
Etude des champs mécaniques corrélation avec les sites d'amorçage et la microstructure

Le chapitre précédent a porté sur l'étude des relations entre la microstructure et les sites d'amorçage de fissures de CSC. Si des tendances ont pu être établies, notamment en ce qui concerne l'hétérogénéité de taille des grains jouxtant les joints fissurés ou l'hétérogénéité de répartition des éléments chimiques associée aux passes de soudage, ces tendances ne permettent pas de déterminer, à elles seules, un critère d'amorçage des fissures de CSC. En effet, la CSC est un phénomène qui nécessite la conjugaison de trois facteurs : le matériau, la sollicitation et l'environnement. Nous proposons alors d'étudier dans ce chapitre le comportement mécanique de l'Alliage 82. Une étude macroscopique du comportement mécanique est tout d'abord réalisée, elle sera suivie de la caractérisation expérimentale des champs cinématiques résultant de la mise en forme des éprouvettes U-bend. Le dernier aspect de l'étude mécanique concernera l'étude des contraintes locales exercées au niveau des joints de grains à l'aide de simulations numériques par éléments finis, ceci afin de tendre vers un critère de fissuration.

IV.1 Etude macroscopique de la force appliquée sur les éprouvettes U-bend

Le dispositif de préparation des éprouvettes U-bend comprend l'ajout d'un ressort dans le montage (paragraphe II.3). Ce ressort a pour fonction de maintenir l'état de contrainte pendant la durée de l'essai. Ainsi le matériau est toujours sollicité et la zone de relaxation apparaissant autour de la fissure est réduite. Lors de l'étape de mise en forme, les matrices utilisées imposent, pour une déformation maximale de 12%, une distance entre pattes du « U » de l'éprouvette d'environ 11 mm. Après la mise en forme, un retour élastique est constaté nécessitant alors la mise en compression du ressort pour retrouver l'espacement initial entre pattes de 11 mm \pm 0,5 mm. La variation de la longueur du ressort associée à la constante de raideur permet d'estimer la force appliquée sur chaque éprouvette. La formule utilisée est la suivante :

$$F = K \cdot (l - l_0) \quad \text{Équation 5}$$

Avec la force F en Newton, la constante de raideur K égale à 23,11 N/mm dans notre cas et la longueur du ressort après mise en forme l et la longueur initiale l_0 en mm.

Le Tableau IV-1 présente la force appliquée sur les éprouvettes U-bend prélevées dans le plan TL et dans le plan TS. La comparaison des valeurs met en évidence un effet du moule sur la force appliquée puisque les valeurs mesurées sur les éprouvettes U-bend du moule A sont plus faibles que ceux des moules B et B', pour un même état de déformation finale. En revanche, le traitement thermique ne semble pas avoir d'influence notable tout comme le plan de prélèvement (TS ou TL) et le type de chargement. En effet, l'éprouvette EP992 avec un trajet de chargement direct présente une force appliquée équivalente aux éprouvettes avec un trajet de chargement complexe (EP990 et EP991).

N° éprouvette	Moule	Plan de prélèvement	Force appliquée sur l'éprouvette (N)
EP990	A	TL	136
EP991	A	TL	137
EP992	A	TL	138
EP993	A	TL	87
EP1291	A	TS	143
EP921	B	TL	227
EP922	B	TL	150
EP1311	B	TS	152
EP899	B'	TL	165
EP900	B'	TL	184
EP1313	B'	TS	128

