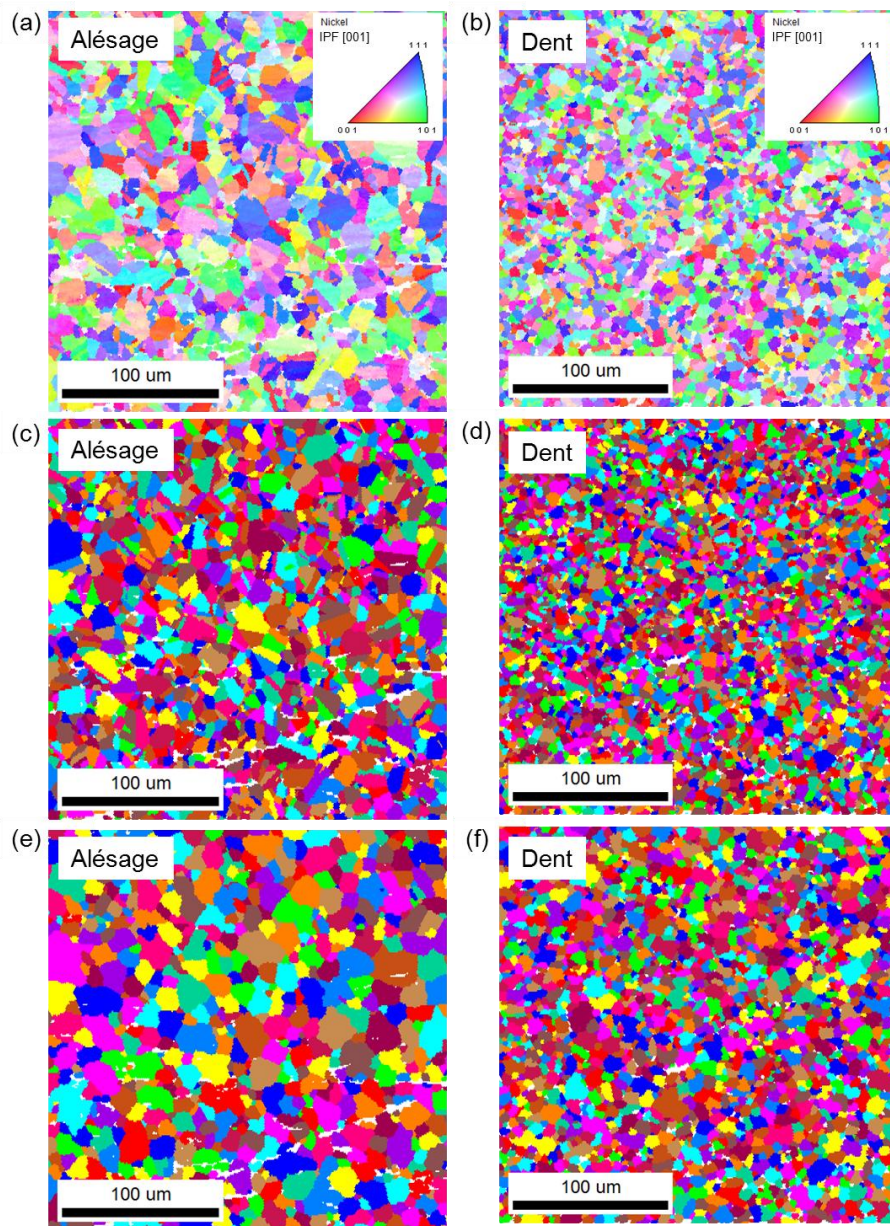
L'alésage est aussi divisé en deux sous-domaines, cette fois, chaque domaine est composé de deux populations de grains équiaxes avec un arrangement dendritique (défini dans l'ANNEXE 9.4.1.1):

- dans le premier domaine, la population majoritaire à 60% présente un diamètre moyen de 8 ASTM (soit 22,1 µm) et la population minoritaire un diamètre moyen de 10 ASTM (soit 11 µm).
- dans le second domaine, la population majoritaire à 60% présente un diamètre moyen de 9 ASTM (soit 15,6 µm) et la population minoritaire un diamètre moyen de 11 ASTM (soit 7,8 µm).

Cette première analyse microscopique permet de conclure que la dent présente une taille de grains moyenne plus faible que l'alésage ainsi qu'une microstructure plus homogène. L'évolution de la taille de grains dans le disque est cohérente avec celle prédite par la simulation numérique Forge2® (partie 3.2.1).

#### 4.1.2. ÉTUDE DE LA DISTRIBUTION DE LA TAILLE DE GRAINS DANS LES DEUX ZONES D'INTÉRÊTS : ALÉSAGE ET DENT

Pour compléter cette analyse de taille de grains moyenne, une étude plus fine de la distribution de cette taille dans chaque zone d'intérêt (alésage et dent) a été effectuée par EBSD au Centre des Matériaux sur une surface de 1mm<sup>2</sup>, surface arbitrairement choisie comme étant statistiquement représentative de la zone analysée. La préparation de surface des échantillons ainsi que les conditions de l'analyse EBSD qui permettent d'obtenir la distribution de la taille de grains sont détaillées en ANNEXE 9.4.1.2. Les cartographies résultant de ces analyses sont présentées sur la Figure 4-4. Tout d'abord, nous constatons une proportion de grains maclés non négligeable avec un ratio de la longueur totale de joints  $\Sigma 3$  sur la longueur totale de joints de grains qui est similaire dans les deux zones de prélèvement, et qui est de l'ordre de 20%.



**Figure 4-4 : Caractérisation EBSD de la microstructure de l'Inconel 718 DA (échantillonnage de 1μm) : (a et b) figures de pôles inverses [001], (c et d) cartographie de taille de grains sans traitement des joints  $\Sigma 3$  ; (e et f) cartographie de taille de grains en considérant les joints  $\Sigma 3$  comme une sous-structure d'un même grain (désorientation minimum pour définir un grain de 2°)**

La Figure 4-4.a présente la cartographie de figures de pôles inverses du plan perpendiculaire à l'axe tangentiel du disque. Les figures de pôles de ces matériaux présentées sur la Figure 4-5 montrent un léger effet de texture qui est différent entre les deux zones, sans pour autant que celui-ci soit très marqué au vue de l'échelle des valeurs.

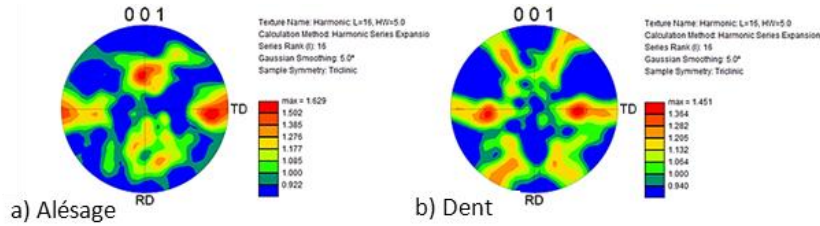


Figure 4-5 : Figures de pôles de l'alésage (a) de la dent (b)

La distribution de taille de grain a été évaluée à partir de scan OIM (Orientation Imaging Microscopy) de 1 mm<sup>2</sup>, en prenant en compte ou non les joints  $\Sigma 3$ . Les résultats de distribution de taille de grains sont représentés sur la Figure 4-6.

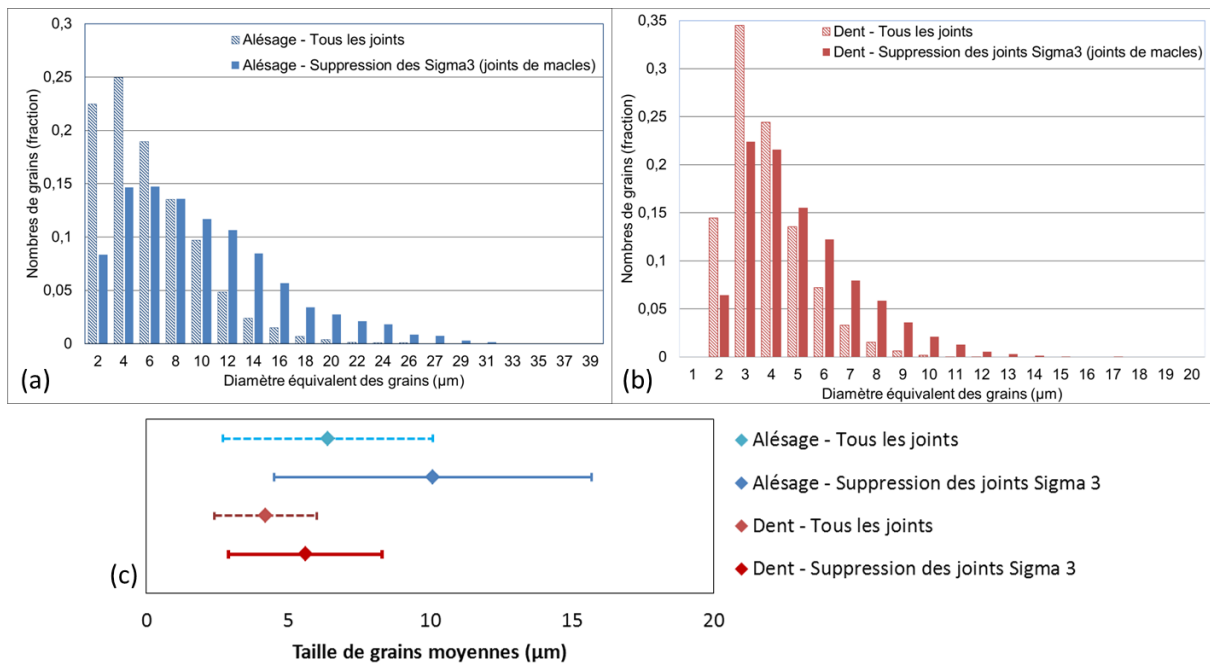


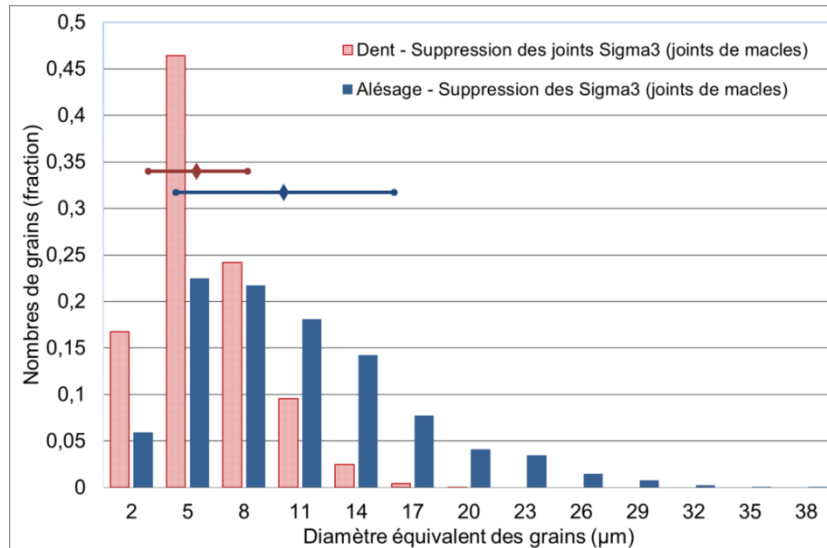
Figure 4-6 : Comparaison de la distribution de la taille de grains avec ou sans prise en compte des joints  $\Sigma 3$  pour (a) l'alésage et (b) la dent. (c) Comparaison des valeurs moyennes et des écart-types. Diamètre de grain équivalent mesuré par EBSD en considérant des grains sphériques avec une désorientation minimale de 2°

La taille moyenne des grains est de 6,4 μm dans l'alésage, en prenant en compte tous les joints de grains. Elle est supérieure à celle de la dent estimée à 4,2 μm.

Pour les deux matériaux, la non prise en compte des joints  $\Sigma 3$  conduit à un étalement de la distribution vers des tailles plus importantes (Figure 4-6.a et b). La prise en compte ou non des joints  $\Sigma 3$  impacte aussi bien la moyenne que l'écart-type (Figure 4-6.c). Cependant la moyenne de la taille de grains dans l'alésage est augmentée de 58% quand on supprime ces joints particuliers alors que celle de la dent n'est augmentée que de 33% (Tableau 4-1). La non-prise en compte des joints  $\Sigma 3$  augmente donc les écarts entre ces deux zones.

	Taille moyenne mesurée par EBSD en $\mu\text{m}$				Rapport avec ou sans les $\Sigma 3$	
	Tous les joints		Suppression des joints $\Sigma 3$		Moyenne	Ecart-type
	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type		
Alésage	6,4	3,7	10,1	5,6	+ 58 %	+ 51 %
Dent	4,2	1,8	5,6	2,7	+ 33 %	+ 50 %

**Tableau 4-1 : Comparaison des tailles de grains moyennes et des écart-types mesurés par EBSD dans les deux zones (alésage et dent). Les mesures sont effectuées sur des zones de  $1 \mu\text{m}^2$**



**Figure 4-7 : Comparaison de la distribution de la taille de grains entre l'alésage et la dent. Diamètre des grains équivalents mesurés par EBSD en considérant des grains sphériques après suppression des joints  $\Sigma 3$**

En comparant la distribution de taille de grain des deux zones, après suppression des joints  $\Sigma 3$  (Figure 4-7), il apparaît que la distribution est plus hétérogène dans l'alésage avec la présence d'un nombre non négligeable de grains de diamètre supérieur à  $20 \mu\text{m}$ . L'écart type de la distribution de l'alésage est 1,5 fois plus élevé que celui de la dent. Le diamètre maximal des grains dans l'alésage est deux fois plus grand que dans la dent. Or ces grains de tailles importantes par rapport à la taille moyenne peuvent jouer un rôle primordial sur le comportement en fatigue d'un alliage base Nickel [Miao et al., 2009, Miao et al., 2012].

Le PPM associé à Forge2<sup>®</sup> prédit une différence de taille de grains entre ces deux zones du disque (chap.3.2.1) qui va dans le même sens que celle observée ici. Cependant les valeurs ne sont pas les mêmes et Forge2<sup>®</sup> ne donne aucune information sur la distribution de la taille de grains. L'analyse par microscopie optique effectuée en ASTM ne permet pas non plus d'atteindre une précision suffisante en ce qui concerne les hétérogénéités de distributions de taille de grains. Cependant ces analyses ont l'avantage de pouvoir être réalisées sur toute la surface de la tranche d'un disque, contrairement à l'analyse EBSD. Cette dernière si elle permet l'affinage de l'estimation de la taille moyenne de grains, elle permet surtout d'évaluer la dispersion de la distribution pour chaque zone. La comparaison des résultats obtenus grâce à ces différentes techniques est résumée dans le Tableau 4-2. On constate d'une part, que les prédictions des simulations numériques sont trop homogènes vis-à-vis des observations expérimentales et d'autre part que si la mesure de la taille de grains dans la dent est assez bien rendue par l'analyse ASTM, il n'en est pas de même pour l'alésage

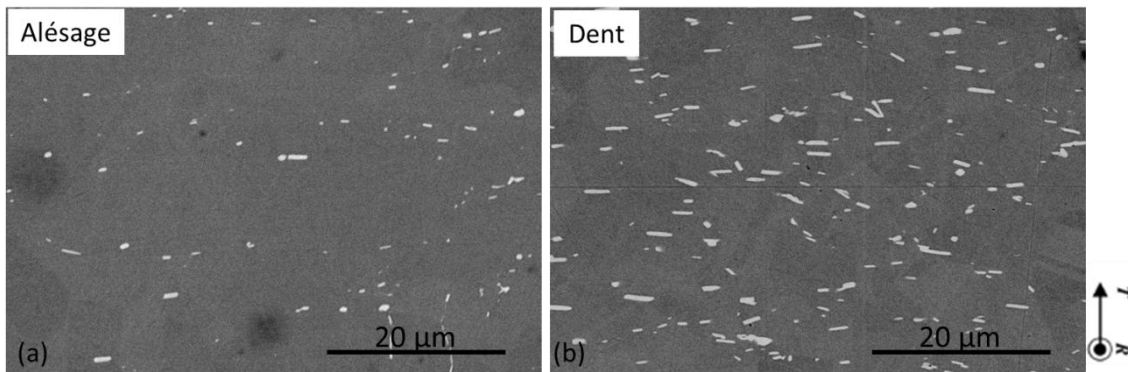
	Taille moyenne prédite par simulation FORGE 2®		Taille moyenne mesurée par la norme Snecma		Taille moyenne mesurée par EBSD
	ASTM	µm	ASTM	µm	µm
<b>Alésage</b>	9 – 10	~13,3	8,8 ± 1,0	17,7 ± 5,4	10,1 ± 5,6
<b>Dent</b>	9,5 – 10,5	~11,4	12	5,5	5,6 ± 2,7

**Tableau 4-2 : Comparaison de la taille obtenues par analyse Snecma, par analyse EBSD et par la simulation numérique Forge2® et PPM**

#### 4.2. DISTRIBUTION DES DIFFÉRENTES PHASES

##### 4.2.1. PHASES δ

La fraction de phase δ peut aussi évoluer dans le disque du fait des conditions de mises en forme et de traitement thermique du matériau (voir parties 2.4.2 et 2.5). La quantification de cette phase va être estimée grâce à une méthode d’analyse d’image effectuée à partir d’images MEB, obtenues en électrons rétrodiffusés. La technique est présentée en ANNEXE 9.4.2. Étant donné la différence de taille de grains observée précédemment entre les deux zones (Figure 4-7) et la relation mise en évidence entre la fraction de phase δ et la taille de grains (Figure 2-17), une différence du taux de phase δ est attendue entre la dent et l’alésage.



**Figure 4-8 Section 2D observée par MEB (en électrons rétrodiffusées après polissage à l’OPS) montrant la distribution de la phase δ pour les deux matériaux : a) L’alésage et b) La dent**

La Figure 4-8 illustre la distribution et la morphologie de cette phase dans l’alésage et dans la dent. Si la morphologie ne diffère pas entre les deux zones, la phase δ se présentant sous sa forme aciculaire, il apparait clairement que la dent présente un taux de phase δ plus important que l’alésage. L’étude quantitative, sur une surface de 120 x 85 µm², montre que la fraction de cette phase est trois fois supérieure dans la dent. Les résultats obtenus pour chaque matériau sont présentés dans le Tableau 4-3. Ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus par le post-processeur de simulation qui capte donc bien les différences thermomécanique et cinétiques au sein du disque lors du forgeage et du refroidissement (partie 3.2.1).

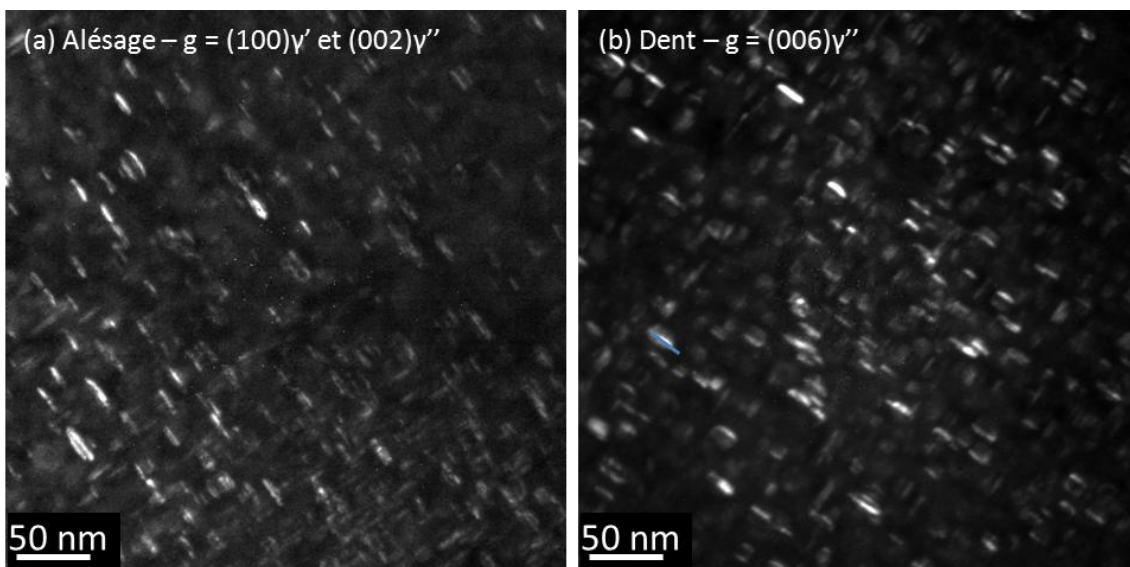
	Analyse MEB	Simulation Forge2®
<b>Alésage</b>	1,1 %	1,6 %
<b>Dent</b>	3,0 %	3,5 %

**Tableau 4-3 : Comparaison des taux de phase δ obtenus dans cette étude avec ceux de la simulation numérique. Dans tous les cas, la dent présente un taux de phase delta plus important que l’alésage**

La dent présente une taille de grains plus fine que l'alésage, donc une longueur totale de joints de grains plus importante (d'environ 20 % ici), cela est la conséquence du taux de phase delta, car cette dernière permet l'ancrage des joints de grains et limite ainsi la taille de grains [Spilmont, 1999, Azadian et al., 2004].

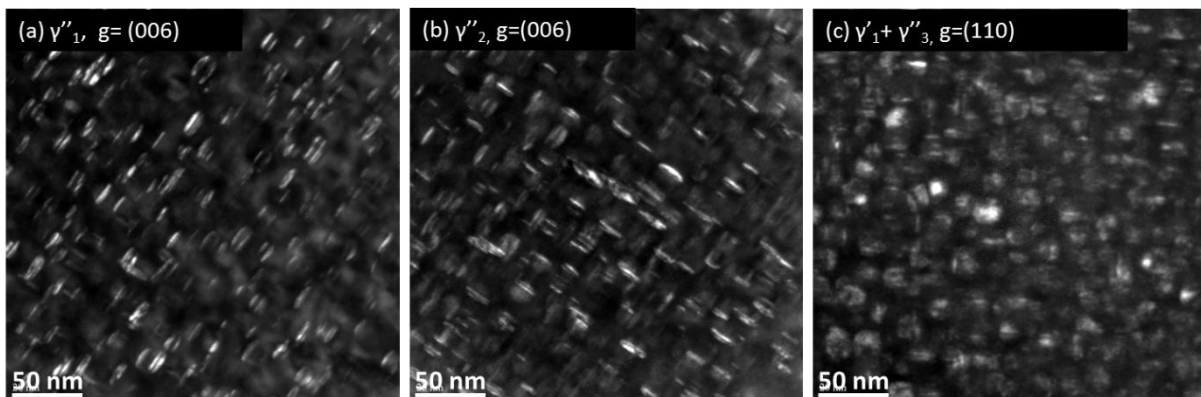
#### 4.2.2. PHASE $\gamma'$ ET $\gamma''$

Une étude MET a été effectuée pour observer et comparer la précipitation dans les deux zones du disque. Les détails de cette méthode d'analyse sont décrits en annexe 9.4.3. Pour effectuer des images en champs sombres des précipités seuls, il faut réaliser les images en sélectionnant, grâce au diaphragme de contraste sur le cliché de diffraction (Figure 4-11), seulement les fuseaux correspondant aux précipités que l'on souhaite imager. Sur la Figure 4-9, il semble que la précipitation de  $\gamma''$  soit comparable entre l'alésage et la dent. La longueur moyenne des précipités  $\gamma''$  dans les deux matériaux de l'étude est de  $17 \pm 2$  nm.

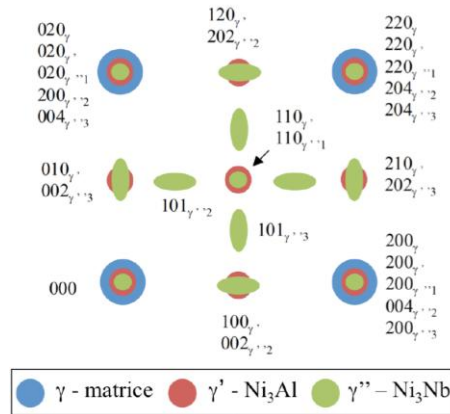


**Figure 4-9 : Image MET en champs sombres des précipités  $\gamma''$  dans (a) l'alésage et (b) la dent (NB : Ces images devraient être remplacées par des images plus nettes à termes)**

Afin de mieux caractériser cette phase  $\gamma''$ , différentes conditions de diffraction ont été choisies pour observer les différents variants, associés à la phase  $\gamma''$  (Figure 4-10). L'analyse MET ne permet pas d'isoler les précipités  $\gamma'$  du troisième variant de  $\gamma''$ , en effet il apparait sur le cliché de diffraction que les faisceaux de ces précipités se superposent.



**Figure 4-10 : Images MET en champs sombres des 3 variants des précipités  $\gamma''$  dans la zone de la dent**



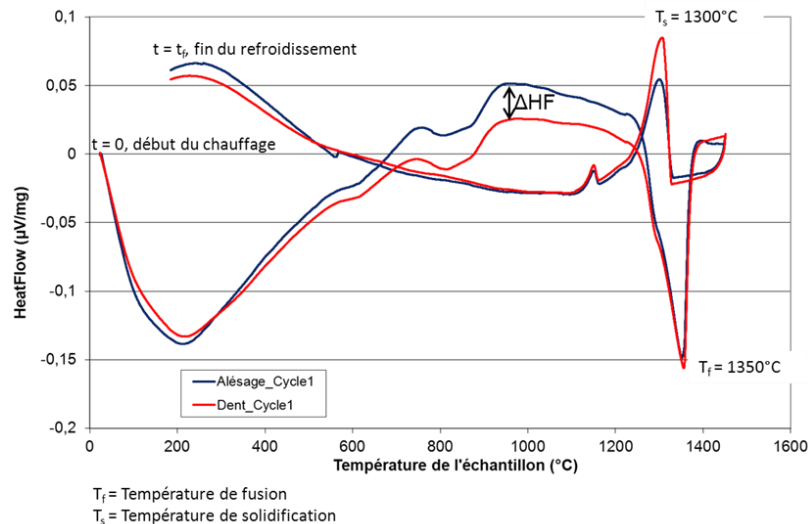
**Figure 4-11 : Schéma décrivant le cliché d'axe de zone  $\langle 100 \rangle_\gamma$  d'une matrice  $\gamma$  et des précipités de phase  $\gamma'$  et  $\gamma''$  ( $\gamma''$  orientés selon ses trois variants) [Revaud, 2013]**

Les différentes conditions thermomécaniques subies lors du forgeage ne semblent pas avoir un impact au niveau des précipités durcissant du matériau ( $\gamma'$  et  $\gamma''$ ). Pour compléter cette étude comparative 2D de la précipitation au sein du matériau, et notamment entre l'alésage et la dent, une analyse thermique différentielle (ATD) a été effectuée pour avoir un aspect volumique.

#### 4.2.3. ÉTUDE DES DOMAINES DE PRÉCIPITATION DE CHAQUE PHASE

Les températures de précipitation et de dissolution des phases présentes dans l'Inconel 718 DA ont été évaluées par une Analyse Thermique Différentielle (ATD). Cette analyse a été réalisée sur deux coupons provenant chacun d'une des deux zones étudiées (alésage et dent) afin de vérifier l'homogénéité de la chimie et des phases en présence. Le protocole de cette méthode d'analyse est détaillé dans l'ANNEXE 9.4.4. Ce type d'analyse est généralement effectué avec des vitesses de chauffage et de refroidissement situées entre 5 et 30°C/min. Plus la vitesse est rapide, plus le déséquilibre entre l'échantillon et la référence est maximisé et donc plus les pics de transformations sont apparents. Cependant ces vitesses élevées engendrent un décalage dans les températures de transformation des phases car on s'éloigne de l'équilibre thermodynamique. Pour évaluer plus précisément les températures des transformations de phase, il faut effectuer la même analyse à différentes vitesses et extrapoler pour obtenir la température à l'équilibre (à vitesse nulle). Dans cette étude, seulement une analyse à 30°C/min pour le chauffage et le refroidissement a été effectuée, les valeurs de températures lues sur les courbes (au niveau des différents pics) sont donc surestimées mais cela n'a pas d'impact sur l'analyse comparative effectuée ici.

Les courbes des résultats obtenus au cours du premier cycle de chauffage et de refroidissement effectué sont présentées sur la Figure 4-12. Pour les deux matériaux, les températures de fusion ( $\sim 1350^\circ\text{C}$ ) et de solidification ( $\sim 1300^\circ\text{C}$ ) sont identiques. Il n'y a donc pas de différences suffisantes de composition chimique entre les deux zones pour agir sur ces températures. À l'équilibre la température de fusion de l'Inconel 718 est de  $1336^\circ\text{C}$  [Davis, 1997], il y a donc bien une surestimation de cette température du fait de la vitesse de chauffage (et de refroidissement) choisie.



**Figure 4-12 : Courbes ATD enregistrées pour les deux matériaux (alésage et dent) lors du chauffage jusqu'à 1450°C puis du refroidissement avec des vitesses de 30°C/min (1<sup>er</sup> cycle)**

Dans la suite, les températures de précipitation et de dissolution des différentes phases ( $\delta$ ,  $\gamma'$  et  $\gamma''$ ) vont être étudiées par comparaison entre les deux matériaux et non en tant que telle pour s'affranchir des effets hors équilibre associés à la vitesse de montée et de descente en température. De plus cette méthode d'analyse ATD reste qualitative du fait de l'incertitude sur les lignes de base (en pointillées sur la Figure 4-13).

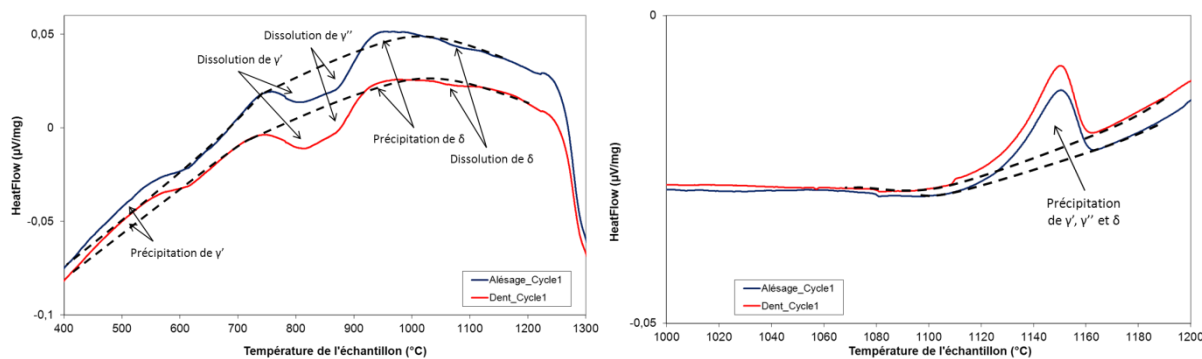
Ici elle va, non seulement, permettre la comparaison qualitative des domaines de température de transformations de phases, mais aussi la comparaison de la proportion de chaque phase transformée. La quantité de phase transformée (par précipitation ou dissolution) est proportionnelle à l'aire entre le pic et la ligne de base. Sur la courbe du signal obtenue lors du chauffage (Figure 4-13.a), quatre pics sont distingués par rapport à la ligne de base :

- un pic exothermique entre 400 et 600°C
- un double pic endothermique entre 700 et 900°C
- un pic exothermique entre 900 et 950°C et enfin,
- un pic endothermique entre 1040 et 1100°C.

En référence aux travaux de Slama et Cizeron [Slama and Cizeron, 1997] et de Niang [Niang, 2010], ces pics correspondent respectivement à la précipitation de la phase  $\gamma'$ , à la dissolution des phases  $\gamma'$  et de  $\gamma''$ , puis à la précipitation de la phase  $\delta$  et enfin à la dissolution de cette dernière (Figure 4-13.a).

De même un pic exothermique a été observé lors du refroidissement (Figure 4-13.b). Etant donnée la température maximale de l'analyse (1450°C), ce pic représente la précipitation de la phase  $\gamma''$ . Dans les travaux de Niang [Niang, 2010], il est mis en évidence l'effet de la température maximale atteinte lors de l'analyse ATD sur les phénomènes de précipitations (présenté dans la partie 2.4.2.1).

Les températures de transformations de phases ainsi que les proportions transformées sont proches pour les deux zones du disque (alésage et dent). On remarque cependant que la fraction de phase  $\delta$  qui précipite dans l'alésage est supérieure à celle de la dent. Or la fraction initiale de  $\delta$  dans l'alésage est inférieure à celle de la dent malgré la même composition chimique des deux zones. On peut supposer que les éléments chimiques constitutifs de la phase  $\delta$  sont présents en plus grande quantité dans la matrice de l'alésage (sursaturation), ce qui permettrait de précipiter une quantité plus importante de  $\delta$  lors du traitement thermique d'ATD.



**Figure 4-13 : Identification des domaines de précipitation et de dissolution des différentes phases dans les deux zones (alésage et dent) à partir des courbes d'ATD réalisées avec une rampe de température de 30°C/min (a) pendant la chauffe et (b) pendant le refroidissement. Les lignes de base sont tracées en pointillés**

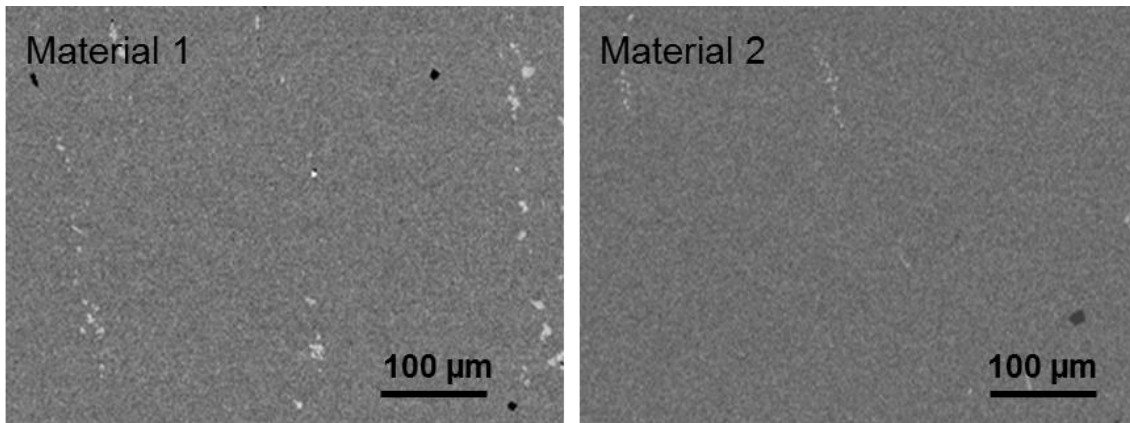
Cette étude, bien que qualitative, permet tout d'abord de valider les températures de précipitation et de dissolution des différentes phases ( $\gamma'$ ,  $\gamma''$  et  $\delta$ ) et de conclure qu'elles sont identiques pour les deux matériaux comparés. Ensuite elle permet de conclure que les taux volumiques de phases  $\gamma'$  et  $\gamma''$  ne présentent pas de différences majeures entre l'alésage et la dent. Il est plus difficile de conclure sur la phase  $\delta$  car elle re-précipite avant de se dissoudre. Il semble que la précipitation de cette phase soit plus abondante dans l'alésage aux environs de 950°C, ce qui peut s'expliquer par le fait que cette zone en contient moins à l'origine. Ensuite aucune différence de fraction de phase  $\delta$  dissoute n'est observée vers 1050°C entre la dent et l'alésage.

#### 4.3. TAILLE ET DISTRIBUTION DES PARTICULES

L'Inconel 718 DA présente deux formes de particules de taille de l'ordre de plusieurs micromètres (présentées dans la partie 2.2.6) : les carbures et les nitrures. Les carbures de niobium, NbC, se présentent sous la forme de particules sphériques alignées dans le sens de fibrage de la pièce (particules claires visibles dans la Figure 4-14), alors que les nitrures de titane, TiN, ont des formes plus anguleuses (particules noires visibles dans la Figure 4-14).

Dans cette partie, la distribution des particules va être quantifiée. Tout d'abord, la distribution de nitrures va être effectuée en 3D grâce à une analyse par laminographie synchrotron 3D des deux zones du disque. Ensuite l'étude des carbures va être effectuée en 2D.

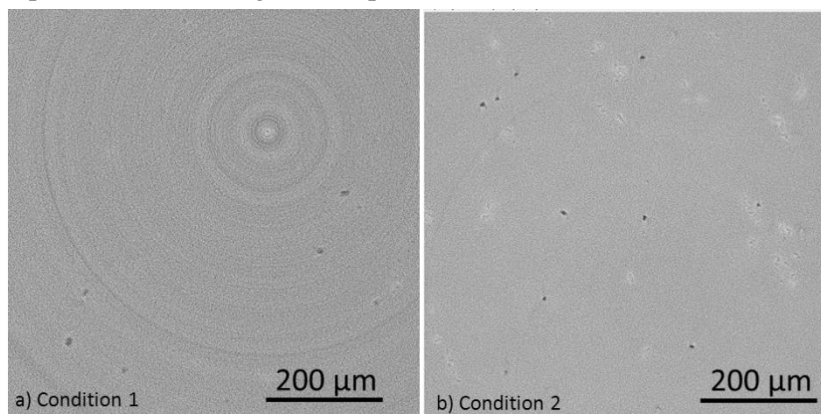
Cette étude est importante car la simulation du forgeage ne donne aucune information sur la distribution de particules. De plus, certains auteurs trouvent un effet majeur des particules surfaciques sur la durée de vie des éprouvettes [Alexandre et al., 2004].



**Figure 4-14 : Image MEB de l'alésage (a) et de la dent (b) permettant de visualiser la présence des carbures (particules blanches) et des nitrures (particules noires) dans ces deux zones. Les carbures sont alignés suivant le sens de fibrage**

#### 4.3.1. NITRURES

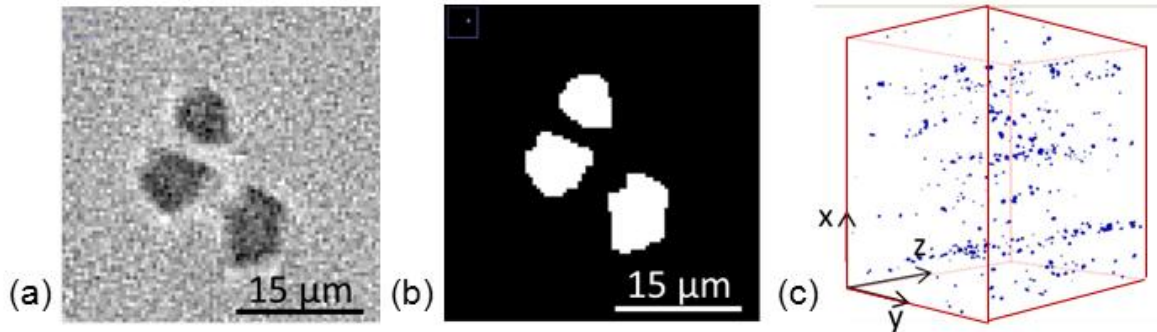
L'analyse de la microstructure par laminographie, dont la technique est détaillée en ANNEXE 9.4.5, est souvent utilisée pour des matériaux à faible densité tel que les alliages d'aluminium [Maire et al., 2004]. Rarement appliqué au superalliage base nickel, du fait de leur fort coefficient d'absorption, elle va être utilisée ici pour étudier la distribution des particules en 3D. La Figure 4-15 représente des coupes 2D des volumes 3D de  $700 \times 700 \times 544 \mu\text{m}^3$  d'Inconel 718 DA scannés, après reconstruction des données. Sur cette figure, l'impact des conditions d'analyse est visible. Sur les deux images, des particules apparaissent en sombre. Ces particules, du fait de leur morphologie et de leur distribution sont des nitrures. Le contraste des nitrures avec la matrice austénitique (en gris) est suffisant pour pouvoir les segmenter et étudier leur distribution de tailles dans les deux conditions d'analyse. Dans les conditions 2, sur la Figure 4-15.b, des zones apparaissent avec un contraste clair par rapport à la matrice, cela correspond aux amas de carbures. Ce contraste émane du contraste de phase qui est dû à la nature cohérente du rayonnement synchrotron [Cloetens et al., 1997]. Cependant le contraste n'est pas suffisant pour permettre le seuillage de ces particules.



**Figure 4-15 : Coupe 2D des images 3D reconstruites de laminographie sur la dent. Plusieurs conditions de scan d'échantillons ont été testées a) premier essai avec un ratio signal sur bruit moins bon dû à un noircissement d'objectif et b) deuxième essai avec un meilleur ratio signal sur bruit**

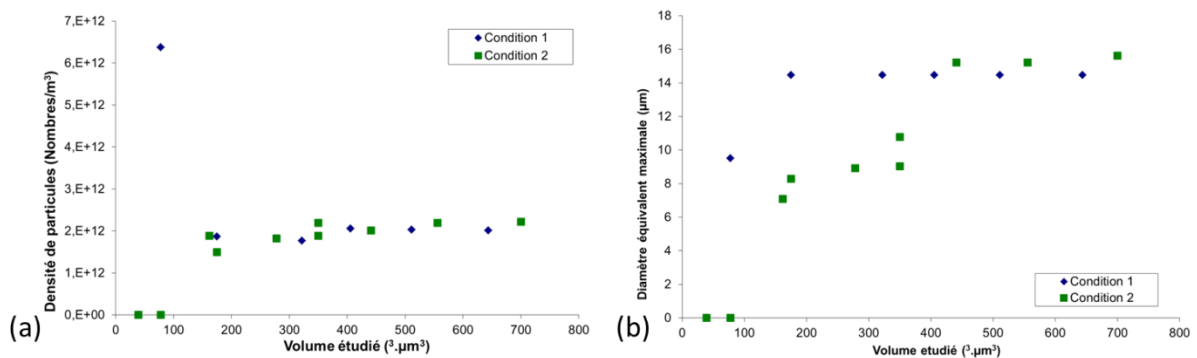
La Figure 4-16.a représente une coupe 2D des données reconstruites de laminographie où un amas de nitrures apparaît. Les particules apparaissent dans le matériau soit isolées soit en amas, dans cette étude la notion d'amas ne sera pas étudiée. À partir de ces images reconstruites, le programme

d'analyse d'image en 3D, décrit dans l'ANNEXE 9.4.5.2, va appliquer les étapes suivantes : un filtre gaussien, une suppression du fond par une méthode de « top-hat » [Thapar and Garg, 2012] et une segmentation finale qui permet de binariser l'image en segmentant les nitrures. Les résultats de la segmentation et de la binarisation sont illustrés sur la Figure 4-16.b et Figure 4-16.c.



**Figure 4-16 : Données reconstruites de laminographie contenant des particules de nitrures (a) coupe 2D, (b) après segmentation et binarisation, (c) distribution 3D des nitrures dans un volume de 700 x 700 x 544  $\mu\text{m}^3$  sur la dent (direction tangentielle du disque suivant l'axe y)**

Le programme d'analyse d'image a été appliqué à deux volumes du même matériau (pas exactement la même zone) scanné dans les deux conditions, dont la Figure 4-15 représente les coupes. Les résultats de cette étude comparative sont présentés sur la Figure 4-17. La densité de particules se stabilise rapidement en fonction du volume étudié (Figure 4-17.a), donc un volume élémentaire représentatif (VER) vis-à-vis de la population des nitrures peut être défini aux alentours de 150 x 150 x 150  $\mu\text{m}^3$ . En ce qui concerne la taille maximale de particules observées, le VER se situe plutôt à 400 x 400 x 400  $\mu\text{m}^3$  (Figure 4-17.b). Cette donnée peut être intéressante car un grand nitrure rompu va pouvoir générer un facteur d'intensité des contraintes plus élevé qu'un petit lors de la fatigue. Pour comparer les résultats des deux conditions, seules les données obtenues pour le plus grand volume (700 x 700 x 544  $\mu\text{m}^3$ ) vont être comparées. La densité de particules est identique quelles que soient les conditions d'acquisition. Le diamètre maximal équivalent observé diffère de 7% entre les deux volumes ce qui est inférieur à l'incertitude de mesure. On peut estimer celle-ci en dilatant ou en érodant d'un voxel les objets segmentés, cela nous donne une incertitude de 10% sur le diamètre équivalent.

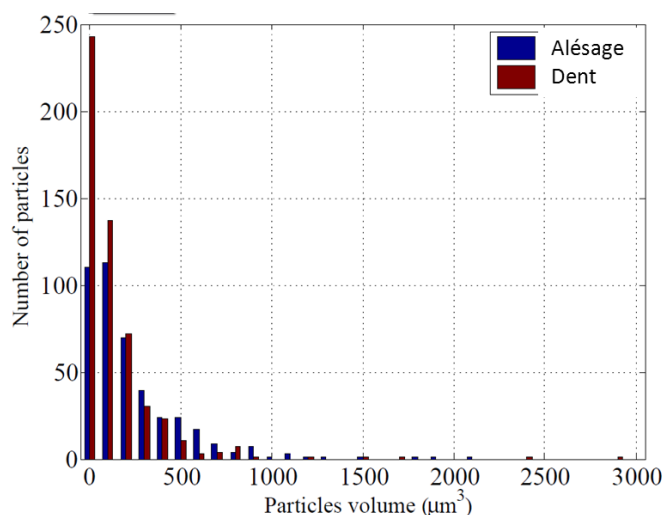


**Figure 4-17 : Comparaison des résultats d'analyse d'images obtenus en fonction des conditions de scan : (a) Nombres de nitrures par unité de volume en fonction du volume étudié et (b) diamètre équivalent du plus gros nitrures présent dans un volume défini**

Les résultats obtenus dans différentes conditions sont comparables en termes de densité et de taille de particules, cela confirme une certaine robustesse de l'acquisition par laminographie et du programme d'analyse d'image.

Etant donné que seule la dent a pu être scannée dans les conditions 2 et que l'impact de ces conditions est moindre sur les résultats quantitatifs, seuls les volumes acquis dans les conditions 1 vont être utilisés pour la suite de l'étude. Le volume analysé pour étudier la distribution de nitrures dans les deux zones du disque est de  $900 \times 900 \times 700$  voxels avec une taille de voxels de  $0.778 \times 0.778 \times 0.778 \mu\text{m}^3$ , ce qui représente un volume de matériau de  $700 \times 700 \times 544 \mu\text{m}^3$ . Ce volume est supérieur au VER estimé précédemment de  $400 \times 400 \times 400 \mu\text{m}^3$  (Figure 4-17) mais il permet une meilleure statistique étant donné qu'il contient en moyenne 500 nitrures, sans trop alourdir les calculs.

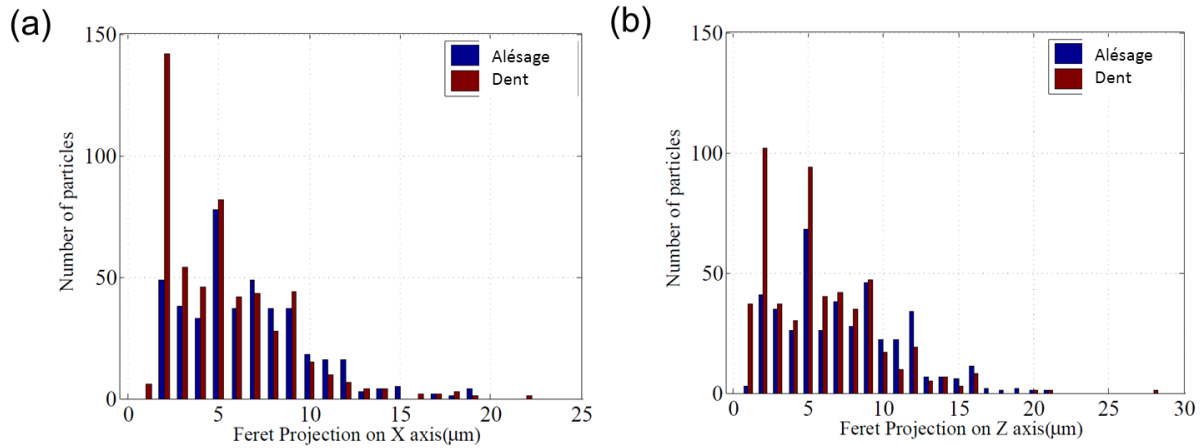
Le nombre total de nitrures est d'environ 536 dans la dent pour un volume de  $700 \times 700 \times 544 \mu\text{m}^3$ , ce qui représente 20% de plus que dans l'alésage. Sur la courbe de distribution (Figure 4-18), il apparaît que ce sont des particules de petites tailles (volume inférieur à  $150 \mu\text{m}^3$ , soit des particules cubiques d'environ  $5 \mu\text{m}$  de côté) qui sont à l'origine de cette différence. Le reste de la distribution entre les deux matériaux est comparable. Etant donné les résultats de l'étude de la sensibilité du paramètre de seuillage, les particules ayant un volume inférieur à  $150 \mu\text{m}^3$  ne seront pas prises en compte par la suite.



**Figure 4-18 : Comparaison de la distribution de taille des volumes 3D des nitrures entre l'alésage et la dent. L'étude est réalisée sur des volumes de  $700 \times 700 \times 544 \mu\text{m}^3$**

Etant donné que les particules sont parallélépipédiques et non cubiques, il est plus représentatif de s'intéresser à l'analyse des dimensions de Feret dans le plan perpendiculaire à la direction de sollicitation (qui est suivant l'axe Y, dans ce cas). En effet ce sont ces longueurs des particules qui vont effectivement subir l'effet de la contrainte lors des essais de fatigue. Les plus gros nitrures sont présents dans la dent avec une distance de Feret de  $27 \mu\text{m}$  de long alors que dans l'alésage les nitrures n'atteignent que  $20 \mu\text{m}$  (Figure 4-19). Même si cette étude est statistique d'un point de vue du nombre total de nitrures, on constate qu'en ce qui concerne les grosses particules (distance de Feret  $\geq 20 \mu\text{m}$ ), la statistique reste faible (entre 5-6 particules dans chaque matériau).

Le Tableau 4-4 résume les valeurs principales tirées de cette étude par laminographie de la distribution des nitrures.



**Figure 4-19 : Comparaison de la distribution de taille 3D des nitrures entre l'alésage et la dent : (a) distribution de Feret suivant l'axe X, et (b) distribution de Feret suivant l'axe Z. Toutes ces études ont été réalisées sur un volume de 700 x 700 x 544 µm<sup>3</sup>.**

	Nombres de particules dans 900*900*700 voxels	Longueur équivalent moyenne	Longueur équivalente Maximale	Longueur moyenne projeté suivant X,Y et Z	Longueur max projetée suivant X	Longueur max projetée suivant Y	Longueur max projetée suivant Z
		µm	µm	µm	µm	µm	µm
<b>Dent (STD06)</b>	<b>536</b>	<b>4.7</b>	<b>14.5</b>	<b>6</b>	<b>21</b>	<b>29</b>	<b>27</b>
<b>Alésage (STA06)</b>	<b>427</b>	<b>6.5</b>	<b>12.5</b>	<b>7</b>	<b>20</b>	<b>20</b>	<b>20</b>

**Tableau 4-4 : Valeurs principales tirées de l'étude de la distribution des nitrures dans des volumes de 700 x 700 x 544 µm analysés par laminographie**

Cette analyse permet de conclure que la distribution et les tailles maximales des nitrures observés sont globalement identiques dans les deux zones du disque.

#### 4.3.2. CARBURES

Les carbures ne sont pas caractérisables par laminographie car leur contraste d'absorption avec la matrice est trop faible (Figure 4-15). L'analyse de leur distribution va être effectuée en 2D au MEB.

La préparation de surface des échantillons ainsi que la méthode d'analyse d'image sont détaillées en ANNEXE 9.4.5.2. Les résultats de l'analyse, effectuée sur des surfaces de 1mm<sup>2</sup>, sont présentés dans le Tableau 4-5. À noter, qu'est ajoutée une analyse du matériau brut de réception avant forgeage qui permet de constater l'effet du forgeage sur les carbures : ceux-ci sont en effet cassés lors de ce procédé pour former des particules plus petites et donc plus nombreuses.