Tableau IV-1 : Valeurs de la force appliquée sur les éprouvettes U-bend

Pour vérifier s'il existe une corrélation entre la force appliquée et le comportement en CSC, la Figure IV-1 représente le nombre d'amorces de fissures en surface estimé par des observations MEB en fonction de deux paramètres : la force appliquée aux éprouvettes U-bend et le pourcentage de joints de grains généraux perpendiculaires à la direction de sollicitation. Ce graphique confirme bien le fait que les éprouvettes prélevées dans le plan TL sont les plus sensibles à l'amorçage de fissures de CSC, comme cela a été étudié dans le Chapitre III. Ce résultat ne peut être expliqué par les pourcentages de joints de grains perpendiculaires à la direction de sollicitation puisqu'ils sont plus élevés pour les éprouvettes prélevées dans les plans TS. De plus, la corrélation de l'état de chargement des éprouvettes U-bend avec le nombre de fissures observées en surface ne permet pas de vérifier l'augmentation du nombre de fissures avec l'augmentation du chargement lors de la comparaison entre les moules. En effet, les éprouvettes U-bend issues du moule A, plus faiblement chargées en moyenne que celles des moules B et B', ont présenté plus d'amorces de fissures de CSC. En revanche, la comparaison entre les éprouvettes U-bend d'un même moule confirme cette augmentation. Ces résultats montrent qu'il n'existe pas de corrélation entre la force appliquée sur l'éprouvette U-bend (calculée d'après la contraction des ressorts) et l'amorçage des fissures de CSC. Par conséquent, afin d'affiner l'étude de l'influence de la mécanique sur la CSC, nous allons nous intéresser à l'étude du chargement à l'échelle locale, c'est-à-dire à l'échelle de la microstructure.

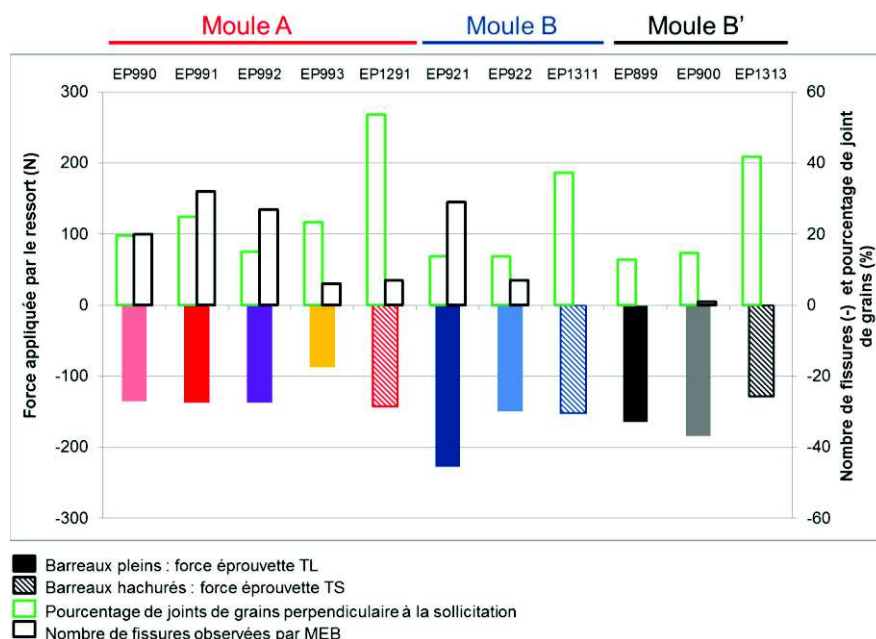


Figure IV-1 : Corrélation entre la force appliquée sur les éprouvettes U-bend et le pourcentage de joints de grains perpendiculaires à la direction de sollicitation d'une part et au nombre de fissures en surface mesuré par MEB d'autre part

IV.2 Etudes des champs de déformation et leur corrélation avec la microstructure et l'amorçage des fissures

IV.2.1 Mesure des champs de déformation en surface

❖ Méthodologie

L'objectif de l'étude des champs de déformation mesurés en surface des éprouvettes est de chercher à les corréler aux sites d'amorçage, ceci afin de vérifier si l'état de déformation local peut être un paramètre pertinent vis-à-vis de l'identification d'un critère d'amorçage.