	Numbers of carbides	Average size	Average diameter	Maximal size	Maximal diameter
	(±5)	µm <sup>2</sup> (±0,5)	µm	µm <sup>2</sup> (±0,5)	µm
<b>Material 1</b>	<b>185</b>	<b>13.3</b>	<b>6.5</b>	<b>139.0</b>	<b>20.9</b>
<b>Material 2</b>	<b>115</b>	<b>16.9</b>	<b>7.3</b>	<b>121.5</b>	<b>19.5</b>
<b>Material before forging</b>	<b>95</b>	<b>25.6</b>	<b>9.0</b>	<b>220.5</b>	<b>26.3</b>

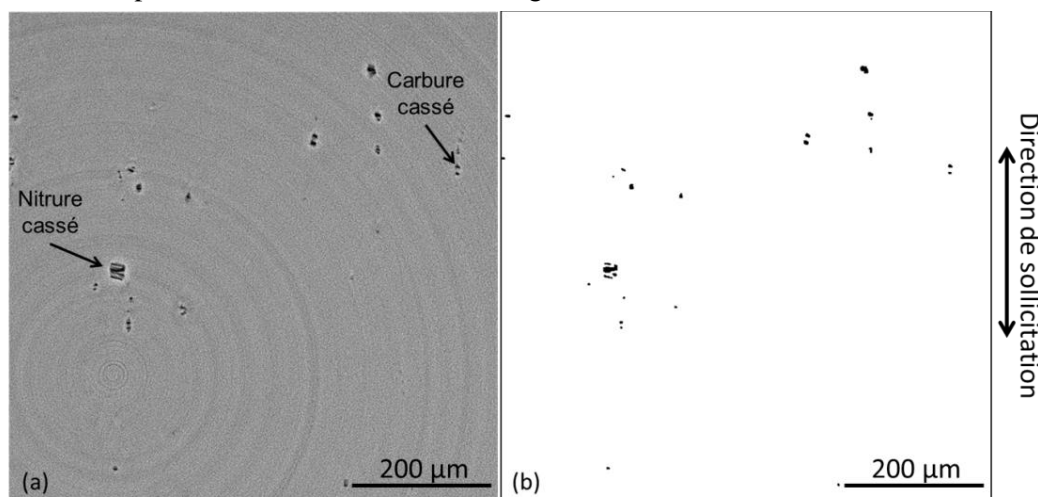
**Tableau 4-5 : Résultats de l'étude de la répartition des carbures sur une surface de 1mm<sup>2</sup> de chaque matériau (matériau avant forgeage, matériau 1 : alésage et matériau 2 : dent)**

Le nombre de carbures est 38% plus important dans l'alésage que dans la dent et en moyenne leur superficie est 3% plus faible. Ici il est impossible d'étudier la distribution à proprement parler car la statistique n'est pas suffisante. Il est toutefois, intéressant de constater que la taille maximale de

carbures présents dans les deux zones du disque est cependant comparable et fait environ 20  $\mu\text{m}$  de diamètre.

Il est connu que les particules qui limitent la durée de vie des matériaux sont les particules de tailles les plus importantes [Suresh, 1998]. Aussi pour améliorer la statistique portant sur la taille des carbures, une étude indirecte en 3D va être réalisée à partir de l'étude de l'endommagement des matériaux.

Etant donné qu'il n'y a pas de différence majeure entre la dent et l'alésage, cette étude sur matériau endommagé va être effectuée seulement sur la dent. Un échantillon prélevé dans la partie strictionnée d'une éprouvette rompue en traction a été scanné en laminographie ce qui va permettre d'estimer la taille maximale des particules rompues. En effet, les images obtenues mettent en évidence des fissures orientées perpendiculairement à l'axe de chargement dans les particules, aussi bien nitrures que carbures (Figure 4-20). Ainsi, en étudiant les dimensions de ces fissures dans le plan perpendiculaire à la direction de sollicitation, on peut supposer que cela revient à étudier les dimensions de toutes les particules rompues dans ce plan. Les carbures rompues peuvent être identifiés par le fait que les particules ne sont pas visibles autour de l'endommagement.

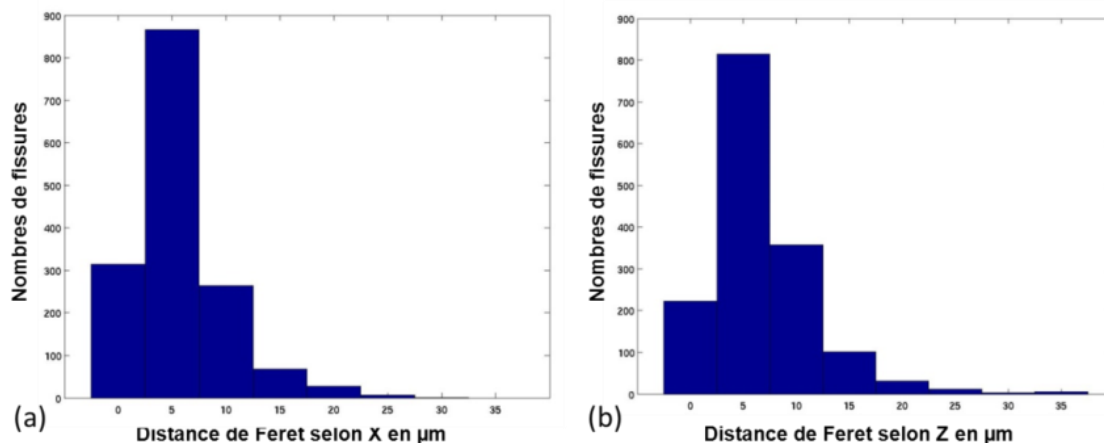


**Figure 4-20 : Zone strictionnée d'une éprouvette rompue par traction. (a) Coupe 2D du volume scanné par laminographie, (b) segmentation de l'endommagement sur de cette coupe**

Le programme d'analyse d'image 3D (ANNEXE 9.4.5.2) appliqué à ce volume ne permet pas de seuiller correctement les fissures et les particules de façon indépendante comme on peut le voir sur la Figure 4-20.b. En effet les niveaux de gris entre ces deux entités sont parfois identiques. Les paramètres ont été choisis pour seuiller toutes les fissures au risque d'avoir quelques résidus de particules. Les fissures sur particules étant traversantes cela n'a pas d'impact sur les dimensions mesurées.

Les résultats de l'analyse des distances de Feret dans les deux directions du plan perpendiculaire à la direction de projection permettent donc d'estimer indirectement les dimensions des particules (nitrures et carbures) dans ces directions. Ici, nous comptons le nombre de fissures, donc ce nombre n'est pas représentatif du nombre de particules, car il y a parfois plusieurs fissures par particules (voir le nitre de la Figure 4-20.a.). Mais cette étude permet d'avoir une plus grande statistique sur la taille maximale de particules rencontrées. Les résultats présentés sur la Figure 4-21 montrent que la taille maximale de fissure et donc de particules associées présentes dans ce matériau, est de 30  $\mu\text{m}$  ce qui

correspond à peu près aux dimensions trouvées pour les plus grands nitrures pour le matériau vierge (Figure 4-19). Il semble donc que les tailles de carbures n'excèdent pas celles des nitrures.



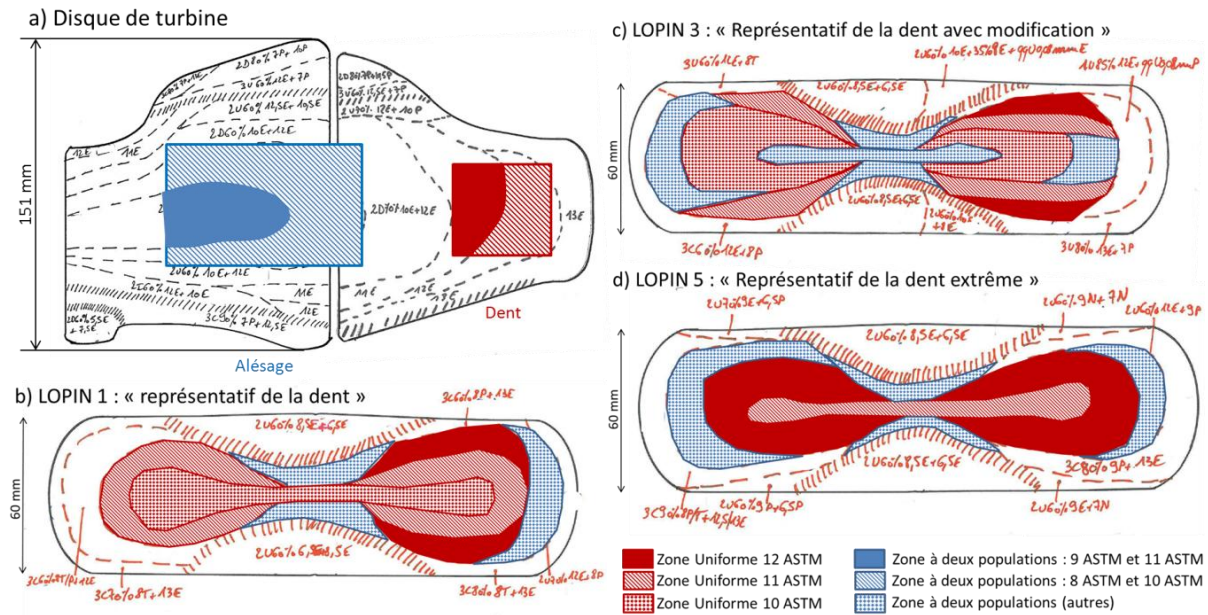
**Figure 4-21 : Distance de Feret des fissures présentes dans le matériau après traction (a) selon x et (b) selon z. Ces distances représentent aussi les dimensions des particules dans le plan perpendiculaire à la direction de sollicitation, suivant l'axe y (Zone strictionnée d'une éprouvette tractionnée provenant de la dent. Volume de 700 x 700 x 544 µm<sup>3</sup>)**

En conclusion de cette partie concernant l'étude de la distribution de taille des particules dans les deux matériaux, il apparaît qu'il n'y a pas de différence significative entre la dent et l'alésage en termes de distribution de taille et de plus grandes particules présentes. Ces particules (nitrures et carbures) n'excèdent pas 30 µm de longueur maximale.

Forge2<sup>®</sup> ne donne aucune indication sur la répartition des particules dans le matériau après le forgeage. Cependant différentes études internes à Snecma [Ocre, 2008] ont montré qu'il n'y avait pas de différences significatives de la distribution des particules en fonction de la zone du disque après forgeage.

#### 4.4. ANALYSES MICROSTRUCTURALES DES LOPINS FORGÉS

Comme pour le brut de forge du disque de turbine (partie 4.1.1), les lopins forgés ont d'abord été caractérisés par Snecma. Ces études en microscopie optique sont réalisées dans les conditions décrites en Annexe 9.4.1.1. Les cartographies obtenues sont regroupées sur la Figure 4-22.



**Figure 4-22 : Cartographies de la taille de grain en ASTM obtenues sur (a) une tranche du disque forgé, (b) un lopin 1 forgé pour représenter la dent, (c) un lopin 3 forgé pour représenter la dent modifiée et (d) un lopin 5 forgé pour représenter la dent « extrême » dans les conditions décrites dans les parties 3.2. et 3.3 [fournies par Snecma]**

La première observation concernant les microstructures des lopins est qu'elles ne sont pas homogènes. Ces gradients élevés de taille de grains permettent toutefois de reproduire la microstructure du disque souhaitée vis à vis des conditions de forgeage retenues (c'est-à-dire celle de la dent, en rouge) mais aussi d'avoir des zones qui présentent une microstructure plus proche de celle de l'autre zone du disque (l'alésage en bleu). De plus, contrairement à ce qui est prédit par la simulation Forge, les gradients de microstructures ne sont pas forcément symétriques par rapport à l'axe du lopin. La position du lopin au centre de la presse ainsi que les conditions aux limites thermiques doivent jouer un rôle suffisant pour impacter l'évolution de la microstructure.

Le dimensionnement des éprouvettes permet d'obtenir des éprouvettes présentant des microstructures homogènes étant donné les dimensions de la partie utile. Toutefois, des analyses locales de microstructures seront effectuées par EBSD sur chaque éprouvette testée en fatigue.

#### 4.5. CONCLUSIONS

Concernant les deux zones du disque (dent et alésage) :

- La distribution de taille de particules (carbures et nitrures) est identique entre les deux zones. Ces particules sont alignées selon le sens de fibrage de la pièce.
- Les nitrures sont plus grands que les carbures, et la taille maximale observée se situe autour de 25  $\mu\text{m}$ .
- La probabilité de présence de ces particules est importante en tout point de l'éprouvette.
- Une différence de fraction de phase  $\delta$  est observée entre les deux zones, ce résultat est cohérent avec la simulation.
- De même, en accord avec les données de la simulation, une différence de distribution de taille de grains est observée (et directement liée à la phase  $\delta$ ). La taille de grains de la dent est plus fine que celle de l'alésage qui présente également une dispersion plus importante.
- Une fraction de joint  $\Sigma 3$  identique (autour de 20 %) est mesurée dans les deux matériaux.
- Enfin aucune différence significative de la distribution ou de la taille des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  entre l'alésage et la dent n'est observée.

Concernant les lopins :

- Il apparait un gradient de microstructure élevé dans chacun des lopins
- Les zones homogènes sont de taille réduite, ce qui impose une géométrie d'éprouvette avec une partie utile suffisamment petite pour être homogène.
- Chaque éprouvette provenant des lopins est à considérer comme un matériau en soi, et des analyses de distribution de taille de grains par EBSD seront réalisées post-mortem au plus près de la zone de rupture pour caractériser chaque matériau. Cela permettra de relier avec plus de précision la durée de vie et le mécanisme d'endommagement à la microstructure.





## 5. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES EN FATIGUE

L'objectif de ce chapitre est de tester les différents matériaux forgés (provenant du disque et des lopins expérimentaux) et de comparer leurs comportements, durées de vie en fatigue, ainsi que leurs mécanismes de rupture. Nous confronterons notre analyse à la base de données Snecma qui balaise, pour les mêmes conditions mais construite sur un plus grand nombre d'essais, un large spectre de durées de vie avec différents mécanismes d'endommagement répertoriés. Notre ambition sera ensuite d'établir le lien entre ces comportements et les mécanismes d'endommagement observés et enfin de corréler ces propriétés avec les caractéristiques microstructurales établies dans le chapitre précédent.

### 5.1. DURÉE DE VIE DES MATÉRIAUX ISSUS DU DISQUE

Les essais de fatigue sont réalisés en deux campagnes :

- Une première est réalisée au Centre des Matériaux (CdM), le descriptif du montage et de la procédure est détaillé en annexe 9.5.2.
- Une seconde, pour augmenter la statistique (doublement des essais), est réalisée par un sous-traitant de Snecma (METCUT). La procédure du déroulement des essais est identique à celle des essais réalisés au CdM afin de ne pas introduire de biais dans la comparaison des résultats. Cependant la géométrie des éprouvettes varie légèrement en raison des montages utilisés (Annexe 9.5.2 : Figure 9-24 et Figure 9-26).

Dans le chapitre 3, les pièces étudiées (disques et lopins forgés) ont montré une grande hétérogénéité microstructurale.

Les éprouvettes de fatigue ont donc été dimensionnées de façon à présenter une section utile réduite afin d'assurer l'homogénéité de la microstructure au sein de ces dernières. Le plan de prélèvement avec les notations utilisées dans le disque est présenté sur la Figure 5-1 et celui des lopins sur la Figure 5-2. La position des échantillons prélevés dans les disques et lopins est référencée.

Les essais vont être réalisés à 450°C, température représentative de la température de service des disques de turbines HP, avec un asservissement en déformation totale imposée avec  $\Delta\varepsilon = 0,67\%$  et  $R\varepsilon = 0$ , à une fréquence de 1 Hz.

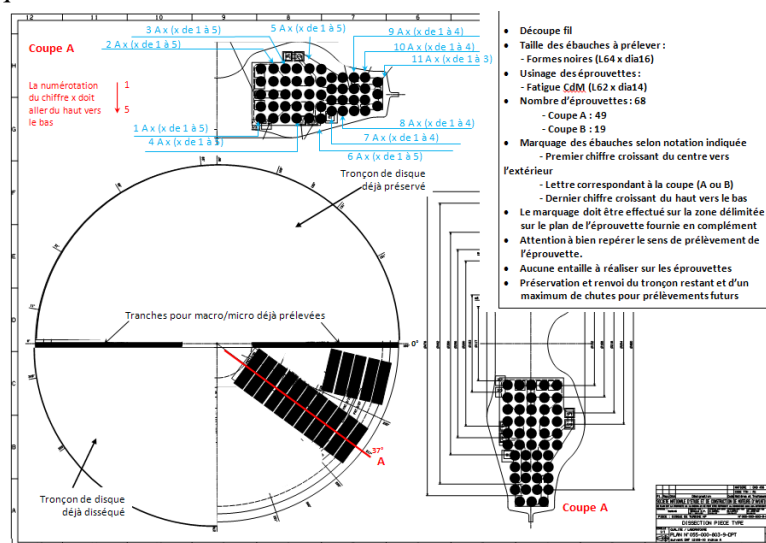


Figure 5-1 : plan de prélèvement des éprouvettes de fatigue dans le brut de forge du disque de turbine HP

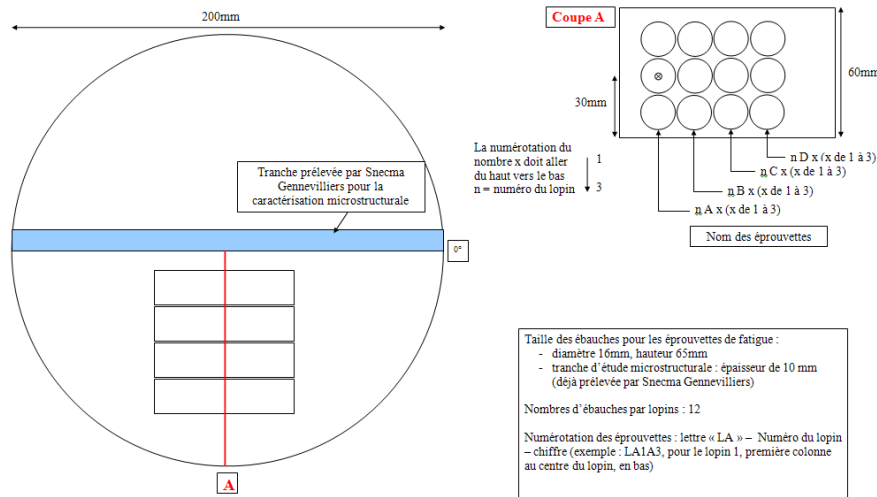


Figure 5-2 : Plan de prélèvement des éprouvettes de fatigue dans les lopins forgés

### 5.1.1. COMPARAISON ENTRE LES DEUX ZONES DU DISQUE : LA DENT ET L'ALÉSAGE

Tout d'abord, avant de s'intéresser à leur comportement en fatigue, une rapide caractérisation des propriétés mécaniques en traction des deux matériaux du disque a été effectuée. Les conditions d'essais sont présentées dans l'ANNEXE 9.5.1 et les courbes de contrainte/déformation associées à ces essais sont présentées sur la Figure 5-3. La limite d'élasticité du matériau ( $R_{p0,2\%}$ ) à température ambiante varie en fonction de la zone de prélèvement ; elle est de 1170 MPa pour l'alésage et de 1250 MPa pour la dent, soit une différence d'environ 7%. Cette différence peut s'expliquer par l'impact, via la loi Hall-Petch (équation (1)), de la taille de grains sur cette caractéristique mécanique. Cette différence pourrait impacter le comportement en fatigue car, pour un niveau de déformation donné, la dent plastifiera moins que l'alésage. Notons de plus, que l'écrouissage semble lui aussi être d'autant plus fort que la taille de grains est faible. Des études [Casanova, 2010] montrent que cette différence observée à température ambiante devient négligeable à 450°C (Figure 5-4), ces résultats sont confirmés par les courbes obtenues dans les conditions de nos essais de fatigue sur la Figure 5-5. Cependant dans les conditions des essais de fatigue, il apparaît une légère dispersion des résultats et donc une différence d'environ 5 % en moyenne entre les deux matériaux est constatée.

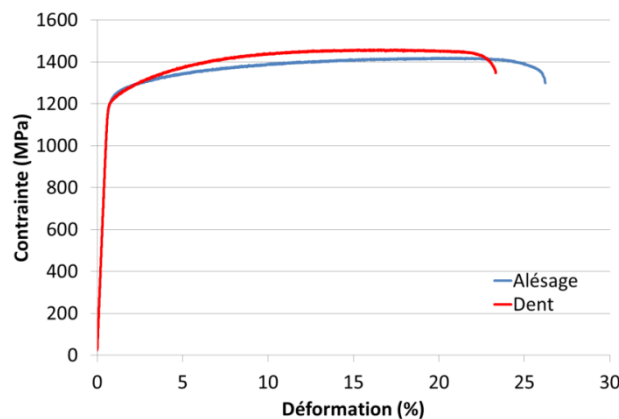
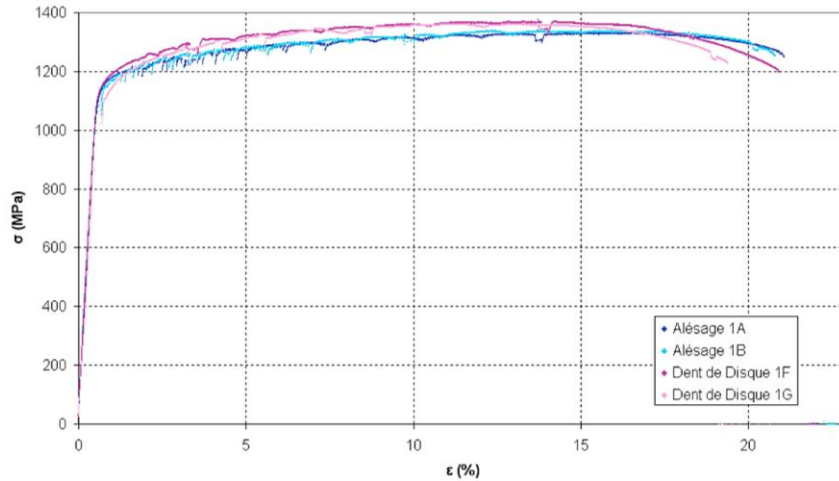
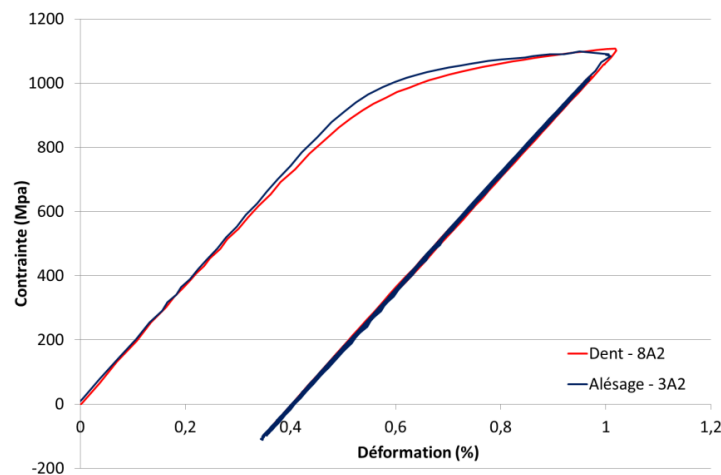


Figure 5-3 : Courbes de contrainte ( $F/A_0$ ) /déformation ( $\Delta L/L_0$ ) en traction à 25°C pour les matériaux alésage et dent de cette étude



**Figure 5-4 : Courbes de traction à 450°C pour les matériaux provenant de la dent et de l'alésage d'un disque de turbine TP400 (autre moteur de Snecma forgé en Inconel 718 DA, comparable au disque de cette étude), réalisée avec une vitesse de déformation de l'ordre de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [Casanova, 2010]**



**Figure 5-5 : Courbes de contrainte ( $F/A_0$ ) /déformation ( $\Delta L/L_0$ ) en fatigue à 450°C pour les matériaux alésage et dent de cette étude**

Les propriétés en fatigue de ces deux matériaux vont être comparées en corrélant ces dernières aux microstructures. Les résultats des essais de fatigue à 450°C sur les éprouvettes prélevées dans l'alésage et la dent sont présentés sur la Figure 5-6. Les essais de cette étude sont réalisés en contrôle de déformation totale imposée à  $\Delta\varepsilon = 0,67\%$ , et  $R\varepsilon = 0$ , à une fréquence de 1 Hz. Ils sont inclus dans la base de données Snecma concernant le 718DA des disques de turbines et obtenue à 450°C. Il apparaît que nos résultats sont conformes à ce qui est attendu pour ce niveau de chargement. La pseudo-contrainte, variable utilisé par Snecma pour tracer ce graphique est définie par:

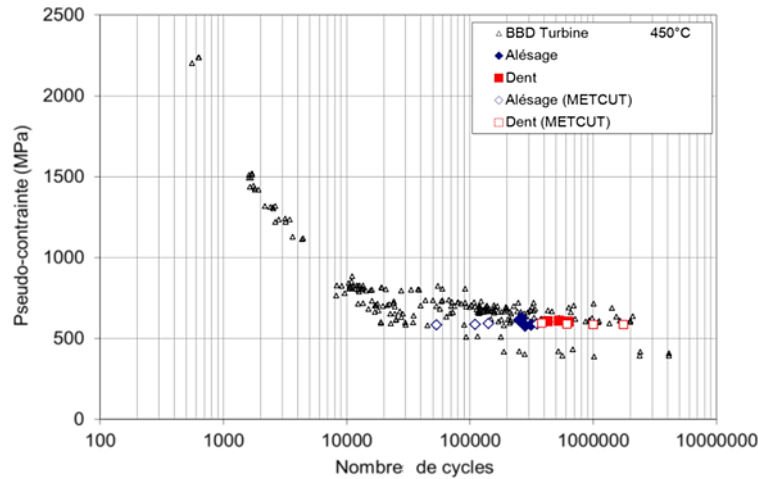
$$Pseudo \sigma = \frac{E * \Delta\varepsilon_T}{2} \quad (3)$$

Avec la pseudo-contrainte et le module de Young, E, qui s'expriment en MPa, et l'amplitude de déformation totale,  $\Delta\varepsilon_T$ , qui est sans unité. Cette valeur ne sera utilisée que pour permettre la comparaison avec la base de données de Snecma. Pour étudier le comportement, la contrainte moyenne (ou alternée) à mi-durée de vie sera utilisée :

$$\Delta\sigma_{mi\ adv} = \frac{\sigma_{max} - \sigma_{min}}{2}$$

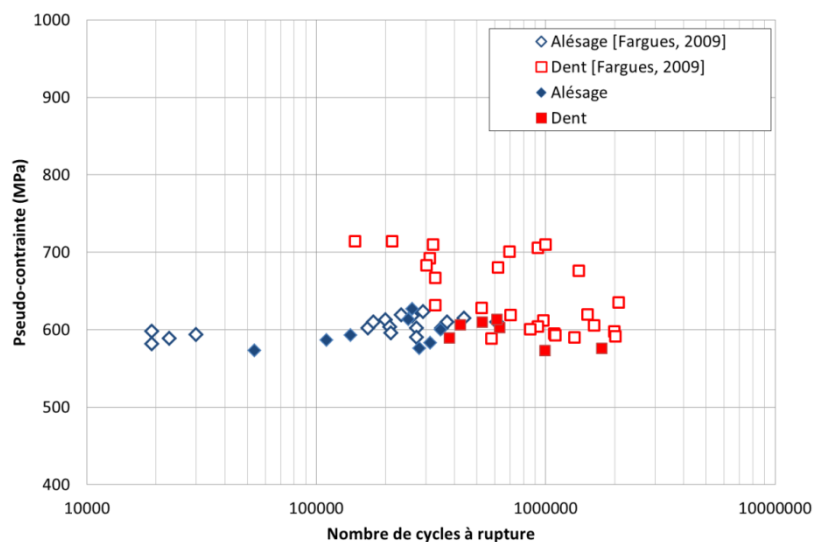
Avec  $\sigma_{max}$  et  $\sigma_{min}$  relevées quand le régime est stabilisé.

Dans les conditions d'essais de cette étude il apparaît un niveau de dispersion des durées de vie important, entre 20 000 et 2 000 000 de cycles pour une pseudo-contrainte d'environ 600 MPa (Figure 5-6). Les essais réalisés par le sous-traitant (société METCUT) sont cohérents avec ceux réalisés au laboratoire ; le fait de multiplier les essais permet, en augmentant la statistique, d'élargir le spectre des durées de vie.



**Figure 5-6 : Comparaison des points obtenus dans notre étude (points rouges et bleus) avec la base de données Snecma établie pour le 718DA à 450°C**

Dans le cas de cette étude qui, contrairement à la base de données Snecma de la figure 5-4 étudiée et différencie spécifiquement ces deux zones de prélèvement, il apparaît que, la dent, matériau avec une taille de grains plus fine, présente des durées de vie en moyenne deux fois plus élevées que l'alésage. Des données de la littérature, présentées sur la Figure 5-7, obtenues dans les mêmes conditions permettent de valider l'existence de deux domaines de durée de vie en fonction de la zone de prélèvement.



**Figure 5-7 : Répartition de la durée de vie en fatigue à 450°C, comparaison du comportement des deux microstructures (dent et alésage) avec les résultats issus de la littérature**

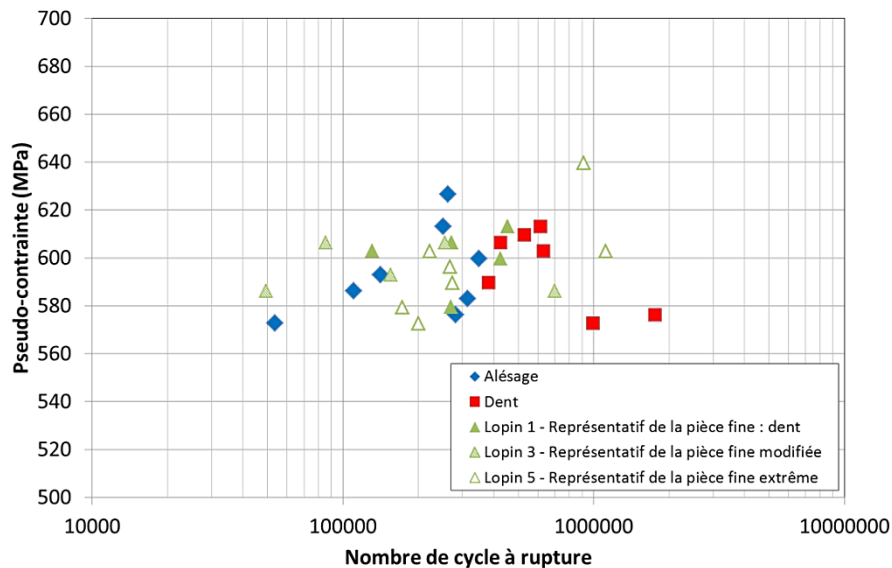
Cependant dans le cas de l'étude de Fargues, l'alésage présente des points anormalement bas en termes de durée de vie (environ 20 000 cycles). Ces points représentent un fort intérêt industriel car ils limitent le dimensionnement des pièces, du fait du coefficient d'abattement qui y est associé.

Toutefois il est bien établi [Suresh, 1998, Bathias and Pineau, 2009] qu'à faible niveau de contrainte et grande durée de vie, il existe une dispersion intrinsèque des résultats obtenus sur la courbe de Wöhler (pied de courbe). Ces dispersions peuvent être perçues comme étant liées à la variabilité locale de la microstructure du matériau, de l'état de surface, d'une singularité de chargement, des contraintes résiduelles ... C'est pourquoi, il convient d'avoir toujours à l'esprit une analyse statistique, dès que l'on s'intéresse aux propriétés en fatigue des matériaux. Dans les conditions d'utilisation de la pièce de notre étude, nous souhaitons cependant mieux comprendre l'origine de ces phénomènes dispersifs, tout du moins ceux associés à la microstructure, afin d'en limiter l'impact et optimiser ainsi le dimensionnement des pièces. Cet effet potentiel de la microstructure devrait pouvoir être exacerbé à l'aide des essais mécaniques réalisés sur les différents lopins forgés.

### 5.1.2. DURÉE DE VIE DES LOPINS EXPÉRIMENTAUX

Seules trois des six gammes de forgeage définies dans la partie 3.3.1 ont pu être testées en fatigue, en effet tous les forgeages n'ont pu être réalisés dans le cadre de cette étude. Comme vu au chapitre 3.3, ces lopins présentent pour l'un la gamme de forgeage représentative de la dent du disque, pour les deux autres des gammes dites fine modifiée et fine extrême.

Les éprouvettes prélevées dans les lopins expérimentaux ont subi des essais de fatigue à 450°C dans les mêmes conditions que les échantillons provenant du disque, c'est-à-dire en contrôle de déformation totale à  $\Delta\varepsilon = 0,67\%$ ,  $R_\varepsilon = 0$  et une fréquence de 1 Hz. Le positionnement de ces résultats dans le graphique Pseudo-contrainte/ Nombre de cycles à rupture est illustré sur la Figure 5-8.



**Figure 5-8 : Durée de vie en fatigue à 450°C de tous les matériaux testés lors de cette étude : les parties dent et alésage du disque de turbine et les lopins expérimentaux**

Nous constatons que la dispersion des résultats ne permet pas de dégager des tendances sur la durée de vie en fonction des matériaux. Les lopins ne semblent donc pas se comporter comme attendu à partir des gammes de forgeage préalablement définies, à savoir une mise en évidence d'un effet au premier ordre du cycle thermique vu lors du forgeage. En effet, ces lopins étaient censés reproduire au minimum une durée de vie similaire à celle de la dent du disque, c'est-à-dire présenter des valeurs

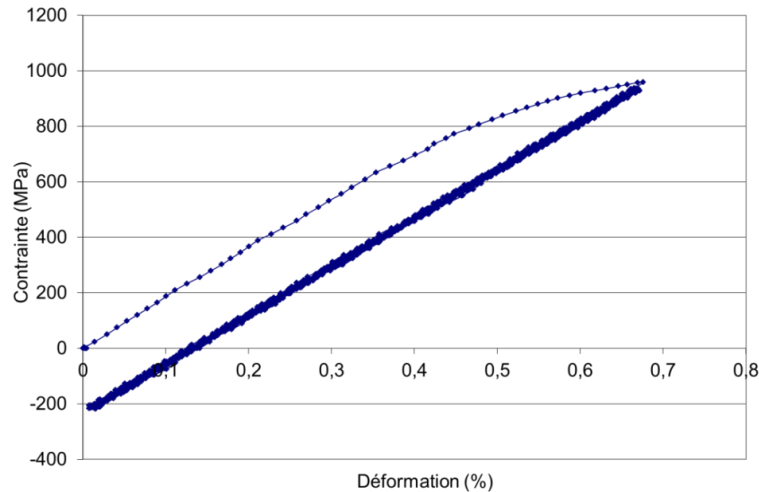
plutôt élevées (supérieures à 400 000 cycles), mais la dispersion des résultats s'avère trop importante pour pouvoir tirer une telle conclusion. Certaines éprouvettes se comportent comme la dent en termes de durée de vie et d'autres comme l'alésage. Étant donné l'hétérogénéité de microstructure dans les lopins, chaque éprouvette va être considérée comme un matériau à part entière et caractérisée en termes de distribution de taille de grains par EBSD (procédure décrite en annexe 9.4.1.2).

Pour la suite de l'étude nous allons faire, dans un premier temps, abstraction de l'origine des éprouvettes, afin de tenter d'identifier, sans a priori, le paramètre d'ordre un qui régit le comportement en fatigue observé (durée de vie).

Nous commencerons par étudier le comportement en fatigue à travers l'étude de l'effet des différents paramètres que sont la contrainte maximale atteinte au premier cycle, la contrainte moyenne à mi-durée de vie, le taux de déformation plastique.... Puis, l'observation des faciès de rupture et la caractérisation des sites d'amorçage seront effectuées afin d'appréhender les éléments microstructuraux qui pourraient être à l'origine de la dispersion observée expérimentalement. Cette étude va principalement se focaliser sur l'amorçage, car ce mécanisme est supposé représenter 90% de la durée de vie en fatigue (partie 2.7.2.2).

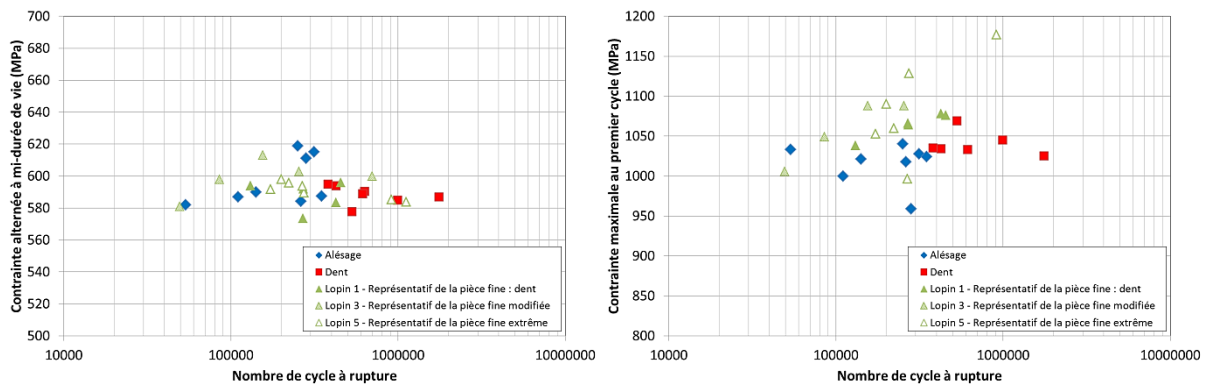
### 5.1.3. EFFET DE LA RÉPONSE MÉCANIQUE SUR LA DURÉE DE VIE

Toute chose étant égale par ailleurs (conditions de prélèvement, état de surface, ...), les différences de durée de vie peuvent être reliées aux différences de comportement des matériaux observées lors des cycles de chargement mécanique. Les réponses des différents matériaux vont donc être comparées afin de déterminer si, pour le niveau de déformation totale imposée, ces dernières sont identiques en termes de contrainte maximale, contrainte moyenne et plasticité macroscopique. Le choix des conditions d'essais, (0,67% de déformation totale imposée avec un  $R_\epsilon = 0$ ) conduit à l'obtention d'une forme de réponse mécanique comme celle illustrée sur la figure 5-8, à savoir un premier cycle élasto-viscoplastique suivi d'une accommodation élastique, au sens de Chaboche et Lemaitre [Chaboche and Lemaitre, 2008]. Cette forme de réponse est obtenue quelle que soit la provenance des échantillons (dent ou alésage) et peut être caractérisée par la contrainte maximale atteinte au premier cycle, la contrainte moyenne quand le comportement se stabilise (ici c'est la contrainte alternée à mi-durée de vie) et les niveaux de déformation plastique macroscopique. Ces différentes variables caractérisent chaque éprouvette et pourraient expliquer la dispersion des durées de vie.



**Figure 5-9 : Réponse contrainte/déformation représentative du 718 DA dans les conditions d'essais de l'étude (déformation totale imposée  $\Delta\epsilon = 0,67\%$ ,  $R\epsilon = 0$ ,  $f = 1\text{Hz}$ , à  $450^\circ\text{C}$ ) – Ici c'est la courbe d'une éprouvette provenant de la dent référencée 2A2**

Tout d'abord, les valeurs de contrainte moyenne atteintes à mi-durée de vie sont assez homogènes, avec une dispersion de l'ordre de 6%, sans, de plus, mettre en évidence une corrélation entre cette dernière et les durées de vie observées (Figure 5-10.a).



**Figure 5-10 : Représentation de la durée de vie en fonction (a) de la contrainte alternée à mi-durée de vie et (b) de la contrainte maximale au premier cycle lors des essais de fatigue à 0,67% de déformation,  $R_\epsilon=0$ , 1Hz et  $450^\circ\text{C}$  pour les différents matériaux testés (dent, alésage et lopins )**

Les variations de contrainte maximale atteinte au premier cycle et de plasticité macroscopique sont directement liées. En effet, étant donné que les modules de Young sont identiques pour toutes les éprouvettes et qu'il n'y a plasticité qu'au premier cycle, le niveau de déformation plastique est inversement proportionnel à la contrainte maximale atteinte au premier cycle.

Du fait que les limites d'élasticité sont différentes entre les échantillons, la partition de la déformation totale imposée entre contribution élastique et plastique évolue entre éprouvettes. Une valeur plus élevée de la déformation plastique au premier cycle, qui se traduit, au niveau microstructural, par l'activation plus importante des mécanismes de plasticité, peut conduire à un abaissement de la durée de vie. Ce comportement a déjà été proposé par F. Alexandre [Alexandre et al., 2004], mais le niveau de contrainte subi par le matériau, dans son cas, était plus élevé et la déformation plastique était donc plus importante. Ici, aucune corrélation n'a pu être mise en évidence entre la contrainte maximale au premier cycle, et donc la déformation plastique subie par le matériau

au premier cycle, et la durée de vie, cf Figure 5-10.b. Cela signifie que la plasticité macroscopique n'est pas un paramètre d'ordre un sur la durée de vie.

Le comportement macroscopique des matériaux testés étudiés à travers le prisme de différentes variables (contrainte maximale, pseudo-contrainte à mi-durée de vie, déformation plastique) ne permet donc pas de faire un lien direct avec la durée de vie étant donné qu'aucune relation simple ne peut être établie entre les variables étudiées et la durée de vie. C'est pourquoi, nous allons nous intéresser aux mécanismes d'amorçage de la rupture (localisation sur le faciès, mécanismes de fissuration, relation avec les entités microstructurales, etc...) afin de tenter de comprendre et justifier cette dispersion.

## 5.2. ÉTUDE DES FACIÈS DE RUPTURE DES DIFFÉRENTS ÉCHANTILLONS TESTÉS

Dans cette partie, il s'agit d'étudier les sites d'amorçage par fractographie et de faire le lien avec le comportement en fatigue. Les différents scénarios d'amorçage de fissures observées sur les éprouvettes testées vont être recensés et corrélés à la durée de vie. Enfin dans le chapitre suivant ces mécanismes seront étudiés et discutés en détail et comparés à ceux recensés dans la littérature.

Le nombre total d'éprouvettes testées et analysées en fractographie étant d'une trentaine environ, il est possible de tenter d'établir, d'un point de vue statistique, des corrélations entre les mécanismes et les durées de vie. Toutes les éprouvettes testées lors de cette étude peuvent être classées en deux catégories, car deux mécanismes d'amorçage ont été observés.

Ces deux mécanismes vont être décrits dans la suite du texte, les paramètres associés issus de l'étude fractographique (taille de la particule ou du grain sur lequel l'amorçage se produit, distance de la zone d'amorçage à la surface libre...) vont être quantifiés et leur relation avec la microstructure et le comportement en fatigue des différents échantillons va être établie.

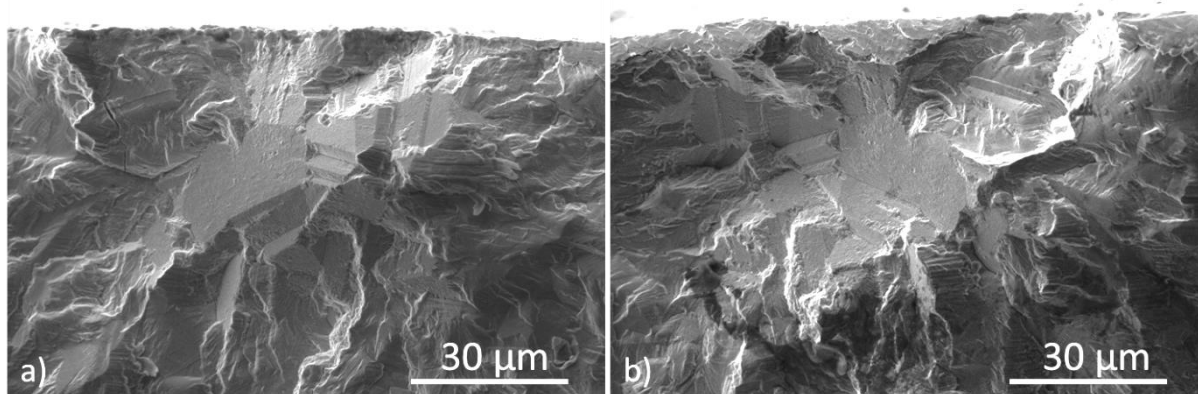
Tous les paramètres microstructuraux étudiés ici ont été évalués à partir des faciès de rupture des éprouvettes au moyen d'une étude fractographique réalisée au MEB. Les éprouvettes sont répertoriées en ANNEXE 9.5.3.

### 5.2.1. AMORÇAGE CRISTALLOGRAPHIQUE SUR LES PLUS GROS GRAINS

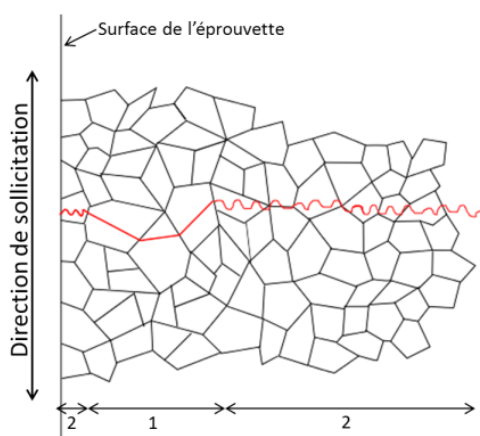
Les échantillons prélevés dans la zone de l'alésage présentent un amorçage de fissure de fatigue sur grains comme l'atteste la Figure 5-11. Les deux parties de l'éprouvette rompue (A et B) sont superposables, ce qui signifie que l'amorçage est cristallographique, c'est-à-dire intragranulaire. Ce mécanisme a aussi été observé pour les éprouvettes provenant des lopins présentant des durées vie similaires à celle de l'alésage. Notons que tous ces échantillons présentaient des microstructures similaires, c'est-à-dire avec une taille de grains moyenne élevées ( $\Phi > 8\mu\text{m}$ ) (partie 4). Toutes les fractographies des éprouvettes concernées sont regroupées dans les ANNEXES 9.5.4.2 et 9.5.4.3.

Contrairement au mécanisme typique de l'amorçage en stade I, à savoir un amorçage en surface libre se produisant sur les bandes de glissement persistantes (PSB) comme décrit dans la partie 2.7.3.1. Ici, l'amorçage sur grains est sub-surfacique. En effet le centre de la zone d'amorçage se situe toujours à environ 50  $\mu\text{m}$  de la surface libre (soit à environ 4-5 grains) et aucune facette cristallographique débouchant à la surface n'est observée. Il ne s'agit donc pas d'un mécanisme d'extrusion/intrusion apparaissant à la surface libre comme répertorié dans la littérature [Bathias and Pineau, 2009].

Notons que la taille de la zone d'amorçage est évaluée à 70  $\mu\text{m}$  (Figure 5-11), ce qui représente tout de même plusieurs fois la taille de grains même si cet amorçage semble se produire sur les plus gros grains présents dans le matériau. En effet, les facettes cristallographiques observées correspondent à des grains d'environ 25  $\mu\text{m}$  de diamètre. Ce type d'amorçage cristallographique en subsurface a d'ailleurs déjà pu être observé, notamment par [Kobayashi et al., 2005, Kobayashi et al., 2008] pour des alliages en Inconel 718 présentant des microstructures avec différentes tailles de grains (Figure 2-40). A ce stade, ce mécanisme peut être schématisé par la Figure 5-12. Une étude plus complète de ce dernier sera présentée dans le chapitre suivant.



**Figure 5-11 : Observation du site d'amorçage de la fissure de fatigue pour une éprouvette prélevée dans l'alésage (a) Image MEB en électrons secondaires de la face 1 et (b) de la face 2. Durée de vie de cette éprouvette : 251975 cycles.**

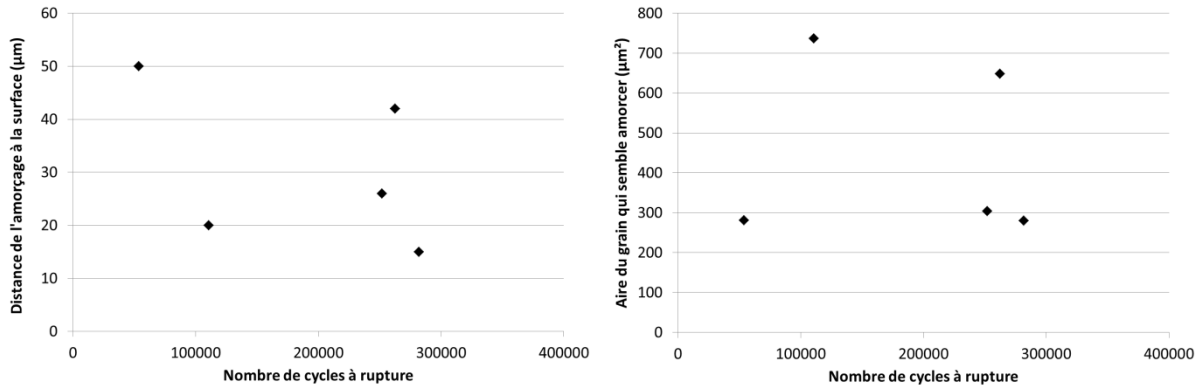


**Figure 5-12 : Représentation schématique du mécanisme d'amorçage cristallographique en subsurface en fatigue: (1) Amorçage cristallographique sur « gros » grains (pseudo-stade I) et (2) propagation en stade II**

Les analyses du faciès de rupture permettent de caractériser :

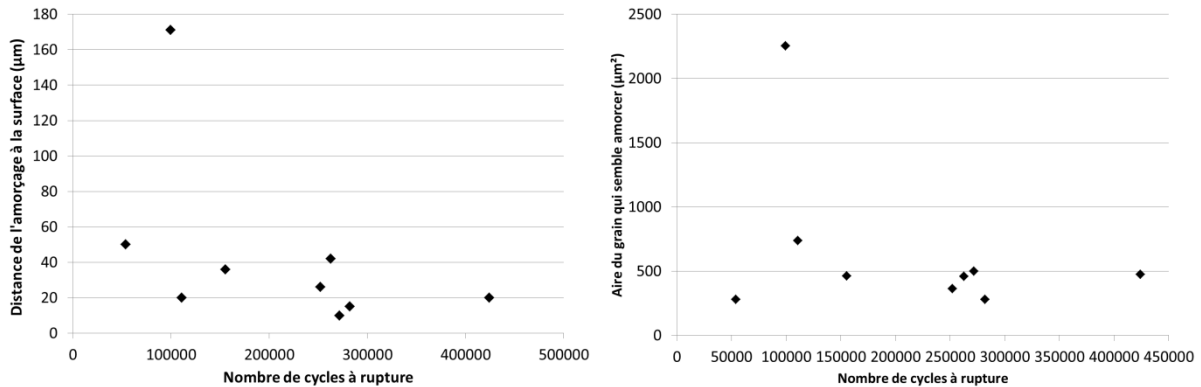
- la taille du grain responsable de l'amorçage
- la distance entre le grain responsable de l'amorçage et la surface libre de l'éprouvette

Aucune relation n'a pu être clairement établie entre la distance du site d'amorçage et la surface libre, ni entre la taille du grain responsable de l'amorçage et la durée de vie (Figure 5-13). Cependant le nombre de points n'est pas suffisant pour pouvoir conclure définitivement. En effet hormis le premier point, il semblerait que plus la distance à la surface libre est grande et plus la durée de vie est élevée, d'autre part plus la taille du grain qui amorce est grande et plus la durée de vie est courte.



**Figure 5-13 : Durée de vie des éprouvettes provenant de la zone d'alésage en fonction (a) de la distance de la zone d'amorçage à la surface libre et (b) de l'aire du grain qui conduit à l'amorçage**

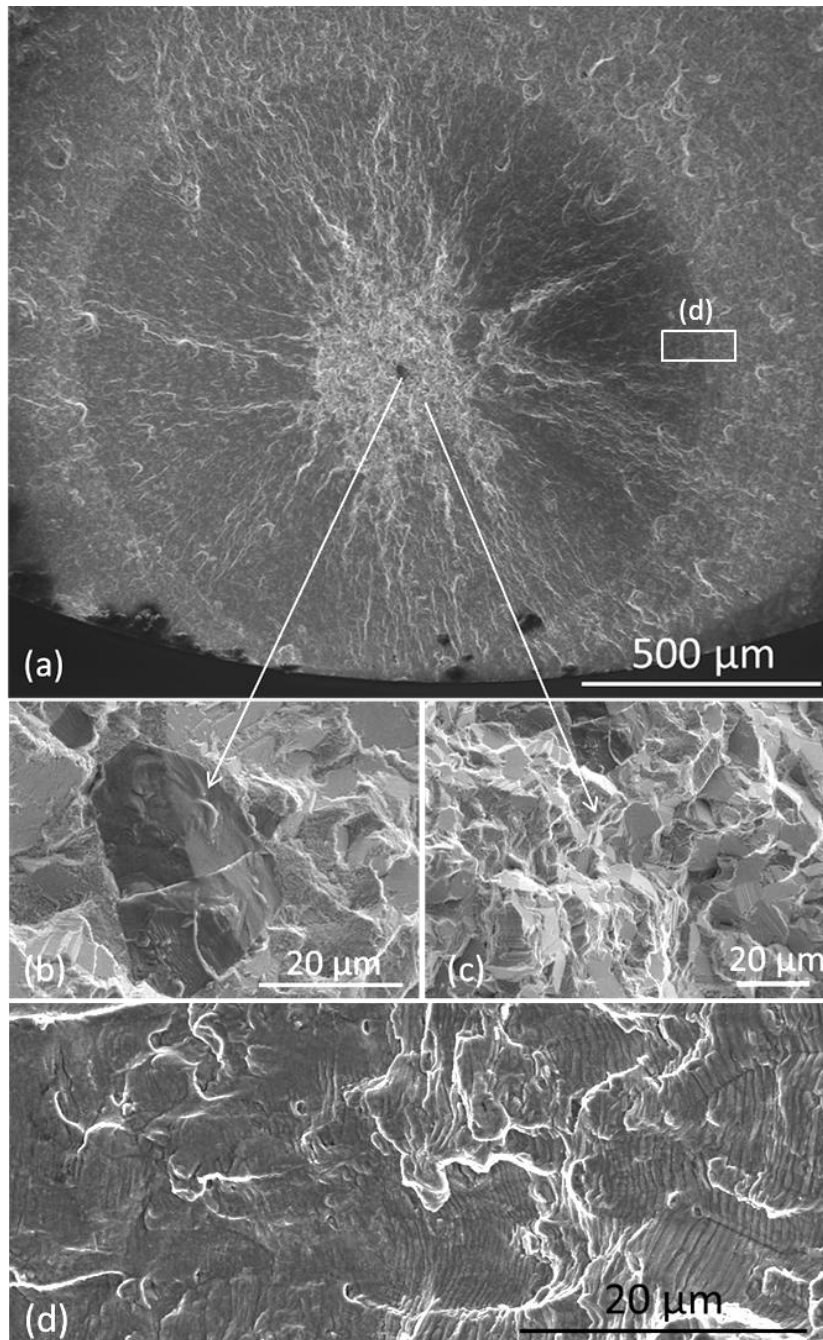
Cette analyse est confortée par les résultats obtenus sur les éprouvettes provenant des lopins expérimentaux et qui présentent le même mécanisme d'amorçage (Figure 5-14).



**Figure 5-14 : Durée de vie des éprouvettes amorçant sur grains sub-surfaciques (provenant de la zone d'alésage et des lopins expérimentaux) en fonction (a) de la distance de la zone d'amorçage à la surface libre et (b) de l'aire du grain qui conduit à l'amorçage**

### 5.2.2. AMORÇAGE SUR PARTICULE INTERNE

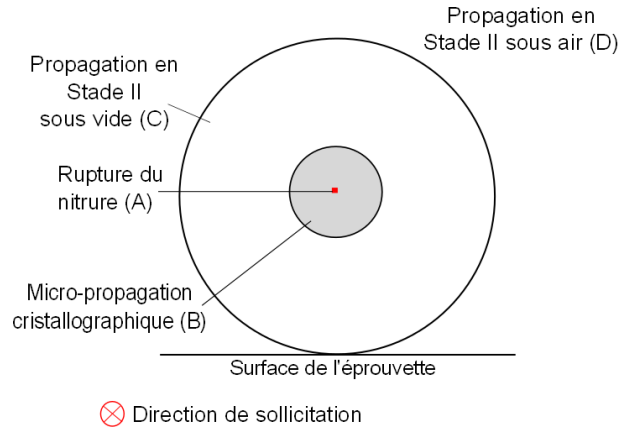
Le second mécanisme, associé à l'amorçage, est observé dans les échantillons présentant des microstructures à petits grains, comme la dent de disque et certaines éprouvettes du lopin 5. Tous les faciès de rupture associés à ce mécanisme sont regroupés en annexe 9.5.4.1. L'amorçage de fissure se produit systématiquement sur les nitrures internes (validé par image en rétrodiffusé) et conduit à la formation d'un « fish-eye » [Murakami, 2002] (Figure 5-15), conséquence de la propagation de la fissure tout d'abord en stade I, avec un caractère cristallographique, puis en stade II sous vide avant de déboucher sur la surface libre et de finir sa propagation en stade II sous air, stade caractérisé par la présence de stries de fatigue plus marquées. Ce mécanisme est abondamment observé et documenté dans d'autres matériaux, tel que les aciers dans le cas de la fatigue à grand nombre de cycles [Shiozawa and Lu, 2002, Sakai et al., 2002].



**Figure 5-15 : Observation en imagerie MEB en électrons secondaires du site d’amorçage et des stades de propagation de la fissure de fatigue. ; (a) image du fish-eye avec (b) un nitrure au centre qui amorce la fissure, (c) une zone de micropropagation cristallographique et (d) zone de transition entre la propagation en stade II sous vide et stade II sous air. Les stries sont plus marquées dans la zone de propagation sous air (à droite de l’image (d) )**

La schématisation de ce mécanisme est représentée sur la Figure 5-16 : chaque étape du mécanisme va être quantifiée en termes de tailles (diamètre de chaque zone) et confrontée à la durée de vie du matériau. Nous nous intéresserons donc à :

- La taille du nitrure responsable de l’amorçage
- La distance du nitrure à la surface libre
- Le diamètre de la zone cristallographique associée à la propagation en stade I
- Et enfin, la taille moyenne des grains dans la zone cristallographique.



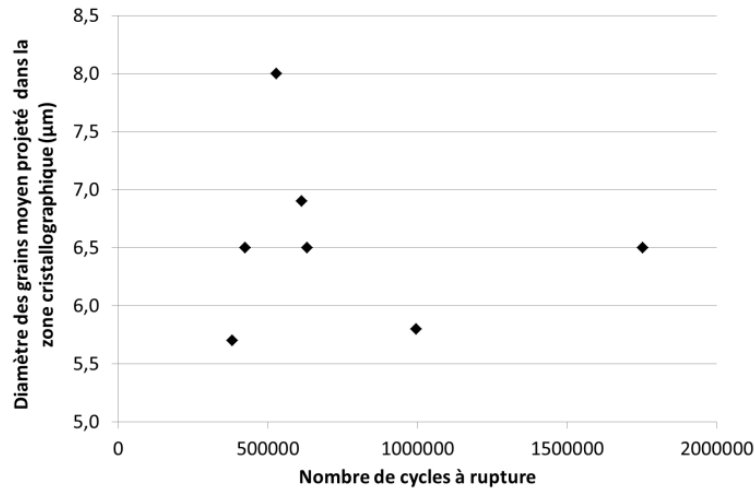
**Figure 5-16 : Représentation schématique du mécanisme d'amorçage sur nitrures internes et propagation en forme de fish-eye**

Nous observons que le nitrure qui conduit à l'amorçage est toujours de grande taille (environ 20  $\mu\text{m}$  de longueur) par rapport à la distribution présente dans le matériau. Aucune corrélation n'apparaît entre la taille de cette particule et la durée de vie de l'échantillon, étant donné que la taille de la particule qui amorce est stable (longueur équivalente moyenne de  $29 \pm 5 \mu\text{m}$ ). Cependant, il est important de noter que la taille de cette particule doit être suffisante (taille minimum critique) pour mener à l'obtention d'un delta K suffisant pour propager la fissure en fatigue. Cette variable se comporte comme une valeur seuil.

Le diamètre de la zone de propagation en stade II sous vide est lié à la distance du nitrure par rapport à la surface libre de l'échantillon. Notons que dans le cas où la particule est proche de la surface, la phase de propagation cristallographique débouche directement sur la surface conduisant à une phase de propagation en stade II sous air.

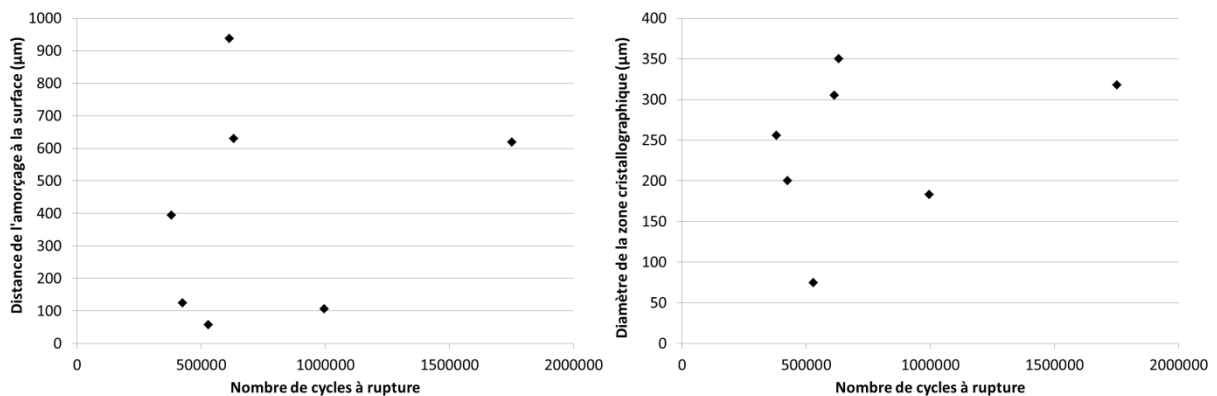
D'autre part, la taille de grains dans la zone de rupture cristallographique ne semble pas agir sur la vitesse de propagation moyenne et donc sur la durée de vie de l'échantillon (Figure 5-17). Cependant ces diamètres moyens sont estimés à partir de l'observation des faciès (regroupés dans l'annexe 9.5.4) de rupture et plusieurs approximations, associées à la projection des grains dans le plan de l'image, sont faites.

En théorie, cette phase de propagation est connue pour être très lente et dépendre de la taille de grains [Petit and Sarrazin-Baudoux, 2010], plus la taille de grains de cette zone augmente et plus la durée de vie de l'éprouvette devrait être courte.

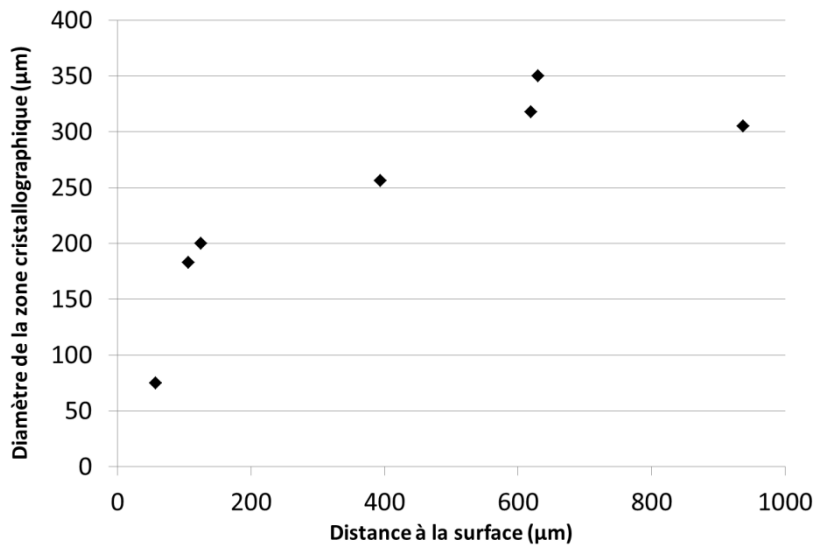


**Figure 5-17 : Relation entre la durée de vie des éprouvettes provenant de la dent et la taille de grains dans la zone de micropropagation cristallographique**

L'exploitation des résultats en fonction de la distance de la zone d'amorçage à la surface (Figure 5-18.a) ou de la taille du diamètre de la zone cristallographique (Figure 5-18.b) ne permettent pas non plus de justifier la durée de vie des matériaux. On peut toutefois remarquer que ces deux paramètres semblent directement liés. En effet, plus la distance de la zone d'amorçage vis-à-vis de la surface libre est importante et plus le diamètre de la zone cristallographique l'est aussi (Figure 5-19) même s'il semble tendre vers un seuil fixé vers 350 µm de diamètre, soit une soixantaine de grains. Cette valeur pourrait correspondre à un seuil à partir duquel la propagation de fissure n'est plus régie par les interactions à courte distance mais par la taille de la zone plastique qui se développe autour de la pointe de fissure, qui devient grande comparativement à la taille de grains.



**Figure 5-18 : Durée de vie des éprouvettes provenant de la dent en fonction (a) de la distance de la zone d'amorçage à la surface et (b) du diamètre de la zone cristallographique**



**Figure 5-19 : Evolution du diamètre de la zone cristallographique en fonction de la distance de la zone d'amorçage par rapport à la surface libre de l'éprouvette pour le matériau provenant de la dent**

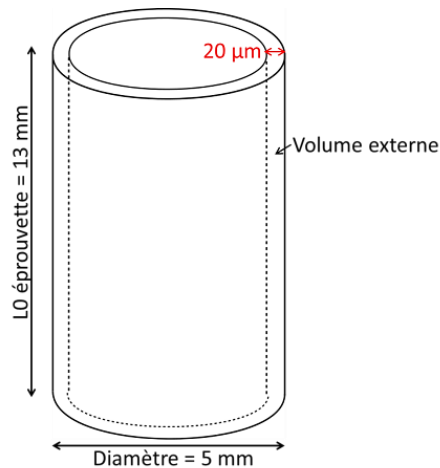
De même que pour l'amorçage sur grain sub-surface, rien à ce stade de l'étude ne permet d'expliquer la dispersion des durées de vie (entre 300 000 et 2 000 000 de cycles) pour ce mécanisme de rupture avec formation d'un fish-eye. Shiozawa dans ses travaux [Shiozawa and Lu, 2002], ne constate pas non plus de corrélation entre les dimensions du fish-eye, ou sa localisation (distance à la surface libre), et le nombre de cycles à rupture.

### 5.3. DISCUSSION SUR L'ABSENCE D'OBSERVATION D'AMORÇAGE SURFACIQUE

En fatigue, l'amorçage le plus fréquent et le plus néfaste se produit en surface, or dans cette étude aucun amorçage surfacique n'a été observé, ni en stade I ni sur particules surfaciques. Il est difficile de comprendre pourquoi ces mécanismes ne sont pas activés lors de ces essais. Aussi cette partie discute de ces différents mécanismes.

#### 5.3.1. AMORÇAGE SUR GRAINS SURFACIQUES

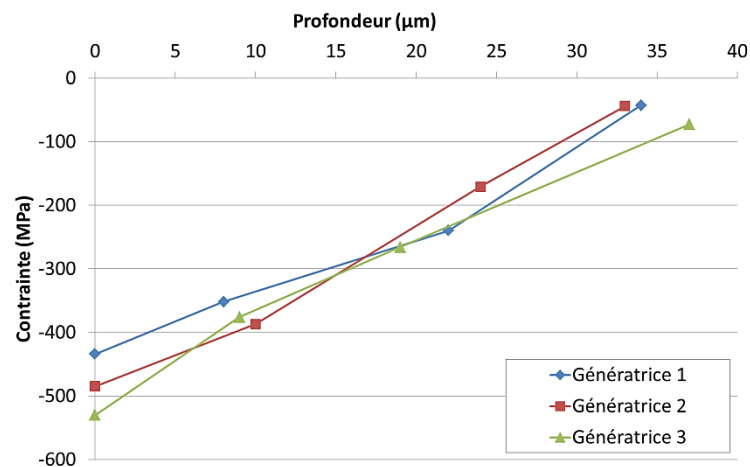
L'amorçage surfacique en stade I classique en fatigue à grand nombre de cycles n'est ici jamais observé, alors que l'étude de la distribution de taille de grains, chapitre 4, montre clairement la présence de grains de taille importante. En utilisant les données EBSD 2D, il est possible d'estimer la probabilité de rencontrer un grain de taille importante (c'est-à-dire présentant un diamètre supérieur ou égal à 20 µm, diamètre critique des sites d'amorçages) à la surface de l'éprouvette dans la zone de l'alésage. Pourquoi se limiter à l'alésage ? Parce qu'aucun grain validant ce critère n'a été observé dans les échantillons provenant de la dent (Figure 4-6).



**Figure 5-20 : Schématisation de la partie utile des éprouvettes de fatigue : définition d'une zone externe**

D'après la distribution de tailles de grains mesurée dans l'alésage (Figure 4-6), seuls 8 % des grains présentent un diamètre supérieur ou égal à 20 µm, ce qui représente dans la section de nos éprouvettes un total d'environ 20 000 grains, dont 200 se trouvent statistiquement, sous l'hypothèse d'une homogénéité de distribution, à une distance inférieure à 20 µm de la surface libre et donc débouchant sur celle-ci. Le même calcul effectué en intégrant sur toute la zone utile de l'éprouvette aboutit à la présence de plus de 200 000 grains, présentant ces caractéristiques. L'amorçage en stade I étant favorisé par la présence de gros grains en surface, on devrait donc s'attendre à avoir ce type d'amorçage dans les échantillons provenant de l'alésage, or ce type d'amorçage n'a jamais été observé dans cette étude.

La présence de contraintes résiduelles de compression en surface, dues par exemple à l'usinage, pourrait expliquer ce résultat expérimental. En effet, l'usinage des éprouvettes peut induire des contraintes résiduelles de compression qui réduisent donc l'effet de la contrainte appliquée. Une analyse des contraintes résiduelles après usinage a donc été effectuée par Snecma sur une éprouvette prise au hasard au sein du lot usiné. L'analyse est réalisée par diffraction X en surface et en sous-couches à environ 10, 20 et 30 µm de profondeur.



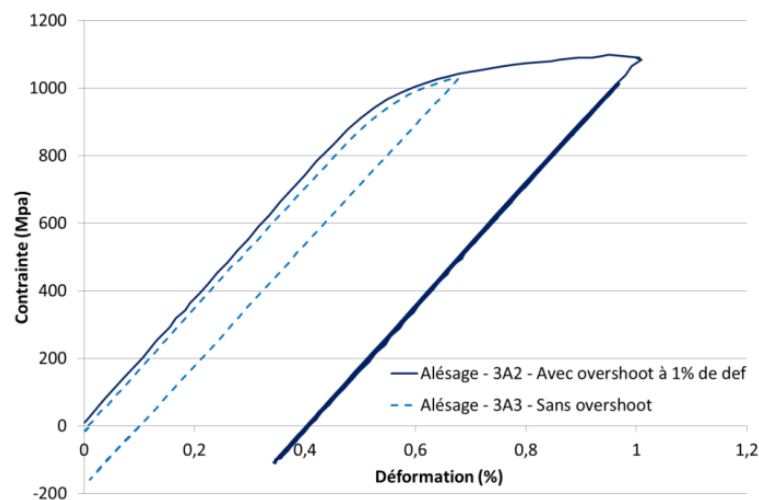
**Figure 5-21 : Evolution de la contrainte résiduelle de compression en fonction de la profondeur sur une éprouvette usinée par la procédure standard Snecma. Mesures réalisées suivant 3 génératrices de l'éprouvette**

Les profils de contrainte obtenus sur trois génératrices du fût de l'éprouvette sont homogènes, et présentent un gradient de contraintes résiduelles au sein de l'éprouvette, avec des valeurs comprises entre - 434 et - 530 MPa en surface, et des valeurs s'approchant de contraintes nulles à environ 35  $\mu\text{m}$  de profondeur. On peut s'attendre à l'obtention de contraintes résiduelles de traction plus en profondeur afin d'équilibrer l'état de contrainte global de l'échantillon. Or la technique utilisée ne nous a pas permis d'aller plus en profondeur. Toutefois, les valeurs de cette contrainte de compression peuvent justifier le fait que les grains de surface n'amorcent pas la fissuration, car ils n'accumulent pas suffisamment de déformation plastique cyclique pour conduire à un phénomène d'extrusion/intrusion.

Afin de compenser l'effet des contraintes résiduelles, et de valider notre démarche nous proposons d'augmenter le niveau de déformation plastique au premier cycle pour s'assurer de la bonne redistribution des contraintes résiduelles de surface. Un essai avec un « overshoot » de déformation de 1% au premier cycle va donc être effectué afin d'activer les mécanismes d'extrusion/intrusion en surface de l'éprouvette après avoir supprimé les contraintes surfaciques de compression.

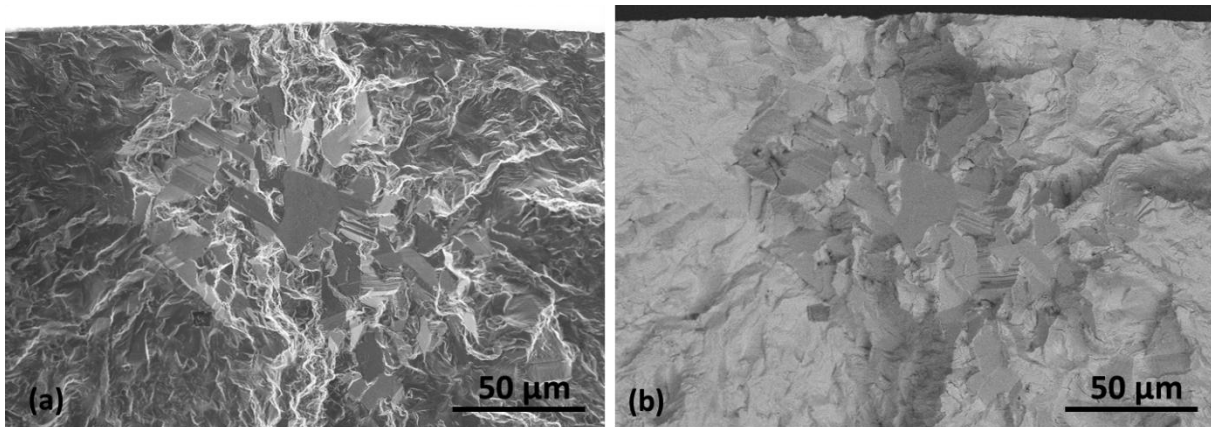
L'éprouvette avec « overshoot » de 1% de déformation au premier cycle est ensuite cyclée en pilotage de contrainte afin de conserver le même niveau de contrainte moyenne que lors des essais sans « overshoot ». La courbe contrainte/déformation (cf. Figure 5-22) associée aux premiers cycles de cet essai est comparée avec celle obtenue lors d'un essai classique réalisé sur une éprouvette provenant de l'alésage. Les contraintes maximales et minimales choisies pour piloter l'essai avec « overshoot » sont définies par la moyenne des contraintes stabilisées à mi-durée de vie pour les différents essais réalisés sur les éprouvettes provenant de la zone de l'alésage du disque.

Si l'on a supposé que l'état de contraintes résiduelles de compression pouvait expliquer le fait qu'aucun amorçage surfacique n'était observé, nous constatons que même après « overshoot » l'amorçage en surface n'est toujours pas observé. Notons que la taille de grain de l'échantillon testé était plus faible que lors des études précédentes (taille de grains de l'ordre de 40  $\mu\text{m}$ ), cela peut expliquer que dans les matériaux de l'étude ce mécanisme d'amorçage en stade I soit plus lent et donc ne mène pas à la rupture des éprouvettes.



**Figure 5-22 : Comparaison des courbes contraintes/déformation des premiers cycles d'un essai avec et sans overshoot (à 1% de déformation) dans le matériau provenant de l'alésage**

La durée de vie de cette éprouvette provenant de l'alésage et testée avec un « overshoot » au premier cycle est de 292 256 cycles, soit un résultat dans la moyenne des éprouvettes provenant de cette zone de prélèvement. L'« overshoot » semble donc n'avoir aucun effet sur la durabilité de l'éprouvette. Il est toutefois possible que même si, l'effet de l'augmentation de la contrainte au premier cycle permet d'amorcer des fissures en surface, cela est compensé par l'augmentation de la taille de la zone plastique qui ensuite ralentit la propagation de la fissure. L'observation du faciès de rupture (Figure 5-23) montre que si le mécanisme d'amorçage est bien le mécanisme « classique » observé pour l'alésage, soit un amorçage cristallographique subsurfacique sur un gros grain. Ce dernier se situe au-delà des 50  $\mu\text{m}$  de la surface libre de l'éprouvette avec un stade de micropropagation cristallographique aux grains adjacents. La zone cristallographique présente un diamètre de 100  $\mu\text{m}$  et ne semble pas vraiment déboucher à la surface.

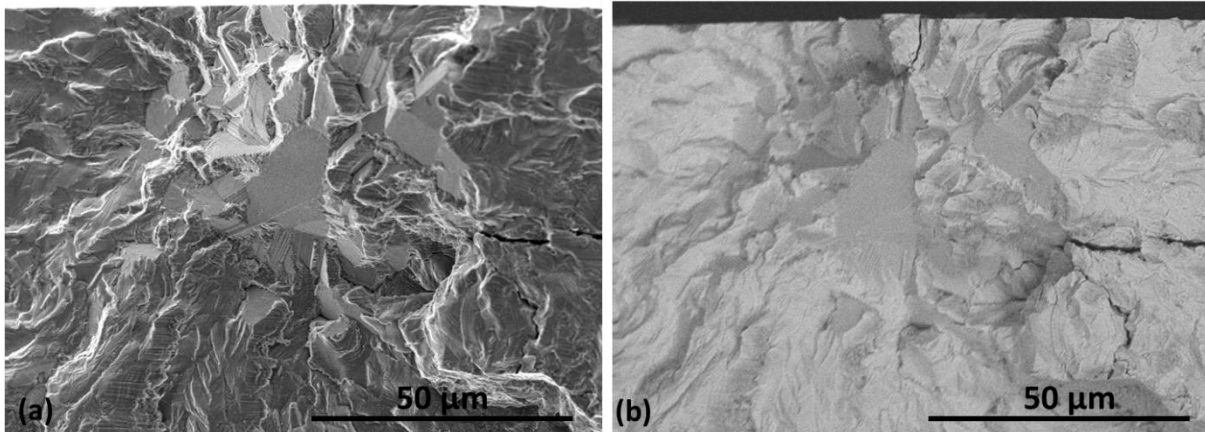


**Figure 5-23 : Site d'amorçage de la fissure de fatigue après un overshoot au premier cycle de 1% de déformation pour une éprouvette prélevée dans l'alésage: Amorçage cristallographique à travers une zone de plusieurs grains d'environ 110  $\mu\text{m}$  de diamètre ; (a) Image en électrons secondaires et (b) image en électrons rétrodiffusés**

Une autre méthode a été testée afin d'évaluer l'effet des contraintes résiduelles et tenter d'obtenir un amorçage surfacique en stade I. Il s'agit du polissage manuel d'une éprouvette sur une épaisseur de 50  $\mu\text{m}$  (soit une réduction de 100  $\mu\text{m}$  du diamètre de l'éprouvette), sachant que des contraintes résiduelles de compression ont été mesurées sur une profondeur d'environ 30  $\mu\text{m}$ .

L'éprouvette polie provenant de cette zone présente une durée de vie relativement élevée (de 615 995 cycles) par rapport à la moyenne établie pour ce type d'échantillon. L'observation du faciès met là encore en évidence un amorçage cristallographique en subsurface, mais la distance de la zone d'amorçage est pour le coup réduite (<30 $\mu\text{m}$ ) (Figure 5-24). Malgré nos efforts, nous ne sommes pas parvenus à modifier les mécanismes d'amorçage observés pour cette microstructure, même si une dépendance de la distance du site d'amorçage à la surface libre a peut-être pu être esquissée.

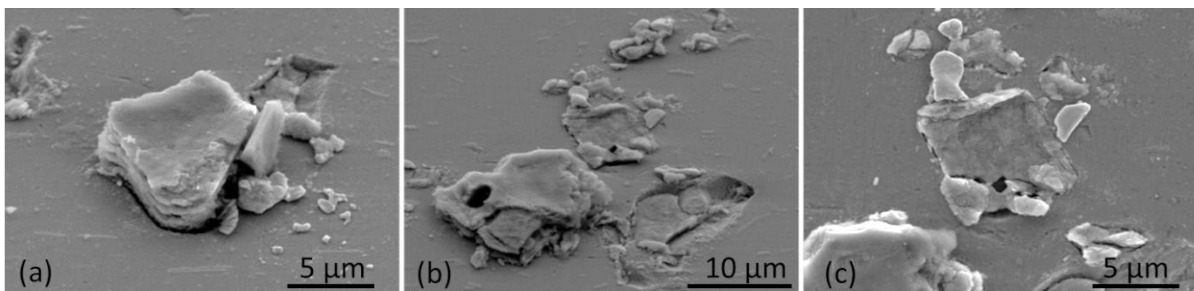
L'allongement de la durée de vie, dans le cas de cette éprouvette polie pourrait être dû à la disparition des contraintes résiduelles de compression en surface. Si cela ne permet pas de modifier le mécanisme, cela réduit aussi les contraintes de traction en subsurface et donc ralentit le mécanisme d'amorçage et de micropropagation cristallographique.



**Figure 5-24 : Site d'amorçage de la fissure de fatigue pour une éprouvette prélevée dans l'alésage et polie manuellement: Amorçage cristallographique à travers une zone de plusieurs grains d'environ 60 μm de diamètre ; (a) Image en électrons secondaires et (b) image en électrons rétrodiffusés**

### 5.3.2. AMORÇAGE SUR PARTICULES SURFACIQUES

L'amorçage sur particule surfacique, principalement dû aux effets d'oxydation a été clairement mis en évidence par F. Alexandre [Alexandre et al., 2004, Alexandre, 2004]. Toutefois, les niveaux de chargement et de température étudiés, étaient plus élevés que ceux appliqués dans le cadre de cette étude et si l'oxydation des particules surfaciques est bien observée à cette température (cf figure 5-25), ce mécanisme d'amorçage n'a pas été observé dans le cas présent. Les carbures de niobium sur la surface de l'éprouvette sont fortement oxydés du fait de l'environnement et se transforment en oxyde de type  $Nb_2O_5$  [Alexandre et al., 2004, Connolley et al., 2003]. L'augmentation de volume des particules et la concentration de contrainte engendrée peut expliquer l'amorçage de fissures précoces. La probabilité d'amorçage en surface, dans ce cas, est donc dépendante de la probabilité de trouver une particule oxydée de taille suffisante sur la surface de l'éprouvette. Cette probabilité augmente avec la surface exposée, ce qui conduit à un effet dépendant de la géométrie des échantillons utilisés, notamment à une différence potentielle entre les essais sur éprouvette et les essais sur pièce industrielle. Pour ce mécanisme, la durée de vie en fatigue est associée à la propagation en stade II à partir d'une fissure initiale de taille équivalente à la taille des plus grosses particules.



**Figure 5-25 : Particules (nitrides et carbures) oxydées à la surface d'une éprouvette après 14h au four à 450°C (temps équivalent à 50 000 cycles de nos essais de fatigue)**

Dans notre étude, les particules observées et oxydées en surface sont de tailles relativement faibles par rapport à la distribution de taille des particules caractérisée au chapitre 4 (Figure 4-18 et Figure 4-19). A partir de ces distributions de particules, il est possible de calculer la probabilité de trouver un nitride de taille suffisamment grande en surface des éprouvettes testées. Pour cela, la méthode utilisée est la même que celle utilisée pour calculer le nombre de « gros » grains proche de la surface, le même

volume externe va être utilisé (Figure 5-20). Pour les échantillons provenant de la dent, on trouve une présence d'environ 90 particules d'un diamètre supérieur ou égal à 20  $\mu\text{m}$  situées à moins de 20  $\mu\text{m}$  de la surface libre, ce qui représente 1,5 % des particules de grande taille. « La particule nocive » (en termes de taille et de localisation) doit donc exister et nous avons vu qu'elle devait s'oxyder dans les conditions de température de nos essais. Par conséquent, on s'attendrait à observer des amorçages sur particule surfacique oxydée.

Le fait que ce mécanisme ne soit pas observé pourrait s'expliquer par des effets d'ordre mécanique : la contrainte appliquée serait insuffisante pour amorcer la rupture sur particules. En effet, une étude concernant la détermination de la contrainte à rupture des particules surfaciques dans ce type de matériau a été effectuée par A. Casanova [Casanova, 2010] à température ambiante et sous vide. Elle observe que les premières ruptures de particules surfaciques apparaissent pour un niveau de contrainte d'environ 1350 MPa. La contrainte appliquée lors de nos essais de fatigue étant d'environ 1100 MPa, les particules ne sont donc pas rompues, ce qui correspond à nos observations effectuées après les essais de fatigue, les particules sont bien oxydées mais aucune particule n'est rompue (Figure 5-26).

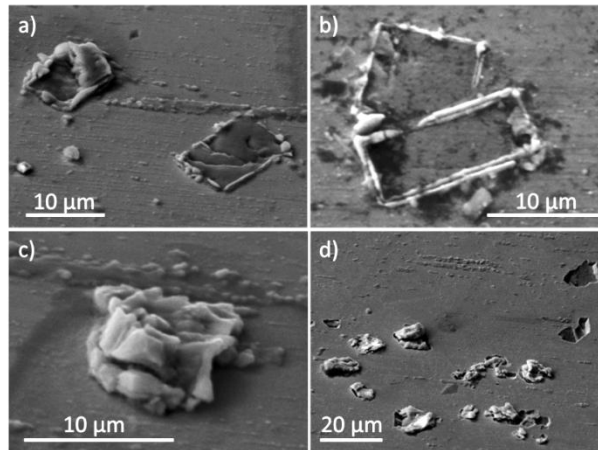


Figure 5-26 : Particules oxydées à la surface d'une éprouvette rompue en fatigue après cycles à 450°C

#### 5.4. ETUDE STATISTIQUE DE LA DURÉE DE VIE

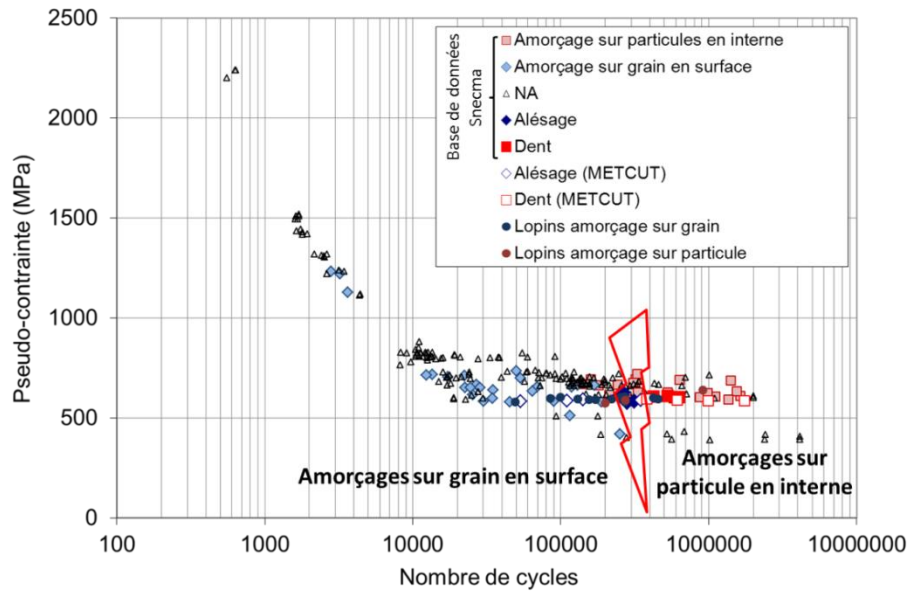
Malgré la relative faiblesse statistique de notre nombre d'essais et les fortes dispersions observées sur les durées de vie, il apparaît une corrélation entre la durée de vie et la taille de la plus grande entité microstructurale observée comme site d'amorçage (figure 5-19). Afin de vérifier cette hypothèse, l'étude de la base de données Snecma va nous permettre d'augmenter la statistique.

##### 5.4.1. CONFRONTATION À LA BASE DE DONNÉES SNECMA : RELATION MÉCANISME/DURÉE DE VIE

Dans la base de données sur la durée de vie en fonction du chargement thermo-mécanique appliqué établie par le laboratoire matériau de Snecma, Figure 5-27, pour certaines éprouvettes, la caractérisation des faciès de rupture et notamment le type de sites d'amorçage (grains ou particules, surfacique ou interne...) a été effectuée.

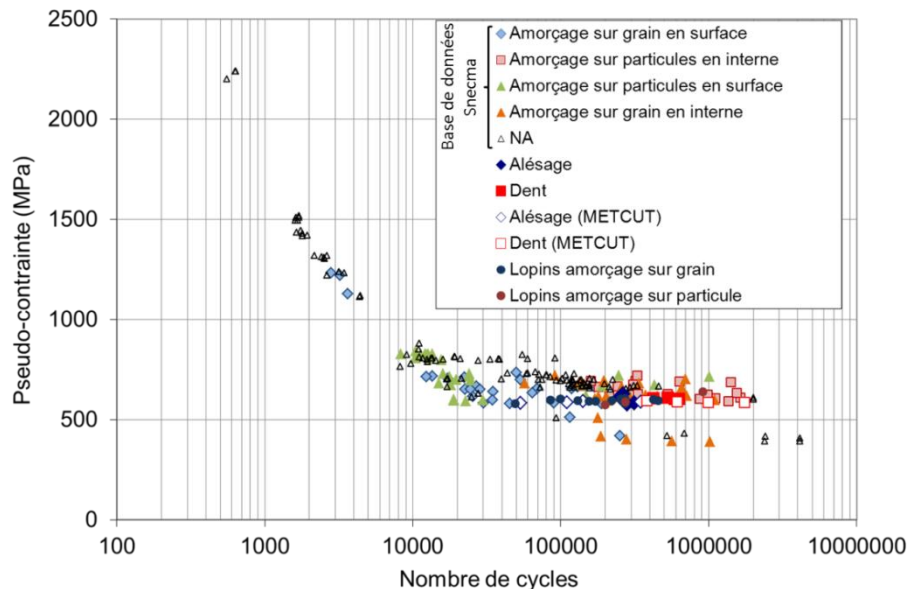
En reprenant ces données, il apparaît que, si seuls les mécanismes correspondant à ceux observés dans notre étude (amorçage sur grains proches de la surface et amorçage sur particules en interne) sont tracés, une limite de domaine de durée de vie peut être tracée dans le pied de la courbe de Wöhler (Figure 5-27). La limite de ces deux domaines de durée de vie se situe autour de 400 000 cycles : en

dessous la rupture de l'éprouvette amorce sur un grain proche de la surface et au-dessus la rupture amorce sur une particule en interne.



**Figure 5-27 : Courbe de Wöhler de l’Inconel 718 DA à 450°C avec identification de certains mécanismes d’amorçage : amorçage sur grain surfacique ou proche de la surface et amorçage sur particule en interne (courbes tracées seulement avec des points provenant du même disque de turbine HP) [NA – Eprouvettes non analysées]**

Dans la base de données Snecma d’autres mécanismes d’amorçage ont, en effet, été observés. Le grand nombre d’essais y figurant (environ 200) augmente l’aspect statistique associé à l’apparition de tel ou tel mécanisme comme l’amorçage sur une particule en surface. Des amorçages sur particule surfacique et des amorçages sur grains internes sont observés ce qui va permettre de tenter de décorrélater la localisation (surface ou volume) avec le type d’élément (grain ou particule).

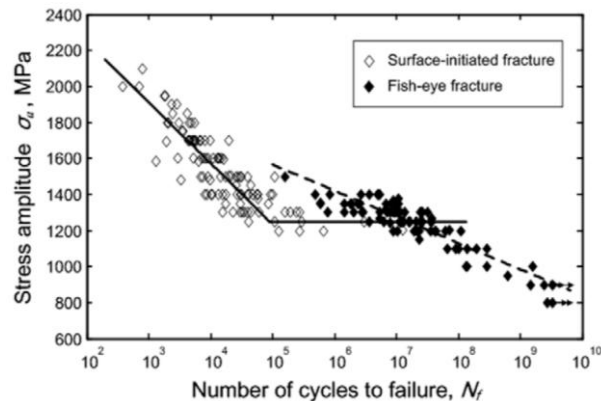


**Figure 5-28 : Courbe de Wöhler de l’Inconel 718 DA à 450°C avec identification de certains mécanismes d’amorçages : amorçage sur grain surfacique ou proche de la surface, amorçage sur particule en interne, amorçage sur particule en surface et amorçage sur grain interne (courbes tracée seulement avec des points provenant du même disque de turbine HP)**

En reportant ces différents mécanismes sur la courbe de Wöhler, il apparaît que la localisation (surface/volume) a un effet du premier ordre par rapport à la nature de l'élément qui déclenche l'amorçage (Figure 5-28). Il apparaît toutefois quelques exceptions : notamment certains amorçages sur particule surfacique conduisent à des durées de vie relativement longues (une éprouvette a atteint 1 000 000 de cycles). Il aurait été intéressant d'observer plus en détail les faciès de rupture de ces éprouvettes ainsi que leur microstructure.

#### 5.4.2. DISCUSSION PAR RAPPORT AUX RÉSULTATS DE LA LITTÉRATURE

Des études sur les aciers à grands nombres de cycles réalisées, entre autres, par Sakai et Chan, [Sakai et al., 2010, Chan, 2010] ont montré que la courbe de Wöhler peut être décomposée en deux parties en fonction du mécanisme d'amorçage observé (Figure 5-29). Il apparaît alors que l'amorçage surfacique conduit à des durées de vie plus faibles correspondant à des niveaux de contrainte plus élevés. Alors que, l'amorçage sur particule en interne avec formation de « fish-eye » se produit pour des niveaux de contrainte plus faibles et conduit à des durées de vie plus élevées (Figure 5-29).



**Figure 5-29 : Courbe S–N pour un acier SUJ2 – la courbe en trait plein représente les amorçages surfaciques et la courbe en pointillée les amorçages de type fish-eye [Sakai et al., 2010]**

Le comportement du matériau de l'étude semble donc se comporter de façon similaire. Cependant il faut se demander comment s'explique cette bivalence de comportement, est-elle due à une propriété intrinsèque du matériau ?

## 5.5. CONCLUSIONS :

- Les dispersions des durées de vie observées expérimentalement peuvent être corrélées aux différents mécanismes d'endommagement du matériau qui ont pu être observés en fatigue. Deux domaines de durée de vie sont mis en évidence et reliés à deux mécanismes d'endommagement.
- Le comportement en fatigue de l'alliage 718DA à 450°C pour une sollicitation en déformation de 0,67% et  $R\epsilon=0$  est caractérisé par 2 modes d'endommagement :
  - Amorçage sur grains proches de la surface et propagation en stade II sous air.
  - Amorçage sur une particule (nitride) interne et formation d'un fish-eye conséquence d'une micro-propagation à caractère cristallographique sous vide puis passage en stade II sous vide et enfin propagation en stade II sous air.
- La probabilité d'occurrence d'un mécanisme d'endommagement par rapport à l'autre semble liée à la microstructure locale du matériau. La taille de grains semble être un facteur prédominant. En effet lorsqu'un élément de taille importante (grain ou particule) est présent dans une zone à faible taille de grains moyenne ; cet élément se comporte alors comme un maillon faible et conduit, après sa rupture, à un facteur d'intensité de contrainte suffisant pour initier la fissure. Puis celle-ci se propage plus ou moins vite selon son environnement (taille de grain moyenne environnante notamment).
- Aussi, il faut reprendre les données de taille de grains, en considérant les queues de distribution (grains de taille importante) qui peuvent se comporter comme un élément nocif pour le matériau en termes de site d'amorçage.
- L'étude des désorientations cristallographiques entre grains qui ont conduit à l'amorçage serait donc une piste intéressante. Cependant, cela est impossible par EBSD car l'essai étant réalisé à 450°C la surface de rupture est oxydée empêchant toute condition de diffraction.
- Ces premières observations semblent converger vers un paramètre important pour la durée de vie : la distribution de taille de grains.
- L'« overshoot » ne permet pas ici ni de réduire la durée de vie, ni de modifier le mécanisme d'amorçage en favorisant un amorçage surfacique. Cependant il aurait été intéressant de conduire plus d'essais de cette façon pour compenser la dispersion microstructurale.
- Dans cette étude, on n'observe aucun cas d'amorçage sur particule surfacique oxydée, ceci peut s'expliquer par un effet statistique. En effet ce phénomène ne se produit que rarement et étant donné le faible nombre d'essais réalisés, il se peut que cela soit l'explication majeure. Néanmoins, ce mécanisme d'amorçage sur particule surfacique oxydée a été observé pour des niveaux de contraintes et de température plus élevées [Alexandre, 2004].

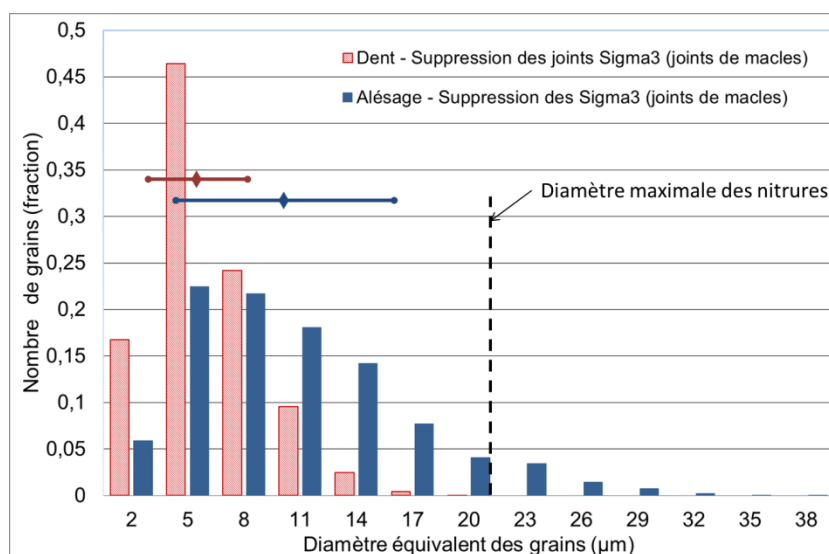




## 6. RELATION ENTRE MICROSTRUCTURE ET COMPORTEMENT MÉCANIQUE

Deux matériaux, deux mécanismes. Le but de cette partie est de faire une étude minutieuse de ces deux mécanismes afin de comprendre au mieux ce qui les gouverne et de relier les différentes étapes de chaque mécanisme à la durée de vie de la pièce. Cela afin de remonter au paramètre microstructural d'ordre un du point de vue de l'endommagement et donc de la durée de vie. Une fois ce paramètre identifié, il sera alors possible de le relier à la gamme de forgeage.

Il est apparu une relation directe entre la microstructure et la durée de vie. La principale différence microstructurale entre les matériaux de cette étude se situe au niveau de la distribution de la taille de grains et du rapport de cette distribution avec la taille des particules comme cela est illustré sur la Figure 6-1. Dans la dent, la taille de grains est plus homogène et en moyenne plus petite que celle de l'alésage. Dans ce cas, la taille maximale des nitrures est toujours supérieure à la taille de grains, or il a été observé que ce matériau amorçait systématiquement sur ces nitrures de taille élevée. Alors que dans l'alésage, certains grains présentent une taille supérieure à la taille des nitrures, et ces grains, de diamètres supérieurs ou égaux à 20  $\mu\text{m}$ , conduisent à l'amorçage intragranulaire et à la rupture des éprouvettes de ce matériau.



**Figure 6-1 : Relation entre la distribution de taille de grains pour chaque matériau (dent et alésage) et la taille maximale des nitrures observée**

### 6.1. DESCRIPTION DU MÉCANISME D'ENDOMMAGEMENT DES MATÉRIAUX À PETITS GRAINS HOMOGÈNES (AMORÇAGE SUR PARTICULES)

Le premier mécanisme observé sur les échantillons présentant des durées de vie plus élevées (supérieures ou égales à 400 000 cycles) dans les conditions de cette étude va être étudiée dans cette première partie.

## 6.1.1. AMORÇAGES SUR NITRURES INTERNES ET FORMATIONS D'UN FISH-EYE

## 6.1.1.1. NITRURES

Alexandre [Alexandre et al., 2004, Alexandre, 2004] a montré que la rupture des nitrures était dépendante de la taille des particules et des chargements appliqués. La distribution des nitrures dans le matériau joue donc un rôle sur la durée de vie de la structure, car l'amorçage de la fissure a toujours lieu sur les particules de taille les plus importantes. En effet, une fissure qui amorce sur une particule conduit à un facteur d'intensité de contrainte dépendant de la taille de la particule.

La question ici, est donc de savoir si les particules rompues conduisent à la propagation de la fissure dès le premier cycle. Ce serait le cas, si la valeur du facteur d'intensité de contrainte générée par le nitrure cassé est supérieure à la valeur seuil. En se basant sur la taille des nitrures observés sur les différents sites d'amorçage répertoriés sur les faciès de rupture, le facteur d'intensité de contrainte initial,  $\Delta K_{ini}$ , peut être estimé grâce à la formule suivante établie par Murakami et al. [Murakami et al., 1988] pour une géométrie de type « penny shaped crack » placée dans un cylindre infini:

$$\Delta K_{ini, inclusion} = 0,5 \sigma_a \sqrt{\pi \sqrt{area}_{inclusion}} \quad (4)$$

Où,  $\sigma_a$  correspond à l'amplitude de contrainte. Le facteur d'intensité de contrainte initial estimé ainsi pour la taille de nitrure observée (de moyenne 845  $\mu\text{m}^2$ ) sur les faciès de rupture est donc de 4,8 MPa. Selon les études de King et Lawless [King, 1987, Lawless and Dix, 2001], le seuil d'intensité de contrainte sous air pour le 718DA, entre 538°C et 550°C, est environ de 8 MPa $\sqrt{\text{m}}$ . A 427°C sous air [Krueger et al., 1987] l'ont estimé entre 5 et 9 MPa $\sqrt{\text{m}}$ , pour une microstructure fine et en fonction du traitement thermique et du rapport de charge. Ce seuil diminue quand la taille de grains diminue [Krueger et al., 1987, Lawless and Dix, 2001]. Ces valeurs ont été établies pour une propagation sous air, or dans le cas du « fish eye », l'amorçage a lieu en interne et donc sous vide. Malheureusement, il y a eu très peu d'étude concernant les seuils et les vitesses de propagation sous vide. Dans l'étude de Pédron [Pédron and Pineau, 1982], le seuil sous vide semble proche de celui sous air quand on extrapole la courbe. On ne peut cependant pas directement utiliser ces données car elles n'ont pas été obtenues pour la même microstructure que celle de notre matériau. La dent présente une taille de grains moyenne d'environ 7  $\mu\text{m}$ , ce qui peut réduire le seuil de propagation. De plus les contraintes résiduelles autour de la particule peuvent induire un état de contrainte de traction, ce qui pourrait conduire à un facteur d'intensité de contrainte effectif qui devrait être plus élevé que celui calculé ici ; ce qui pourrait faciliter la propagation de la fissure. De plus la forme anguleuse des nitrures à l'origine de l'amorçage doit aussi avoir une influence sur la valeur initiale du facteur d'intensité de contrainte.