Les champs de déformation sont établis en surface des éprouvettes U-bend à partir du suivi par corrélation d'images numériques d'un champ de points de référence avant et après l'étape de mise en forme. Ces mesures sont réalisées à l'aide de microgrilles d'or déposées par lithographie électronique sur la surface des plaquettes avant leur mise en forme. Ces microgrilles permettent d'ajouter un contraste sur les images MEB, nécessaire pour la mesure des déplacements par corrélation d'images numériques. Le protocole de dépôt des microgrilles est présenté en annexe 12.

Sur les éprouvettes U-bend prélevées dans le plan TL, 16 microgrilles d'or ont été déposées suivant une matrice de 4 colonnes par 4 lignes (Figure IV-2 (a.)). La distance entre les centres de deux microgrilles mitoyennes est $1520\ \mu\text{m}$. 25 microgrilles ont été déposées sur les plaquettes prélevées dans le plan TS suivant une matrice de 5 lignes par 5 colonnes (Figure IV-2 (b.)). Dans ce dernier cas, les microgrilles sont jointives, maximisant ainsi la probabilité que la déformation locale soit mesurée dans les zones présentant des amorces de fissures de CSC. La distance entre les centres des microgrilles est de $1320\ \mu\text{m}$. Les microgrilles ont été déposées sur la zone centrale des plaquettes qui correspond à l'apex des éprouvettes U-bend, zone théoriquement la plus sollicitée.

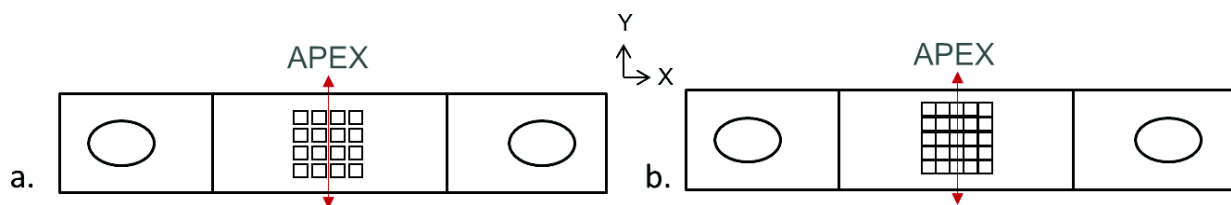


Figure IV-2 : Schéma de positionnement des microgrilles sur les plaquettes prélevées dans les plans TL (a.) et TS (b.)

La dimension d'une microgrille est d'environ $1320 \times 1320\ \mu\text{m}^2$. Elle est composée de 121 lignes horizontales par 121 lignes verticales, espacées de $11\ \mu\text{m}$ et d'épaisseur d'environ $1\ \mu\text{m}$ (Figure IV-3).

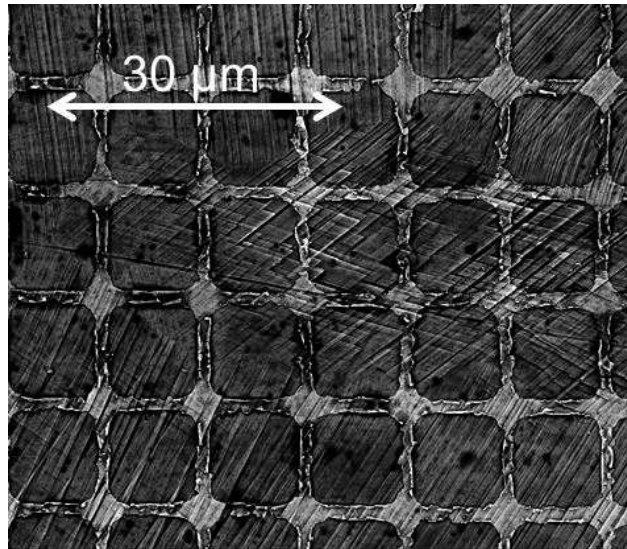


Figure IV-3 : Image MEB en mode électrons secondaires d'une partie de microgrille

Pour réaliser les corrélations d'images numériques, les microgrilles ont été imagées en haute résolution numérique (4096x3775) avec un champ d'observation de 1875 µm de large au MEB FEG (Field Emission Gun) FEI QUANTA 600. Les conditions expérimentales pour acquérir les images en haute résolution sont une tension d'accélération de 15 keV, une distance de travail de 10 mm de l'objet par rapport à la pièce polaire, un courant de sonde à 2,21 nA et une vitesse de balayage de 15 µs par point.