La plupart des valeurs de seuil de la littérature ont été obtenues pour des fissures longues. Cependant, pour un amorçage de type « fish-eye », la fissure initiale correspond à la taille du nitrure cassé ce qui correspond à une fissure courte. Or, il est connu que la propagation des fissures courtes peut se produire en dessous des valeurs de seuil obtenues pour les fissures longues [Pineau, 1986].

Le dernier paramètre qui peut avoir une influence sur le facteur d'intensité de contrainte initial concerne la forme de la particule. La forme anguleuse des nitrures doit générer un facteur d'intensité de contrainte supérieur à celui obtenu avec l'équation (2) dont l'hypothèse géométrique repose sur une fissure de forme « penny-shape ».

D'autre part, la vitesse de propagation est certainement plus lente et par conséquent, la durée de vie en fatigue plus élevée du fait de la rugosité de la surface cristallographique [Bathias and Pineau, 2009, Suresh, 1998].

#### 6.1.1.2. MICRO-PROPAGATION CRISTALLOGRAPHIQUE SOUS VIDE (« FISH EYE »)

Ce stade de la propagation cristallographique n'a pas été étudié dans le cas de cet alliage mais il s'apparente au « stage I – like » observé pour certains alliages [Petit and Sarrazin-Baudoux, 2010]. Ce stade de propagation intrinsèque, « stage I – like », dans les polycristaux correspond à la propagation en stade I à l'échelle de chaque grain le long du front de fissure [Petit and Henaff, 1991]. A l'échelle macroscopique, la fissure se propage perpendiculairement à l'axe de sollicitation. Ce stade est sensible à la microstructure et relié à la localisation des bandes de glissement. La vitesse de propagation de ce stade est lente comparée à la vitesse de propagation du stade II (Figure 6-2). En effet, celle-ci va être ralentie par les interactions entre la fissure et la microstructure.

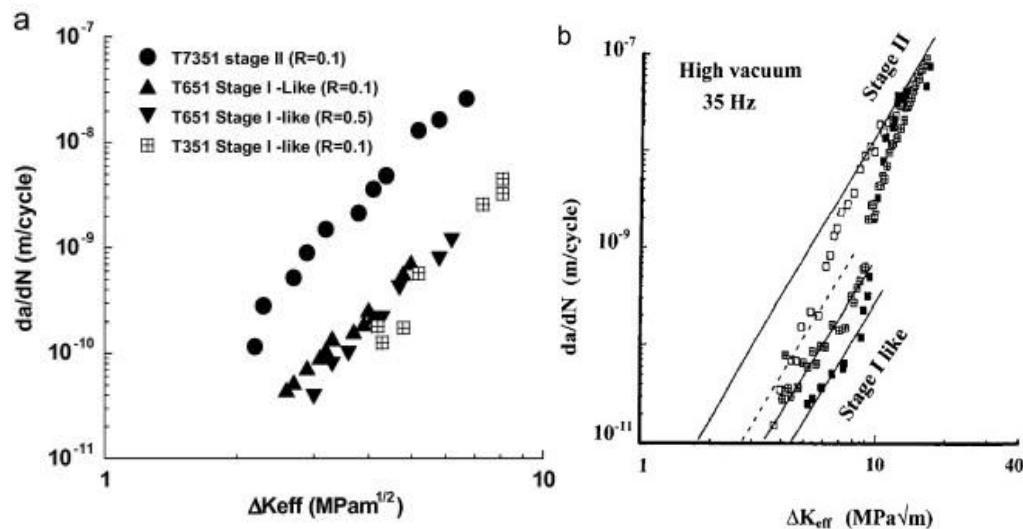
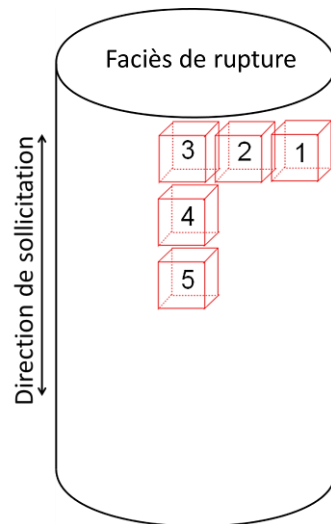


Figure 6-2 : (a) Comparaison du stade II intrinsèque et du « stage I – like » pour un alliage d'aluminium 7175 dans deux conditions de vieillissement (b) Influence de la microstructure sur la transition du stade II au « stage I - like » près du seuil de propagation du TA6V pour différentes microstructures : ■ lamellaire, □ bimodal et ▣ globulaire [Ritchie et al., 1999]

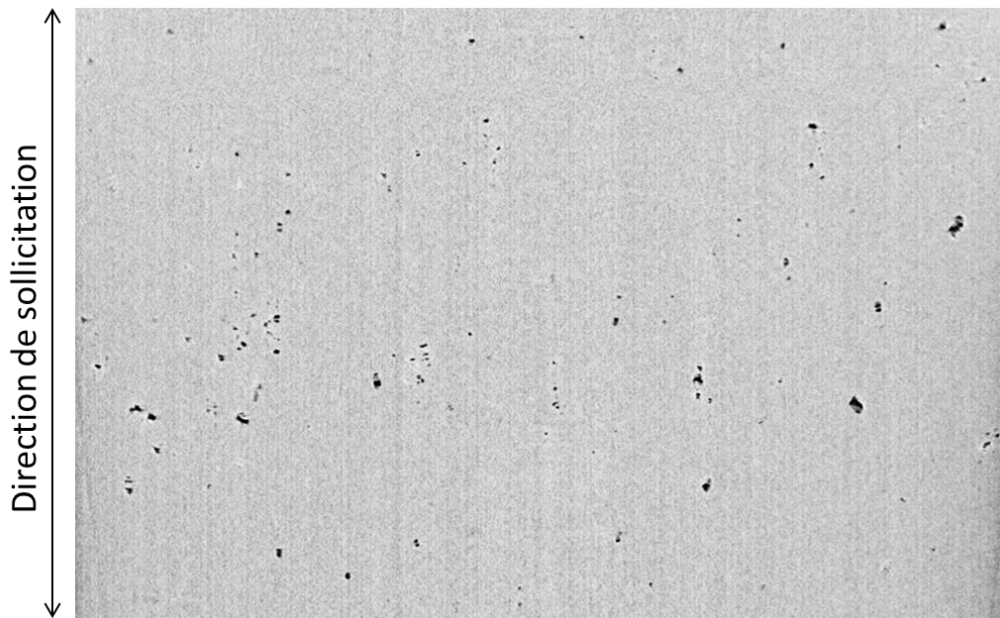
La rupture des particules étant prévue dès le premier cycle, il est possible que ce premier stade de propagation cristallographique se développe sur différents sites d'amorçage étant donné que sa propagation est lente. Dans ce cas, la question serait donc de savoir comment apparaît le « fish-eye » qui conduit à la ruine de l'éprouvette.

Des analyses en tomographie locale ont été menées afin d'examiner une éprouvette provenant de la dent après rupture en fatigue et présentant un amorçage sur nitrure avec formation de « fish-eye ». L'objectif de la démarche est de vérifier si des fissures de types « fish-eye » apparaissent ailleurs dans le volume. La méthodologie est détaillée en annexe 9.4.5.1.



**Figure 6-3 : Schéma représentant la répartition des zones d'analyse en tomographie locale sur les éprouvettes après rupture en fatigue**

Cette analyse a été effectuée en tomographie locale sur différentes zones d'une même éprouvette représentée sur la Figure 6-3. Chaque zone correspond à un volume de  $1000 \times 1000 \times 1000$  voxels avec une résolution de  $1,095 \mu\text{m}$  par pixel. Cette méthode d'analyse étant coûteuse en moyen et en temps, il est important de noter que le volume analysé ne représente que 3 % du volume utile de l'éprouvette. Cependant la répartition des nitrures sensibles (de diamètre supérieur à  $20 \mu\text{m}$ , étudiée dans la partie 4.3.1) montre que statistiquement ce volume analysé devrait présenter des sites d'amorçage. Or l'analyse de ces volumes ne présente que des particules rompues (Figure 6-4) et aucun début de « fish-eye » n'est observé sur les 3 % analysés.



**Figure 6-4 : Coupe 2D des images 3D reconstruites de tomographie locale sur la dent après une rupture en fatigue du matériau**

Ce stade de propagation cristallographique à partir d'un amorçage sur nitrure ne se produit donc pas systématiquement à la suite de l'amorçage. Il est possible que des conditions de microstructure (texture, taille de grains...) soient nécessaires pour le passage de la fissure de la particule aux grains environnants.

6.1.1.3. PROPAGATION EN STADE II (SOUS AIR/ SOUS VIDE)

La zone C à l'intérieur du fish-eye correspond à un stade II classique, avec des stries de fatigue qui ne sont pas beaucoup marquées. Ceci peut s'expliquer par le fait que la propagation de cette zone à lieu sous vide [Suresh, 1998]. Sous air, la fine couche d'oxyde formée par l'interaction métal à nu/environnement empêche la réversibilité totale du glissement lors de l'inversion du chargement. Le processus de cisaillement alternatif est en effet supposé réversible à moins qu'un film d'oxyde se soit formé sur la bande de glissement formée à la pointe de la fissure. La Figure 6-5 illustre l'ouverture et la fermeture de la fissure pendant deux cycles complets de chargement sous air et sous vide. L'utilisation des données de Pédron sous vide [Pédron and Pineau, 1982] est certainement plus juste pour ce stade de propagation. Cependant ces données n'ont pas été obtenues pour le même matériau (718TR avec une microstructure différente). Cette étape s'arrête quand le front de fissure atteint la surface de l'éprouvette. Ici, l'éprouvette ne rentre pas en compression, donc on ne peut pas avoir fermeture totale, cependant, la modification de l'intensité des stries semble bien être un signe d'effet de couplage avec l'environnement.

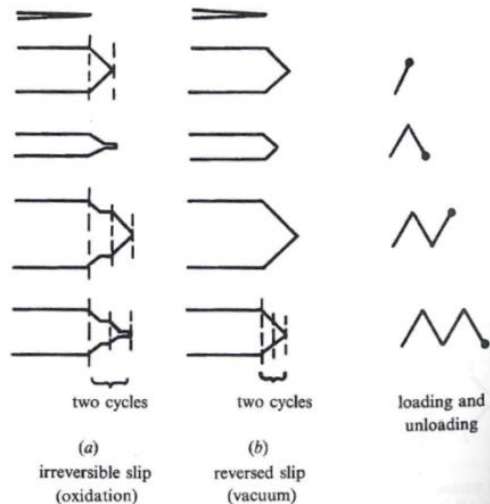


Figure 6-5 : Effet de l'environnement sur la croissance de la fissure de fatigue par alternance de bandes de glissement [Suresh, 1998]

Quand le fish-eye atteint la surface de l'éprouvette, le ligament entre la forme circulaire du fish-eye et la surface de l'éprouvette doit rompre très rapidement du fait du facteur d'intensité de contrainte locale très élevé. A cette étape, la surface de fissure peut donc être approximativement considérée comme étant semi-elliptique. La propagation a lieu sous air :

$$K = \sigma \sqrt{\pi d} F_1 \quad (5)$$

Où  $\sigma$  est la contrainte appliquée,  $d$  la profondeur de la fissure depuis la surface et  $F_1$  le facteur de correction dépendant de la géométrie de la fissure et de l'éprouvette. Les valeurs de  $F_1$  peuvent être trouvées dans le Handbook [Murakami et al., 1988].

La dernière étape de l'endommagement de l'éprouvette correspond à la rupture ductile.

Les rapports des  $\Delta K$  pour une particule circulaire au centre de l'éprouvette et une particule semi-circulaire en surface peuvent donc être estimés à partir des formules (4) et (5). Deux cas sont calculés ici :

Particules à diamètre équivalent	Particules à aire équivalente
Particule circulaire de diamètre 2a Particule semi-circulaire de diamètre 2a $R = \frac{K_{demi-circulaireSurface}}{K_{circulaireInterne}} = 0.99$	Particule circulaire de diamètre 2a Particule semi-circulaire de diamètre $2\sqrt{2}a$ $R = \frac{K_{demi-circulaireSurface}}{K_{circulaireInterne}} = 1.18$

**Tableau 6 : Calcul de rapport des facteurs de contrainte pour différentes géométries et localisations de la particule**

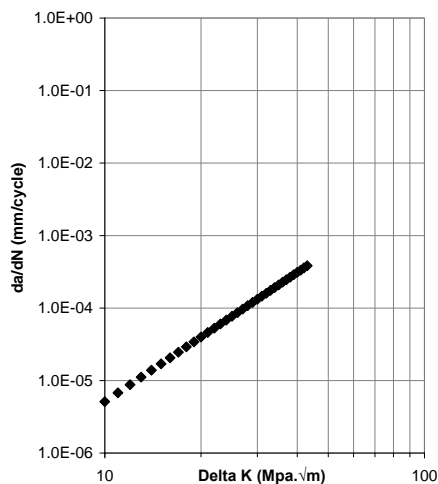
Si l'on considère des particules de même forme (circulaire et semi-circulaire) et de même diamètre, la vitesse de propagation sera la même toute chose étant égale par ailleurs (sous air). Par contre pour des particules de même aire, la particule surfacique conduira à un facteur d'intensité de contraintes 1.18 fois supérieur à celui de la particule interne.

Ce résultat ajouté au fait que la vitesse de propagation est plus rapide sous air que sous vide (**Figure 6-7**), est cohérent avec les résultats de durée de vie obtenus en fonction du mécanisme observé. La dent, dont la fissure amorce sur particule interne et se propageant tout d'abord sous vide, présente une durée de vie environ 2 fois supérieure à celle de l'alésage, qui amorce en stade I sur grain surfacique donc sous air.

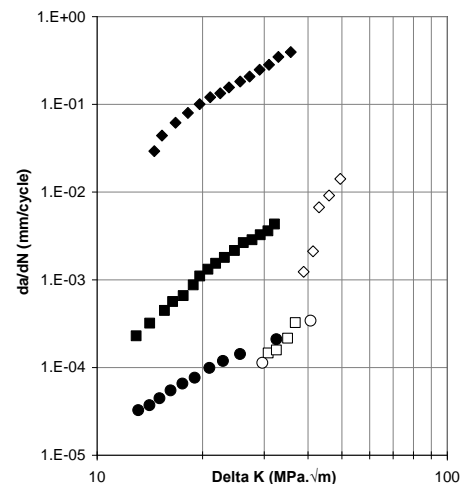
Dans cette zone, la vitesse de propagation sous air, pour ce matériau dans ces conditions d'essais, suit la loi établie par Snecma, qui est de la forme suivante :

$$\frac{da}{dN} = C_f aR + b \Delta K^{m_f} \quad (6)$$

Avec  $C_f$ ,  $m_f$ , a et b des coefficients fixés. Cette loi est représentée sur la **Figure 6-6**.



**Figure 6-6 : Loi de comportement  $da/dN$  en fonction de  $K$  établie par Snecma pour le 718DA**



**Figure 6-7 : Effet de l'environnement sur la vitesse de propagation de fissure ; symboles creux, sous vide et symboles pleins sous air ;  $\blacklozenge$ ,  $\blacklozenge$  : 10-300-10,  $\circ$ ,  $\bullet$  : 20Hz et  $\blacksquare$ ,  $\square$  : 10-10 [Pédrón and Pineau, 1982]**

## 6.2. DESCRIPTION DU MÉCANISME D'ENDOMMAGEMENT DES MATÉRIAUX À TAILLES DE GRAINS PLUS HÉTÉROGÈNES (AMORÇAGE SUR GRAINS)

### 6.2. DESCRIPTION DU MÉCANISME D'ENDOMMAGEMENT DES MATÉRIAUX À TAILLES DE GRAINS PLUS HÉTÉROGÈNES (AMORÇAGE SUR GRAINS)

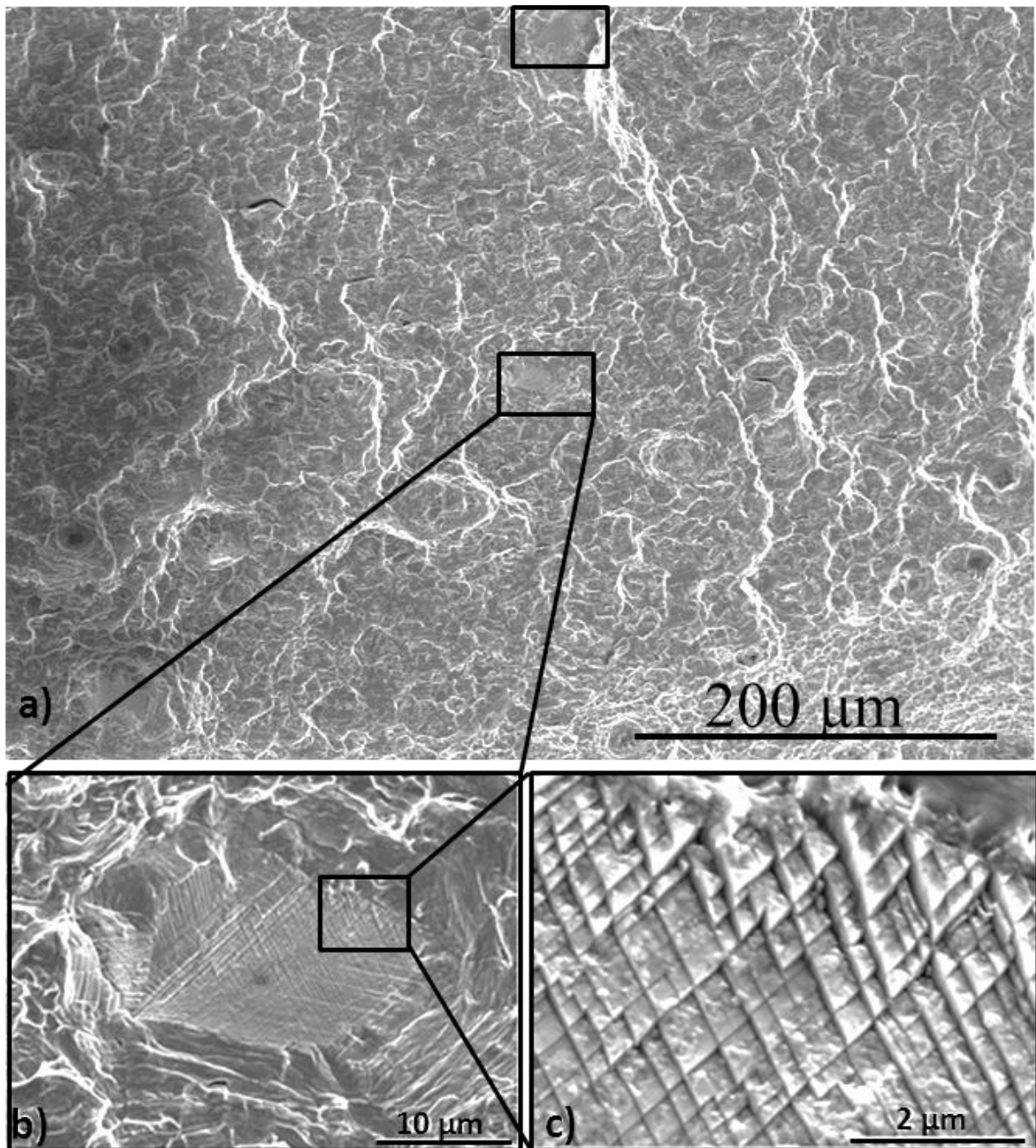
Le mécanisme d'amorçage sur grain sub-surfacique est le plus néfaste pour la tenue en fatigue dans les conditions de cette étude. Il est caractérisé à la fois par son caractère cristallographique et par sa localisation en subsurface. Aussi l'objectif de cette partie va consister à étudier en détail ce mécanisme et notamment à apporter des pistes d'explication aux questions suivantes : Comment se produit la fissuration du premier grain ? Pourquoi l'amorçage est-il sub-surfacique ? Quel est l'impact de la taille de grain ?

#### 6.2.1. AMORÇAGES SUR GRAINS SUB-SURFACIQUES

La première question est de savoir si la localisation du grain, en subsurface, est une condition nécessaire à sa rupture. Pour cela, le faciès de rupture va être observé dans son ensemble et le volume de l'éprouvette va aussi être analysé par différentes techniques.

#### 6.2.2. GRAINS CASSÉS DANS LA ZONE DE PROPAGATION EN STADE II ET DANS LA ZONE DE RUPTURE DUCTILE

L'observation du faciès de l'éprouvette montre que des facettes cristallographiques de grains rompus ne sont pas seulement présentes sur le site d'amorçage mais aussi à travers la zone de propagation en stade II (Figure 6-8) et la zone de rupture ductile.

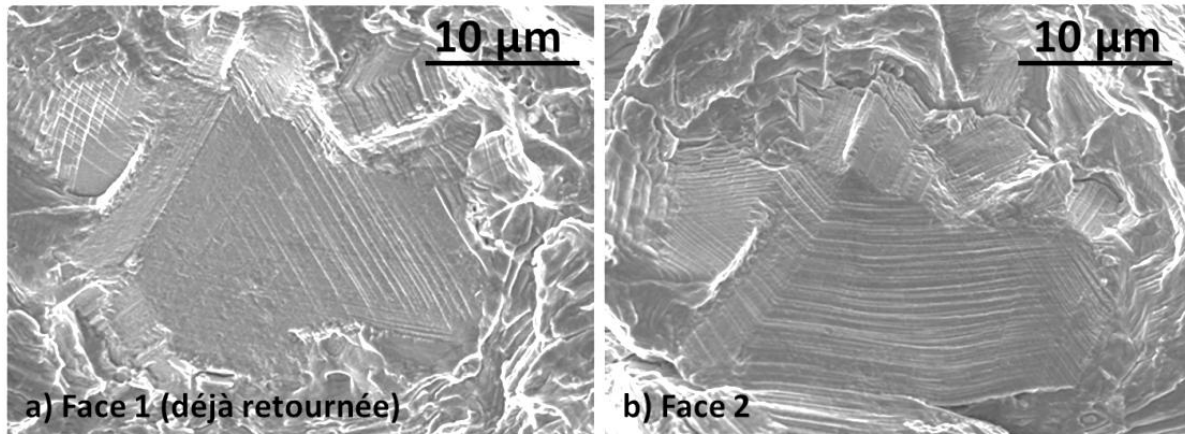


**Figure 6-8 : Image MEB en électrons secondaires du faciès de rupture avec (a) des facettes cristallographiques observées sur la zone de propagation en stade II et sur la zone de rupture ductile. Ces facettes cristallographiques présentent des lignes de glissement (b et c)**

Toutes les éprouvettes issues de l'alésage présentent de telles facettes sur le faciès. Il est important de relever que toutes ces facettes cristallographiques sont caractérisées par des dimensions de grains supérieures ou égales à 20  $\mu\text{m}$ , soit dans la queue de distribution des tailles de grains de l'alésage. De plus, ces facettes ne sont pas visibles sur les faciès des éprouvettes de la dent. Mais étant donné que cette zone de disque présente une microstructure plus fine et plus homogène, elle ne présente pas de grains de diamètre supérieur à 20  $\mu\text{m}$ . La taille du grain semble donc être un facteur nécessaire pour ce mécanisme de rupture, et on peut supposer que seul un grain de diamètre supérieur ou égal à 20  $\mu\text{m}$  permet d'accumuler une plasticité suffisante pour mener à la fissuration.

## 6.2. DESCRIPTION DU MÉCANISME D'ENDOMMAGEMENT DES MATÉRIAUX À TAILLES DE GRAINS PLUS HÉTÉROGÈNES (AMORÇAGE SUR GRAINS)

Des bandes de glissement apparaissent sur certaines de ces facettes (Figure 6-8.b et Figure 6-8.c) ce qui révèle une activité plastique importante dans ces zones. L'émergence de ces lignes de glissement n'est toutefois possible que sur une surface libre, donc la fissure cristallographique est antérieure à leur formation. De plus, l'observation des deux parties de l'éprouvette montre que ces facettes sont intra granulaires car les surfaces apparentes de chaque partie sont superposables (Figure 6-9). Cependant les lignes de glissement activées de chaque côté ne semblent pas strictement superposables.



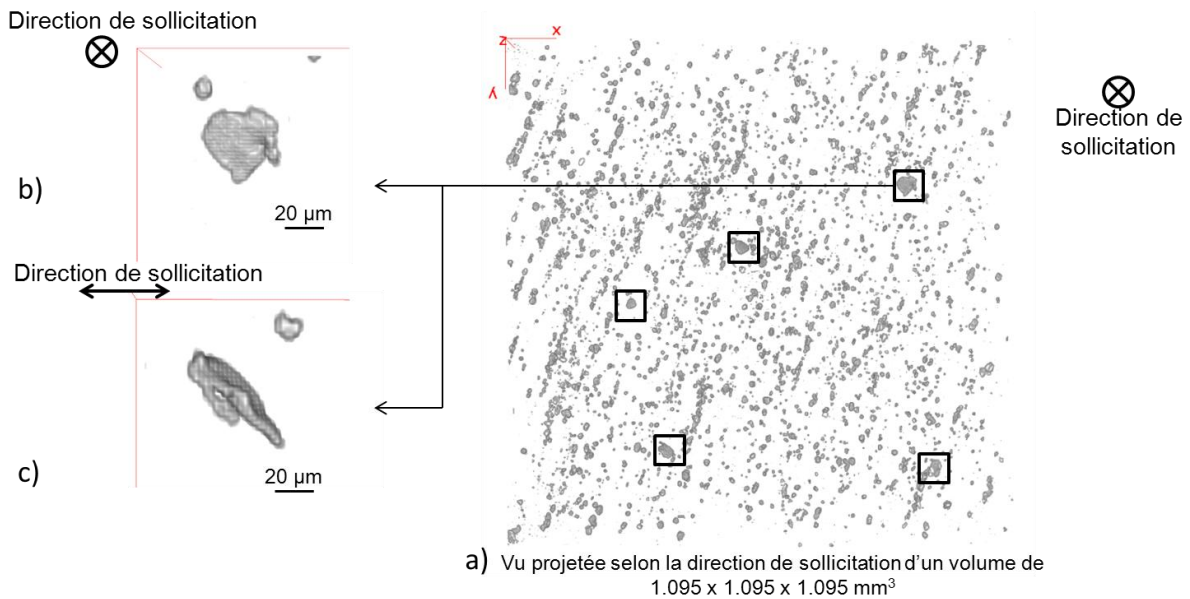
**Figure 6-9 : Images MEB en électrons secondaires des deux parties (a et b) d'un même faciès de rupture**

On peut donc supposer que la fissure sur ces grains crée deux surfaces libres sur lesquelles se forment des lignes de glissement suite à l'activité plastique de ces zones lors du cyclage en fatigue. Ces fissures apparaîtraient donc relativement tôt lors des essais et leur présence devrait être homogène dans tout le volume de l'éprouvette.

Afin de valider cette hypothèse, des analyses 3D en tomographie ont été réalisées afin d'estimer la répartition dans le volume de ces fissures cristallographiques. La méthodologie est détaillée en annexe 9.4.5.1.

Cette analyse a été effectuée en tomographie locale [Laiarinandrasana et al., 2012] sur différentes zones d'une même éprouvette représentée sur la Figure 6-3 afin d'évaluer la répartition de ces ruptures sur grains en fonction de la distance au faciès de rupture (comparaison des zones 3, 4 et 5) et de la distance au bord de l'éprouvette (comparaison des zones 1, 2 et 3). Chaque zone correspond à un volume de 1000 x 1000 x 1000 voxels avec une résolution de 1,095 µm par pixel.

Le résultat de cette analyse après seuillage et segmentation est illustré sur la Figure 6-10.a : deux types d'entités sont observables, les nitrures comme dans la partie 4.3.1 et des plaquettes. Les plaquettes peuvent correspondre à des fissures cristallographiques, leur taille est équivalente à ce qui est observé sur les faciès de rupture (Figure 6-10. b et c). De plus ces facettes n'étaient pas observées sur les analyses effectuées sur les matériaux avant sollicitation mécanique (partie 4.3.1), elles sont donc bien le résultat d'un endommagement développé lors de l'essai de fatigue.



**Figure 6-10 : Vue projetée selon la direction de sollicitation (a) d'un volume de 1,095 x 1,095 x 1,095 mm<sup>3</sup> scanné en tomographie locale. Observation d'une plaquette suivant deux directions de projection différentes (b et c)**

Après nettoyage des données, c'est-à-dire, après avoir appliqué un facteur de forme qui permet de ne conserver que les facettes et de retirer les nitrures, il a été possible de quantifier la répartition spatiale des fissures cristallographiques. La première observation importante concerne l'orientation des facettes : toutes orientées à environ 45° par rapport à la direction de sollicitation. L'étude qualitative de leur répartition permet de constater qu'il n'y a pas d'évolution du nombre de fissures entre la surface et le cœur de l'éprouvette (zones de 1 à 3 de la Figure 6-3). De même, il n'y a pas d'évolution notable en fonction de la distance au faciès de rupture (zones de 3 à 6 de la Figure 6-3). Cependant ces conclusions sont à considérer avec réserve car la statistique est faible et la résolution de la méthode d'analyse de 1,095 µm par pixel ne permet pas de distinguer toutes les fissures, seules les fissures très ouvertes sont détectées.

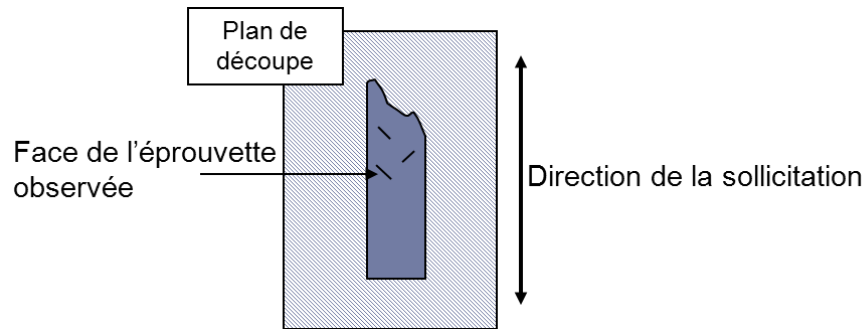
Par cette méthode, on peut évaluer le nombre de fissures sur grains à approximativement 3 par mm<sup>3</sup>, ce chiffre est sûrement sous-estimé par cette méthode d'analyse. Ce qui représente seulement 0,006% des gros grains présents dans le matériau. La taille de grain n'est donc pas un paramètre suffisant.

Il apparaît de plus un paramètre sur l'orientation étant donné que toutes les fissures sont orientées à environ 45° de la direction de sollicitation.

Afin de mieux comprendre l'origine de ces fissures sur grains, des coupes ont donc été réalisées parallèlement à la direction de sollicitation.

### 6.2.3. RÔLE DES JOINTS $\Sigma 3$

Pour comprendre l'origine de ce mécanisme d'amorçage cristallographique, le volume de l'éprouvette a été étudié. Une coupe parallèle à la direction de sollicitation a été effectuée sur une partie d'une éprouvette rompue par fatigue afin de permettre l'analyse de la zone autour d'une fissure en interne dans le volume. La méthode de coupe est illustrée sur la Figure 6-11. Les informations cristallographiques des zones autour des fissures ont été obtenues par EBSD.



**Figure 6-11 : Illustration schématique de la coupe métallographique utilisée dans cette étude**

Plusieurs sites d'amorçage sur "gros grains" ont ainsi pu être observés sur la coupe. Toutes les fissures ont des longueurs comprises entre 20 et 40  $\mu\text{m}$  et sont orientées à environ  $45^\circ$  par rapport à la direction de sollicitation. Une micrographie détaillée d'une fissure interne qui n'a pas propagé, est illustrée sur la Figure 6-12.a.

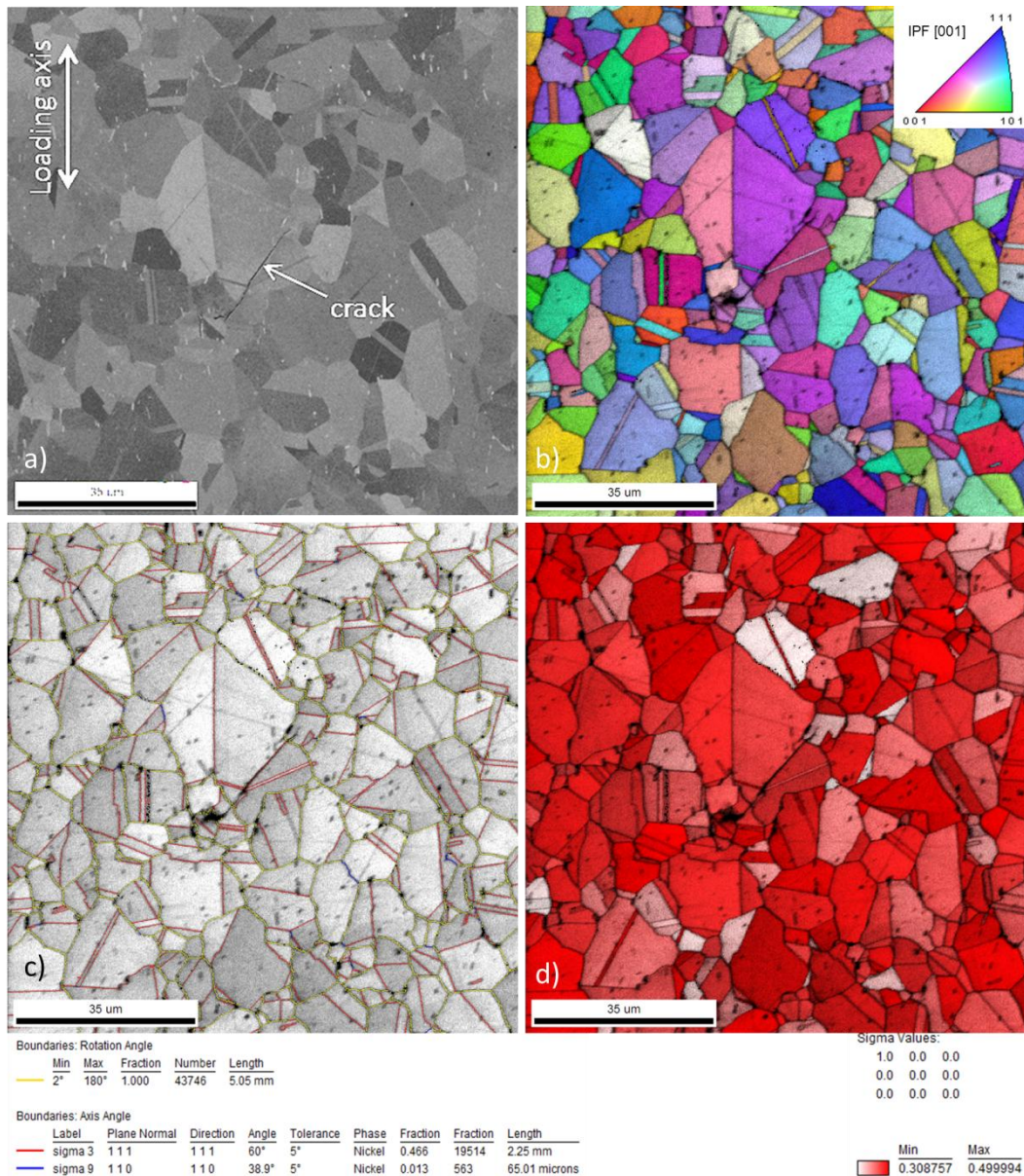
Les informations cristallographiques ont donc été extraites par EBSD. Il apparaît que cette fissure n'est pas intragranulaire mais qu'elle se produit suivant un joint de grains particulier : un joint  $\Sigma 3$  (Figure 6-12.c). Ces analyses ont été réalisées sur plusieurs fissures, et l'amorçage de ces dernières apparaît systématiquement le long d'un joint  $\Sigma 3$ . D'autres superalliages base nickel présentent le même mode d'amorçage [Miao et al., 2009, Miao et al., 2012] : la queue de distribution des tailles de grains, la présence de joints  $\Sigma 3$  et l'orientation du plan du joint à environ  $45^\circ$  de la direction de sollicitation sont donc associés à ce processus d'amorçage de fissures. De plus, la caractérisation microstructurale des zones du disque (partie 4.1.2) a mis en évidence le même taux de joints  $\Sigma 3$  dans la dent et l'alésage. Or seules les éprouvettes provenant de l'alésage présentent ce type de fissure. Donc la présence seule de ces joints ne suffit pas à sensibiliser le matériau à ce type d'endommagement. Il faut considérer que c'est l'interaction de ces trois paramètres qui conduit à la rupture.

La question qui se pose est donc de savoir comment chacun de ces trois facteurs agit pour favoriser la fissuration ?

Dans un premier temps, l'orientation du plan du joint  $\Sigma 3$  à environ  $45^\circ$  de l'axe de sollicitation peut s'expliquer par le fait que ce plan correspond au plan de cisaillement maximal. L'effet de la contrainte dépend en effet de l'orientation du système de glissement par rapport à la contrainte macroscopique appliquée. Pour évaluer ce phénomène, une première approche au travers du calcul du facteur de Schmid suivant le système de glissement principal de ce matériau va être effectué grâce au logiciel d'exploitation des données EBSD (OIM). La cartographie du facteur de Schmid est représentée sur la Figure 6-12.d, la fissure apparaît sur des grains qui présentent un facteur de Schmid élevé. Cette cartographie est tracée en conservant la valeur du facteur de Schmid la plus élevée après le calcul de cette valeur pour tous les systèmes de glissement présents pour chaque grain. Cependant la majorité des grains du matériau possède un système de glissement qui présente à un facteur de Schmid élevé.

Cette analyse ne permet donc pas de relier l'apparition de la fissure sur ce grain avec les valeurs de facteur de Schmid.

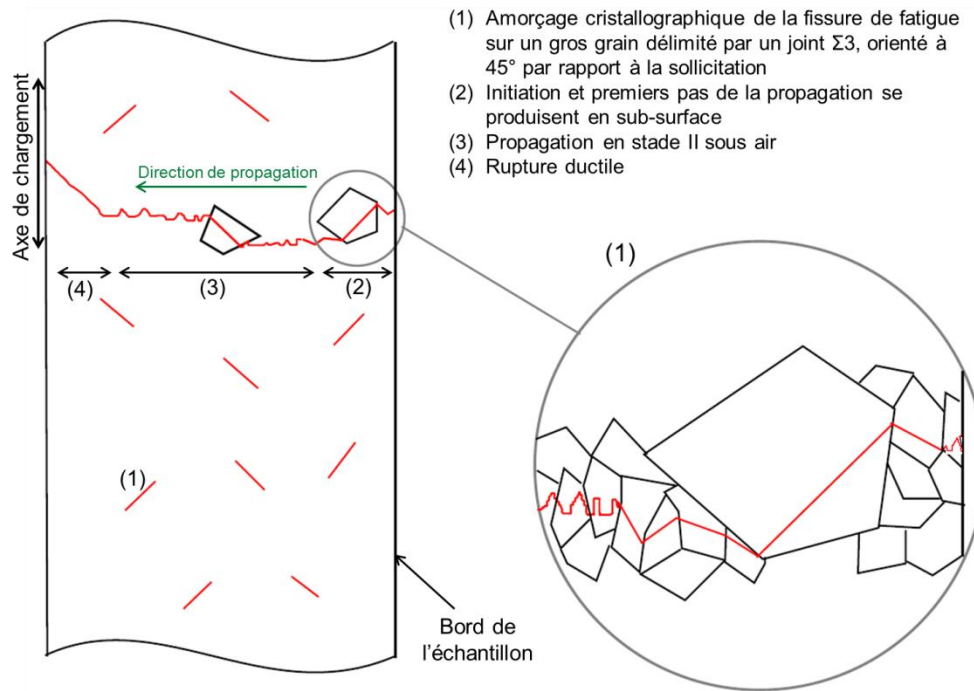
Dans un second temps, l'enjeu de l'analyse MET est de mieux comprendre le rôle des deux autres facteurs que sont la taille du grain et l'influence du joint  $\Sigma 3$ .



**Figure 6-12 : Analyses microstructurales autour d'un joint de grains fissuré dans le volume : (a) coupe métallographique d'un joint de grains fissuré, (b) carte de figure de pole inverse de cette zone, (c) carte d'indexation des joints de grains (les traits rouges représentent les joints  $\Sigma 3$ ) et (d) carte des facteurs de Schmid maximum de cette zone**

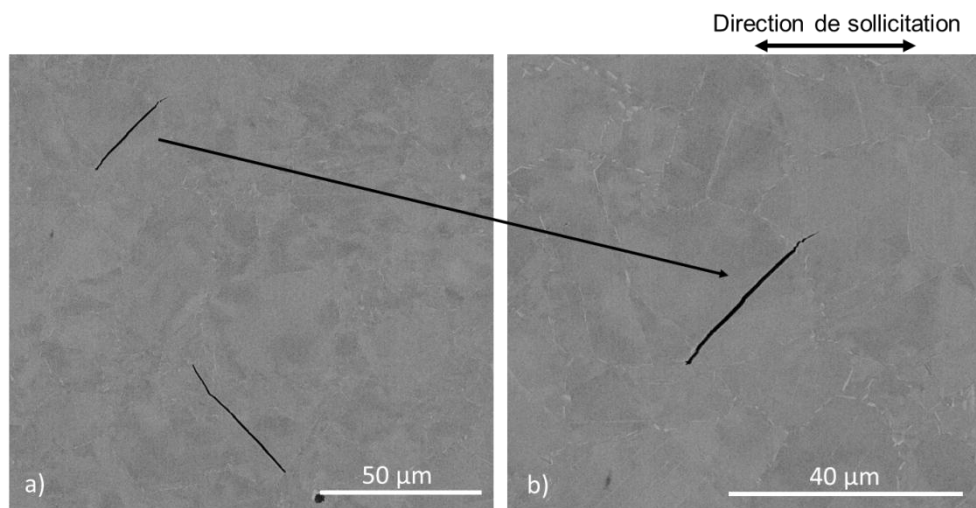
Ce mécanisme peut être résumé comme sur le schéma de la Figure 6-13 : lors des premiers cycles de fatigue des fissures amorcent sur les gros grains du matériau présentant des joints  $\Sigma 3$  orientés à  $45^\circ$  par rapport à la direction de sollicitation, et cela partout dans le volume. Cependant, la propagation de la fissure principale se fait à partir d'un amorçage en sub-surface.

6.2. DESCRIPTION DU MÉCANISME D'ENDOMMAGEMENT DES MATÉRIAUX À TAILLES DE GRAINS PLUS HÉTÉROGÈNES (AMORÇAGE SUR GRAINS)



**Figure 6-13 : Représentation schématique du mécanisme d'endommagement des éprouvettes provenant de l'alésage (matériau contenant certains gros grains > 20 μm de diamètre répartis de façon homogène)**

Il est difficile d'estimer le temps (ou le nombre de cycles) nécessaire à ces amorçages sur les joints  $\Sigma 3$ . Cependant le nombre de cycles minimum pour lequel elles ont été observées s'élève à environ 30 000 cycles, donc ces fissures apparaissent à moins de 10 % de la durée de vie totale de l'éprouvette. Aussi les observations en coupe (Figure 6-14) montrent très peu de fissures qui ont vraiment propagé aux grains voisins. Bien que la rupture des joints  $\Sigma 3$  se produise tôt lors des essais de fatigue, seul un site proche de la surface conduit à une propagation rapide qui mène à la rupture.

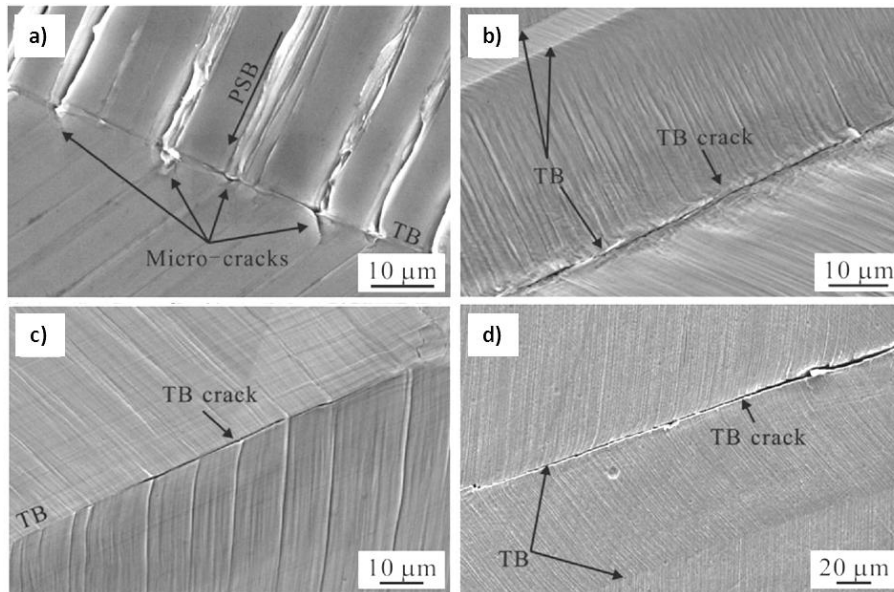


**Figure 6-14 : Image en électrons secondaires de fissures sur des joints  $\Sigma 3$  dans le volume pour une éprouvette après 33 000 cycles**

La rupture de ces joints  $\Sigma 3$  adjacent à des grains de diamètre élevé (supérieur ou égal à 20 μm) est à l'origine de la rupture prématurée des éprouvettes provenant de l'alésage comparées à celles de la dent. Le mécanisme de rupture de ces joints va donc être étudié.

6.2.4. MÉCANISME DE RUPTURE DES JOINTS  $\Sigma 3$ 

Les propriétés locales (endommagement, corrosion, précipitation...) des joints de grains sont directement reliées à leur arrangement atomique à l'interface. La désorientation du joint de grain induit une tension d'interface qui définit l'énergie du joint de grain. Des travaux [Montcel, 2012] ont montré que les joints  $\Sigma 3$  ne permettaient pas de transmettre le glissement via le joint, car ce sont des joints stables qui présentent une faible énergie. De plus ces joints sont plans, il n'y a donc pas d'ancrage mécanique possible sur ces joints, dès qu'un défaut s'initie dans ces plans, l'endommagement se propage rapidement. Un joint  $\Sigma 3$  n'est donc pas supposé être tolérant au dommage, le moindre défaut devrait provoquer sa rupture immédiate. Cependant des amorçages sur ce type de joint pour des matériaux différents [Zhang et al., 2011] montre une rupture progressive de ces joints qui s'explique par des mécanismes très locaux (Figure 6-15).

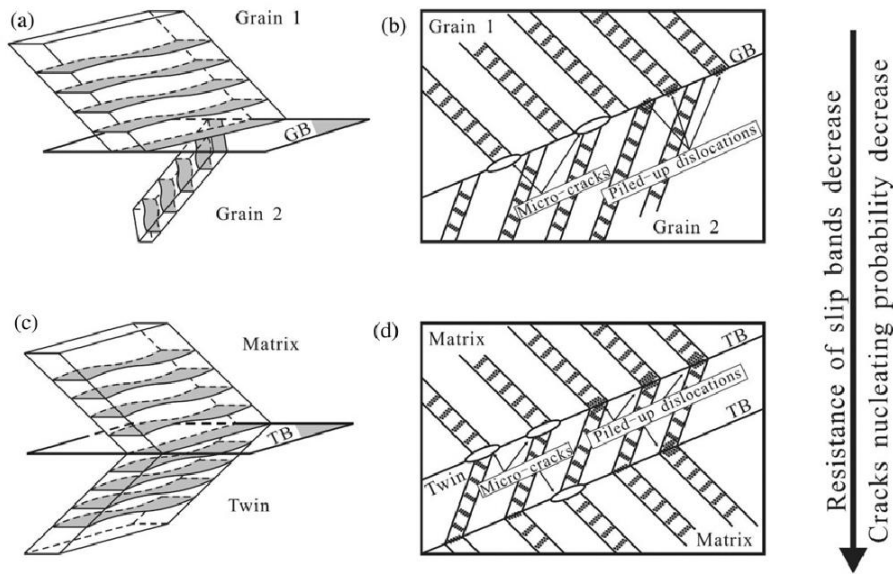


**Figure 6-15 : Comportement en fatigue d'un alliage Cu-Zn : a) Microfissures amorçant proche des joints  $\Sigma 3$  dans l'alliage Cu-10% Zn ( $\epsilon_{pl} = 4 \times 10^{-3}$ ,  $N = 3236$  cycles), b) Fissure de joint  $\Sigma 3$  dans Cu-32% Zn ( $\epsilon_{pl} = 4 \times 10^{-3}$ ,  $N = 4800$  cycles), c) Fissure de joint  $\Sigma 3$  dans Cu-8at% Al ( $\epsilon_{pl} = 4 \times 10^{-3}$ ,  $N = 2700$  cycles) et d) Fissure de joint  $\Sigma 3$  dans Cu-16at% Al ( $\epsilon_{pl} = 4 \times 10^{-3}$ ,  $N = 2700$  cycles) [Zhang et al., 2011]**

Les joints de grains et joints de macles agissent comme des barrières pour bloquer le mouvement des dislocations portées par les bandes de glissement, conduisant à une différence d'empilement de dislocations aux joints de grains et joints de macles. Pour ce qui est des joints de macles, les bandes de glissement activées atteignent le joint mais ont des difficultés à le franchir parce que les bandes doivent changer de plan de glissement Figure 6-16. Cela conduit à des empilements de dislocations qui entraîne une augmentation de la contrainte locale qui peut conduire à la fissuration.

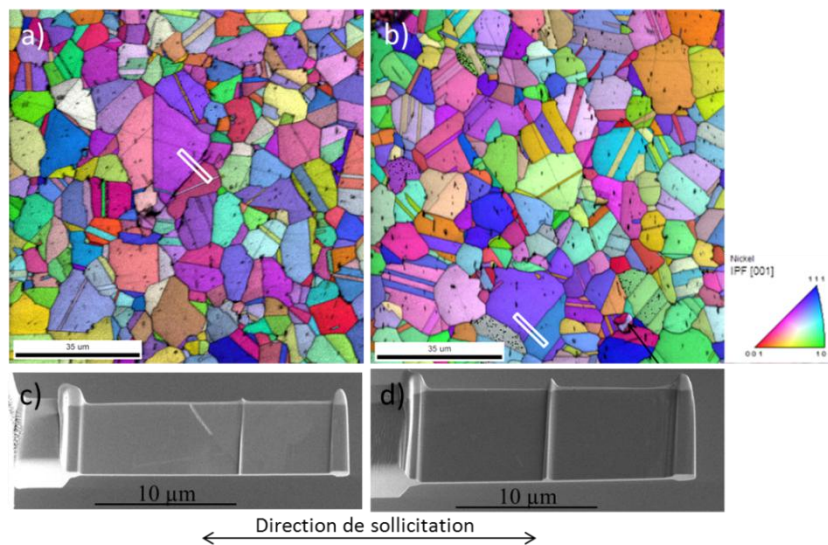
Cependant des études sur bicristaux et polycristaux [Zhang et al., 2011, Li et al., 2013] montrent que les joints de grains avec un angle de désorientation élevé sont plus sensibles à l'amorçage de fissures que les joints  $\Sigma 3$  définissant une macle, selon un mécanisme d'empilement («impingement»). Peut-on considérer qu'un joint  $\Sigma 3$  joue le même rôle s'il est seul ou s'il correspond à une paroi de macle ?

6.2. DESCRIPTION DU MÉCANISME D'ENDOMMAGEMENT DES MATÉRIAUX À TAILLES DE GRAINS PLUS HÉTÉROGÈNES (AMORÇAGE SUR GRAINS)



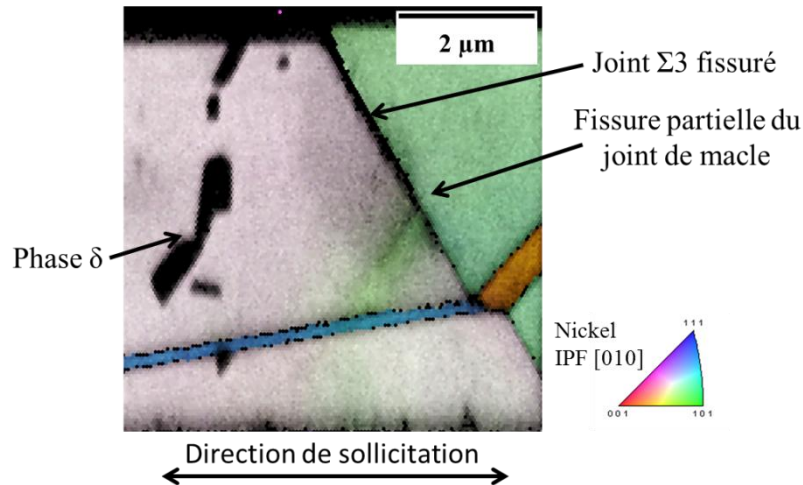
**Figure 6-16 : Illustration de fissuration par le mécanisme d'empilement sur des alliages de Cuivre : a) interaction des plans de glissement au travers d'un joint à forte désorientation, b) empilement de dislocations au joint de grains et amorçage de microfissures le long du joint de grains, c) interaction des plans de glissement sur un joint  $\Sigma 3$  et d) empilement de dislocations sur un joint  $\Sigma 3$  et amorçage de microfissures le long du joint  $\Sigma 3$  [Zhang et al., 2011]**

Pour comprendre comment la fissure s'initie sur un joint  $\Sigma 3$  dans le cas de l'alliage 718 de cette étude, des lames MET ont été prélevées à travers une des fissures observées sur la coupe précédente. Afin, de comparer les états métallurgiques, une lame dite de référence a aussi été prélevée au travers d'un joint  $\Sigma 3$ , joint qui n'avait pas engendré de fissure. Ces lames ont été prélevées par une méthode FIB décrite en annexe 9.4.3. Pour le prélèvement sans fissure, il a été choisi un joint  $\Sigma 3$  orienté à environ  $45^\circ$  par rapport à la direction de sollicitation et un joint traversant un grain de taille relativement élevée par rapport à la distribution de taille de grains du matériau pour pouvoir comparer les deux cas.



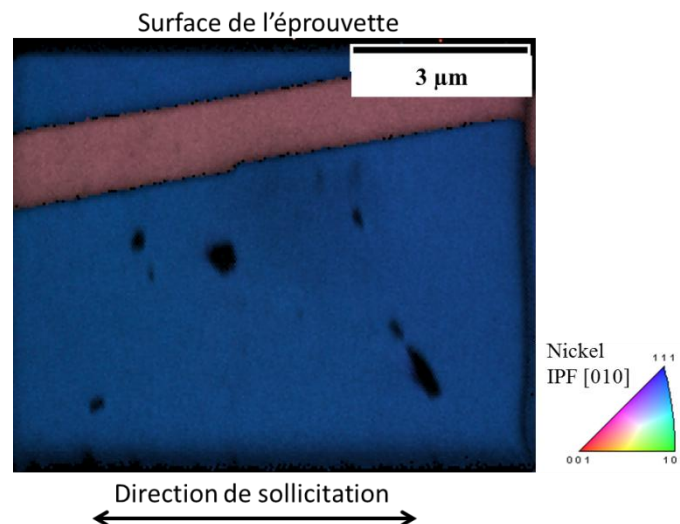
**Figure 6-17 : Zones de prélèvement des deux lames MET effectuées par FIB : une lame prélevée à travers une fissure de fatigue sur un joint  $\Sigma 3$  (a et c) et une seconde prélevée à travers un joint  $\Sigma 3$  orienté à  $45^\circ$  mais non fissuré (b et d)**

Tout d'abord, une analyse EBSD a été effectuée sur les lames prélevées. Il apparaît que le joint de grains n'est pas totalement fissuré : la fissuration d'un joint  $\Sigma 3$  dans ces conditions est un phénomène progressif, qui doit donc dépendre de l'état de contrainte locale comme dans l'étude de Zhang [Zhang et al., 2011]. De plus la fissure s'arrête à quelques nm d'un joint multiple formé par l'intersection avec deux autres macles. Ceci peut expliquer l'arrêt ou le ralentissement de la fissure par un effet d'ancrage. L'analyse MET va donc permettre d'étudier les phénomènes d'endommagement locaux autour de cette fissure et de les comparer à ce qui se produit autour d'un joint  $\Sigma 3$  qui n'a pas fissuré.



**Figure 6-18 : Analyse EBSD de la lame prélevée à travers une fissure sur un joint  $\Sigma 3$**

Pour ce qui est de la lame prélevée sur un joint  $\Sigma 3$  non fissuré, une macle apparaît sous la surface de prélèvement (Figure 6-19). Cette différence de disposition microstructurale (grain/macle) risque de se traduire par des phénomènes associés à la plasticité différents en termes d'accumulation de dislocations. En effet, il est probable qu'un joint  $\Sigma 3$  seul n'ait pas un comportement similaire à une macle qui a une épaisseur relativement faible par rapport à la taille de grains.



**Figure 6-19 : Analyse EBSD sur une lame prélevée au travers d'un joint  $\Sigma 3$  non fissuré**

C'est pourquoi, une analyse MET a été réalisée dans le but d'imager les microstructures de déformation dans les différents cas et de les comparer. Dans les superalliages  $\gamma$ - $\gamma''$ , tel que l'Inconel 718, notons qu'il est très difficile d'imager les dislocations car la présence des précipités  $\gamma''$  crée une distorsion du réseau de la matrice qui provoque l'apparition de contrastes de diffraction du même type que celui produit par les dislocations. De plus ici, il s'agit d'un alliage DA qui du fait de son état

## 6.2. DESCRIPTION DU MÉCANISME D'ENDOMMAGEMENT DES MATÉRIAUX À TAILLES DE GRAINS PLUS HÉTÉROGÈNES (AMORÇAGE SUR GRAINS)

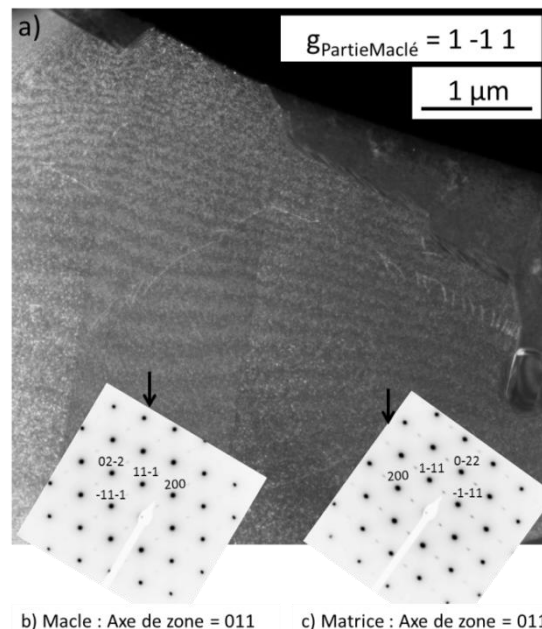
écroui, complique les conditions d'imagerie. Enfin les lames étant préparées par FIB, l'état de surface des lames est perturbé par des défauts d'irradiation (éventuellement petites boucles de dislocations). Pour évaluer l'effet de la méthode de préparation des lames (FIB), une troisième lame, avec un joint de macle, prélevée et amincie par une méthode électrolytique (décrite en annexe 9.4.3) a été analysée.

Afin d'exploiter au maximum les résultats obtenus par le MET et de s'affranchir des biais d'observation, on va donc procéder par comparaison qualitative:

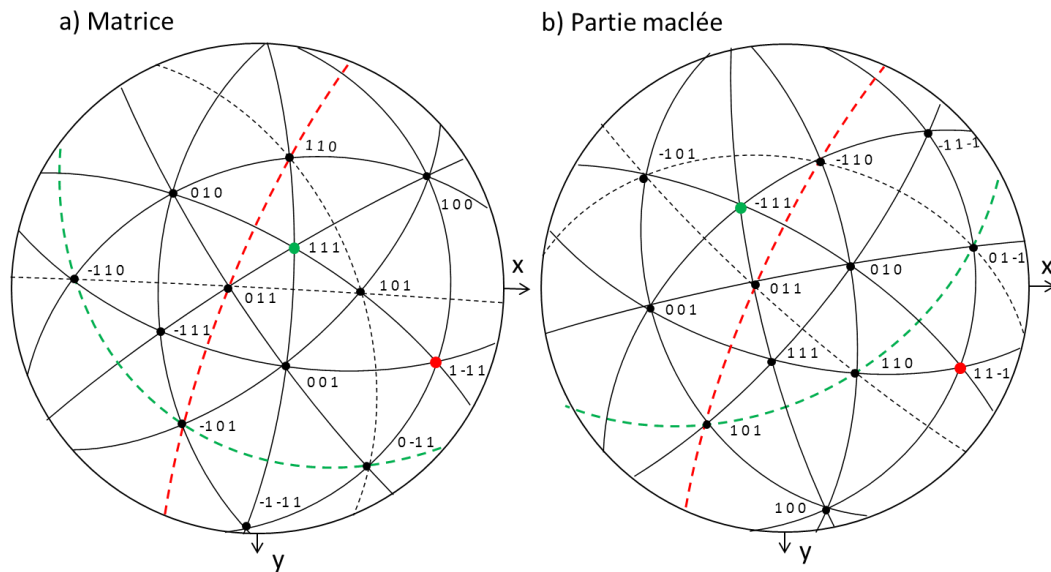
- Comparaison du joint  $\Sigma 3$  sans fissure après sollicitation en fatigue (prélèvement FIB) et d'un joint  $\Sigma 3$  avant fatigue (amincissement de la lame par la méthode d'amincissement électrolytique classique)
- Comparaison de la lame avec fissure avec celle du joint  $\Sigma 3$  sans fissure après sollicitation en fatigue

Les images MET vont être réalisées dans différentes conditions de diffraction afin d'essayer d'imager tous les systèmes de dislocations activés de part et d'autre de chaque joint  $\Sigma 3$  ce qui permet tout de même d'effectuer un travail exhaustif. Cette étude minutieuse a pu être réalisée grâce à la contribution de Loëiz NAZE, du Centre des Matériaux.

La lame prélevée avant la sollicitation en fatigue va servir de référence notamment en termes d'état de surface car elle a été amincie suivant la méthode classique de polissage électrolytique. Sur la Figure 6-20, il apparaît un grain contenant une macle, les clichés de diffraction des deux zones sont représentés. Le matériau présente très peu de défaut de structure (tel que des dislocations). Seul un système semble être activé dans la macle et dans la matrice. Les figures de pôles (Figure 6-21) permettent d'identifier les systèmes de glissement correspondant aux dislocations observées : pour la macle il s'agit du plan (-111) et pour la matrice du plan (111). Ces plans sont représentés en vert sur les projections stéréographiques de la Figure 6-21.



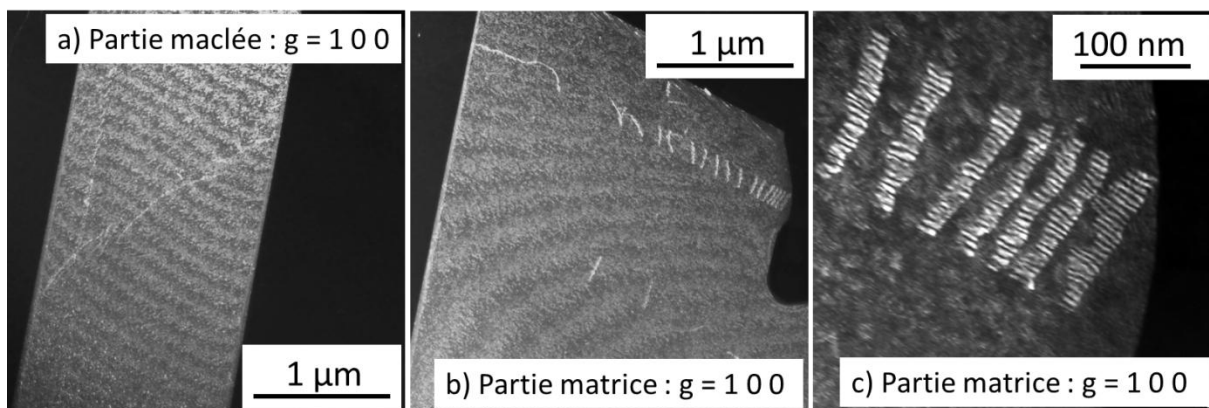
**Figure 6-20 : Image MET de la matrice et d'une macle dans l'alésage (a) avec les clichés de diffraction de chaque zone : (b) celui de la macle et (c) celui de la matrice**



**Figure 6-21 : Projections stéréographiques dans le plan de la lame provenant de l'alésage avant fatigue a) de la matrice et b) de la partie maclée. En rouge apparaît le plan de la paroi de macle et en vert le plan de glissement des dislocations observées**

Il apparaît une continuité de la transmission du cisaillement signifié par la présence de dislocations entre la partie maclée (Figure 6-22.a) et la matrice (Figure 6-22.b), là, le glissement des dislocations est bloqué au joint de grains suivant et un empilement apparaît (Figure 6-22.c). Noter que les dislocations présentent un contraste étendu et frangé du fait de la distorsion du réseau générée par la présence des précipités  $\gamma''$ . De plus, les franges ne sont pas rectilignes du fait de l'état de surface de la lame.

Il est important de constater que, dans ce cas, les dislocations sont clairement visibles et il est possible de les distinguer les unes des autres. Ici la configuration permet donc la transmission du cisaillement malgré le changement de plan nécessaire pour traverser le joint de macle. Cependant, l'éprouvette n'ayant pas subi de sollicitation mécanique, elle présente peu d'endommagement. Ces quelques dislocations observées sont probablement apparues lors de la mise en forme du matériau.



**Figure 6-22 : Images MET mettant en avant les dislocations présentes (a) dans une macle et (b, c) dans une matrice pour un échantillon prélevé dans l'alésage**

Si on compare la lame de la macle après fatigue (et prélevée par méthode FIB) à cette dernière, on remarque que l'on n'observe pas d'empilement de dislocations sur celle-ci (Figure 6-23). Cependant il apparaît des systèmes de glissement activés qui permettent au cisaillement de se transmettre entre la

6.2. DESCRIPTION DU MÉCANISME D'ENDOMMAGEMENT DES MATÉRIAUX À TAILLES DE GRAINS PLUS HÉTÉROGÈNES (AMORÇAGE SUR GRAINS)

matrice et la partie maclée. Les figures de pôles (Figure 6-24) permettent d'identifier les systèmes de glissement activés : pour la macle il s'agit du plan (1-1-1) et pour la matrice du plan (1-11), ces plans sont représentés en vert sur les projections stéréographiques (Figure 6-24). Une bande plus large se transmet entre la matrice et la macle, au vu de son orientation, elle correspondrait au plan (11-1) pour la macle et au plan (111) ou (-111) pour la matrice. Ces plans sont représentés en bleu sur les projections stéréographiques (Figure 6-24).

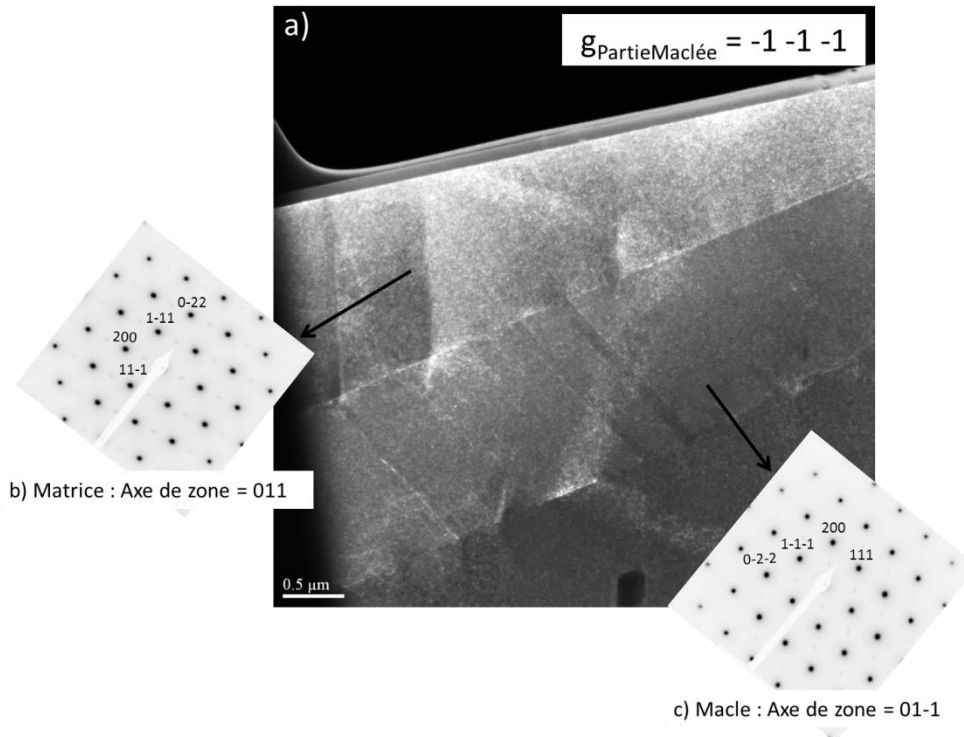


Figure 6-23 : Image MET en champs sombre d'une macle dans l'alésage après plus de 50 000 cycles (a) avec les clichés de diffraction de chaque zone : (b) celui de la matrice et (c) celui de la macle

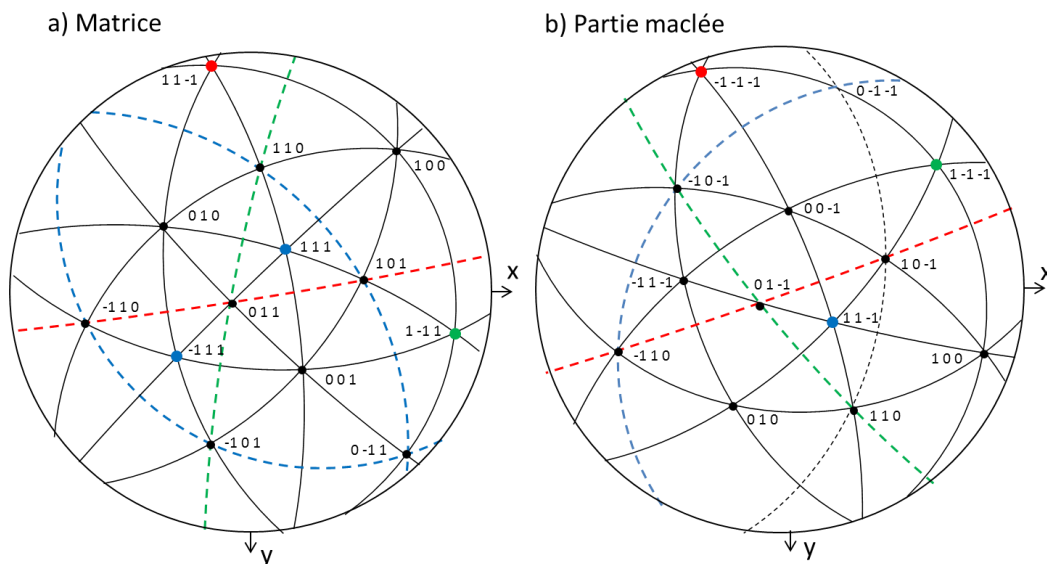
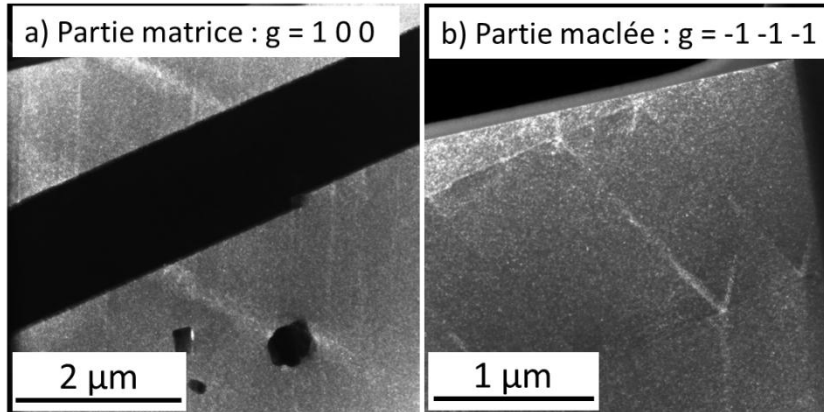


Figure 6-24 : Projections stéréographiques dans le plan de la lame après fatigue (sans fissure) a) de la matrice et b) de la partie maclée. En rouge apparaît le plan de la macle, et en vert et en bleu, les plans de glissement des dislocations observées

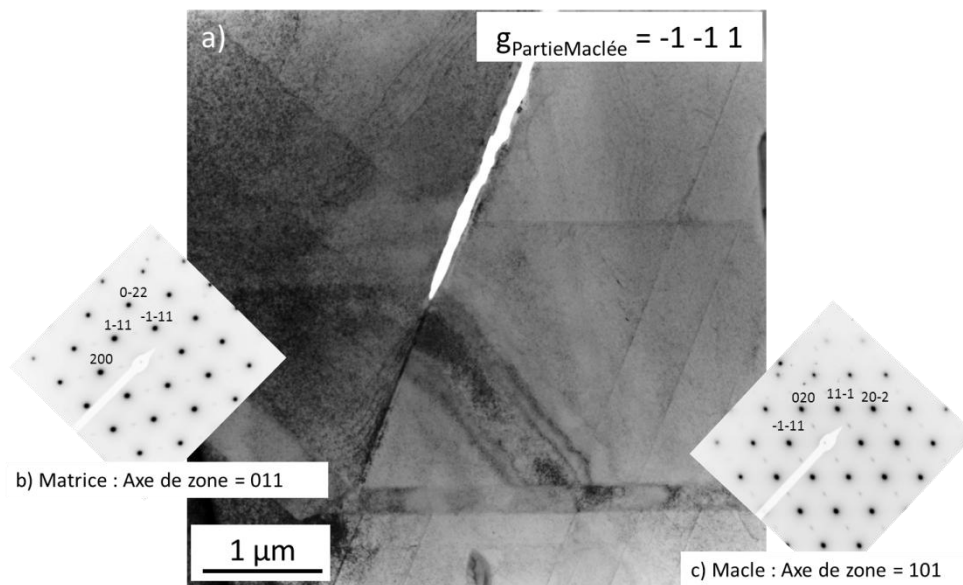
Même dans les meilleures conditions de diffraction, il est difficile de distinguer les dislocations dans les plans de glissement apparents. Cela peut être dû à la fois à l'état de la lame suite aux irradiations du FIB mais aussi au fait que la sollicitation en fatigue permet l'activation plus intense des systèmes de glissement. Dans cette configuration aussi, la macle permet donc le transfert du cisaillement de part et d'autre (Figure 6-25).



**Figure 6-25 : Image MET mettant en avant les systèmes de glissement activés (a) dans la matrice et (b) dans la macle après une sollicitation en fatigue à 450°C**

Enfin, l'observation de la lame contenant la fissure suivant le joint  $\Sigma 3$  est illustrée sur la

Figure 6-26. En pointe de fissure, il apparaît un contraste mal défini sur la partie à droite de la fissure, qu'on va définir arbitrairement comme la partie maclée.

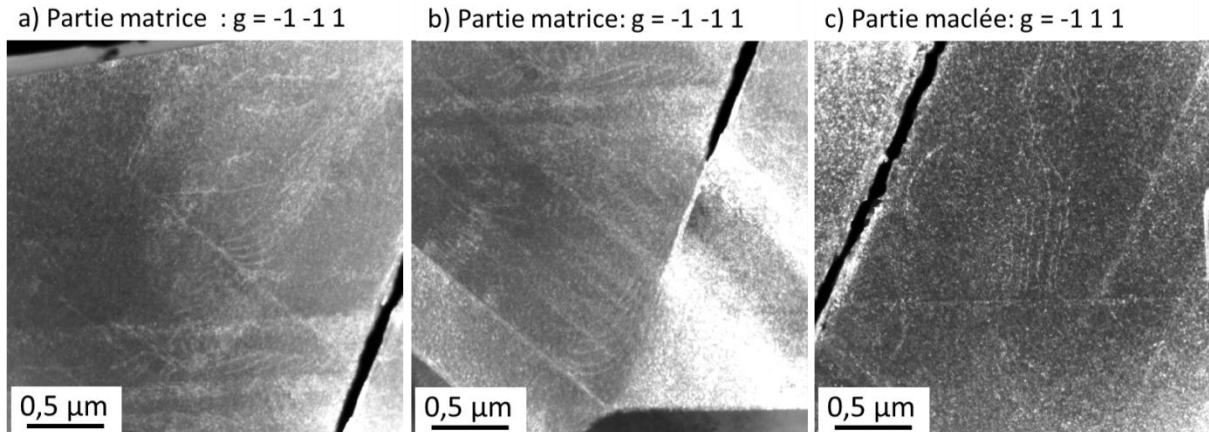


**Figure 6-26 : Image MET en champs sombre d'une fissure sur un joint  $\Sigma 3$  dans l'alésage (a) avec les clichés de diffraction de chaque zone : (b) celui de la partie intérieure et (c) celui de la partie extérieure (ou partie maclée)**

Ce contraste de courbure reste visible quelques soient les conditions de diffraction utilisées (quelques exemples sur la Figure 6-27). Pour créer ce genre de contraste avec des dislocations, il faudrait plusieurs sous-joints de flexion constitués des dislocations coin de lignes perpendiculaires à la paroi de macle. Or, ici, aucune structure de dislocation n'est visible dans ce contraste de courbure. Donc ce dernier ne peut être dû qu'à une déformation élastique.



Les dislocations présentes dans le plan (1 1 1) (proche du plan de la lame) sont celles qui ont pu être imagées (Figure 6-29), ces plans sont représentés en vert sur les projections stéréographiques de la Figure 6-28. Il apparaît aussi des dislocations dans le plan (-1 1 1) de la matrice qui viennent s'empiler sur la fissure (en haut de la Figure 6-29.b). La densité de dislocations dans cette lame est plus importante que dans les deux lames précédentes. On peut donc supposer que l'empilement de ces dislocations contre la paroi de macle est à l'origine de la concentration de contrainte qui entraîne la fissure.



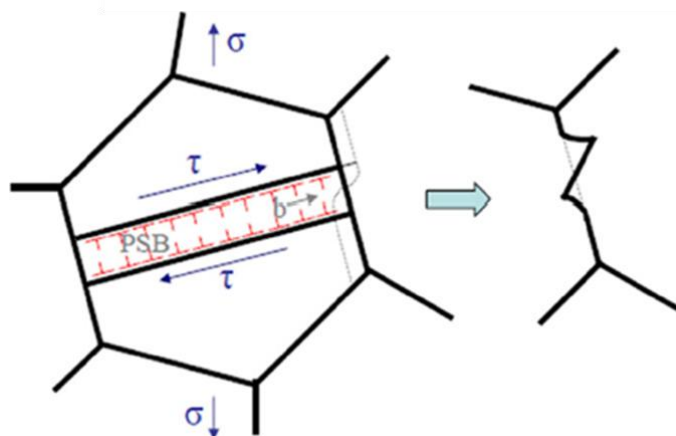
**Figure 6-29 : Image MET mettant en avant les dislocations et les plans de glissement présents de part et d'autre de la fissure du joint  $\Sigma 3$**

Ces hypothèses sont en adéquation avec les théories avancées dans la littérature [Sangid et al., 2011a, Sangid et al., 2011b, Sangid, 2013], selon lesquelles des bandes de glissement persistantes se forment à travers un grain (de taille et d'orientation données) et elles interceptent un joint de grains associé à une valeur de  $\Sigma$ . Là, deux cas sont possibles :

- Soit les bandes de glissement passent dans le grain voisin.
- Soit il y a une incompatibilité élastique et plastique qui mène à un empilement de dislocations et à une concentration de contrainte.

Cette concentration de contrainte peut mener à la rupture du joint, dans ce cas il peut y avoir création de lignes de glissement sur les nouvelles surfaces libres ainsi créées. Ce mécanisme est illustré par Sangid sur la Figure 6-30.

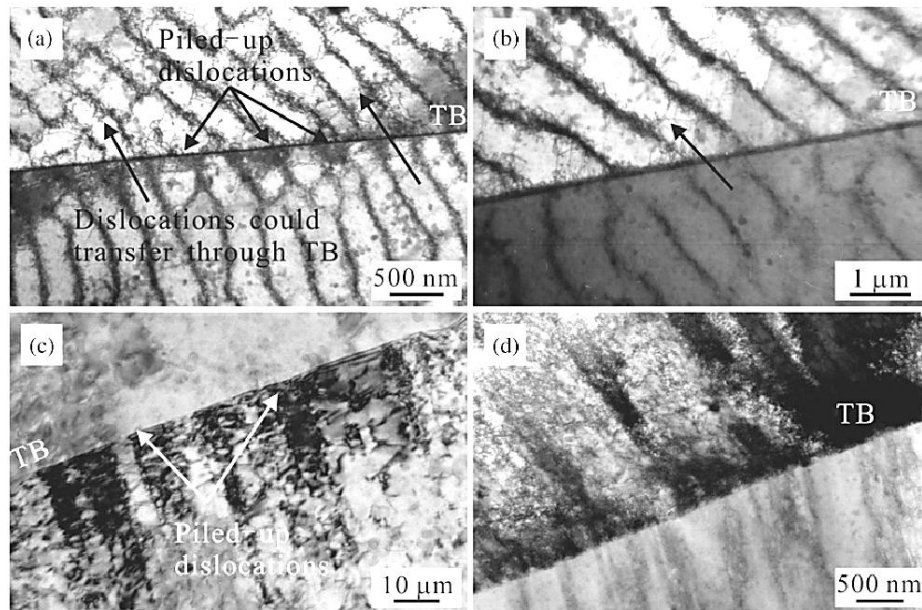
Dans notre cas, il s'agit d'une interaction partiellement réversible de mouvement de dislocations et de surface libre sans préjuger de l'interaction des mécanismes associés aux dislocations.



**Figure 6-30 : Représentation schématique de la géométrie des PSB dans un polycristal [Sangid, 2013]**

## 6.2. DESCRIPTION DU MÉCANISME D'ENDOMMAGEMENT DES MATÉRIAUX À TAILLES DE GRAINS PLUS HÉTÉROGÈNES (AMORÇAGE SUR GRAINS)

Dans les conditions de cette étude (matériau et méthode de prélèvement des lames) il est difficile d'imager les empilements de dislocations sur le joint  $\Sigma 3$ , seule l'accumulation des bandes de glissement est visible (Figure 6-29.b). Des travaux sur d'autres matériaux [Zhang et al., 2011] ont montré que des empilements de dislocations étaient particulièrement visibles sur les joints  $\Sigma 3$  (Figure 6-31) et que ces derniers conduisaient à la fissuration de ces joints. L'apparition des PSB dans ces études est liée à la capacité de s'écrouir de ces matériaux, ce qui n'est pas le cas de l'Inconel 718 qui est durci par précipitation et solution solide. La microstructure associée (cellule, veine) est donc différente (Figure 6-31.a et b).



**Figure 6-31 : Images MET des dislocations : (a,b) Cu-5at%Al et (c,d) Cu-16at%Al [Zhang et al., 2011]**

Des travaux sur bicristaux de 70-30  $\alpha$ -brass [Gopalan and Margolin, 1991], alliage de cuivre et de zinc, montrent que les joints  $\Sigma 3$  sont les sites d'amorçage de la rupture car c'est là qu'est atteint le maximum de contrainte dû aux interactions élastiques quand ces derniers sont orientés à  $45^\circ$  de l'axe de sollicitation. Des calculs par méthode élément finis montrent que les systèmes de glissement principaux présentent les valeurs les plus élevées de contrainte de cisaillement ainsi que de facteurs de Schmid de part et d'autre des joints de macles.

Dans cette étude, il a aussi été démontré que la nature du joint de grains a un rôle, car la rupture en fatigue d'un bicristal avec un joint de grains quelconque ne se produit pas sur le joint de grains mais là où les glissements sont les plus intenses.

Ce mécanisme d'amorçage sur joint  $\Sigma 3$  est possible quand différents paramètres sont regroupés :

- Une taille de grain adjacente à ce joint suffisamment grande pour permettre l'accumulation d'une quantité suffisante de plasticité.
- Le joint  $\Sigma 3$  ne doit pas faire partie d'une macle, pour ne pas transmettre les dislocations à travers la paroi  $\Sigma 3$ .
- La paroi  $\Sigma 3$  doit être orientée à environ  $45^\circ$  par rapport à la direction de sollicitation principale car cette direction correspond au maximum de l'activité plastique.

Lorsque ces conditions sont réunies alors les dislocations, qui traversent le grain, viennent s'accumuler sur la paroi  $\Sigma 3$  et créer ainsi une concentration de contrainte qui conduit à la rupture locale du joint.

### 6.3. CONCLUSIONS

- Les deux microstructures d’Inconel 718 DA conduisant à deux domaines de durées de vie en fatigue ont été étudiées en termes de mécanismes d’amorçage et de propagation en fonction de la microstructure.
- Il apparaît alors que pour la dent, matériau avec une taille de grains homogène et fine, l’amorçage se produit sur des nitrures en interne. Ce mécanisme explique les durées de vie plus élevées observées dans ce cas. En effet l’amorçage en interne pour des faibles valeurs de  $\Delta K$  conduit à un stade de propagation cristallographique sous vide qui est très lent. Il est possible de conclure que la formation de fish-eye est directement liée au rapport de la taille des grosses particules par rapport à la distribution de taille de grains et que cela engendre des durées de vie élevées pour ce type de microstructure.
- Pour l’alésage, qui présente une distribution de taille de grains plus large avec certains grains de diamètre équivalent supérieur à 20  $\mu\text{m}$ , le mécanisme de rupture est donc différent. Dans ce cas, les gros grains peuvent être définis comme le maillon faible de cette microstructure. En effet, l’amorçage se produit sur des joints  $\Sigma 3$  adjacent à ces gros grains lorsque ceux-ci sont orientés à environ  $45^\circ$  de la direction de sollicitation. Les analyses MET ont montré que, lors de la déformation en fatigue, une accumulation d’empilement de dislocations se fait sur ces joints  $\Sigma 3$  particuliers qui conduit donc à une concentration de contrainte qui engendre la rupture locale du joint. Ces ruptures sont présentes dans tout le volume du matériau mais il apparaît que seul un amorçage en sub-surface de l’éprouvette peut propager et conduire à la rupture totale.
- L’amorçage de la fissure se fait donc sur l’élément microstructural qui présente la taille la plus élevée, aussi bien pour la dent (niture) que pour l’alésage (gros grains). Il y a donc une nécessité de connaître la distribution de la taille de grains et les tailles maximales de particules pour espérer prédire le mécanisme de rupture et donc le domaine de durée de vie.
- Le mécanisme d’amorçage sur les joints  $\Sigma 3$  adjacent à de gros grains conduit aux durées de vie les plus faibles dans cette étude.





## 7. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES : RETOUR AU FORGEAGE, RELATION ENTRE FORGEAGE – MICROSTRUCTURE – COMPORTEMENT EN FATIGUE

L'évolution du procédé de forgeage et des traitements thermiques permet aujourd'hui d'obtenir un disque de turbine en Inconel 718 DA avec une microstructure à grains fins. Cette microstructure fine améliore considérablement le comportement en fatigue du matériau. Cependant, des disparités de durée de vie sont apparues d'une zone à l'autre du disque. Étant donné que les normes de sécurité imposent un dimensionnement conservatif des pièces, il est important de comprendre l'origine des points de plus faible durée de vie afin de supprimer ces microstructures. L'optimisation du dimensionnement permet une réduction de la consommation en énergie et donc présente un réel intérêt économique pour l'industriel.

L'objectif de cette étude est de déterminer l'origine des différences de durées de vie entre deux zones du disque de turbine HP : la dent et l'alésage. Les essais de fatigue à 450°C en contrôle de déformation montrent clairement une différence en termes de durabilité. D'un point de vue de la pièce, ces zones se différencient principalement par leur massivité : la dent est une zone fine du disque alors que l'alésage est une zone épaisse. Ce paramètre impacte directement les variables internes associées au procédé de forgeage et subies par le matériau. Il est notamment constaté une différence élevée de la température atteinte par le matériau. En effet, la massivité de l'alésage conduit à un échauffement adiabatique important lors de la mise en forme qui conduit à des températures supérieures à 1040°C (solvus de la phase  $\delta$ ). La croissance des grains est alors favorisée lors du passage de ce palier de température et une hétérogénéité de taille de grains apparaît dans le matériau. La question posée était de déterminer comment les paramètres microstructuraux modifiés par le gradient des variables appliquées localement lors du forgeage pouvaient influencer sur le comportement mécanique en fatigue et la durée de vie.

La durée de vie des éprouvettes provenant de l'alésage est, en moyenne, plus faible que celles provenant de la dent. Dans un premier temps, la microstructure des différents matériaux testés a été analysée pour expliquer ces différences.

L'analyse microstructurale par EBSD des matériaux montre effectivement une différence de distribution de taille de grains. La dent présente une microstructure homogène centrée sur une taille moyenne de grains de 7  $\mu\text{m}$ . Alors que l'alésage présente une distribution plus dispersée, avec une taille moyenne de 11  $\mu\text{m}$  mais surtout des grains pouvant atteindre des diamètres supérieurs à 20  $\mu\text{m}$ . La différence de taille de grains moyenne impacte directement le taux de phase  $\delta$  de chaque zone, étant donné que celle-ci précipite aux joints de grains. Les analyses complémentaires ne révèlent pas d'autres différences significatives : les distributions de précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$  sont comparables ainsi que les distributions des carbures et des nitrures. Ces derniers atteignent aussi des longueurs équivalentes supérieures à 20  $\mu\text{m}$ .

L'analyse complémentaire des lopins montrent une hétérogénéité importante au sein de ceux-ci. En effet, les gradients des variables de forgeage conduisent à différentes microstructures dans chaque lopin comme dans la pièce industrielle plus massive. Certaines zones s'apparentent alors à la dent et d'autres à l'alésage, aussi bien en termes de durée de vie que de microstructure (distribution de taille de grains).

La queue de distribution de la taille de grains est l'élément qui différencie une zone d'une autre. Le rôle de ces « gros grains » présents seulement dans l'alésage (et dans certaines zones des lopins) explique la différence de durée de vie. L'analyse des faciès de rupture a établi que le mécanisme d'amorçage sur ces éprouvettes, qui présentent aussi des durées de vie plus faibles, s'initie sur ces « gros grains » en subsurface. Alors que pour les éprouvettes provenant de la dent (et des zones des lopins présentant les mêmes caractéristiques microstructurales) l'amorçage a lieu en interne sur les nitrures de taille élevée (longueur équivalente supérieure à 20  $\mu\text{m}$ ).

La probabilité d'occurrence d'un mécanisme d'amorçage par rapport à l'autre semble liée à la microstructure locale du matériau. La taille de grains semble être un facteur prédominant. En effet lorsqu'un élément de taille important (grain ou particules) est présent dans une zone à faible taille de grains moyenne ; cet élément se comporte alors comme un maillon faible. De plus l'amorçage sur les « gros grains » est plus nocif que celui sur nitrures car il conduit à une rupture plus rapide. La compréhension et l'analyse des mécanismes d'amorçage et de propagation permettent de justifier cette différence de cinétique de rupture.

Les microstructures de type « dent » présentent un amorçage sur les nitrures de grandes tailles (longueur équivalente supérieure à 20  $\mu\text{m}$ ). L'amorçage se produit en interne et conduit donc à un premier stade de propagation cristallographique sous vide. La fin de cette étape est régie par la mécanique, le diamètre seuil délimitant le passage du stade I au stade II se situe aux environs de 350  $\mu\text{m}$ . Ce dernier atteint, la fissure se propage alors en stade II sous vide jusqu'à rencontrer la surface de l'éprouvette où elle se poursuit en stade II sous air jusqu'à la rupture de l'échantillon. Les étapes sous vide ralentissent la propagation de la fissure. Ce mécanisme, caractérisé par sa forme de « fish-eye », conduit à des durées de vie supérieures à 400 000 cycles. La dispersion intrinsèque à ce mécanisme reste encore inexplicée.

Dans les microstructures de type « alésage », ce sont les grains de diamètre équivalent supérieur à 20  $\mu\text{m}$  situés en subsurface qui conduisent à la rupture. Cependant, la taille de grains n'est pas un paramètre suffisant pour amorcer la fissure. Il est nécessaire que ce grain soit adjacent à un joint particulier de type  $\Sigma 3$  dont le plan du joint est orienté à 45° par rapport à l'axe de sollicitation. Les analyses MET montrent que cette configuration conduit à des accumulations de dislocations qui créent des concentrations de contrainte locales. Ces dernières conduisent à la fissuration progressive du joint  $\Sigma 3$ . La position subsurfacique des amorçages pourrait s'expliquer par la présence de contraintes résiduelles dues à l'usinage mais cela n'a pas pu être clairement établi. Ce mécanisme d'amorçage sur les joints  $\Sigma 3$  adjacents à des gros grains (diamètre supérieur à 20  $\mu\text{m}$ ) conduit à des durées de vie inférieures à 400 000 cycles et pouvant même atteindre seulement 50 000 cycles. Cette dispersion peut être corrélée à la taille des grains qui amorcent ainsi qu'à leur distance à la surface libre de l'éprouvette.

La présence des joints  $\Sigma 3$  seule n'est pas néfaste car il apparaît que la proportion de ce type de joints est identique entre les différents matériaux du disque (dent et alésage). L'élément microstructural, d'ordre un, néfaste pour la durée de vie est donc la présence de « gros grains ».

Des pistes peuvent donc être proposées afin d'éviter la croissance non-souhaitée des grains lors de la mise en forme par forgeage. La variable identifiée comme discriminante lors de l'étude par simulation est la température maximale atteinte lors du forgeage. En effet, sur les trois lopins expérimentaux, plus la température maximale atteinte lors de la déformation est élevée plus des zones présentant une microstructure localement hétérogène (comme dans l'alésage) apparaissent (cf Figure 4-22). Cette variable est directement reliée au paramètre : vitesse de déformation dans le cas de ces

lopins (qui évolue entre 3 et 15 mm/s), étant donné que c'est le seul paramètre qui différencie ces trois lopins (Tableau 3-3).

Sur une pièce industrielle, il ne s'agit pas simplement de diminuer la vitesse de déformation pour réduire ce pic de température, étant donné la massivité et la géométrie de cette dernière. La possibilité de réduire le pic à haute température en forgeant la pièce en deux chaudes (Figure 3-16) peut être une solution au problème de massivité et éviter un échauffement adiabatique trop important. Cependant, il apparaît que même au sein d'une pièce de géométrie simple telle qu'un lopin, des variations importantes de microstructure sont constatées. Il serait intéressant d'effectuer des essais de fatigue dans les mêmes conditions afin d'analyser le comportement en fatigue et les mécanismes d'endommagement suite à un forgeage de disque en deux chaudes afin de valider cette hypothèse.

Cette étude, du fait du matériau microstructuralement complexe, de la dispersion due à la fatigue et des nombreux paramètres du procédé de forgeage, nécessite une statistique importante pour valider les hypothèses formulées ici. Il serait donc intéressant de multiplier les essais de fatigue et les études fractographiques et microstructurales associées afin de découpler avec certitude l'effet de chaque élément microstructural (taille de grains, présence de joints  $\Sigma 3$ , taille de particules relativement à la taille de grains, position par rapport à la surface...).

De même, des reproductions de forgeage sur des échantillons plus petits avec une meilleure maîtrise des paramètres appliqués (par exemple, à l'aide d'une Gleeble) permettraient de relier plus directement les paramètres de forgeage à la microstructure. Sachant que l'importance de la géométrie et de la massivité des pièces industrielles exige une solution qui permette d'améliorer globalement le comportement de toute la pièce avec des paramètres d'entrée de forgeage unique.



## 8. BIBLIOGRAPHIE

- [Alexandre, 2004] Alexandre, F. (2004). *Aspects probabilistes et microstructuraux de l'amorçage des fissures de fatigue dans l'alliage INCO 718*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.
- [Alexandre et al., 2004] Alexandre, F., Deyber, S., and Pineau, A. (2004). Modelling the optimum grain size on the low cycle fatigue life of a ni based superalloy in the presence of two possible crack initiation sites. *Scripta Materialia*, 50:25–30.
- [AMS, 2001] AMS (1965-2001). *Aerospace Material Specification*.
- [Andrieu et al., 1994] Andrieu, E., Wang, N., Molins, R., and Pineau, A. (1994). Influence of compositional modifications on thermal stability of alloy 718. In ed. E.A. Loria, editor, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 695 – 710. Minerals, metals & materials society.
- [ASM, 1992] ASM (1992). *ASM Handbook - Volume 3 : Alloy phase diagrams*.
- [Azadian et al., 2004] Azadian, S., Wei, L.-Y., and Warren, R. (2004). Delta phase precipitation in Inconel 718. *Materials Characterization*, 53(1):7 – 16.
- [Bathias and Pineau, 2009] Bathias, C. and Pineau, A. (2009). *Fatigue des Matériaux et des Structures 3*. Hermes science publication.
- [Bathias and Sertour, 1974] Bathias, C. and Sertour, G. (1974). L'initiation des fissures de fatigue. In *17ième colloque de la Métallurgie de Saclay, Saclay, France*, pages 647–676.
- [Bhowal and Wusatowska-Sarnek, 2005] Bhowal, P. R. and Wusatowska-Sarnek, A. M. (2005). Carbides and their influence on notched low cycle fatigue behavior of fine grained in 718 gas turbine disk material. In ed. E.A. Loria, editor, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 341–349. Minerals, metals & materials society.
- [Brooks and Bridges, 1988] Brooks, J. M. and Bridges, P. J. (1988). Metallurgical stability of Inconel alloy 718. In ed. S. Reichman, D. D., editor, *Superalloys 1988*, pages 33 – 42. The Metallurgical Society.
- [Brucelle, 2001] Brucelle, O. (2001). *Etude de l'effet de la microstructure sur la résistance à la corrosion sous contrainte en milieu primaire R.E.P. de l'alliage 718*. PhD thesis, INPT.
- [Cao and Kennedy, 1996] Cao, W. D. and Kennedy, R. L. (1996). Phosphorus-boron interaction in nickel-base superalloys. In ed. R.D. Kissinger et al., editor, *Superalloys 1996*, pages 589 – 597. Minerals, metals & materials society.
- [Casanova, 2010] Casanova, A. (2010). Origines des variations de propriétés mécaniques de l'alliage Inconel 718da en relation avec ses caractéristiques microstructurales. Master's thesis, ISAE.
- [Chaboche and Lemaitre, 2008] Chaboche, J. and Lemaitre, J. (2008). *Mécanique des matériaux solides*. Dunod.
- [Chan, 2010] Chan, K. S. (2010). Roles of microstructure in fatigue crack initiation. *International Journal of Fatigue*, 32:1428–1447.
- [Chaturvedi and Han, 1983] Chaturvedi, M. C. and Han, Y. (1983). Strengthening mechanisms in Inconel 718 superalloy. *Metal Science*, 17:145 – 149.
- [Cieslak et al., 1989] Cieslak, M. J., Knorovsky, G. A., Headley, T. J., and Roming, A. D. (1989). The solidification metallurgy of alloy 718 and other nb-containing superalloys. In ed.

- E.A. Loria, editor, *Superalloys 718 Metallurgy and Applications*, pages 59 – 68. Minerals, metals & materials society.
- [Clavel, 1980] Clavel, M. (1980). *Fatigue plastique et fissuration de deux alliages durcis par des précipités déformables. Etude comparative des mécanismes*. PhD thesis, Université Poitiers - ENSMA.
- [Cloetens et al., 1997] Cloetens, P., Pateyron-Salome, M., Buffière, J. Y., Peix, G., Baruchel, J., Peyrin, F., and Schlenker, M. (1997). Observation of microstructure and damage in materials by phase sensitive radiography and tomography. *J. Appl. Phys.*, 81:5878 – 5885.
- [Connolley et al., 2003] Connolley, T., Reed, P. A. S., and Starink, J. M. (2003). Short crack initiation and growth at 600°C in notched specimens of Inconel 718. *Materials Science & Engineering A*, 340 1-2:139–154.
- [Coste et al., 2005] Coste, S., Andrieu, E., and Huez, J. (2005). Effect of a heterogeneous distribution of particles on the formation of banded grain structure in wrought alloy 718. *Materials Science & Engineering, A*, 396:92 – 98.
- [Cozar, 1973] Cozar, R. (1973). *Etude de la précipitation des phases gamma' (L12) et gamma'' (DO22) dans des aciers austénitiques Fe - Ni - (Co) - Ta et des superalliages dérivés de l'Inconel 718*. PhD thesis, Université de Nancy.
- [Cozar and Pineau, 1973] Cozar, R. and Pineau, A. (1973). Morphology of  $\gamma'$  and  $\gamma''$  precipitates and thermal stability of Inconel 718 type alloys. *Metallurgical Transactions*, 4:47–59.
- [Davis, 1997] Davis, J. R. (1997). *ASM Speciality Handbook : Heat Resistant Materials*.
- [Deleume, 2007] Deleume, J. (2007). *Facteurs métallurgiques et mécaniques contrôlant l'amorçage de défauts de corrosion sous contrainte dans l'alliage 718 en milieu primaire des réacteurs à eau sous pression*. PhD thesis, Institut Polytechnique de Toulouse.
- [Desvallées et al., 1994] Desvallées, Y., Bouzidi, M., Bois, F., and Beaudé, N. (1994). Delta phase in Inconel 718 : Mechanical properties and forging process requirements. In ed. E.A. Loria, editor, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 281 – 292. Minerals, metals & materials society.
- [Devaux, 2007] Devaux, A. (2007). *Etude de l'influence des traitements thermomécaniques et thermiques sur la microstructure et la tenue en fluage de l'alliage 718*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.
- [Devaux et al., ] Devaux, A., Nazé, L., Organista, A., Guédou, J., and Héritier, P. Effect of direct aging on the microstructure and the mechanical properties of alloy 718. *Unpublished results*.
- [Eiselstein, 1965] Eiselstein, H. L. (1965). Metallurgy of a columbium-hardened nickel-chromium-iron alloy. *ASTM STP*, 369:65–79.
- [Farag, 2008] Farag, J. (2008). Validation de la modélisation de la microstructure et des caractéristiques mécaniques des pièces forgées en Inconel 718. Master's thesis, IFIPS.
- [Fargues, 2009] Fargues, N. (2009). Analyse métallurgique fine d'un brut de forge en inco 718 da. Technical report, Snecma Villaroche.
- [Fayman, 1987] Fayman, Y. C. (1987). Microstructural characterization and elemental partitioning in a direct aged superalloy (da 718). *Materials Science and Engineering*, 92:159 – 171.
- [Fournier and Pineau, 1977] Fournier, D. and Pineau, A. (1977). Low cycle fatigue behavior of Inconel 718 at 298 k and 823 k. *Metallurgical Transactions A*, 8(7):1095–1105.