Les images de référence des microgrilles ont été réalisées avant mise en forme de U. Les images des éprouvettes U-bend déformées ont été réalisées après 1500h d'essai d'amorçage pour les prélèvements TL et après chaque étape de déformation (-2% et +12%) avant l'essai d'amorçage pour les prélèvements TS. Deux colonnes (8 microgrilles) ont été imagées pour les prélèvements TL et 3 colonnes (15 microgrilles) pour les prélèvements TS. Les colonnes choisies sont celles qui sont les plus proches de l'apex : zone la plus sollicitée et par conséquent la zone théoriquement la plus susceptible de présenter des amorces de fissures de CSC.

Le logiciel CMV[®] est utilisé pour la corrélation des images de haute résolution prises au MEB. Ce logiciel de corrélation d'images numériques permet de mesurer les champs de déplacement de la zone d'intérêt puis d'en déduire les champs de déformation [Allais1994] [Bornert1996]. Les déplacements sont mesurés à l'aide de marqueurs numériques (imassettes) centrés sur l'intersection des barreaux des microgrilles. Dans un premier temps, une trame d'imassettes jointives de 25 pixels par 25 pixels est placée sur l'image de référence (image non déformée). Les images des microgrilles après déformation sont alors confrontées aux images de référence pour mesurer le déplacement de chacune des imassettes et en déduire la déformation locale de la microgrille. Pour corréler les imassettes, un domaine de recherche pour chacune d'entre elles de 10 pixels sur 10 pixels est défini. La comparaison des niveaux de gris des imassettes de l'image de référence avec celles de l'image déformée est réalisée grâce à la minimisation d'une fonctionnelle ($C(\phi_0)$) définie par :

$$C(\phi_0) = 1 - \frac{\sum_{i \in D} (f(\underline{X}) - \bar{f}_D) \cdot (g(\underline{x}) - \bar{g}_D)}{\sqrt{\sum_{i \in D} (f(\underline{X}) - \bar{f}_D)^2} \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} (g(\underline{X}) - \bar{g}_D)^2}} \quad \text{Équation 6}$$

Avec $f(\underline{x})$ le niveau de gris en \underline{x} dans l'image de référence et $g(\underline{X})$ le niveau de gris en \underline{X} dans l'image déformée, $\underline{X} = \phi(\underline{x})$ la transformation mécanique et $\phi_0(\underline{x})$ l'approximation de ϕ dans le voisinage de D le domaine de corrélation (11 µm par 11 µm soit 25 pixels par 25 pixels) de \underline{x}_0 . Suite à l'acquisition des déplacements, les déformations sont alors calculées à l'aide des intégrales de contour telles que définies dans [Allais1994] sur une base de mesure

de 22 μm dans notre cas. L'intégrale de contour ($\langle F \rangle_\Omega$) dépend de la surface incluant la base de mesure et s'écrit sous la forme suivante :

$$\langle F \rangle_\Omega = \frac{1}{V_\Omega} \int_{\partial\Omega} \underline{x} \otimes \underline{n} \, ds \quad \text{Équation 7}$$

Avec $\partial\Omega$ le contour choisi, V_Ω la surface associée au contour considéré, \underline{x} le vecteur des coordonnées des points de la grille du contour, et \underline{n} le vecteur de la direction normale au contour.