- [Fu et al., 2009] Fu, S., Dong, J., Zhang, M., and Xie, X. (2009). Alloy design and development of Inconel718 type alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 499:215 – 220.
- [Gao et al., 1996] Gao, M., Chen, S., Harlow, D. G., and Wei, R. P. (1996). Preferential coarsening of gamma” precipitates in Inconel 718 during creep. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 27:3391 – 3398.
- [Ghonem and Zheng, 1992] Ghonem, H. and Zheng, D. (1992). Depth of intergranular oxygen diffusion during environment-dependent fatigue crack growth in alloy 718. *Materials Science & Engineering, A*, 150:151– 160.
- [Gopalan and Margolin, 1991] Gopalan, P. and Margolin, H. (1991). Elastic stresses, twin boundaries and fatigue cracking. *Materials Science and Engineering: A*, 142(1):11 – 23.
- [Hall, 1951] Hall, E. O. (1951). The deformation and ageing of mild steel : Iii discussion of results. *Proc. Phys. Soc. B*, 64:747 – 753.
- [Han et al., 1982] Han, Y.-F., Deb, P., and Chaturvedi, M. C. (1982). Coarsening behaviour of gamma double-prime and gamma prime particles in Inconel alloy 718. *Materials Science & Technology*, 16:555 – 562.
- [He et al., 1994] He, J., Fukuyama, S., and Yokogawa, K. (1994). Gamma” precipitate in Inconel 718. *J. Mater. Sci. Technol*, 10:293–304.
- [He et al., 1998] He, J., Han, G., Fukuyama, S., and Yokogawa, K. (1998). Interfaces in a modified Inconel 718 with compact precipitates. *Acta Materialia*, 46(1):215 – 223.
- [Helfen et al., 2011a] Helfen, L., Myagotin, A., Mikulik, P., Pernot, P., Voropaev, A., Elyyan, M., Michiel, M. D., Baruchel, J., and Baumbach, T. (2011a). On the implementation of computed laminography using synchrotron radiation. *Review of Scientific Instruments*, 82:063702.
- [Helfen et al., 2011b] Helfen, L., Xu, F., Schillinger, B., Calzada, E., Zanette, I., Weitkamp, T., and Baumbach, T. (2011b). Neutron laminography - a novel approach to three-dimensional imaging of flat objects with neutrons. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A*, 651(1):135 – 139.
- [Hwang et al., 1989] Hwang, K.-H., Plichta, M., and Lee, J. (1989). Grain size gradient nickel alloys ii: Fatigue properties. *Materials Science and Engineering: A*, 114:61 – 71.
- [Jackman et al., 1991] Jackman, L. A., Smith, G. J., Dix, A. W., and Lasonde, M. L. (1991). Rotary forge processing of direct aged Inconel 718 for aircraft engine shafts. In ed. E.A. Loria, editor, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 125 – 132. Minerals, metals & materials society.
- [Jacquelin, 1983] Jacquelin, B. (1983). *Amorçage de fissures en fatigue oligocyclique sous chargement multiaxial*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.
- [Jaoul, 1960] Jaoul, B. (1960). *Etude de la plasticité et application aux métaux*.
- [Jin et al., 1986] Jin, Z., Jiang, G., and Zhou, R. (1986). *The influence of direct aging treatment on the structure and the mechanical properties for Inconel 718 alloy*. D. Reidel.
- [Kalluri et al., 1997] Kalluri, S., Rao, K. B. S., Halford, G. R., and McGaw, M. A. (1997). Deformation mechanisms and fatigue behavior of prestrained inconel 718 superalloy. In ed. E.A. Loria, editor, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 595 – 606. Minerals, Metals & Materials Society.

- [Kashyap and Chaturvedi, 2007] Kashyap, B. P. and Chaturvedi, M. C. (2007). The effect of prior annealing on high temperature flow properties of and microstructural evolution in spf grade in718 superalloy. *Materials Science & Engineering A*, 445 - 446:364 – 373.
- [King, 1987] King, J. E. (1987). Fatigue crack propagation in nikel-base superalloys – effects of the microstructure, load ratio and temperature. *Materials Science and Technology*, 3:750–764.
- [Kirman, 1969] Kirman, I. (1969). Precipitation in the fe-ni-cr-nb system. *Journal Iron and Steel Institute*, 207:1612 – 1618.
- [Kirman and Warrington, 1970] Kirman, I. and Warrington, D. H. (1970). Precipitation of ni3nb phases in a ni-fe-cr-nb alloy. *Metallurgical Transactions*, 1:2667 – 2675.
- [Kobayashi et al., 2005] Kobayashi, K., Yamaguchi, K., Hayakawa, M., and Kimura, M. (2005). Grain size effect on high-temperature fatigue properties of alloy 718. *Materials Letters*, 59(2-3):383 – 386.
- [Kobayashi et al., 2008] Kobayashi, K., Yamaguchi, K., Hayakawa, M., and Kimura, M. (2008). High-temperature fatigue properties of austenitic superalloys 718, a286 and 304L. *International Journal of Fatigue*, 30(10-11):1978 – 1984.
- [Krueger, 1989] Krueger, D. D. (1989). The development of direct age 718 for gas turbine engine disk applications. *Superalloy 718 - Metallurgy and applications*, pages 279 – 296.
- [Krueger et al., 1987] Krueger, D. D., Antolovich, S. D., and Stone, R. H. V. (1987). Effects of grain size and precipitate size on the fatigue crack growth behaviour of alloy 718 at 427°C. *Metallurgical Transactions A*, 18A:1431 – 1449.
- [Krupp et al., 2004] Krupp, U., Kane, W., Laird, C., and McMahon, C. (2004). Brittle intergranular fracture of a ni-base superalloy at high temperatures by dynamic embrittlement. *Materials Science and Engineering: A*, 387-389:409 – 413. 13th International Conference on the Strength of Materials.
- [Krupp et al., 2003] Krupp, U., Kane, W. M., Liu, X., Dueber, O., Laird, C., and Jr., C. J. M. (2003). The effect of grain-boundary-engineering-type processing on oxygen-induced cracking of {IN718}. *Materials Science and Engineering: A*, 349(1 - 2):213 – 217.
- [Laiarinandrasana et al., 2012] Laiarinandrasana, L., Morgeneyer, T., Proudhon, H., N'guyen, F., and Maire, E. (2012). Effet of multiaxial stress state on morphology and spatial distribution of voids in deformed semicrystalline polymer assessed by x-ray tomography. *Macromolecules*, 45:4658–4668.
- [Lawless and Dix, 2001] Lawless, B. H. and Dix, A. W. (2001). Effect of processing/microstructure on the threshold fatigue crack growth behavior of alloy 718 forging. In ed. E.A. Loria, editor, *Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives*, pages 553 – 564. Minerals, Metals & Materials Society.
- [Li et al., 2013] Li, L. L., Zhang, P., Zhang, Z. J., and Zhang, Z. F. (2013). Effect of crystallographic orientation and grain boundary character on fatigue cracking behaviors of coaxial copper bicrystals. *Acta Materialia*, 61:425–438.
- [Lifshitz and Slyozov, 1961] Lifshitz, I. and Slyozov, V. (1961). The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 19(1-2):35 – 50.

- [Liu et al., 1991] Liu, C. D., Han, Y. F., Yan, M. G., and Chaturvedi, M. C. (1991). Creep crack growth behaviour of alloy 718. In ed. E.A. Loria, editor, *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*, pages 537 – 548. Minerals, Metals & Materials Society.
- [Liu et al., 1999] Liu, X., Dong, J., Tang, B., Hu, Y., and Xie, X. (1999). Investigation of the abnormal effects of phosphorus on mechanical properties of {INCONEL718} superalloy. *Materials Science and Engineering: A*, 270(2):190 – 196.
- [Maire et al., 2004] Maire, E., Salvo, L., Cloetens, P., and Michiel, M. D. (2004). Tomographie à rayons x appliquée à l'étude des matériaux. *Techniques de l'ingénieur*, IN 20:1 – 10.
- [Miao et al., 2009] Miao, J., Pollock, T. M., and Jones, J. W. (2009). Crystallographic fatigue crack initiation in nickel-based superalloy rené 88dt at elevated temperature. *Acta Materialia*, 57:5964 – 5974.
- [Miao et al., 2012] Miao, J., Pollock, T. M., and Jones, J. W. (2012). Microstructural extremes and the transition from fatigue crack initiation to small crack growth in a polycrystalline nickel-base superalloy. *Acta Materialia*, 60:2840 – 2854.
- [Mills and Brown, 2001] Mills, W. J. and Brown, C. M. (2001). Fatigue fracture surface morphology for alloy 718. In ed. E.A. Loria, editor, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 511 – 522. Minerals, Metals & Materials Society.
- [MMS, 2014] MMS (2014). *Eclatement d'un disque de turbine de moteur d'avion [en ligne]*. disponible sur <[http://mms2.ensmp.fr/mmc\\_paris/cas/disques.php](http://mms2.ensmp.fr/mmc_paris/cas/disques.php)>.
- [Molins et al., 1997] Molins, R., Hochstetter, G., Chassaing, J. C., and Andrieu, E. (1997). Oxydation effects on the fatigue crack growth behavior of alloy 718 at high temperature. *Acta Materialia*, 45:663 – 674.
- [Mons, 1996] Mons, C. (1996). Traitements thermiques des superalliages. *Techniques de l'ingénieur*, M1165:1 – 12.
- [Montcel, 2012] Montcel, H. T. D. (2012). *Ingénierie des joints de grain dans les superalliages à base de nickel*. PhD thesis, Mines ParisTech.
- [Montheillet, 1996] Montheillet, F. (1996). Métallurgie en mise en forme. *Techniques de l'ingénieur*, M600:1 – 12.
- [Murakami, 2002] Murakami, Y. (2002). *Metal fatigue : Effects of small defects and nonmetallic inclusions*.
- [Murakami et al., 1988] Murakami, Y., Kodoma, S., and Konuma, S. (1988). Quantitative evaluation of effects of non-metallic inclusions on fatigue strength of high strength steel. *Trans. JSME*, 54A:688–695.
- [Muzyka and Maniar, 1969] Muzyka, D. R. and Maniar, G. N. (1969). Effect of solution treating temperature and microstructure on the properties of hot rolled 718 alloy. *Metals Engineering Quarterly*, 9:23 – 37.
- [Niang, 2010] Niang, A. (2010). *Contribution à l'étude de la précipitation des phases intermétalliques dans l'alliage 718*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse).
- [Niang et al., 2010] Niang, A., Huez, J., Lacaze, J., and Viguier, B. (2010). Characterizing precipitation defects in nickel based 718 alloy. *Materials Science Forum*, 636-637:517–522.

- [Oblak et al., 1974] Oblak, J., Duvall, D., and Paulonis, D. (1974). An estimate of the strengthening arising from coherent, tetragonally-distorted particles. *Materials Science and Engineering*, 13(1):51 – 56.
- [Ocre, 2008] Ocre, A. (2008). Caractérisation et influence des amas de carbures sur la tenue en fatigue des pièces forgées en inconel 718. Master's thesis, Supméca.
- [Oradei and Radavich, 1991] Oradei, A. and Radavich, J. F. (1991). A current t-t-t diagram for wrought alloy 718. In ed. E.A. Loria, editor, *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*, pages 325 – 335. Minerals, Metals & Materials Society.
- [Paulonis et al., 1969] Paulonis, D. F., Oblak, J. M., and Duvall, D. S. (1969). Precipitation in nickel-base alloy 718. *Trans. ASM*, 62:611–622.
- [Pédron and Pineau, 1982] Pédrón, J. P. and Pineau, A. (1982). The effect of microstructure and environment on the crack growth behaviour of inconel 718 alloy at 650°C under fatigue, creep and combined loading. *Materials science and engineering*, 56:143–156.
- [Petch, 1953] Petch, N. J. (1953). The cleavage strength of polycrystals. *Journal Iron Steel Inst. London*, 173:25 – 28.
- [Petit and Henaff, 1991] Petit, J. and Henaff, G. (1991). Stage ii intrinsic fatigue crack propagation. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 25(12):2683 – 2687.
- [Petit and Sarrazin-Baudoux, 2010] Petit, J. and Sarrazin-Baudoux, C. (2010). Some critical aspects of low rate fatigue crack propagation in metallic materials. *International Journal of Fatigue*, 32(6):962 – 970.
- [Pineau, 1986] Pineau, A. (1986). *Short fatigue crack behavior in relation to three-dimensional aspects and crack closure effect*. Metallurgical Society.
- [Pineau and Antolovich, 2009] Pineau, A. and Antolovich, S. D. (2009). High temperature fatigue of nickel-base superalloys - a review with special emphasis on deformation mode and oxidation. *Engineering Failure Analysis*, 16:2668 – 2697.
- [Ponnelle et al., 2001] Ponnelle, S., Brèthes, B., and Pineau, A. (2001). Orientational effects and influence of delta phase on fatigue crack growth rates in a forged disc of inco718 superalloy. In ed. E.A. Loria, editor, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 501–510. Minerals, Metals & Materials Society.
- [Radhakrishna and Rao, 1997] Radhakrishna, C. and Rao, K. P. (1997). The formation and control of laves phase in superalloy 718 welds. *Journal of Materials Science*, 32(8):1977–1984.
- [Ramaswamy et al., 1972] Ramaswamy, V., Swann, P., and West, D. (1972). Observations on intermetallic compound and carbide precipitation in two commercial nickel-base superalloys. *Journal of the Less Common Metals*, 27(1):17 – 26.
- [Raymond, 1967] Raymond, E. L. (1967). Effect of grain boundary denudation of gamma prime on notch rupture ductility of inconel nickel - chromium alloys x-750 and 718. *Trans. AIME*, 239:1415 – 1422.
- [Revaud, 2013] Revaud, M. (2013). *Optimisation métallurgique du superalliage à base de Nickel 718Plus*. PhD thesis, Mines ParisTech.
- [Ritchie et al., 1999] Ritchie, R., Davidson, D., Boyce, B., Campbell, J., and O.Roder (1999). High-cycle fatigue of ti-6al-4v. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 22(7):621–631.
- [Sakai et al., 2010] Sakai, T., Lian, B., Takeda, M., Shiozawa, K., Oguma, N., Ochi, Y., Nakajima, M., and Nakamura, T. (2010). Statistical duplex s/n characteristics of high carbon

- chromium bearing steel in rotating bending in very high cycle regime. *International Journal of Fatigue*, 32(3):497 – 504.
- [Sakai et al., 2002] Sakai, T., Sato, Y., and Oguma, N. (2002). Characteristic s-n properties of high-carbon-chromium-bearing steel under axial loading in long-life fatigue. *Fatigue Fract Engng Mater Struct*, 25:765–773.
- [Sangid, 2013] Sangid, M. D. (2013). The physics of fatigue crack initiation. *International Journal of Fatigue*, 57:58 – 72.
- [Sangid et al., 2011a] Sangid, M. D., Maier, H. J., and Sehitoglu, H. (2011a). A physically based fatigue model for prediction of crack initiation from persistent slip bands in polycrystals. *Acta Materialia*, 59:328 – 341.
- [Sangid et al., 2011b] Sangid, M. D., Maier, H. J., and Sehitoglu, H. (2011b). The role of grain boundaries on fatigue crack initiation - an energy approach. *International Journal of Plasticity*, 27(5):801 – 821.
- [Schirra et al., 1991] Schirra, J. J., Caless, R. H., and Hatala, R. W. (1991). The effect of laves phase on the mechanical properties of wrought and cast+hip inconel 718. In ed. E.A. Loria, editor, *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*, pages 375 – 388. Minerals, metals & materials society.
- [Serra, ] Serra, J. *Cours de Morphologie Mathématiques [en ligne]*. disponible sur <<http://cmm.ensmp.fr/serra/cours/index.htm>>.
- [Shiozawa and Lu, 2002] Shiozawa, K. and Lu, L. (2002). Very high-cycle fatigue behaviour of shot-peened high-carbon-chromium bearing steel. *Fatigue Fract Engng Mater Struct*, 25:813–822.
- [Sims et al., 1987] Sims, C. T., Stoloff, N. S., and Hagel, W. C. (1987). *Superalloy II. High-temperature materials for aerospace and industrial power*. Wiley.
- [Slama and Cizeron, 1997] Slama, C. and Cizeron, G. (1997). Etude du comportement structural de l’alliage nc 19 fe nb (inconel 718). *Journal de Physique III*, 7:665–688.
- [Smith and Michel, 1986] Smith, H. H. and Michel, D. J. (1986). Effect of environment on fatigue crack propagation behavior of alloy 718 at elevated temperatures. *Metallurgical Transactions A*, 17 A:370 – 374.
- [Spilmont, 1999] Spilmont, J. G. (1999). *Etude de la sensibilité à la fragilisation par l’hydrogène de l’alliage 718 en milieu primaire de réacteur à eau pressurisée*. PhD thesis, Mines de Paris.
- [Sundararaman and Mukhopadhyay, 1993] Sundararaman, M. and Mukhopadhyay, P. (1993). Carbide precipitation in inconel 718. *High Temperature Materials and Processes*, 11:351 – 368.
- [Sundararaman et al., 1994] Sundararaman, M., Mukhopadhyay, P., and Banerjee, B. (1994). Precipitation and room temperature deformation behaviour of inconel 718. In ed. E.A. Loria, editor, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 419 – 440. Minerals, metals & materials society.
- [Sundararaman et al., 1988] Sundararaman, M., Mukhopadhyay, P., and Banerjee, S. (1988). Deformation behaviour of  $\gamma'$  strengthened inconel 718. *Acta Metallurgica*, 36:847–864.
- [Sundararaman et al., 1997] Sundararaman, M., Mukhopadhyay, P., and Banerjee, S. (1997). Carbide precipitation in nickel base superalloys 718 and 625 and their effects on mechanical

- properties. In ed. E.A. Loria, editor, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 367–378. Minerals, metals & materials society.
- [Suresh, 1998] Suresh, S. (1998). *Fatigue of Materials Second Edition*. Cambridge University Press.
- [Ter-Ovanessian, 2011] Ter-Ovanessian, B. (2011). *Etude comparative des différents superalliages base Ni pour ressorts de systèmes de maintien*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse).
- [Thapar and Garg, 2012] Thapar, S. and Garg, S. (2012). Study and implementation of various morphology based image contrast enhancement techniques. *International Journal of Computing and Business Research*.
- [Valerio et al., 1994] Valerio, P., Gao, M., and Wei, R. (1994). Environmental enhancement of creep crack growth in inconel 718 by oxygen and water vapor. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 30(10):1269 – 1274.
- [Verlinder et al., 2007] Verlinder, B., Driver, J., Samajdar, I., and Doherty, R. D. (2007). *Thermo-mechanical processing of metallic materials*.
- [Wikipédia, ] Wikipédia. *Turboréacteur [en ligne]*. disponible sur <<http://fr.wikipedia.org/wiki/Turboréacteur>>.
- [Xiao et al., 2006] Xiao, L., Chen, D., and Chaturvedi, M. (2006). Effect of boron on fatigue crack growth behavior in superalloy in718 at rt and 650°C. *Materials Science and Engineering: A*, 428(1-2):1 – 11.
- [Xiao et al., 2005] Xiao, L., Chen, D. L., and Chaturvedi, M. C. (2005). Shearing of gamma” precipitates and formation of planar slip bands in inconel 718 during cyclic deformation. *Scripta Materialia*, 52:603–607.
- [Xie et al., 2001] Xie, X., Wang, G., Dong, J., and Wu, C. (2001). Alpha chromium formation in alloy 718 and its effect on creep crack propagation. In ed. E.A. Loria, editor, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pages 399 – 410. Minerals, metals & materials society.
- [Youssef et al., 2005] Youssef, S., Maire, E., and Gaertner, R. (2005). Finite element modelling of the actual structure of cellular materials determined by x-ray tomography. *Acta Materialia*, 53(3):719 – 730.
- [Zerrouki, 2000] Zerrouki, V. (2000). Inconel 718 et tenue en fatigue oligocyclique : Influence de la microstructure et prédiction de la durée de vie. Master’s thesis, Université d’Evry.
- [Zhang et al., 2011] Zhang, P., Qu, S., Duan, Q. Q., Wu, S. D., Li, S. X., Wang, Z. G., and Zhang, Z. F. (2011). Low-cycle fatigue-cracking mechanisms in fcc crystalline materials. *Philosophical Magazine*, 91:229 – 249.





## 9. ANNEXES

### 9.1. PRÉSENTATION DU LOGICIEL FORGE2®

#### 9.1.1. ARCHITECTURE DU LOGICIEL

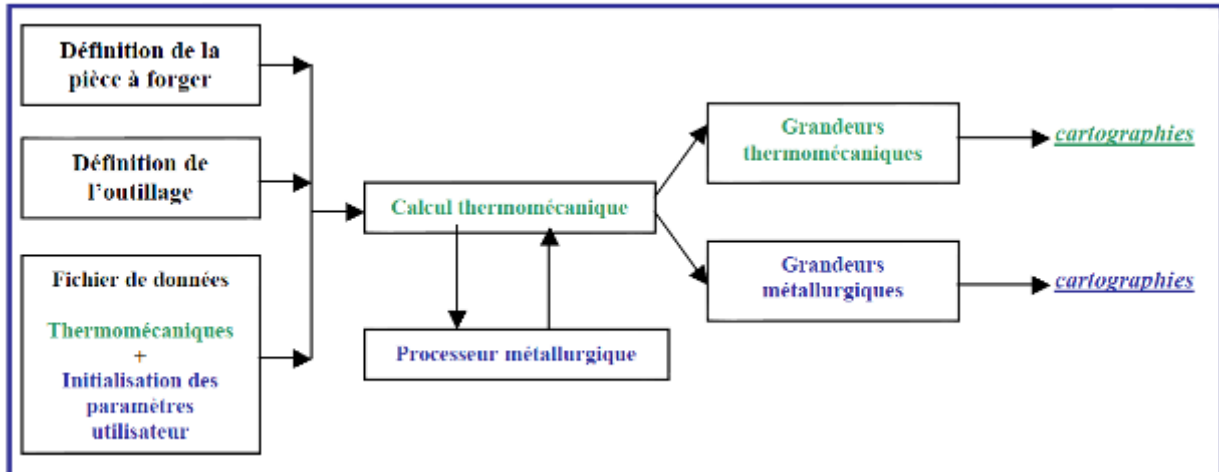


Figure 9-1 : Synoptique de l'architecture de FORGE2® couplé à son processeur métallurgique [Frag08]

#### 9.1.2. FONCTIONNEMENT DU LOGICIEL

##### 9.1.2.1. PARAMÈTRES DE SIMULATION

On importe tout d'abord le contour de la billette initiale et de l'outillage de CatiaV5 vers Forge2®. Il faut ensuite renseigner les différents paramètres sur Forge2® nécessaires à la simulation tels que :

- les lois de comportement thermomécanique du matériau
- les positions initiale et finale de l'outillage
- la température des différents éléments (four, matrices inférieure et supérieure, air ambiant)
- les conditions aux limites (contacts et frottements entre la pièce et les matrices)
- la durée de chaque étape (préchauffe, chauffe, attente sur l'outil, transfert)

##### 9.1.2.2. DÉROULEMENT DU CALCUL DE FORGEAGE

Le calcul effectué par FORGE2® prend en compte les différents phénomènes physiques suivants :

- Les déformations liées à la loi de comportement du matériau, la chaleur dégagée par l'échauffement « adiabatique » et la conduction thermique à l'intérieur de la pièce.
- Les forces de frottement entre la pièce et la matrice génèrent des contraintes de cisaillement en peau, ainsi qu'un échauffement local.
- Les échanges thermiques par conduction, convection et rayonnement, avec l'air ambiant et la matrice.

Durant l'étape de forgeage, à chaque incrément de calcul, Forge2® calcule les champs des vitesses dans la pièce, ce qui permet d'accéder aux vitesses de déformation et aux déformations. Le calcul des contraintes est réalisé à l'aide d'une loi de comportement matériau de type Norton Hoff. En connaissant les déformations et les champs de contraintes, on en déduit l'énergie dissipée et

l'évolution thermique qui en découle. Le calcul est uniquement thermique pour les autres étapes car les données matériau considérées sont viscoplastiques.

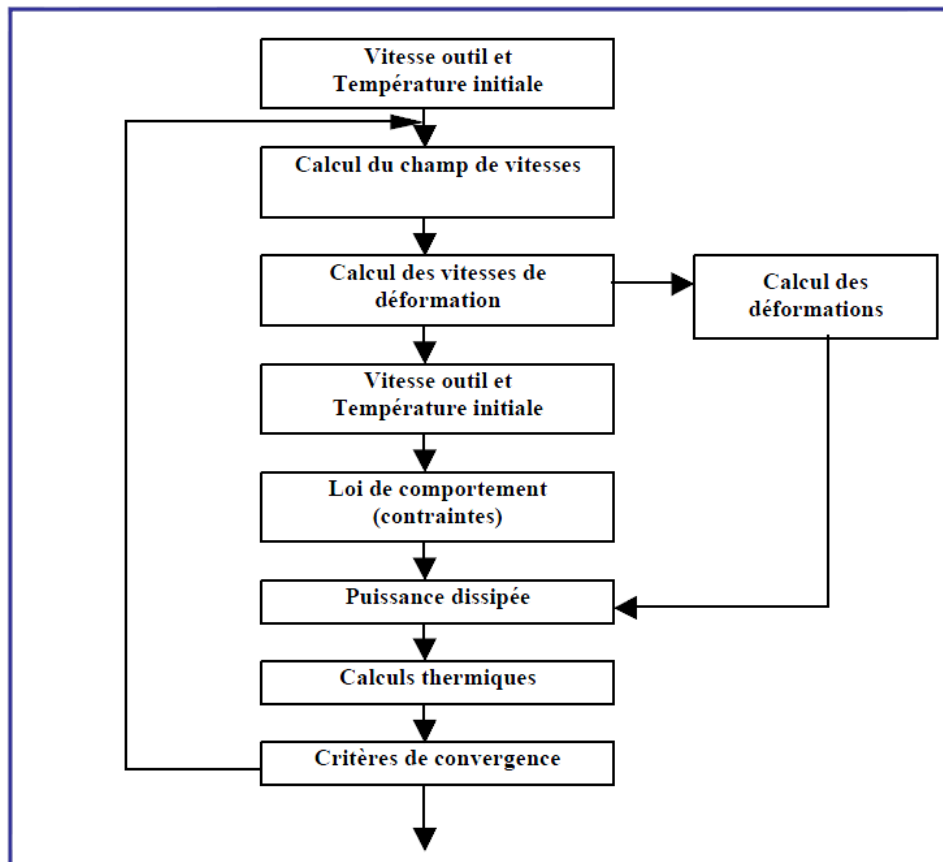


Figure 52 : Hiérarchie des calculs effectués par Forge2® lors d'une étape de forgeage [Mahé02]

### 9.1.2.3. DÉTAILS DE PARAMÈTRES D'ENTRÉE ET DE SORTIE DU LOGICIEL

Afin de mieux comprendre quelles sont les paramètres importants lors du forgeage nous allons commencer par étudier les gammes de pièces réelles actuellement utilisées par Snecma. Aussi il est important de commencer par répertorier tous les paramètres d'entrée et de sortie du logiciel afin de pouvoir considérer le problème dans sa globalité.

Liste des paramètres d'entrée :

- Taille de grains initiale du lopin fixée et homogène (6ASTM) (en réalité la taille de grains initiale n'est pas homogène et influe beaucoup sur les résultats)
- Matériau de la pièce à forger (Inco 718)
- Matériau des outillages
- Type de gamme de forgeage (forgeage presse)
- Nombres de chaudes (1 ou 2)
- Géométrie de la pièce avant forgeage
- Géométrie de l'outil inférieur et supérieur
- Type de four de chauffage (gaz)
- Température de chauffage de la pièce (°C) (= température consigne de mise en forme de la pièce ici 985°C)
- Temps total de chauffage de la pièce
- Durée de transfert four à presse (s)
- Température de consigne des outils (de 20°C à 900°C)

- Emissivité considérée pour la pièce
- Type de lubrifiant utilisé sur les outils (graphite, kerlane, verre, sans lubrifiant)
- Temps attente : pièce en contact avec matrice inférieure à début forgeage
- Type de frottement considéré (défini par les pratiques de modélisation de manière générale)
- Temps attente (s) : fin de forgeage à pièce "décollée" de la matrice inférieure
- Durée du transfert presse à milieu de refroidissement (s)
- Vitesse de déformation (de 5mm/s à 15mm/s)
- Hauteur initiale du forgeage (mm)
- Hauteur finale du forgeage (mm)
- Mode de refroidissement (eau, air, air pulsé, vermiculite, four)

De la même façon, voici la liste des paramètres de sorties de logiciel et du post-processeur Snecma, ceci devront être comparés afin de comprendre comment ils sont modifiés par les variations des paramètres d'entrées :

- Suivi de la température en tout point pendant tout le forgeage
- Cartographie de vitesse de refroidissement
- Cartographie de fraction recristallisée
- Cartographie de taille de grains
- Cartographie de déformation
- Cartographie du Re et du Rm à 450°C
- Cartographie de fraction de phase  $\delta$

### 9.1.3. DÉFINITIONS DES PARAMÈTRES FOURNIS PAR LE POST-PROCESSEUR MÉTALLURGIQUE (PPM) SNECMA [FARAG, 2008]

Les paramètres accessibles à l'utilisateur sont :

- La **fraction recristallisée X** : qui représente la fraction de grains ayant recristallisé. Le taux de recristallisation est donné par :

$$\frac{dX}{dt} = A \cdot \frac{(1-X)^{2/3}}{D_0} \cdot \exp\left[-\frac{T_X}{T}\right] \cdot \left(\frac{\rho - \rho_L}{\rho_0}\right)$$

Avec  $D_0$  la taille de grains avant déformation,  $A$  la taille des grains après écrouissage,  $\rho$  la densité de dislocations du grain écroui,  $\rho_L$  la densité de dislocations d'une structure recristallisée, et  $T_X$  la température d'activation de recristallisation. L'écrouissage est un paramètre clé de la recristallisation.

- La **densité de dislocations  $\rho$**  : elle est initialisée à  $1.10^6 \text{ cm}^{-2}$  (cm de dislocation par  $\text{cm}^3$  de matériau) par défaut en tout point de la pièce à la première initialisation et continue à chaque étape des opérations suivantes. L'évolution de la densité de dislocation  $\rho$  est donnée par :

$$\frac{d\rho}{dt} = B_1 \times \left( \sqrt{\frac{\rho}{\rho_0}} \cdot \dot{\varepsilon} - B_2 \cdot \left( \frac{\rho}{\rho_0} - 1 \right)^\beta \cdot \exp\left(-\frac{T_r}{T}\right) \right)$$

Le premier terme tient compte de la vitesse de déformation ( $\rho$  augmente avec la déformation), le second de la restauration ( $\rho$  diminue avec la température), avec  $T_r$  la température d'activation de la restauration, et  $\rho_0$  la densité de dislocation initiale.

Lors du forgeage à chaud, il y a compétition entre les deux phénomènes. En effet plus la température est élevée, plus la mobilité des dislocations est favorisée permettant ainsi l'arrangement et l'annihilation des dislocations. Cependant, si la densité de dislocations atteint un certain seuil, cette énergie stockée est libérée via une germination et la croissance de nouveaux grains, selon le principe d'une germination en collier.

- La **taille des grains non recristallisés D**. L'évolution de la taille des grains non recristallisés pendant et après déformation est donnée par :  $D = D_0(1 - X)^{1/3}$   
Avec  $D_0$  la taille des grains avant déformation et  $X$  la fraction recristallisée.
- La **taille de grains recristallisés  $D_r$**  : le modèle de recristallisation est construit sur l'hypothèse que la recristallisation s'effectue en collier dans un grain initial. La croissance des grains recristallisés est limitée par la taille de réseau de phase  $\delta$  si la densité de phase est supérieure à une valeur seuil.
- La **fraction de phase  $\delta$**  : elle est initialisée à 2,5% par défaut en tout point de la pièce. La croissance des grains n'est influencée que par la phase  $\delta$  qu'à partir d'un certain seuil de fraction volumique et également de la taille de son réseau.

- La **taille de grains** : avant déformation, la fraction recristallisée est nulle et seuls les grains recristallisés sont considérés. La croissance de ces grains suit une loi de type Avrami :

$$\frac{dD}{dt} = \Gamma \cdot \eta \cdot \exp\left(\frac{-T_0}{T}\right)$$

Où  $D$  est la taille de grain exprimée en  $\mu\text{m}$ ,  $\Gamma$  est une constante ( $\Gamma = 1,75 \cdot 10^{15} \mu\text{m}^2/\text{s}$ ),  $T_0$  correspond à la température d'activation ( $T_0 = 44750\text{K}$ ) et  $\eta$  une efficacité, qui traduit l'influence de la présence de la phase  $\delta$  sur la croissance de grain ( $0 \leq \eta \leq 1$ ), pour  $\eta=0$ , la croissance de grain en fonction de la température est bloquée alors que pour  $\eta=1$ , la croissance est freinée ou laissée libre.

- **L'indice de grain Snecma** : il s'agit d'une taille de grain moyenne, calculée par pondération. L'indice Snecma est une combinaison des trois paramètres utilisateur :
  - la taille de grains non recristallisés, dits gros grains,  $D$
  - la fraction recristallisée,  $X$
  - la taille des grains recristallisés, dits grains fins,  $D_r$

La taille de grain est donnée par la formule suivante :

$$I_{\text{modélisation}} = D \times (1 - X) + D_r \times X$$

Suite aux calculs des variables métallurgiques citées précédemment, de nouvelles variables mécaniques sont calculées au cours d'une opération de gamme : la limite d'élasticité  $Rp_{0,2}$  et la limite à rupture  $R_m$ .

- La **limite d'élasticité  $Rp_{0,2}$**  : la prédiction de la limite d'élasticité est donnée par la formule suivante :  $Rp_{0,2} = \sigma_0 + \alpha \sqrt{\rho} + \frac{\beta}{\sqrt{D}} + \gamma \left[ \int_{t_0}^{t_{ref}} (T_{(t)} - T_{(ref)}) \cdot dt \right]^\delta$

$\sigma_0$ ,  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$  sont des coefficients du modèle,  $\rho$  la densité de dislocations et  $D$  l'indice de grain Snecma.

$\alpha \sqrt{\rho}$  correspond à l'écroutissage et  $\beta/\sqrt{D}$  à la polycristallinité, elle caractérise l'effet des joints de grains sur la mobilité des dislocations, en effet, plus la densité de joints de grain est importante et plus les dislocations sont contenues.

$\gamma \left[ \int_{t_0}^{t_{ref}} (T_{(t)} - T_{(ref)}) . dt \right]^\delta$  correspond à l'aire de refroidissement de la courbe de température

depuis l'étape d'attente après le forgeage pour une température de référence de 850°C.

La limite d'élasticité est accessible lors de la dernière étape de refroidissement uniquement à partir de 600°C.

- La **limite à rupture Rm** : elle est directement reliée à la valeur de la limite d'élasticité et est donnée par la formule :

$$R_m = R_{p0,2} + f(T)$$

Comme pour la limite d'élasticité, la limite à rupture est calculée uniquement lors de la dernière étape de refroidissement à partir de 600°C.

## 9.2. GAMME DE FORGEAGE DU DISQUE DE TURBINE HP

<b>GAMME de FORGE MODELISEE : EBAUCHE</b>	
<b><u>OPERATION</u></b>	: <i>Refoulage en pot</i>
Masse de l'ébauche (kg)	: 192 kg
Diamètre de l'ébauche à froid en haut (mm)	: 200 mm
Hauteur de l'ébauche à froid (sur l'axe) (mm)	: 745 mm
<b>2. <u>CHAUFFAGE</u></b>	
Température de chauffe (°c)	: 985°C
Temps de chauffe (hh.min):	: 3h 00min
<b>3. <u>TRANSFERT FOUR/ENGIN</u></b>	
Temps de transfert moyen (s)	: 30s
<b>4. <u>ATTENTE SUR MATRICE AVANT FORGEAGE</u></b>	
Temps d'attente moyen (s)	: 30s
Température des outils (°c)	: 200°C
Matière des outils	: 35NCD16
Isolation de la pièce (O/N)	: N
<b>5. <u>FORGEAGE</u></b>	
Engin	: Presse 4 000t Schloemann
Type de pilotage	: Vitesse constante
Vitesse (mm/s)	: 19mm/s
Limitation d'effort	: 3600t maintien 3s
Hauteur finale sur l'axe (mm)	: 495 mm
<b>6. <u>ATTENTE SUR MATRICE APRES FORGEAGE</u></b>	
Temps d'attente moyen (s)	: 20s
Température des outils (°c)	: 200°C
Matière des outils	: 35NCD16
Isolation de la pièce (O/N)	: N
<b>7. <u>TRANSFERT ENGIN/AIRE DE REFROIDISSEMENT</u></b>	
Temps de transfert moyen (s)	: 40s
<b>8. <u>REFROIDISSEMENT APRES FORGEAGE</u></b>	
Type de fluide	: Air
Température du fluide (°c)	: 25°C

**GAMME de FORGE MODELISEE : FINITION**

<b><u>OPERATION</u></b>	: <i>Matricage</i>
Masse de l'ébauche (kg)	: 192 kg
Diamètre de l'ébauche à froid en haut (mm)	: 250 mm
Hauteur de l'ébauche à froid (sur l'axe) (mm)	: 495 mm
<b>2. <u>CHAUFFAGE</u></b>	
Température de chauffe (°c)	: 985°C
Temps de chauffe (hh:min):	: 3h 00min
<b>3. <u>TRANSFERT FOUR/ENGIN</u></b>	
Temps de transfert moyen (s)	: 50s
<b>4. <u>ATTENTE SUR MATRICE AVANT FORGEAGE</u></b>	
Temps d'attente moyen (s)	: 20s
Température des outils (°c)	: 650°C
Matière des outils	: NC19FeNb
Isolation de la pièce (O/N)	: N
<b>5. <u>FORGEAGE</u></b>	
Engin	: Presse 30 000t OttoFuchs
Type de pilotage	: vitesse constante
Vitesse (mm/s)	: 15 mm/s
Limitation d'effort	: 20 000t maintien 5 s
Hauteur finale sur l'axe (mm)	: 80.6 mm
<b>6. <u>ATTENTE SUR MATRICE APRES FORGEAGE</u></b>	
Temps d'attente moyen (s)	: 30s
Température des outils (°c)	: 650°C
Matière des outils	: NC19FeNb
Isolation de la pièce (O/N)	: N
<b>7. <u>TRANSFERT ENGIN/AIRE DE REFROIDISSEMENT</u></b>	
Temps de transfert moyen (s)	: 45s
<b>8. <u>REFROIDISSEMENT APRES FORGEAGE</u></b>	
Type de fluide	: eau calme
Température du fluide (°c)	: 25°C

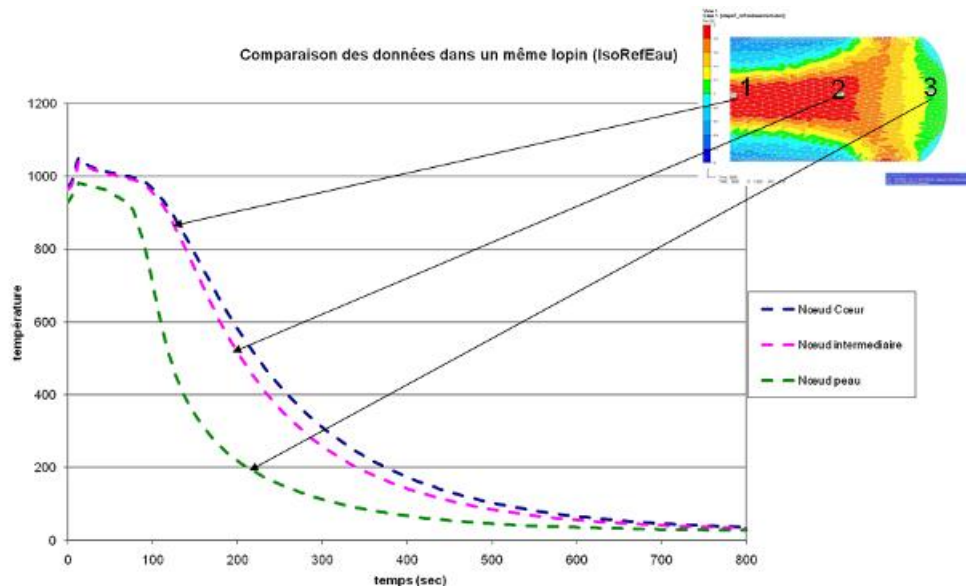
### 9.3. ETUDE PARAMÉTRIQUE PAR SIMULATION NUMÉRIQUE À L'AIDE DE FORGE2®

Un plan de simulation est proposé afin d'étudier le rôle de chacun des paramètres d'entrée pris indépendamment les uns des autres en vue de découpler leurs effets vis à vis des paramètres microstructuraux. Cette étude paramétrique est simulée sur des lopins à géométrie simplifiée.

	Nombres de passes	Température outil (°C)	Température pièce (°C)	Vitesse de déformation (mm/s)	Mode de refroidissement
Standard (référence)	1	900	985	15	Air
Effet non isotherme	-	600	-	-	-
Effet température pièce	-	-	1010	-	-
Effet vitesse de déformation	-	-	-	5 - 10	-
Effet vitesse de refroidissement	-	-	-	-	Eau - Huile - Air pulsé
Effet nombres de chaudes	2*	-	-	-	-

\* les deux chaudes sont effectuée à niveau de déformation égale

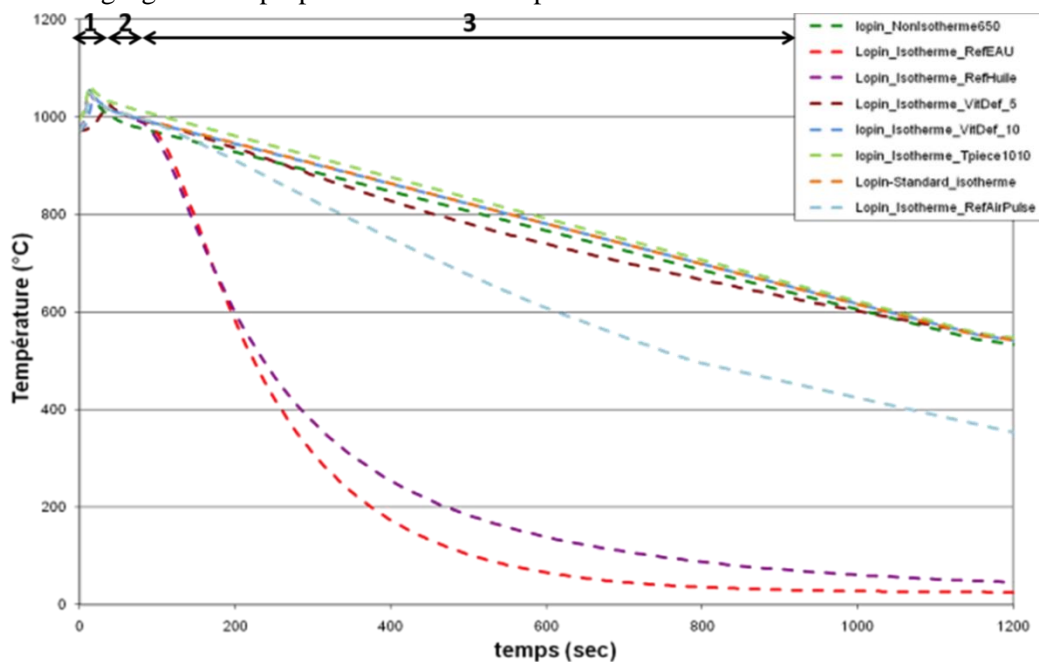
**Tableau 9-1 : Détails des paramètres d'entrée utilisés pour l'étude paramétrique (seules les modifications par rapport au lopin de référence sont indiquées dans le tableau).**



**Figure 9-2 : Comparaison du suivi de température en fonction de la position du nœud dans le lopin (à cœur, intermédiaire et en peau). L'étape de chauffe n'est pas représentée car elle est identique à tous les lopins.**

Le suivi de l'évolution de la température obtenu à la suite de ces forgeages simulés est présenté sur la Figure 9-2. Le  $t_0$  de ces courbes correspond au début du forgeage car l'étape de chauffe est identique dans tous les cas de figure. Le point de mesure correspond au point 1 (nœud à cœur) situé sur la Figure 9-2, on constate d'ailleurs que l'évolution de la température est homogène entre le cœur et la zone intermédiaire 2. Pour la suite de l'étude, ce sont les points (type point 1) à cœur du lopin qui vont être étudiés.

Sur la Figure 9-3, toutes les courbes d'évolution de la température correspondant aux simulations décrites dans le Tableau 9-1 sont illustrées. Des différences apparaissent clairement au niveau du pic de température lors du forgeage et de la vitesse de refroidissement. Dans la suite, l'impact de chaque paramètre de forgeage sur les propriétés finales de la pièce va être étudié.

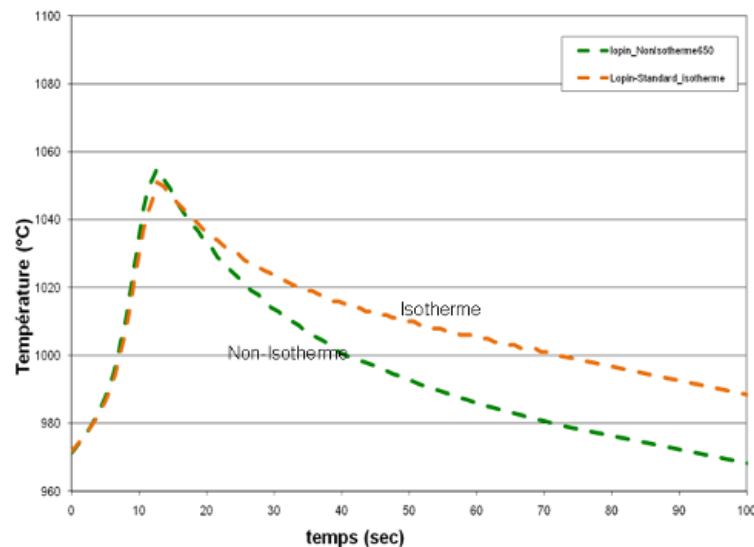


**Figure 9-3 : Courbes de suivi de température lors des différents forgeages simulés sur Forge2® (1 : Forgeage, 2 : transfert de la pièce, 3 : refroidissement).**

### 9.3.1. EFFET DE LA TEMPÉRATURE DES OUTILS

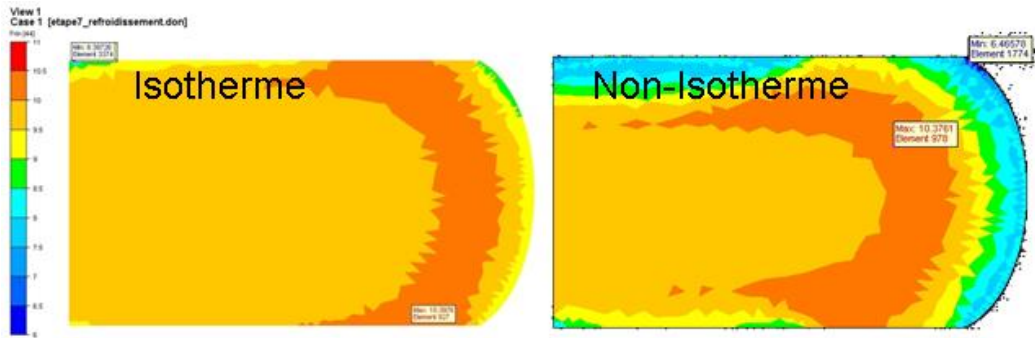
La température de la pièce étant de 985°C, lorsque celle des outils est à 900°C, on peut considérer que le forgeage s'effectue dans des conditions isothermes. Or les températures de la pièce et des outils évoluent au cours du forgeage et tendent vers des conditions de type anisotherme, Afin d'évaluer cet effet sur la microstructure, deux simulations : une quasi-isotherme et l'autre anisotherme, c'est-à-dire avec des outils à 600°C sont effectuées.

Les courbes de suivi de température au cœur du lopin présentées sur la Figure 9-4 ne se différencient que très peu. En effet lors du forgeage quasi-isotherme, le refroidissement de la pièce est légèrement plus lent en fin de forgeage, dû au contact de la pièce avec des matrices, mais la vitesse de refroidissement par la suite est identique et la température maximale atteinte lors du forgeage est similaire.



**Figure 9-4 : Simulation Forge2® de l'effet de la température des outils sur la température au cœur de la pièce.**

Cependant la comparaison des cartographies de taille de grains issues de ces simulations (Figure 9-5), montre une meilleure homogénéité dans le lopin forgé en condition quasi-isotherme. Or, afin de caractériser l'influence de la microstructure sur les propriétés de durée de vie, il est important d'assurer une homogénéité microstructurale des éprouvettes prélevées au sein des lopins et de pouvoir prélever un maximum d'éprouvettes identiques. Il faut donc une zone macrohomogène la plus importante possible.

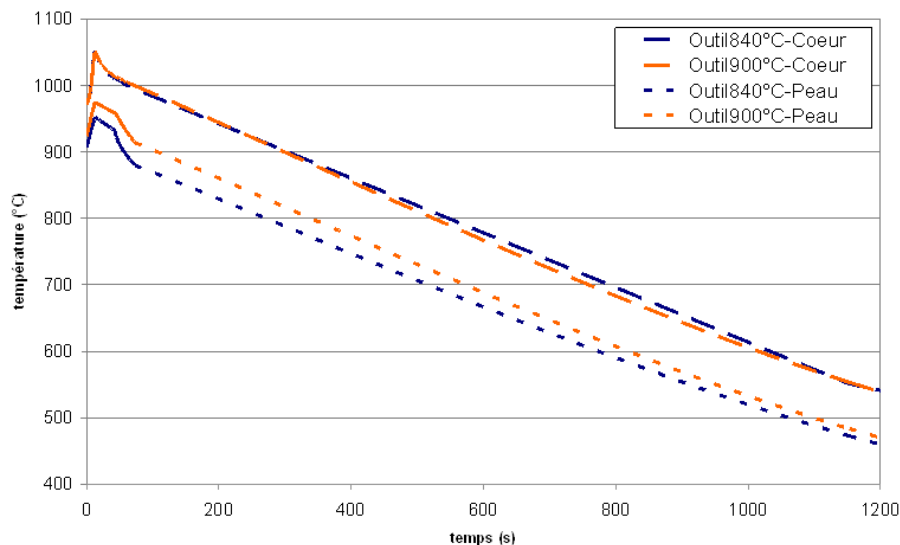


**Figure 9-5 : Comparaison des simulations sur Forge2® des cartographies de taille de grains dans le cas d'un forgeage isotherme et non-isotherme.**

La solution d'un forgeage quasi-isotherme est donc retenue et la température des outils sera fixée à 900°C pour toutes les simulations suivantes.

Cependant lors d'une récente étude Snecma, il a été observé que les outils de la presse 1000T qui sera utilisée pour les forgeages des lopins de cette étude ne pouvaient atteindre qu'une température maximale de 840°C. Il a donc fallu étudier la sensibilité des caractéristiques des lopins à ce changement de conditions.

La Figure 9-6 présente une comparaison entre deux forgeages quasi-isotherme un à 900°C et un autre effectué à 840°C.

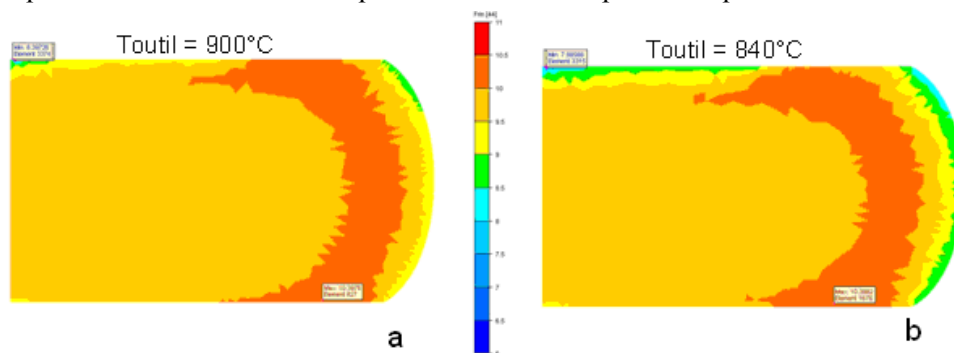


**Figure 9-6 : Evolution de la température en peau et à cœur du lopin pour des outils portés à 900°C et 840°C – la température initiale du lopin est de 980°C – courbes obtenues par simulations sur Forge2®**

Il s'avère que la différence de 60°C sur la température des outils n'a aucune influence sur les cycles de température subis à cœur de la pièce, une différence d'environ 30°C est seulement observée en peau du lopin. Cependant comme observé dans le cas des outils à 600°C, la baisse de la température des outils influe sur l'homogénéité microstructurale du lopin, nous devons donc bien nous assurer que cette zone n'est pas fortement réduite par ce changement de condition aux limites.

L'étude des cartographies de taille de grains (Figure 9-7), nous permet de constater que la réduction de la zone homogène dans le cas d'une diminution de température des outils de 60°C est négligeable.

Il faut noter que toutes les simulations suivantes seront effectuées avec des outils à 900°C car ce défaut technique n'a été mis en évidence qu'à la fin de l'étude paramétrique.

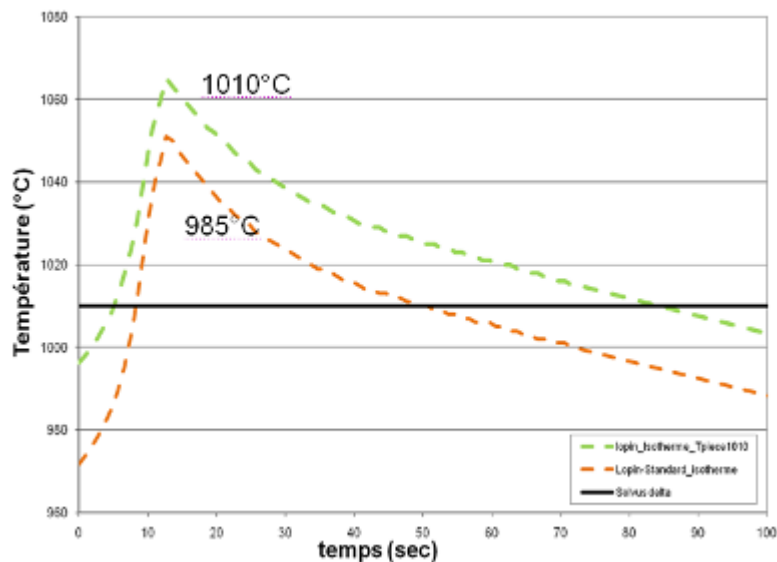


**Figure 9-7 : Effet de la température des outils (a) 900°C, b) 840°C) sur l'homogénéité de la distribution de la taille de grains - Forge2®**

### 9.3.2. EFFET DE LA TEMPÉRATURE DE CHAUFFAGE DE LA PIÈCE SUR LES CYCLES DE TEMPÉRATURE

Les conditions standards de forgeage à Snecma Gennevilliers imposent une température de la pièce de 985°C car cela correspond à une température suffisamment élevée pour permettre une bonne forgeabilité tout en restant inférieure au solvus  $\delta$ .

Pour étudier l'effet de ce paramètre, un forgeage avec une pièce chauffée à 1010°C va être simulé. Notons que d'un point de vue métallurgique cela est aberrant, car une croissance trop importante de la taille de grains serait alors observée ce qui entrainerait une chute des propriétés mécaniques du matériau, étant donné que cette température de 1010°C est la température du solvus de la phase  $\delta$ .



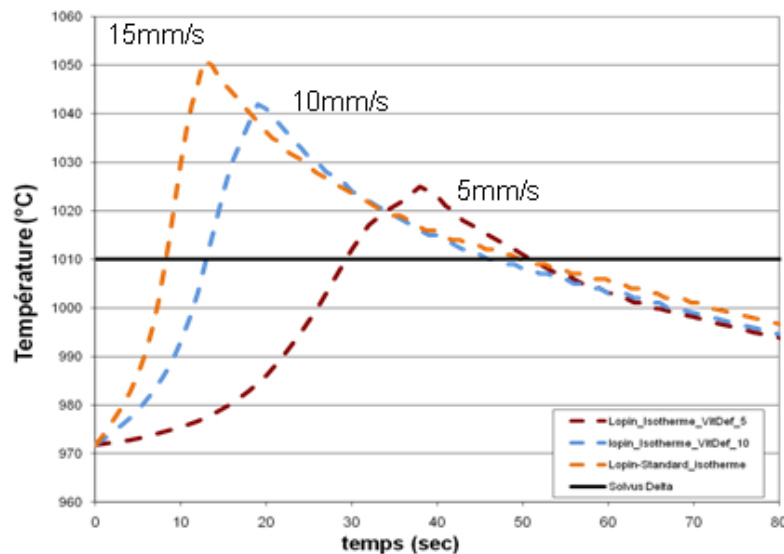
**Figure 9-8 : Etude numérique de l'effet de la température initiale de la pièce sur l'évolution de la température à cœur lors du forgeage.**

On peut observer sur les courbes obtenues (Figure 9-8) que le fait d'augmenter la température initiale de la pièce permet de translater l'ensemble de la courbe vers des températures supérieures et augmenter ainsi la température maximale et le temps passé à une température supérieure à 1010°C. Ce paramètre permet donc de contrôler le temps de maintien au-dessus du solvus de la phase  $\delta$ .

Cependant ce paramètre, bien qu'influent, est difficile à maîtriser car il est déjà optimisé. Par conséquent, pour la suite de l'étude on fixera la température initiale de la pièce à 985°C. En effet comme mentionné précédemment, l'augmentation de la température de chauffage entraînerait un risque de grossissement des grains et une réduction de cette dernière une diminution de la forgeabilité du matériau.

### 9.3.3. EFFET DE LA VITESSE DE DÉFORMATION SUR LES CYCLES DE TEMPÉRATURE

La vitesse de forgeage est un paramètre important du procédé, et même si celle-ci est bornée par la forgeabilité du matériau et par les limites de la presse (force maximale, vitesse de déplacement du vérin), le domaine de variabilité de ce paramètre est suffisant pour étudier son effet sur les propriétés du matériau. La gamme de variation de la vitesse de déplacement vérin est comprise entre 3mm/s et 15 mm/s.

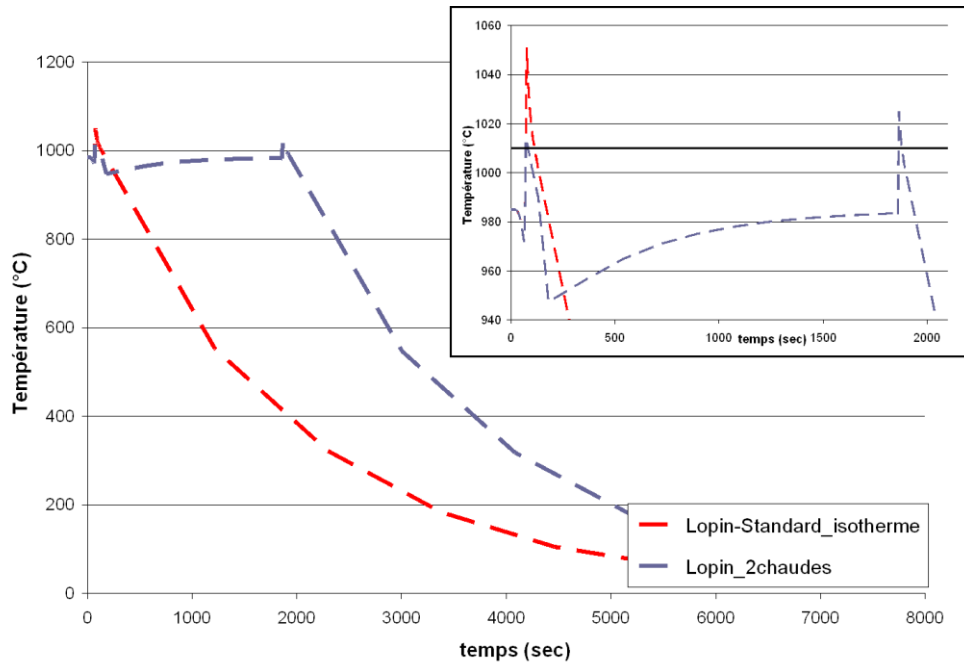


**Figure 9-9 : Simulation de l'influence de la vitesse de déformation sur l'évolution de la température (mesuré à cœur)**

D'après les résultats présentés sur la Figure 9-9, plus la vitesse de déformation augmente, plus le matériau s'échauffe car l'échauffement adiabatique n'a pas le temps d'être dissipé et donc plus le cœur de la pièce atteint des températures importantes. Ce paramètre va donc nous permettre d'ajuster le pic de température, essentiellement en termes de température maximale.

### 9.3.4. EFFET DU NOMBRE DE CHAUDES

Faire varier le nombre de chaudes signifie que le forgeage de la pièce peut s'effectuer en plusieurs étapes. En effet les forgeages précédents étaient effectués en une seule étape. Dans cet essai, le forgeage du lopin se fera en deux fois, avec entre les deux étapes d'écrasement un passage au four pour ré-homogénéiser la température. Le taux de déformation est identique entre les deux étapes.

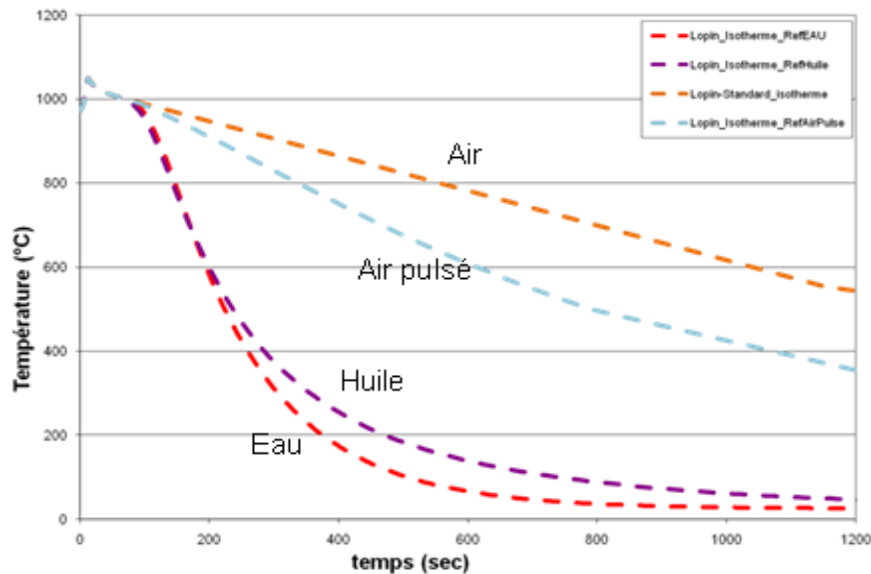


**Figure 9-10 : Simulation de l'influence du nombre de chaudes effectuées lors du forgeage sur l'évolution de la température**

L'intérêt de ce procédé est de réduire le temps passé à une température supérieure à  $T_{\delta}$ , comme dans le cas observé dans l'alésage. Comme on le voit sur les courbes de la Figure 9-10 21, diviser le forgeage en deux étapes permet de réduire considérablement la température maximale atteinte lors du forgeage et cela diminue en partie le temps passé à une température plus élevée que  $T_{\delta}$  et donc de réduire le grossissement des grains.

### 9.3.5. EFFET DU MODE DE REFROIDISSEMENT

L'importance de mode de refroidissement a déjà été montrée dans le paragraphe 2.4.2.3 car il détermine la vitesse de refroidissement et donc la précipitation des différentes phases.



**Figure 9-11 : Simulation de l'effet du mode de refroidissement sur la vitesse de refroidissement des lopins température mesurée à cœur**

3 groupes de vitesses peuvent être différenciés:

- très lent, refroidissement à l'air
- lent, refroidissement à l'air pulsé
- rapide, refroidissement à l'huile et à l'eau. Sachant que pour des raisons de sécurité l'huile n'est plus utilisée industriellement.

En fonction de la vitesse choisie et l'état de précipitation de phases que l'on souhaite obtenir, ces 3 modes de refroidissement peuvent être expérimentalement choisis.

## 9.4. CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE

### 9.4.1. DISTRIBUTION DE TAILLE DE GRAINS

#### 9.4.1.1. MÉTHODE UTILISÉE PAR SNECMA – NORME ASTM

Après avoir subi une attaque au kalling (50 ml d'éthanol + 2,5 mg de chlorure cuivrique + 50 ml d'acide chlorhydrique), les microstructures sont caractérisées suivant la consigne interne Snecma nommée DMC 250, document lui-même basé sur la norme NF A04-102

La taille de grain est déterminée par comparaison avec des images-types figurant dans la norme NF A04-102. La fraction surfacique de la population est estimée par méthode visuel.

La zone d'examen est décrite par :

- La classe de la microstructure, si  $\Delta G$  est la différence de taille ASTM entre deux populations de grains d'une même zone d'examen, on distingue  $\Delta G < 2$  (il y a une population unique et la classe est 1),  $2 \leq \Delta G \leq 4$  (il y a deux populations et la classe est 2) et  $\Delta G > 4$  (il y a deux populations et la classe est 3)
- La répartition des populations (voir tableau)
- La population majoritaire caractérisée par sa proportion surfacique, sa taille de grain G et son aspect (equiaxe ou non équiaxe), ainsi que la population minoritaire caractérisée par sa taille et son aspect.

L'indice de grain est un outil mathématique qui traduit la taille moyenne d'une microstructure. Il est décrit dans un document interne Snecma appelé DMC 251 et est défini comme la moyenne des tailles des populations de grains pondérées par leur fraction surfacique.

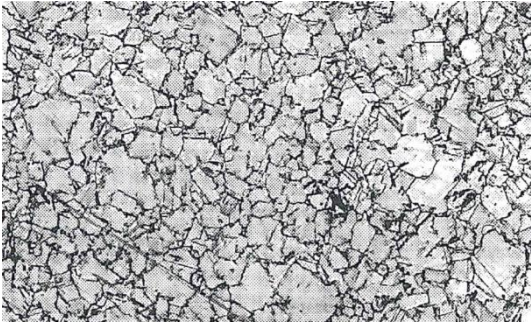
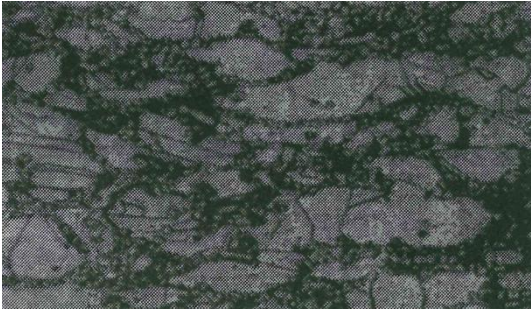
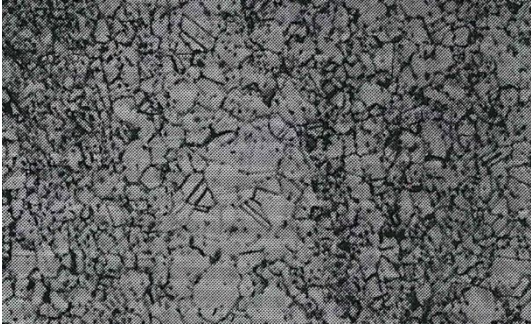

Dénomination	Définition	Exemples en images
Uniforme code U	Population unique ou population de taille de grain différentes (dont la proportion surfacique est supérieure à 20%) qui s'interpénètrent continuellement sans présence d'agglomérat important, ni de disparition locale d'une population	
Collier code C	Deux populations de grains dont les petits entourent les gros, la fraction surfacique des petits grains étant de 5% à 60% (dans le cas d'une population inférieure à 5%, les petits grains ne sont pas pris en compte dans la cotation)	
Dendritique code D	Populations se présentant régulièrement sous forme d'agrégats allongés, composés de 4 grains ou plus. Ils sont dus à l'orientation des branches primaires et secondaires des dendrites formées lors de la solidification de l'alliage. La composition localement appauvrie en niobium explique une recristallisation différente du reste de l'alliage dans des conditions thermomécaniques particulières.	
Îlot code I	Deux populations dont une se présentant régulièrement sous forme d'agrégats de 4 grains ou plus, la seconde étant associée à une population uniforme	

Tableau 9-2 : Description des répartitions microstructurales [Snecma]

m (nbre grains / mm <sup>2</sup> )			d <sub>m</sub> (µm)	G (ASTM)
Valeur nominale	Valeur min	Valeur max		
64	48	96	125	3
128	96	192	88.4	4
256	192	384	62.5	5
512	384	768	44.2	6
1024	768	1536	31.2	7
2048	1536	3072	22.1	8
4096	3072	6144	15.6	9
8192	6144	12288	11	10
16384	12288	24576	7.8	11
32768	24576	49152	5.5	12
65536	49152	98304	3.9	13
131072	98304	196608	2.8	14

Tableau 9-3 : Equivalence entre la taille G en ASTM et le diamètre moyenne d<sub>m</sub> en µm [Snecma]

#### 9.4.1.2. ANALYSE EBSD

Les échantillons pour cette étude de distribution de la taille de grain sont prélevés au centre des deux zones d'intérêts du disque : dent et alésage. L'analyse va être effectuée sur le plan perpendiculaire à la direction tangente du disque. Les surfaces sont d'abord polies jusqu'au micron à la pâte diamantée puis polies moins d'une minute à l'OPS. Les données EBSD sont collectées grâce à une caméra digitale Hikari installé sur un MEB LEO. Le MEB est équipé avec un programme d'acquisition et de traitement de données EDAX TSL OIM EBSD.

Les conditions d'analyse pour étudier les distributions de taille de grains sont les suivantes :

- Tension de 30 kV
- Courant de 2000 pA
- Distance de travail de 22,5 mm
- Angle de tilt de 70°
- Pas de 1 µm avec une grille hexagonale

Pour chaque échantillon, quatre zones de 500 x 500 µm<sup>2</sup> ont été scannées pour obtenir une surface finale analysée de 1 mm<sup>2</sup>. Le traitement des données est effectuée après un nettoyage de type « grain dilation » avec un seuil de taille de grain et d'angle de désorientation de 2 pixels et de 5 degrés, respectivement.

L'analyse de taille de grains est effectuée en deux étapes :

- En considérant tous les joints (même des joints de grains Coincidence Site Lattice, CSL) comme des joints de grains
- Puis en supprimant les joints CSL présentant une désorientation de 60° suivant le plan (111), c'est-à-dire les joints Σ3.

Le diamètre équivalent des grains est mesuré par le logiciel à partir de l'aire de chaque grain et en considérant des grains sphériques. Il est aussi possible d'assimiler les grains à des ellipses et d'évaluer les longueurs du grand et du petit axe.

L'écart type de la distribution de taille de grains est calculé à partir de la formule suivante :

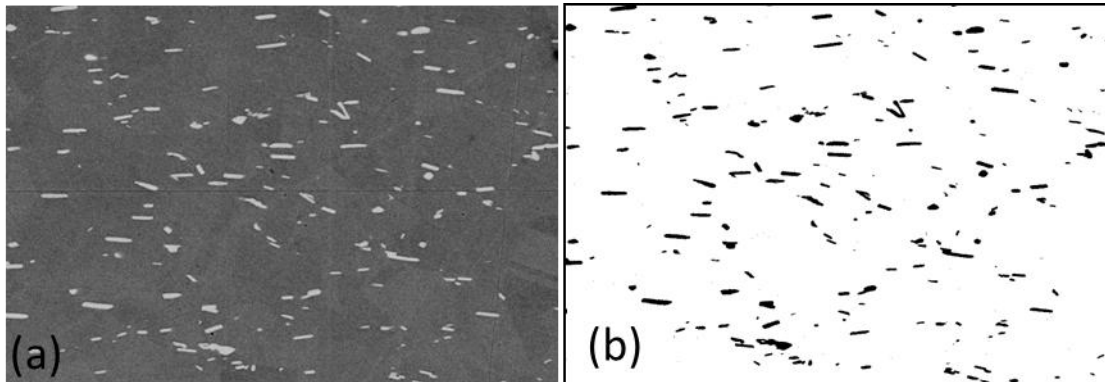
$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n p_i (x_i - \bar{x})^2}{n}}$$

#### 9.4.2. DISTRIBUTION DE LA PHASE $\Delta$ ET DES CARBURES

Cette étude est effectuée sur les mêmes échantillons que ceux qui sont servies à l'étude de la distribution de la taille de grain. Donc les surfaces étudiées sont perpendiculaires à la direction tangente du disque.

Les surfaces sont d'abord polies jusqu'au micron à la pâte diamantée puis polies moins d'une minute à l'OPS.

Des images ont ensuite été effectuées au MEB LEO puis ces images ont été traitées par analyse d'image afin d'en conclure le taux de phase  $\delta$  par zone (et le taux de carbures). L'analyse d'image est réalisée avec le logiciel ImageJ par seuillage, binarisation et mesure de fraction de particules noires.



**Figure 9-12 : Image MEB de la distribution de la phase delta (a) avant et (b) après seuillage et binarisation par ImageJ**

#### 9.4.3. DISTRIBUTION DE PHASES DURCISSANTES ET ÉTUDES DES DISLOCATIONS (ANALYSE MET)

Les observations au microscope électronique en transmission (MET) ont été réalisées sur deux types de lames :

- Des lames amincies électrolytiquement pour les matériaux de référence (avant sollicitations en fatigue), prélevées dans des carottes
- Des lames prélevées et amincies au FIB (Focused Ion Beam ou Sonde ionique focalisée) pour les analyses réalisées sur les matériaux après essais de fatigue

##### ❖ PRÉPARATION DES LAMES MINCES POUR AMINCISSEMENT ÉLECTROLYTIQUE

Chaque carotte est ensuite tronçonnée en plusieurs lames de 200  $\mu\text{m}$  à 250  $\mu\text{m}$  d'épaisseur à l'aide d'une micro-tronçonneuse. Puis les lames sont polies manuellement à l'aide de papiers abrasifs SiC, de granulométrie P1200, jusqu'à atteindre une épaisseur de lame comprise entre 120  $\mu\text{m}$  et 130  $\mu\text{m}$ .

Pour terminer, les lames sont amincies par polissage électrolytique dans une solution composée de 10% d'acide perchlorique, de 45% de 2-butoxyéthanom et de 45% d'acide acétique, à une température de  $-5^\circ\text{C}$ , avec une tension de 30 V et un courant d'environ 10 mA.

##### ❖ PRÉLÈVEMENT ET AMINCISSEMENT DES LAMES PAR MÉTHODE FIB

Les zones de prélèvements des lames FIB ont été identifiées grâce à un repérage sur les MEB suite à des analyses EBSD (pour le cas de la lame sans fissure contenant un joint  $\Sigma 3$ ).

Une fois la zone identifiée, la méthode par FIB permet d'usiner une lame mince d'épaisseur constante à l'échelle nanométrique dans cette zone précise de l'échantillon. Elle consiste à creuser, à

l'aide d'un faisceau d'ions (par abrasion ionique), deux tranchées parallèles de part et d'autre de la zone de l'échantillon que l'on souhaite prélever. Le mur résultant constitue la lame mince à faces parallèles.

L'instrument est constitué d'une colonne ionique montée dans un MEB. Le faisceau d'ions permet d'une part, d'usiner l'échantillon et d'autre part, de faire une image électronique soit ionique (selon les détecteurs à disposition) pour contrôler l'usinage. La gravure ionique est donc suivie in-situ par le microscope électronique. Les machines FIB travaillent généralement avec des ions gallium d'énergie comprise entre 1,5 et 30 KV. La taille de la sonde ionique est de l'ordre de 20 nm. Une source d'évaporation métallique (platine, tungstène, ...) est incluse dans l'appareil pour déposer un film protégeant la surface à usiner.

#### ❖ OBSERVATIONS DES LAMES MINCES AU MET

Les observations des lames minces ont été réalisées sur un microscope électronique à transmission (FEI Tecnai 30T) avec une tension d'accélération de 300 keV.

#### 9.4.4. ANALYSE ATD

L'Analyse Thermique Différentielle (ATD) est une technique de caractérisation permettant d'étudier les transformations des phases au cours d'un traitement thermique (chauffage ou refroidissement). Cette technique consiste à enregistrer la différence de température entre l'échantillon et une référence en fonction de la température (de chauffage et de refroidissement). Les écarts thermiques représentent des phénomènes physiques et chimiques ayant lieu dans l'échantillon. Cela va être visible sur les courbes par des pics qui vont représenter des réactions endothermiques si le pic est le bas et exothermiques si le pic est vers le haut. Pour maximiser le déséquilibre entre l'échantillon et la référence il est préférable réaliser l'analyse avec des vitesses de chauffe (et de refroidissement) rapide. Le signal mesuré par l'appareil est égale à  $ddp(\text{échantillon}) - ddp(\text{référence})$  et est exprimé en  $\mu\text{V}$ . Cette méthode reste une méthode qualitative car il est impossible de placer exactement la ligne de base qui permet d'identifier les pics.

Afin d'optimiser la précision des résultats obtenus, il est nécessaire de soustraire un blanc aux courbes obtenues.

- Conditions de l'analyse ATD
  - Vitesse de chauffage et de refroidissement : 30°C/min
  - Température maximale : 1450°C
  - Atmosphère : Argon dynamique
  - Echantillon de référence : Alumine
  - 2 cycles identiques par échantillon
  - Réalisation d'un blanc dans les mêmes conditions

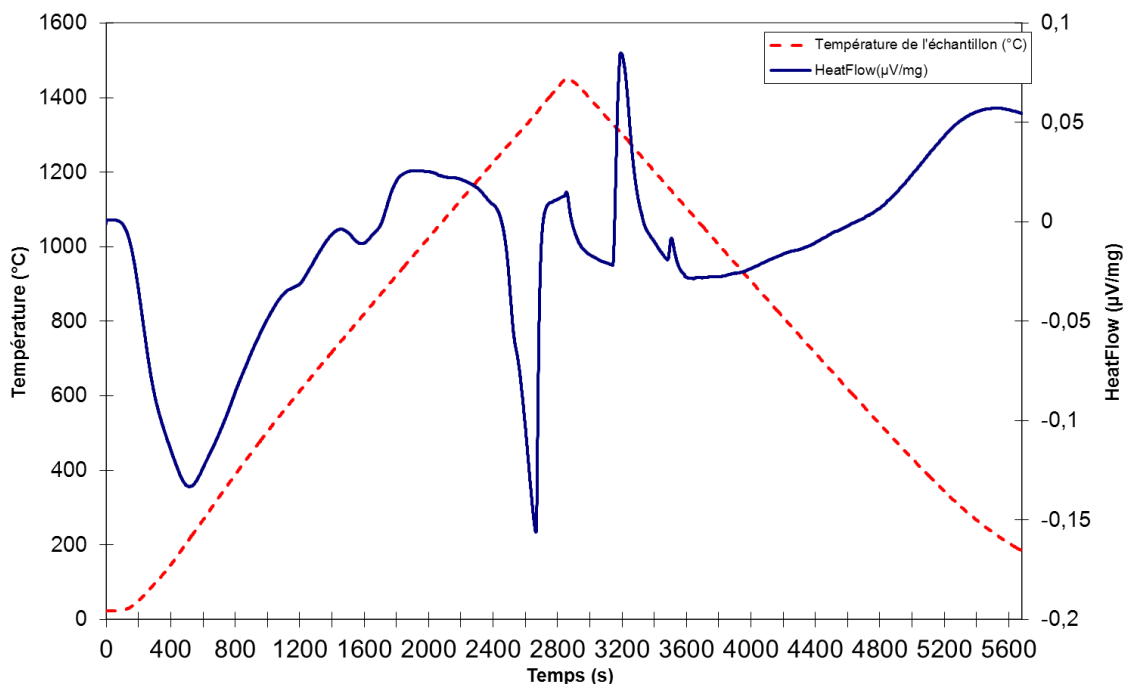


Figure 9-13 : Représentation de la courbe d'ATD pendant le cycle thermique effectué.

#### 9.4.5. DISTRIBUTION DE PARTICULES

##### 9.4.5.1. TECHNIQUE DE LAMINOGRAPHIE/TOMOGRAPHIE

Les études de tomographie ont pu être réalisées à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) à Grenoble. Ce synchrotron est la source de rayons X la plus puissante d'Europe. La tomographie à rayon X est une technique d'imagerie 3D non-destructive. Lors de cette étude, deux lignes ont été utilisées, la ligne id15 et la ligne id19 pour la tomographie et la laminographie respectivement. Les caractéristiques techniques de ces deux lignes sont détaillées dans le Tableau 9-4.

Le principe de chacune de ces méthodes de tomographie et de laminographie est illustré sur la Figure 9-14.

	<b>ID15</b>	<b>ID19</b>
Énergie.....(keV)	40 à 300	7 à 60
Distance entre la source et le dispositif de tomographie..... (m)	65	145
Résolution maximale.....(µm)	1,5	0,3
Taille du faisceau : hauteur × largeur .....(mm × mm)	5 × 30	14 × 40
Rotation	Continue	Pas à pas
Temps de scan standard .....(min)	1	20
Temps de scan minimal..... (s)	10 (512 pixels × 512 pixels ; rés. = 2,8 µm ; caméra DALSA)	60 (1 024 pixels × 1 024 pixels ; rés. = 2 µm ; caméra FRELON)
Atténuation .....	Oui	Oui
Détection de bord.....	Oui	Oui
Holotomographie.....	Non	Oui

Tableau 9-4 : Caractéristiques techniques des lignes id15 et id19 de l'ESRF Grenoble [Maire et al., 2004] – données indicatives car des changements ont été effectués sur les lignes depuis.

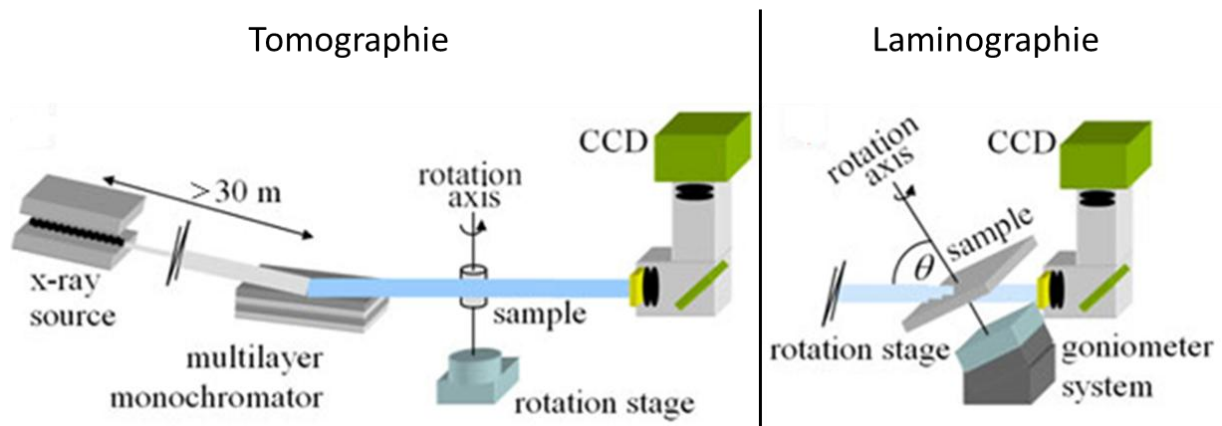


Figure 9-14 : Schémas de principe des techniques de tomographie et de laminographie [Helfen et al., 2011a]

La laminographie est une technique qui permet d'observer des régions d'intérêts dans des objets étendus dans un plan [Helfen et al., 2011b]. Elle a été utilisée ici pour les volumes non endommagés (alésage et dent) pour quantifier la distribution des particules (notamment celle des nitrures) et aussi sur l'éprouvette de traction plate de la dent (épaisseur de 1 mm) rompu par traction, qui a permis de valider les tailles maximales de particules par étude des fissures de celle-ci. Des observations in-situ sur des éprouvettes plates auraient aussi pu être effectuées avec cette méthode.

La tomographie va être utilisée pour des éprouvettes rompues par fatigue pour observer l'endommagement interne. Ces éprouvettes étant axisymétriques de diamètre 5 mm, elles ont été observées par tomographie locale qui, à priori, introduit moins d'artefacts que la laminographie. Ces conditions d'installation où l'échantillon est plus large que le champ de vue du détecteur a été utilisé par Youssef et Al [Youssef et al., 2005]. Le principal intérêt est d'éviter l'étape de découpe de l'échantillon qui peut être fastidieuse.

❖ CONDITIONS DE SCAN POUR LA LAMINOGRAPHIE SUR ID19:

- Angle d'inclinaison de l'échantillon par rapport à l'axe de rotation  $\theta = 30^\circ$
- Energie utilisée : 65 keV
- Résolution du voxel :  $0.778 \times 0.778 \times 0.778 \mu\text{m}^3$

❖ CONDITIONS DE SCAN POUR LA TOMOGRAPHIE SUR ID15:

- Angle d'inclinaison de l'échantillon par rapport à l'axe de rotation  $\theta = 0^\circ$
- Energie utilisée : 100 keV
- Résolution du voxel :  $1.095 \times 1.095 \times 1.095 \mu\text{m}^3$

#### 9.4.5.2. TRAITEMENT DES DONNÉES DE LAMINOGRAPHIE/TOMOGRAPHIE PAR ANALYSE D'IMAGE

Après reconstruction, les données obtenues par ces méthodes sont sous forme d'un ensemble d'images qui forme un volume. Pour traiter ces données et pouvoir étudier la distribution des particules et des fissures un programme d'analyse d'image sur Matlab a été mis au point par F. Nguyen.

## DESCRIPTIF DU PROGRAMME

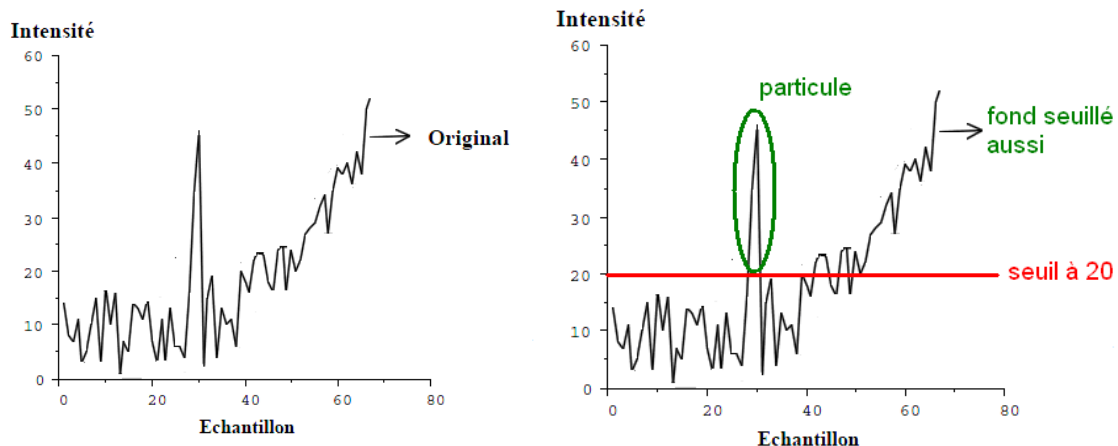
Le programme permet de segmenter les entités (particules, porosités ou autre) dans le volume. Ensuite il nous fournit un fichier de données regroupant les coordonnées et le volume de chaque entité ainsi que d'autres informations (dimensions dans les différentes directions, longueur de Féret suivant les directions principales du volume, les angles d'orientations...)

Ce programme se compose de différentes étapes :

- Filtrer pour minimiser le bruit
- création d'une image ne représentant que le fond
- soustraction de l'image du fond à celle légèrement filtrée
- segmentation de l'image finale pour ne garder que les entités souhaitées (application d'un seuil et binarisation de l'image)
- enfin les programme de calcul mesure et numérote chaque entité pour produire le fichier de données

Chaque étape va être détaillée dans la suite.

Ces étapes sont importantes car si on seuille directement une image qui aurait l'histogramme présenté en Figure 9-15 on aurait une image difficilement traitable à cause du fond. En faisant cela on récupère une partie du fond ce qui nous permet d'étudier correctement les volumes seuillés.



**Figure 9-15 : Histogramme d'intensité d'une image brut montrant un fond hétérogène, et effet du seuillage sur une telle image [Serra, ]**

### ❖ FILTRE GAUSSIEN

Le filtre gaussien va être appliqué au volume brut après reconstruction des données de tomographie (ou laminographie), ce volume se présente sous un format .raw. Cette fonction est implantée directement dans Matlab. Ici, la méthode de lissage utilisée est un filtre gaussien de matrice 5. Il faut éviter de trop lisser sinon on risque de perdre des informations sur les entités que les souhaite identifier.

Un filtre linéaire affectera à  $P_{i,j}$  une valeur qui est une combinaison linéaire des pixels voisins. Un filtre non linéaire affectera à  $P_{i,j}$  une valeur qui n'est pas une combinaison linéaire des pixels voisins.

Un filtre gaussien est un filtre linéaire, son effet est illustré dans la Figure 9-16. Il a le même effet qu'un filtre de lissage mais il est moins marqué, c'est à dire qu'il atténue les variations de lumière dans le voisinage d'un pixel.

Avant le filtre	0 1 0	0 1 0	1 1 1
	1 2 1	1 4 1	1 2 1
	0 1 0	0 1 0	1 1 1
Après le filtre	1 1 1	1 2 1	1 4 1
	1 4 1	2 4 2	4 16 4
	1 1 1	1 2 1	1 4 1

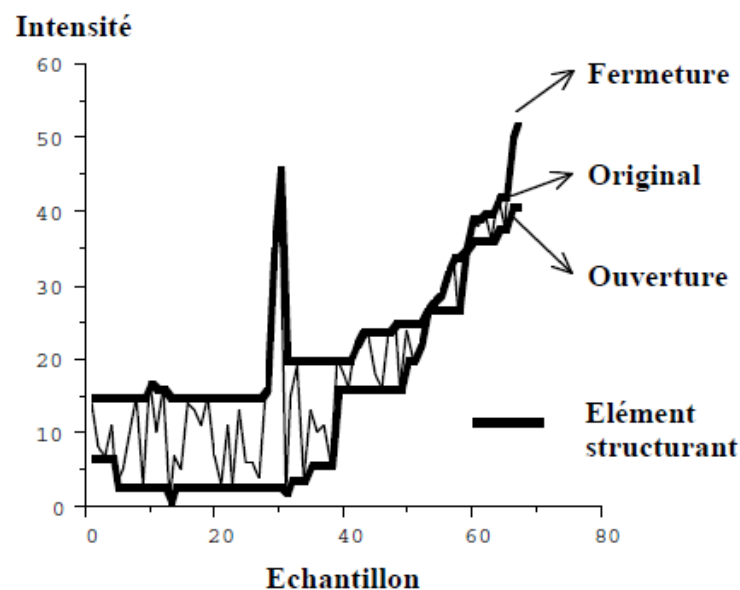
**Figure 9-16 : Effet d'un filtre gaussien 3x3**

#### ❖ CRÉATION DE L'IMAGE DU FOND

L'image du fond est construite par une fonction appliquée à l'image filtrée. Cette fonction, implantée par F. Nguyen, permet de créer une image du fond par érosions successives, cela fait disparaître les entités.

Pour créer cette image, on effectue une érosion de la fonction par un élément structurant plan (ouverture de la fonction). Cette érosion rétrécit les pics et les lignes de crête. Les pics plus étroits que l'élément structurant disparaissent. Parallèlement, elle élargit les vallées et les minima.

L'ouverture par adjonction crée une fonction plus simple que la fonction initiale, en adoucissant celle-ci de manière non-linéaire. Elle élimine les pics positifs qui sont plus étroit que l'élément structurant. Elle est située en dessous de la fonction initiale comme on peut le voir sur la Figure 9-17.



**Figure 9-17 : Effet d'une ouverture (et d'une fermeture) sur une fonction par une même ensemble (élément structurant) [Serra, ].**

#### ❖ SOUSTRACTION DE L'IMAGE DU FOND À CELLE FILTRÉE

Cette opération consistant à soustraire le fond de volume filtré s'intitule top-hat. Cela permet d'homogénéiser le fond de l'image qui devient plus facilement seuillage.

Le top-hat sert à extraire les composantes vis-à-vis de l'environnement. Le top-hat par ouverture extrait donc les composantes positives (ici ce sont les particules). Schématiquement, le top-hat élimine les dérives, ce qui provoque une augmentation de contraste. L'effet produit par ce procédé sur les niveaux d'intensité de l'image est illustré sur la Figure 9-18 et les conséquences sur l'image sont illustrées sur la Figure 9-19.

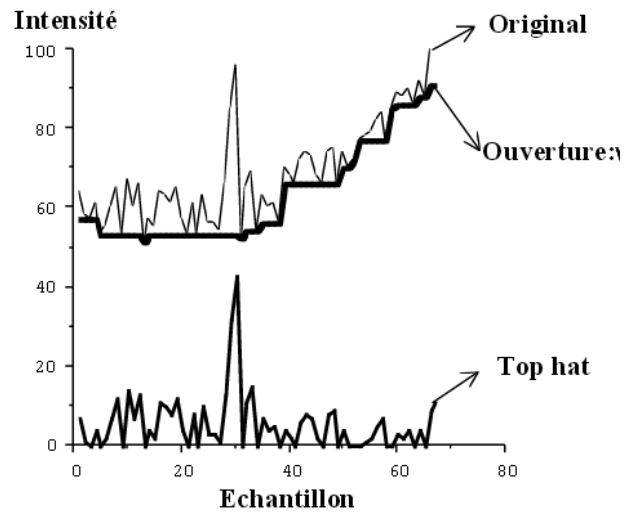


Figure 9-18 : Effet du Top-hat par ouverture sur l'histogramme d'intensité d'une image [Serra, ]

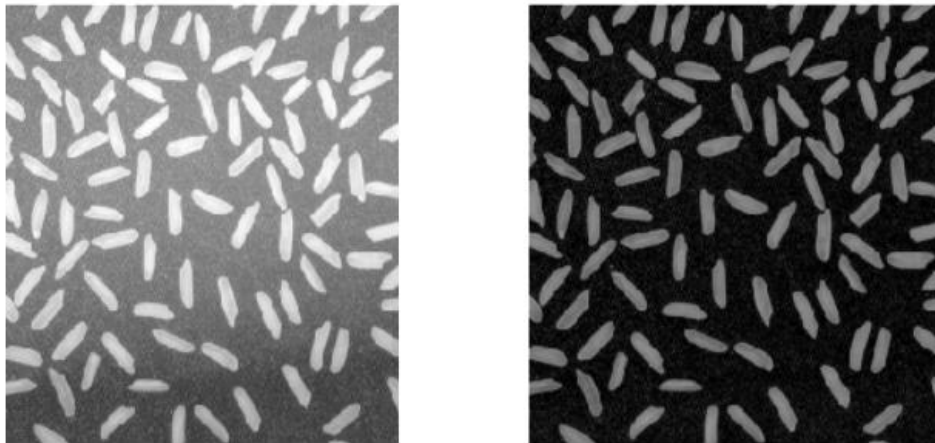
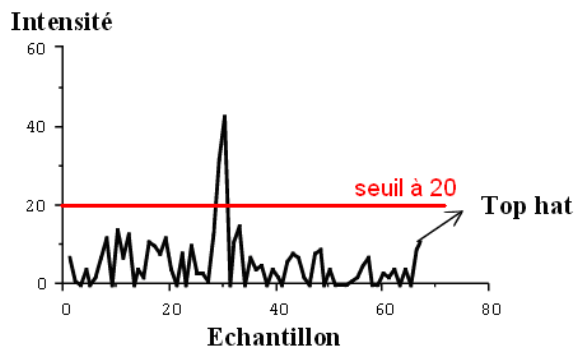


Figure 9-19 : a) image brut, et b) image après application d'un top-hat par ouverture [Thapar and Garg, 2012]

#### ❖ SEGMENTATION DE L'IMAGE FINALE

Maintenant que l'image est nettoyée du gradient de valeur moyenne du fond, elle devient facilement ségmentable. On va donc directement appliquer un seuil et binariser l'image pour ne garder que les particules.

La valeur du seuil ne doit pas être trop élevée sinon cela signifie que l'on supprime des informations de notre image. En effet, si l'image est bien traitée, il ne devrait pas y avoir trop de bruit et donc le seuil doit rester relativement bas. Sachant que les niveaux de gris de l'image varient entre 0 et 256, on peut considérer qu'un seuil acceptable se situe en dessous de 30. L'effet du seuillage sur l'histogramme d'intensité de l'image est représenté en Figure 9-20.



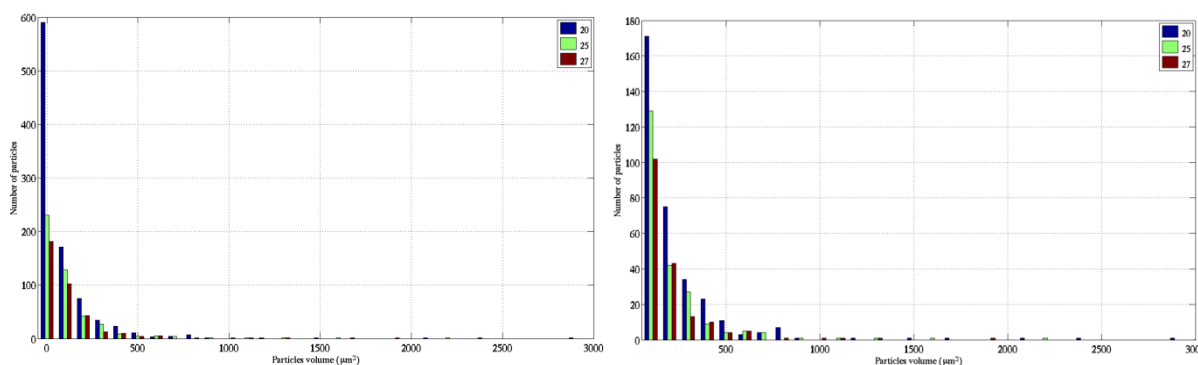
**Figure 9-20 : Application d'un seuil sur le nouvel histogramme d'intensité de l'image [Serra, ]**

Enfin on effectue une opération d'ouverture (érosion puis dilatation) suivi d'une opération de fermeture (dilatation pour érosion) pour éliminer le bruit restant sans modifier la taille des particules seuillées.

Cette procédure est expliquée en 2D mais le programme mis en place par F. Nguyen est effectué en 3D.

#### ❖ SENSIBILITÉ DU PARAMÈTRE DE SEUILLAGE

Une étude de sensibilité au paramètre de seuillage du programme d'analyse d'image sur la distribution a aussi été effectuée. Les courbes de distribution obtenues pour un même volume mais avec un paramètre de seuillage différent sont présentées sur la Figure 9-21 .



**Figure 9-21 : Comparaison de la distribution de taille volumique des particules seuillées en fonction du paramètre de seuillage utilisé dans le programme d'analyse d'image détaillé en ANNEXE 9.4.5.2. (a) Toutes les particules sont présentes dans l'analyse et (b) seules les particules d'un volume supérieur à 100  $\mu\text{m}^3$  sont prises en compte.**

La comparaison de la distribution de taille volumique des particules a été effectuée pour trois paramètres de seuillage différents (20, 25 et 27) sur un volume de  $700 \times 700 \times 544 \mu\text{m}^3$ . La forme de la distribution est similaire cependant un écart important du nombre de particules d'un volume inférieur à  $100 \mu\text{m}^3$  apparait. Pour mieux comparer l'effet du paramètre de seuillage, les valeurs principales des différentes distributions sont résumées dans le Tableau 9-5.

Etude sur un volume de 700 x 700 x 544 $\mu\text{m}^3$	Paramètre de seuillage		
	20	25	27
Nombre total de particules	925	455	363
Moyenne volumique ( $\mu\text{m}^3$ )	97 $\pm$ 206	111 $\pm$ 192	111 $\pm$ 178
Nombre de particules avec $V > 150 \mu\text{m}^3$	161	96	80
Volume maximale observé ( $\mu\text{m}^3$ )	2936	2245	1903
Longueur équivalente* maximale ( $\mu\text{m}$ )	12	13	14

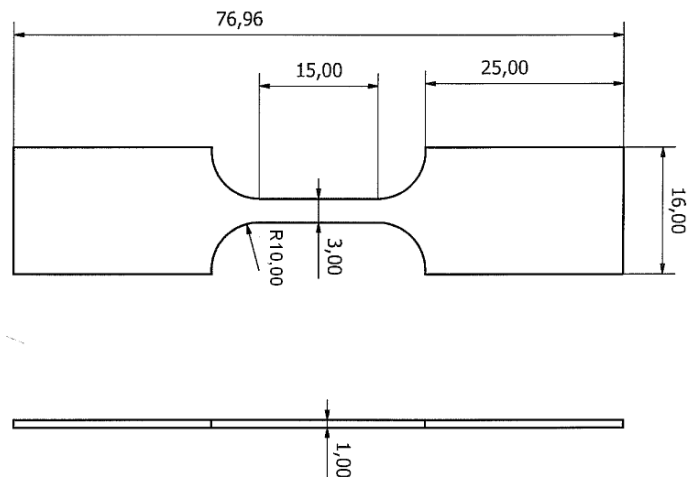
\*longueur équivalente calculée à partir du volume en considérant des particules cubiques

**Tableau 9-5 : Effet du paramètre de seuillage du programme d'analyse d'image sur les résultats obtenus sur l'étude de la distribution des particules.**

Après suppression des particules d'un volume inférieur à  $150 \mu\text{m}^3$ , l'écart entre du nombre de particules totales dans chaque cas est réduit.

## 9.5. CARACTÉRISATION MÉCANIQUE

### 9.5.1. ESSAIS DE TRACTION



**Figure 9-22 : Plan d'éprouvette de traction (grandeur en mm)**

Les éprouvettes ont été usinées au fil dans un brut de forge du moteur. Une éprouvette a été prélevée dans chaque zone du disque : dent et alésage.

Les éprouvettes n'ont subi aucune préparation de surface particulière.

La longueur utile de l'extensomètre 632.11F21-2248 utilisé est : **L0=9,631mm**

L'essai va être piloté en déformation, avec la déformation qui est définie comme la variation de longueur des bras de l'extensomètre sur la longueur initiale.

L'essai est réalisé à température ambiante, la vitesse de traction choisie est  $v = 0,5\text{mm/min}$  jusqu'à rupture de l'éprouvette, soit une vitesse de déformation de l'ordre de quelques  $10^{-4} \text{s}^{-1}$ .

## 9.5.2. ESSAIS DE FATIGUE

### 9.5.2.1. PROTOCOLE DES ESSAIS DE DURÉE DE VIE

Les essais de fatigue réalisés dans cette étude sont des essais de durée de vie sous air à 450°C. Ces essais ont été réalisés sur une machine MTS servo-hydraulique de capacité 250kN. Des photographies de ce dispositif sont présentées sur la **Figure 9-23**. Le dispositif se compose de :

- une machine servo-hydraulique de 250 kN
- un boîtier de pilotage MTS un extensomètre muni de couteaux en alumine de 12 mm de base de mesure et étalonné de 50mV/ $\mu$ m de sensibilité
- un four à résistance et sa régulation
- un circuit de refroidissement des lignes d'amarrage et du four
- un système d'acquisition numérique



**Figure 9-23 : Photographies du dispositif utilisé pour les essais de fatigue**

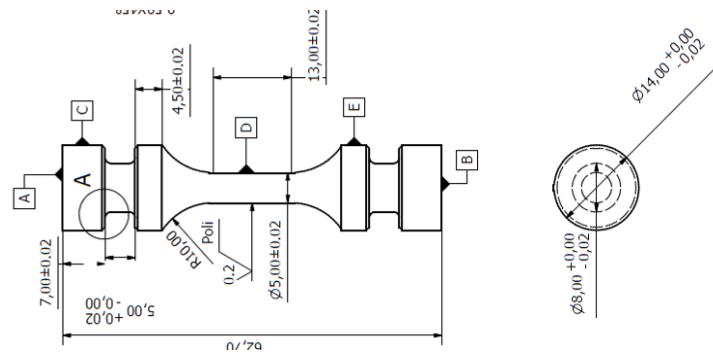
Pour chacune des éprouvettes testées, l'étude mécanique est complétée par des observations fractographiques post-mortem qui sont réalisées pour identifier la nature des sites d'amorçage et étudier les mécanismes de propagation de fissure. Un seul niveau de sollicitation a été étudié ici : 0,67% de déformation totale avec  $R_e = 0$  à une fréquence de 1Hz. Ce niveau a été choisi car il est représentatif de ce que subissent les pièces sur les structures en service. Les cycles déformation-temps sont triangulaires pour les premiers essais puis sont passés en sinusoïdale pour réduire le bruit sur les courbes d'acquisition. Ce niveau de chargement unique va donc dans un premier temps, permettre de comparer le comportement du matériau en fonction de la zone de prélèvement dans la pièce puis dans un second temps permettre l'étude de la durée de vie en fonction de la microstructure locale du matériau, conséquence des paramètres de forgeage choisis. L'objectif principal de ces essais est donc de comparer la durée de vie des matériaux en fonction de leur microstructure et de comprendre les mécanismes qui régissent cette durée de vie.

Ces essais sont effectués sur des éprouvettes axisymétriques polies (polissage Snecma à  $R_a = 0,2$ ). Elles possèdent une zone utile de 13 mm et un diamètre de 5 mm, comme représentée sur la **Figure 9-24**. Les éprouvettes sont toujours prélevées suivant la direction tangentielle de la pièce.

Ces essais ont été réalisés à 450°C, la régulation de température est effectuée à l'aide d'un thermocouple placé sur une des têtes de l'éprouvette. Des mesures préalables du gradient thermique ont été effectuées et garantissent une température de fût de l'éprouvette de  $540^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ . Les essais sont interrompus lorsque la contrainte minimale diminue de 2kN par rapport à la valeur de la contrainte minimale de l'état stabilisé. Les éprouvettes sont ensuite rompues par traction simple. Lors

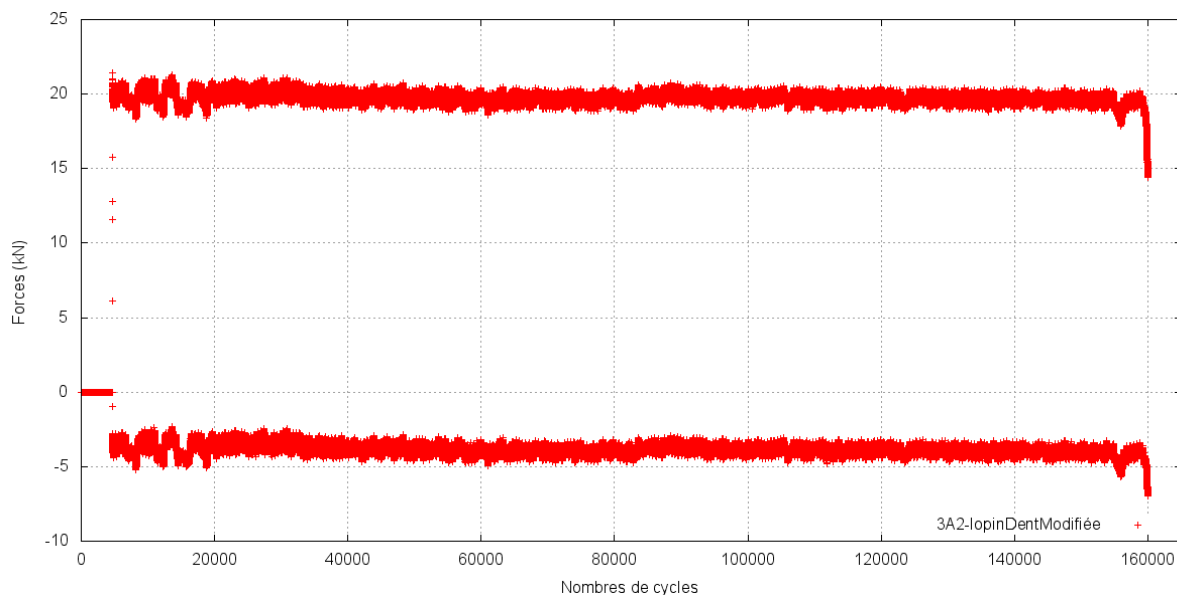
de la mise en place de chaque essai, le module de Young de chaque éprouvette est vérifié à température ambiante et à la température de l'essai de 450°C. Cette vérification se fait dans le domaine élastique, entre 0 et 4kN. Cela permet aussi de vérifier que la mise en charge suit bien une droite (domaine d'élasticité linéaire), et donc qu'il n'y a pas de jeu dans le montage.

Les observations MEB des faciès de rupture, effectuées au microscope FEG Gemini Zeiss, permettent ensuite de déterminer le mécanisme de rupture et la nature du site d'amorçage.



**Figure 9-24 : Géométrie de l'éprouvette des essais de fatigue réalisés au Centre des Matériaux**

Les réponses force en fonction du temps mesurées lors de l'essai ont l'allure représentée sur la Figure 9-25.



**Figure 9-25 : Enregistrement des maxima et minima de la contrainte en fonction du temps pour un essai type (ici essai sur l'éprouvette 3A2)**

#### 9.5.2.1. PROTOCOLE DES ESSAIS METCUT

Les essais sous-traités par METCUT sont réalisés dans exactement les mêmes conditions que ceux réalisés au Centre des Matériaux.

Cependant la première montée à la valeur consigne de déformation de 0,67% s'effectue graduellement en plusieurs cycles (toujours moins de 10 cycles).

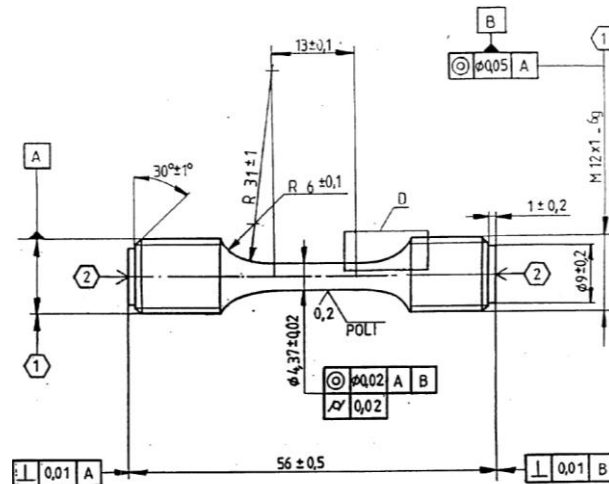


Figure 9-26 : Géométrie de l'éprouvette des essais de fatigue réalisés par METCUT (sous-traitant de la Snecma)

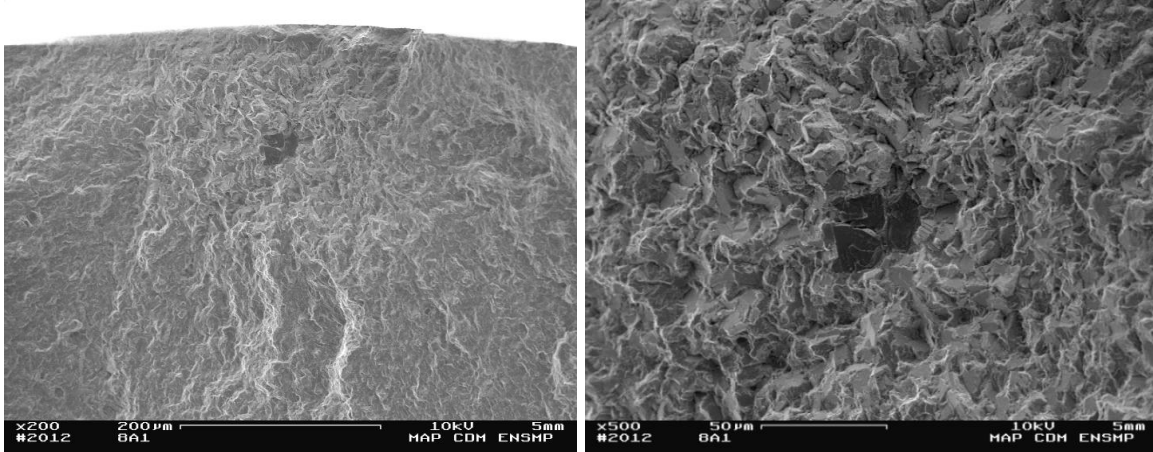
### 9.5.3. BILAN DES RÉSULTATS DE FATIGUE RÉALISÉS AU CDM SUR LES DIFFÉRENTES ÉPROUVETTES

Zone de prélèvement	Nom Epreuve	Durée de vie	Zone d'amorçage	Diamètre Zone cristallographique	Gros grains/particules
		(nombre de cycles)		( $\mu\text{m}$ )	( $\mu\text{m}$ )
Alésage	2A2	281942	Grains	150	20*14
	3A3	251975	Grains	50	28*13
	2A3	262560	Grains	75	20*23
Dent	8A1	424318	Nitruure	200	35*25
	10B2	528248	Nitruure	75	41*20
	9B3	630748	Nitruure FE	350	40*20
Lopin5	5C1	912548	Particule? FE	160	
	5C2	200112	Nitruure	70	20*15
	5B2	273447	Carbures?	74	25*25
Lopin1	1B2	270470	Grain interne FE	405	26.7*32
	1C2	271644	Grain (ou carbure)	234	20*25
	1A2	424216	Grain	80	19*25
Lopin3	3A2	155296	Grain	68	21*22
	3B1	99496	Grain	48	41*55

## 9.5.4. MICROGRAPHIE DES FACIÈS DE RUPTURE

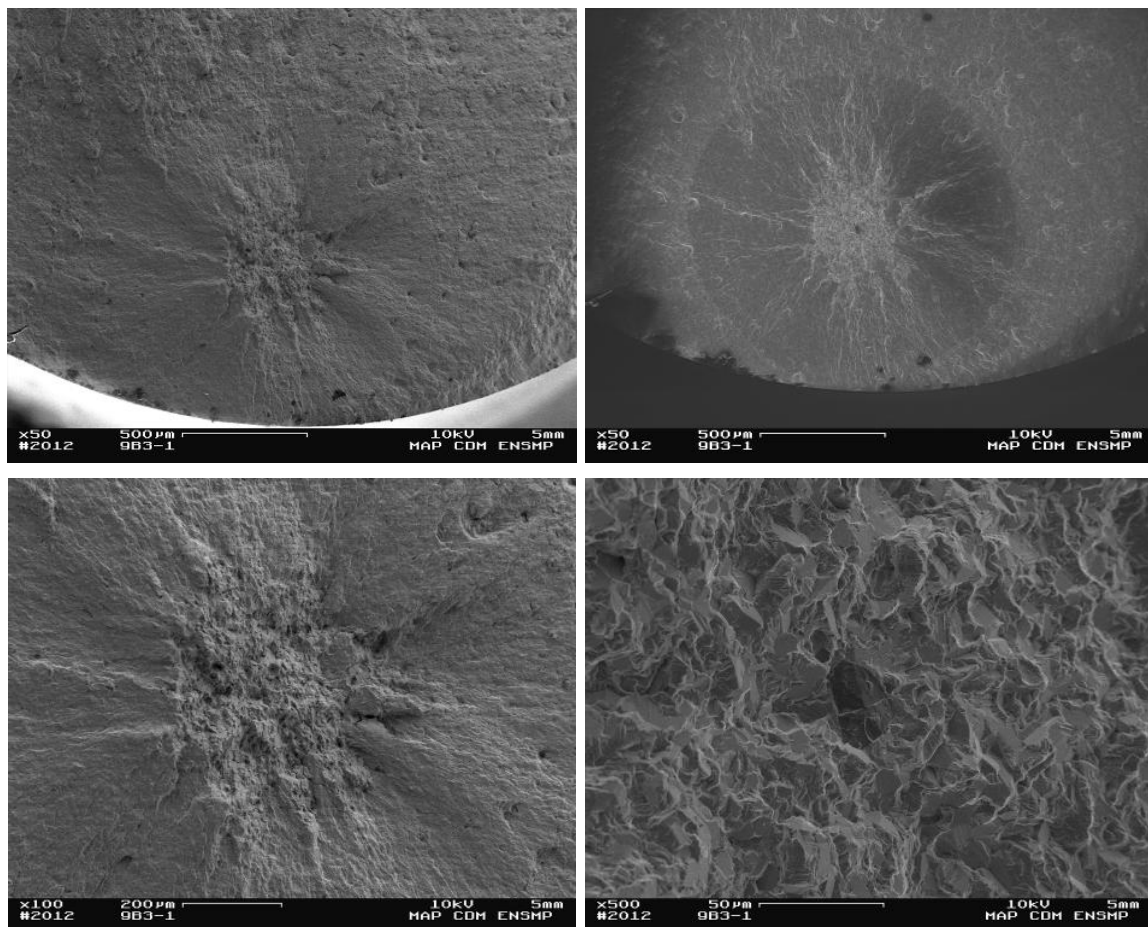
## 9.5.4.1. DENT DU DISQUE

Éprouvette 8A1 – ddv : 424318 cycles



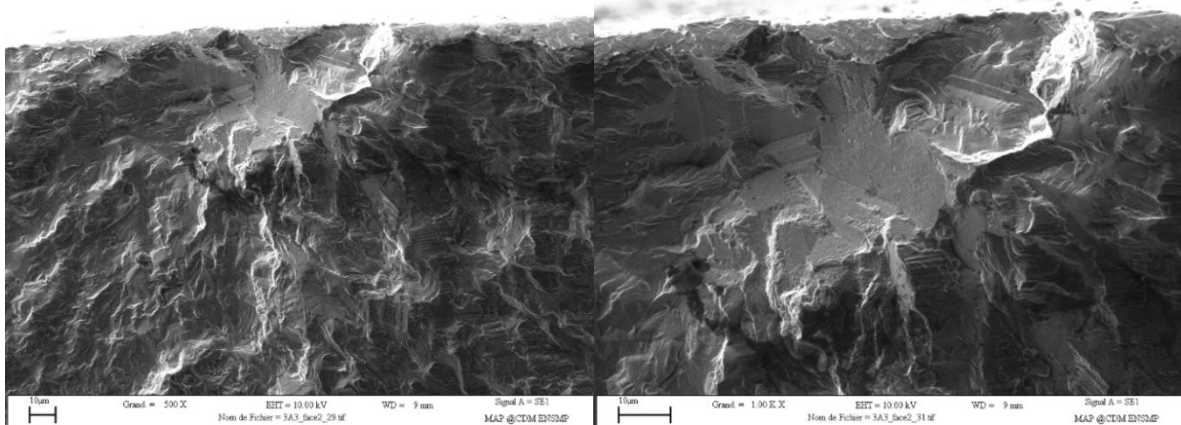
Amorçage sur particule interne, nitrure de  $35 \times 25 \mu\text{m}^2$ , situé à  $125 \mu\text{m}$  de la surface. La zone de micro-propagation présentant un caractère cristallographique est étendue sur une surface d'environ  $200 \mu\text{m}$  de diamètre. Le diamètre équivalent moyen des grains de cette zone est de  $6,5 \mu\text{m}$ .

Éprouvette 9B3 – ddv 630748 cycles



Amorçage sur particule interne, nitrure de  $40*20 \mu\text{m}^2$ , situé à  $630 \mu\text{m}$  de la surface. La zone de micro-propagation présentant un caractère cristallographique est étendue sur une surface d'environ  $350 \mu\text{m}$  de diamètre. Le diamètre équivalent moyen des grains de cette zone est de  $6,5 \mu\text{m}$ . Dans ce cas, il y a formation d'un « fish-eye » dont le diamètre est de  $1300 \mu\text{m}$ .

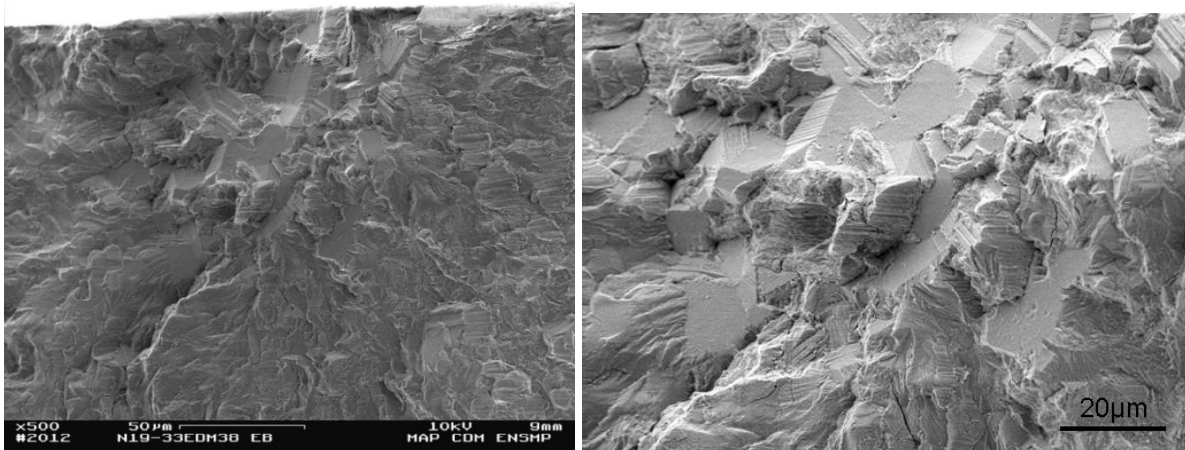
Éprouvette 10B2 – ddv : 528248 cycles



Amorçage sur un grain, de taille  $41*20 \mu\text{m}^2$ , proche de la surface ; le centre de ce grain est à environ  $50 \mu\text{m}$  de la surface. La zone de micro-propagation présentant un caractère cristallographique est quasi-inexistante. Le diamètre équivalent moyen des grains de cette zone est de  $8 \mu\text{m}$ .

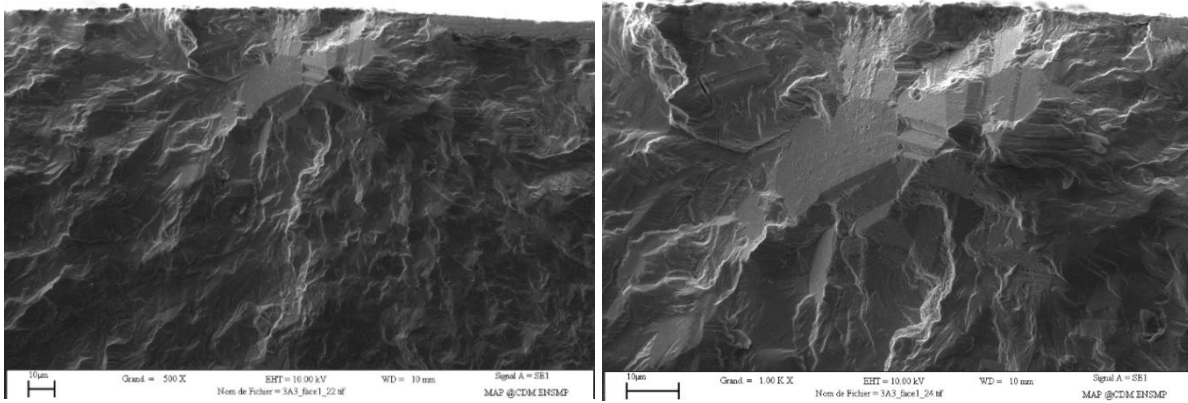
#### 9.5.4.2. ALÉSAGE DU DISQUE

Éprouvette 2A2 – ddv : 281942 cycles



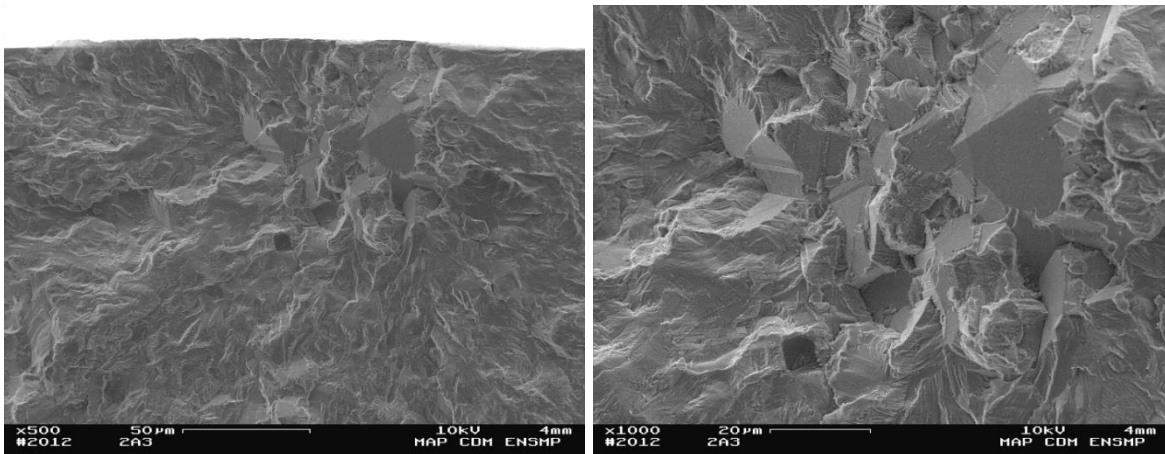
Amorçage sur un grain, de taille  $20*14 \mu\text{m}^2$ , proche de la surface ; le centre de ce grain est à environ  $15 \mu\text{m}$  de la surface. La zone de micro-propagation présentant un caractère cristallographique est peu étendue (diamètre d'environ  $150 \mu\text{m}$ ). Le diamètre équivalent moyen des grains de cette zone est de  $18,6 \mu\text{m}$ .

Eprouvette 3A3 – ddv : 251975 cycles



Amorçage sur un grain, de taille  $28*13 \mu\text{m}^2$ , proche de la surface, le centre de ce grain est à environ  $26 \mu\text{m}$  de la surface. La zone de micro-propagation avec un caractère cristallographique quasi-inexistante. Le diamètre équivalent moyen des grains de cette zone est de  $15.5 \mu\text{m}$ .

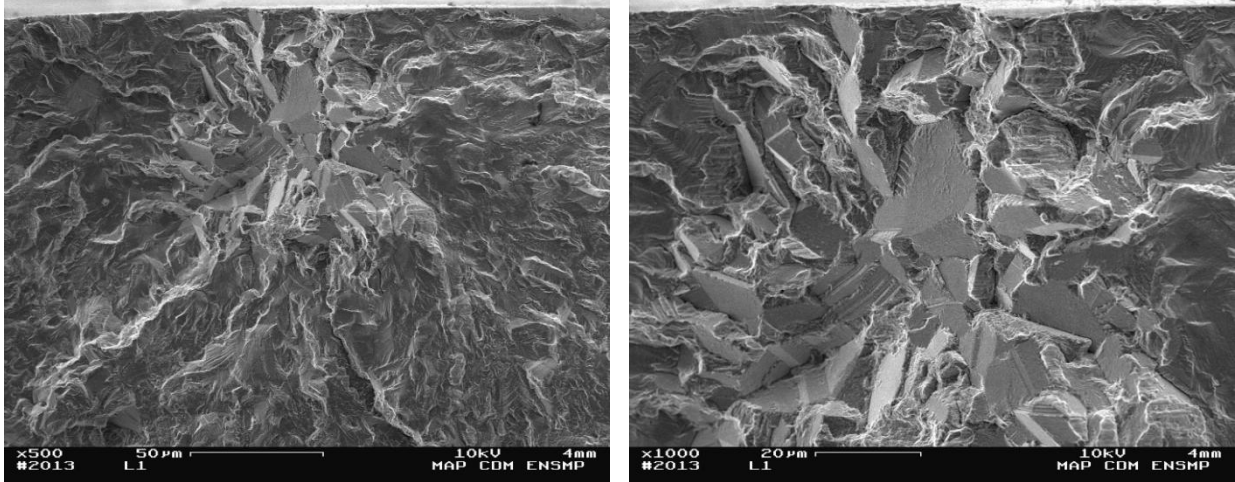
Éprouvette 2A3 – ddv : 262560 cycles



Amorçage sur un grain, de taille  $23*20 \mu\text{m}^2$ , proche de la surface, le centre de ce grain est à environ  $42 \mu\text{m}$  de la surface. La zone de micro-propagation présentant un caractère cristallographique est quasi-inexistante. Le diamètre équivalent moyen des grains de cette zone est de  $14,2 \mu\text{m}$ .

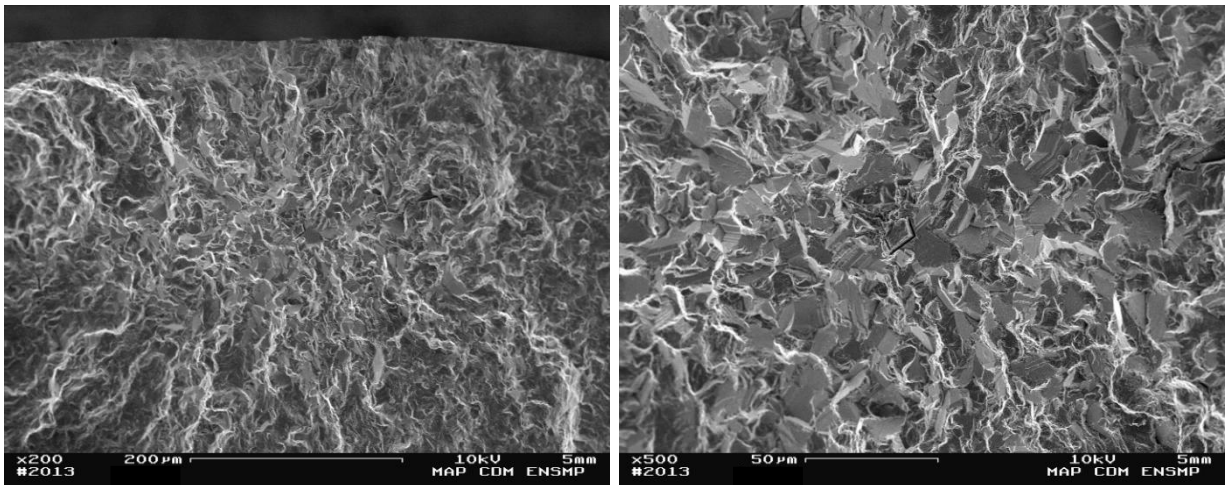
## 9.5.4.3. LOPINS TYPE « DENT »

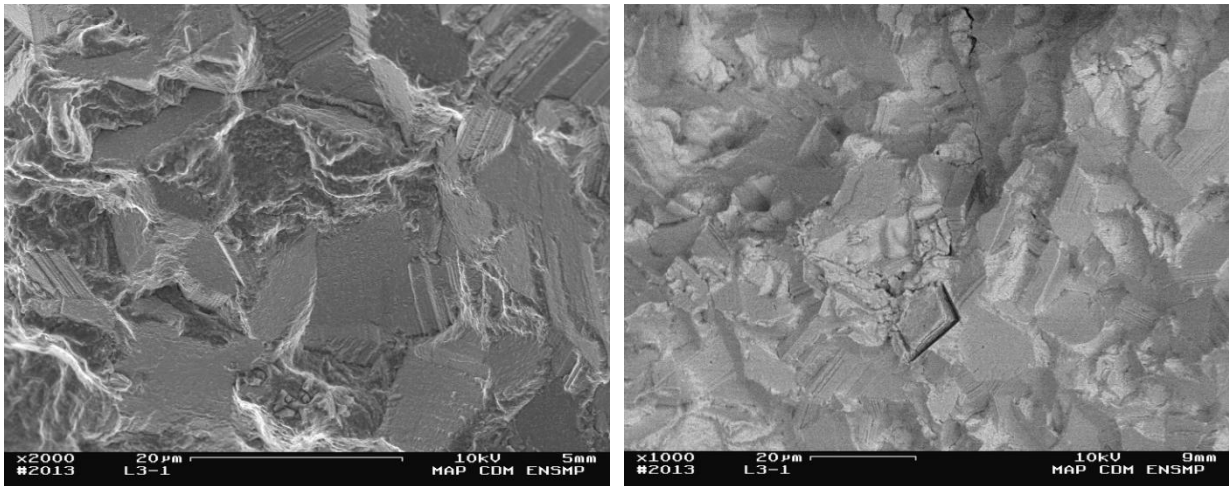
Éprouvette L1A2 – ddv : 424216 cycles



Amorçage sur un grain, de taille  $19 \times 25 \mu\text{m}^2$ , proche de la surface, le centre de ce grain est à environ  $36 \mu\text{m}$  de la surface. La zone de micro-propagation présentant un caractère cristallographique est peu étendue (diamètre d'environ  $80 \mu\text{m}$ ). Le diamètre équivalent moyen des grains de cette zone est de  $16,1 \mu\text{m}$ .

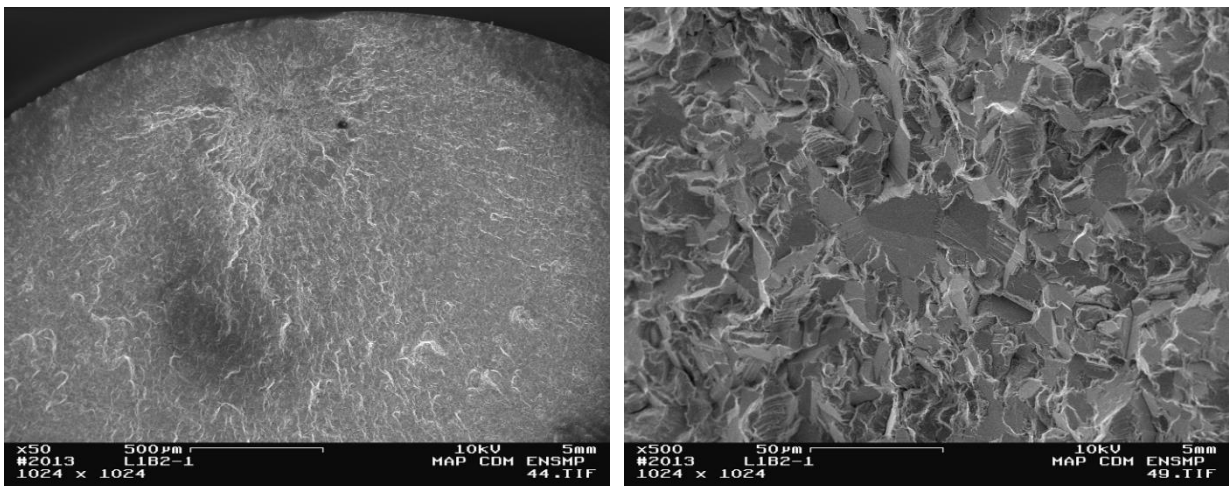
Éprouvette L1C2 – ddv : 271644 cycles





D'après l'étude d'une seule demi-éprouvette, l'amorçage semble avoir lieu sur un grain interne, de taille  $20 \times 25 \mu\text{m}^2$ , le centre de ce grain est à environ  $171 \mu\text{m}$  de la surface. La zone de micropropagation présentant un caractère cristallographique s'étend sur une surface de diamètre d'environ  $234 \mu\text{m}$ . Le diamètre équivalent moyen des grains de cette zone est de  $15,5 \mu\text{m}$ . L'étude de l'autre demi-éprouvette serait nécessaire pour valider le mécanisme d'amorçage.

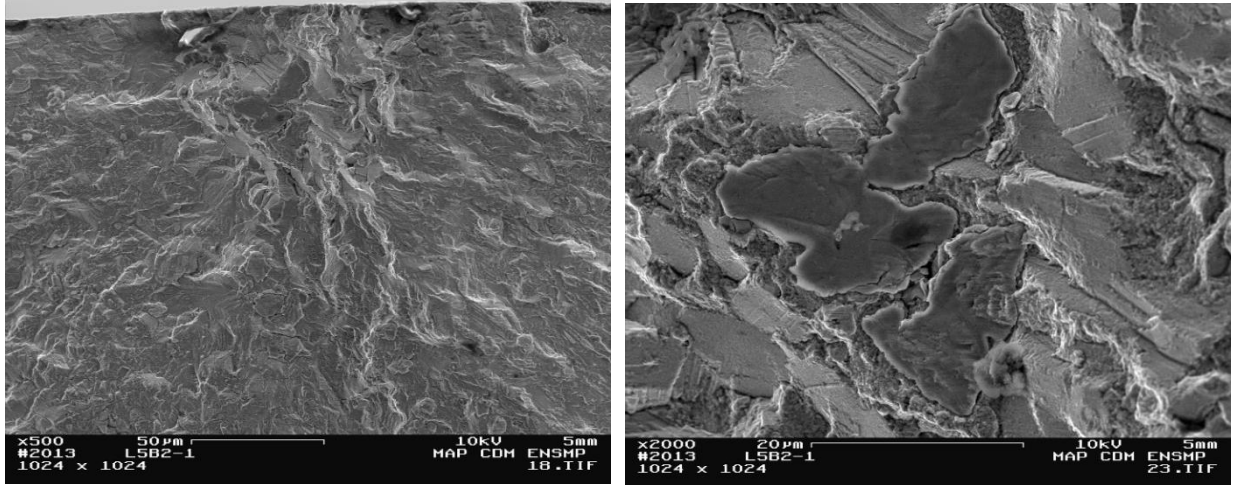
Éprouvette L1B2 – ddv : 270470 cycles



D'après l'étude d'une seule demi-éprouvette, l'amorçage semble avoir lieu sur un grain interne, de taille  $27 \times 32 \mu\text{m}^2$ , le centre de ce grain est à environ  $362 \mu\text{m}$  de la surface. La zone de micropropagation présentant un caractère cristallographique s'étend sur une surface de diamètre d'environ  $405 \mu\text{m}$ . Le diamètre équivalent moyen des grains de cette zone est de  $16,0 \mu\text{m}$ . Sur cette éprouvette, malgré l'amorçage sur grain interne un fish-eye s'est formé, de diamètre d'environ  $1027 \mu\text{m}$ . La formation de « fish-eye » peut peut-être être directement liée à la distance de l'amorçage par rapport à la surface et non à la nature de l'amorçage. En effet, ce phénomène résulte de l'environnement sous vide lors de la propagation et donc se produit uniquement quand l'amorçage est suffisamment loin de la surface. L'étude de l'autre demi-éprouvette serait nécessaire pour valider le mécanisme d'amorçage.

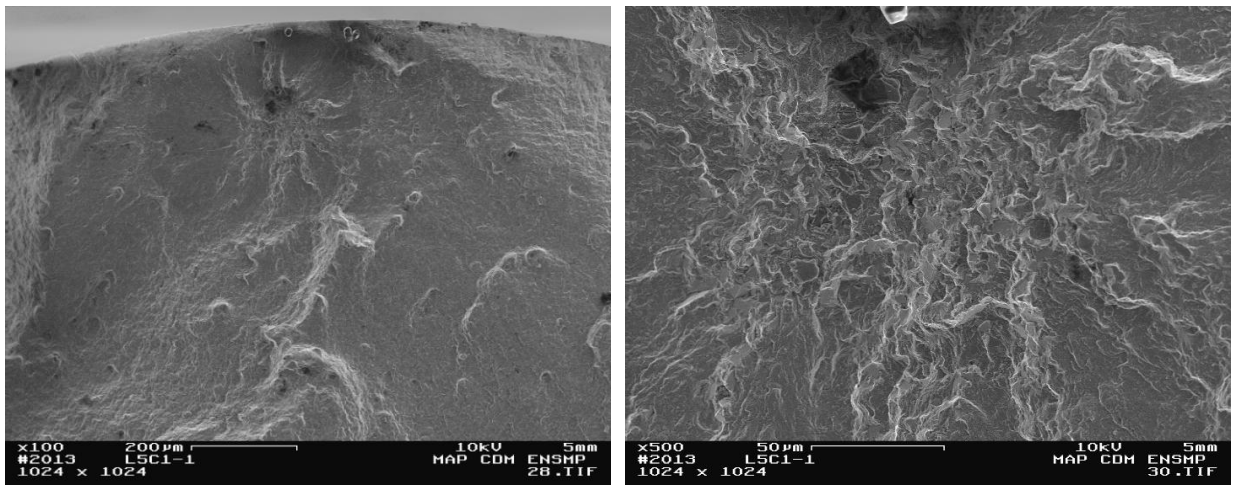
## 9.5.4.4. LOPINS TYPE « DENT EXTRÊME »

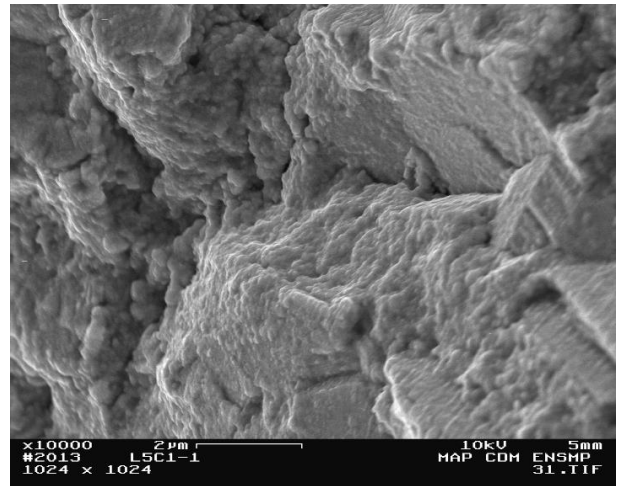
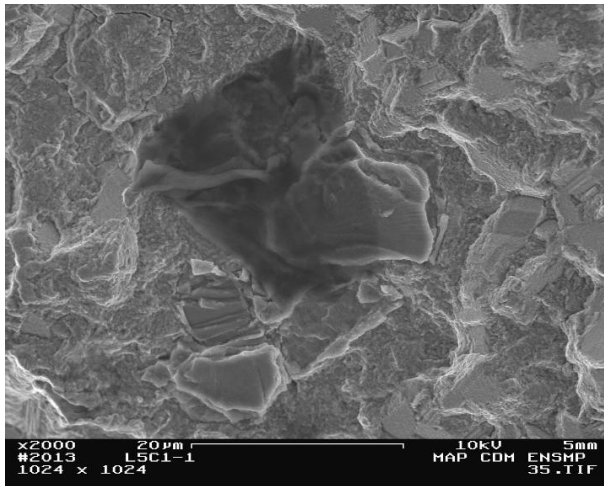
Éprouvette L5B1 – ddv : 273447 cycles



Amorçage sur particule proche de la surface, carbure de  $25*25 \mu\text{m}^2$ , situé à  $40 \mu\text{m}$  de la surface. La zone de micro-propagation présentant un caractère cristallographique est quasiment inexistante. Le diamètre équivalent moyen des grains de cette zone est de  $12,7 \mu\text{m}$ . Une étude chimique de la particule devrait être effectuée pour valider sa nature.

Éprouvette L5C1 – ddv : 912548 cycles

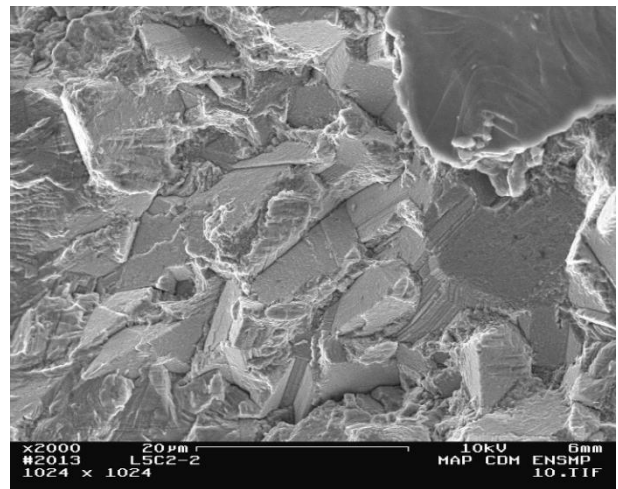
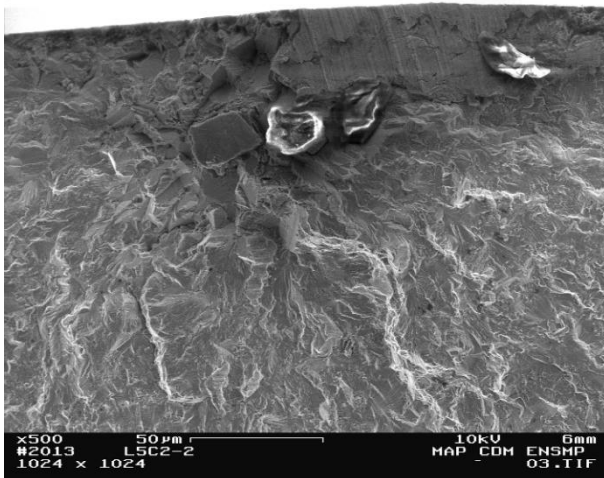




D'après l'étude d'une seule demi-éprouvette, l'amorçage semble avoir lieu sur une particule interne, située à 200  $\mu\text{m}$  de la surface. La zone de micropropagation présentant un caractère cristallographique est étendue sur une surface d'environ 160  $\mu\text{m}$  de diamètre. Le diamètre équivalent moyen des grains de cette zone est de 6,2  $\mu\text{m}$ . Dans ce cas, il y a formation d'un « fish-eye » dont le diamètre est de 437  $\mu\text{m}$ .

Il est nécessaire ici d'étudier l'autre face du faciès de rupture afin de valider la nature de l'amorçage.

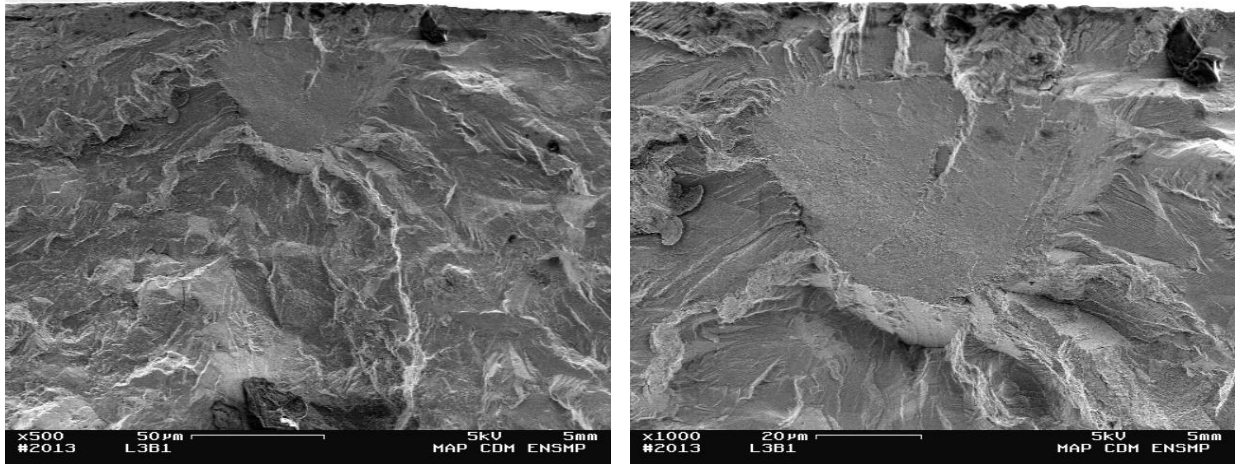
Éprouvette L5C2 – ddv : 200112 cycles



Amorçage sur particule interne, nitrure de 20\*15  $\mu\text{m}^2$ , situé à 40  $\mu\text{m}$  de la surface. La zone de micro-propagation présentant un caractère cristallographique est peu étendue (diamètre d'environ 70  $\mu\text{m}$ ). Le diamètre équivalent moyen des grains de cette zone est de 10,3  $\mu\text{m}$ .

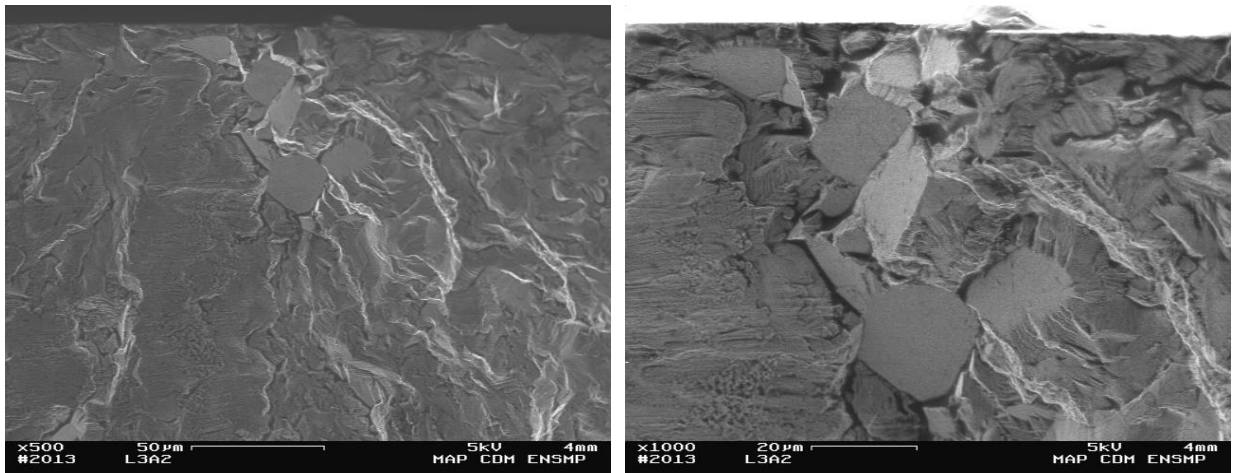
## 9.5.4.5. LOPINS TYPE « DENT MODIFIÉE »

Éprouvette L3B1 : 99496 cycles



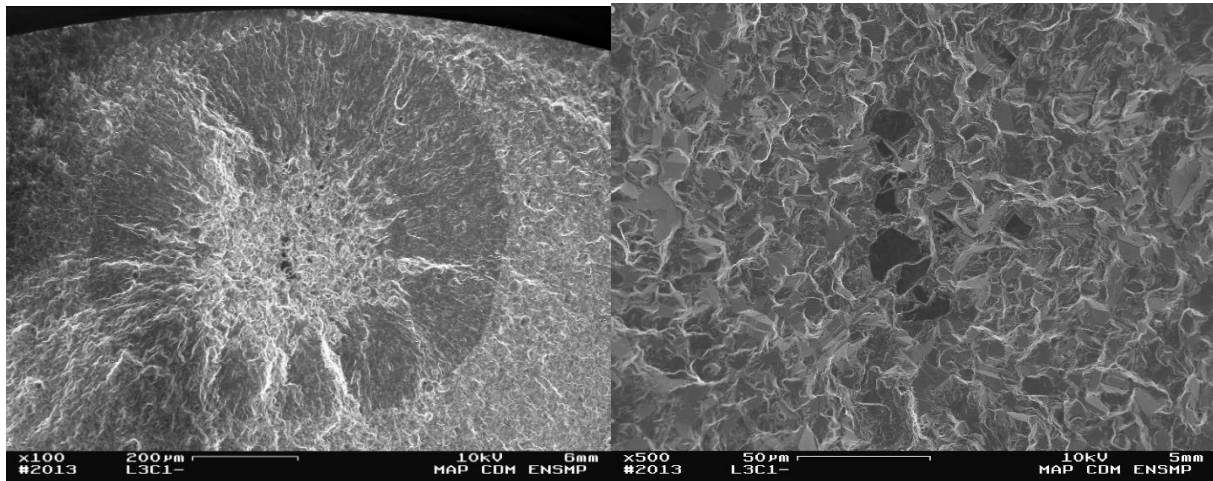
Amorçage sur un grain, de taille  $41 \times 55 \mu\text{m}^2$ , proche de la surface. La zone de micro-propagation présentant un caractère cristallographique est quasiment inexistante. Aussi sur cette fractographie, il est possible que ce soit deux grains de faible désorientation l'un par rapport à l'autre qui, cumulés, se conduisent comme un « gros grain » et sont donc un maillon faible pour le matériau.

Éprouvette L3A2 : 155296 cycles



La surface du faciès de rupture de cette éprouvette a été abimée par matage, il est donc difficile d'avoir des certitudes quant à la nature de l'amorçage. Il semble que l'amorçage ait lieu sur un grain, de taille  $21 \times 22 \mu\text{m}^2$ . La zone de micropropagation présentant un caractère cristallographique semble peu étendue (diamètre d'environ  $68 \mu\text{m}$ ). Le diamètre équivalent moyen des grains de cette zone est de  $24,7 \mu\text{m}$ .

Éprouvette L3C1 – ddv : 699 154 cycles



Amorçage sur particule interne, nitrure de  $25 \times 25 \mu\text{m}^2$ , situé à  $450 \mu\text{m}$  de la surface. La zone de micropropagation présentant un caractère cristallographique est étendue sur une surface d'environ  $200 \mu\text{m}$  de diamètre. Le diamètre équivalent moyen des grains de cette zone est de  $6,5 \mu\text{m}$ . Dans ce cas, il y a formation d'un « fish-eye » dont le diamètre est de  $750 \mu\text{m}$ . Sur ce faciès on observe un amas de particules qui part de la zone d'amorçage et qui s'étend jusqu'à la surface. La durée de vie de cette éprouvette étant très élevée, il semble donc que cet amas de particules ne conduise pas à une accélération de la propagation et à une réduction de la durée de vie. Sur le faciès, les particules ne semblent pas interagir avec la propagation de la fissure.







## Effets des microstructures induites par le procédé de forgeage sur la durée de vie de pièces en Inconel 718 DA

**RÉSUMÉ :** L'optimisation de la durée de vie des disques de turbines conçus en superalliage à base de nickel, tel que l'Inconel 718 DA, constitue une vraie problématique industrielle. En effet, lors d'essais de fatigue oligocyclique à chaud sur des éprouvettes prélevées sur ces disques, il a été constaté que la durée de vie dépendait de la zone de prélèvement testée. Cette dispersion inattendue des résultats s'avère être un facteur très important d'un point de vue industriel car le dimensionnement des pièces étant conservatif, il est établi à partir des valeurs de durée de vie les plus faibles ce qui conduit à une pénalisation forte en termes de performance du point de vue de la conception. Le but de cette étude est donc d'explicitier la relation entre les paramètres de forgeage, les propriétés microstructurales et donc les durées de vie afin de proposer des pistes pour réduire la dispersion des résultats de fatigue pour optimiser ainsi le dimensionnement des structures. Dans un premier temps, l'étude de l'effet des paramètres de forgeage a été réalisée grâce au logiciel Forge2<sup>®</sup>. Cette étape a permis de mettre en évidence les paramètres de forgeage influant sur la microstructure et de définir des gammes de forgeage sur des lopins expérimentaux. Les mécanismes d'amorçage et les modes d'endommagement ont été identifiés pour chaque microstructure de l'alliage. Il s'avère que, dans le cas des matériaux testés, deux mécanismes d'amorçage sont observés : un amorçage sur particule interne avec formation de « fish-eye » et un amorçage sur grain sub-surfacique. Une corrélation directe avec la microstructure et le domaine de durée de vie a pu être établie. L'effet du rapport entre la queue de distribution de taille de grains et la taille des particules a pu être mis en évidence, ainsi que la nocivité de la présence de joints  $\Sigma 3$  dans des gros grains.

**Mots clés :** Inconel 718 DA, forgeage, microstructure, durée de vie, fatigue, « fish-eye », joints  $\Sigma 3$

### Effects of the microstructure due to the forging parameters on the fatigue durability of turbine discs in Inconel 718 DA

**ABSTRACT:** Optimization of turbine discs in superalloy Nickel based durability is a real industrial challenge. The different regions of a wrought Inconel 718 DA superalloy turbine disk may present a wide range of behavior in fatigue life due to the variability of the microstructure. To improve the fatigue dimensioning, it is necessary to understand the relation between the forging parameters, the microstructure and the fatigue behavior. Firstly, the effect of the forging parameters on the microstructure was realized thanks to simulation calculation via Forge2<sup>®</sup> and experimental forging were realized. Secondly, fatigue tests under strain control conditions were performed at 450°C for all microstructures. Initiation mechanisms and fracture behavior are identified for each microstructure of this superalloy. Grain size and phases distributions were characterized in the specimens and related to fatigue failure initiation modes. The 3D distribution of the Titanium nitrides was also investigated using synchrotron laminography both in terms of size and spatial distribution. Fatigue crack initiation was seen to occur on large grains in stage I for the larger grain material whereas for the material with slightly smaller grains initiation from internal nitrides caused failure via so-called fish-eye cracks. A relation between the microstructure heterogeneities and the durability is established. Indeed, the initiation mechanism, which depends on the grain size distribution compare to the particles size, impacts the durability. The presence of  $\Sigma 3$  boundaries in large grains proves to be harmful.

**Keywords :** Inconel 718 DA, forging, microstructure, durability, fatigue, fish-eye, twin boundary