La déformation $\underline{\underline{\varepsilon}}$ est ensuite calculée comme étant:

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \frac{1}{2} (F^t F - I) \quad \text{Équation 8}$$

Il est toutefois nécessaire de savoir que les colonnes de microgrilles peuvent ne pas être strictement situées à l'apex. Ceci peut engendrer des erreurs de mesures, en raison de la défocalisation des images et se traduisant par des changements du facteur de grossissement apparent (mesures de déformation de compression dues au positionnement des microgrilles) [Doumalin2000]. En effet, bien que la distance de travail soit restée constante pour toutes les images, les microgrilles éloignées de l'apex présentent une défocalisation qui varie entre les deux points définissant les extrémités de la microgrille en raison de la géométrie de l'éprouvette (angle de tilt) et vis-à-vis de la distance du plan focal. Pour ces raisons, la distance entre les barreaux des microgrilles est sous-estimée et engendre, par conséquent, la mesure d'une déformation de compression. Des corrections sont donc nécessaires pour corriger à la fois l'angle de tilt et la défocalisation due à la variation de distance de travail. La démarche et les formules mathématiques utilisées pour ces corrections sont explicitées en annexe 13.

Les corrections concernent une colonne sur deux pour les éprouvettes prélevées dans le plan TL. Afin de mesurer l'angle de tilt expérimentalement entre les deux colonnes de microgrilles, il est admis qu'une des deux colonnes est située à l'apex. Pour les éprouvettes prélevées dans le plan TS, les deux colonnes de part et d'autre de la colonne centrale sont corrigées car la colonne centrale est estimée être à l'apex. Les champs de déformation concernés et présentés dans les figures suivantes et dans les annexes ont donc été corrigés.

❖ Résultats

La Figure IV-4 reporte les déformations équivalentes au sens de la norme de von Mises et les déformations suivant l'axe de sollicitation T mesurées sur l'éprouvette U-bend EP921 issue du moule B prélevée dans le plan TL. Rappelons la formule de la déformation équivalente de von Mises :

$$\varepsilon_{eq} = \frac{2}{3} \sqrt{\frac{3(e_{xx}^2 + e_{yy}^2 + e_{zz}^2)}{2} + \frac{3(\gamma_{xy}^2 + \gamma_{yz}^2 + \gamma_{zx}^2)}{4}} \quad \text{si } \gamma_{xy} = 2\varepsilon_{xy} \quad \text{Équation 9}$$

Les résultats des autres éprouvettes fissurées se trouvent en annexe 14. Les champs de déformation mesurés en surface ont mis en évidence une répartition hétérogène à la fois à l'échelle macroscopique, soit entre la moyenne de deux champs de déformation, mais aussi à l'échelle locale, définie comme la déformation mesurée sur une base de mesure de 22 μm . Les déformations maximales mesurées localement peuvent atteindre 40% en traction suivant la direction de sollicitation. L'hétérogénéité des déformations locales est confirmée par les Figure IV-5 et Figure IV-6 qui représentent respectivement, dans le cas de l'EP921, les distributions de la déformation suivant l'axe de sollicitation et de la déformation équivalente de von Mises de chaque champ pour chaque microgrille. Les moyennes et les écarts-types pour chaque distribution sont également référencés. Les classes des histogrammes ont été choisies afin d'englober l'ensemble des valeurs des déformations locales. Les Figure IV-5 et Figure IV-6 montrent que la colonne de microgrilles de gauche présente des valeurs de déformation moyenne plus proches de la déformation théorique de l'apex que celle de droite. Ceci peut s'expliquer par le positionnement de la colonne de droite qui n'est pas strictement à l'apex mais dans une zone plus éloignée de l'apex, soit par conséquent dans une zone moins

déformée. Par ailleurs, la Figure IV-5 (b.) présente quelques zones de compression résiduelle. Il pourrait s'agir d'un artefact dû au rayon de courbure de l'éprouvette qui n'est pas corrigé dans la démarche de correction décrite en annexe 13 (la microgrille est supposée plane).

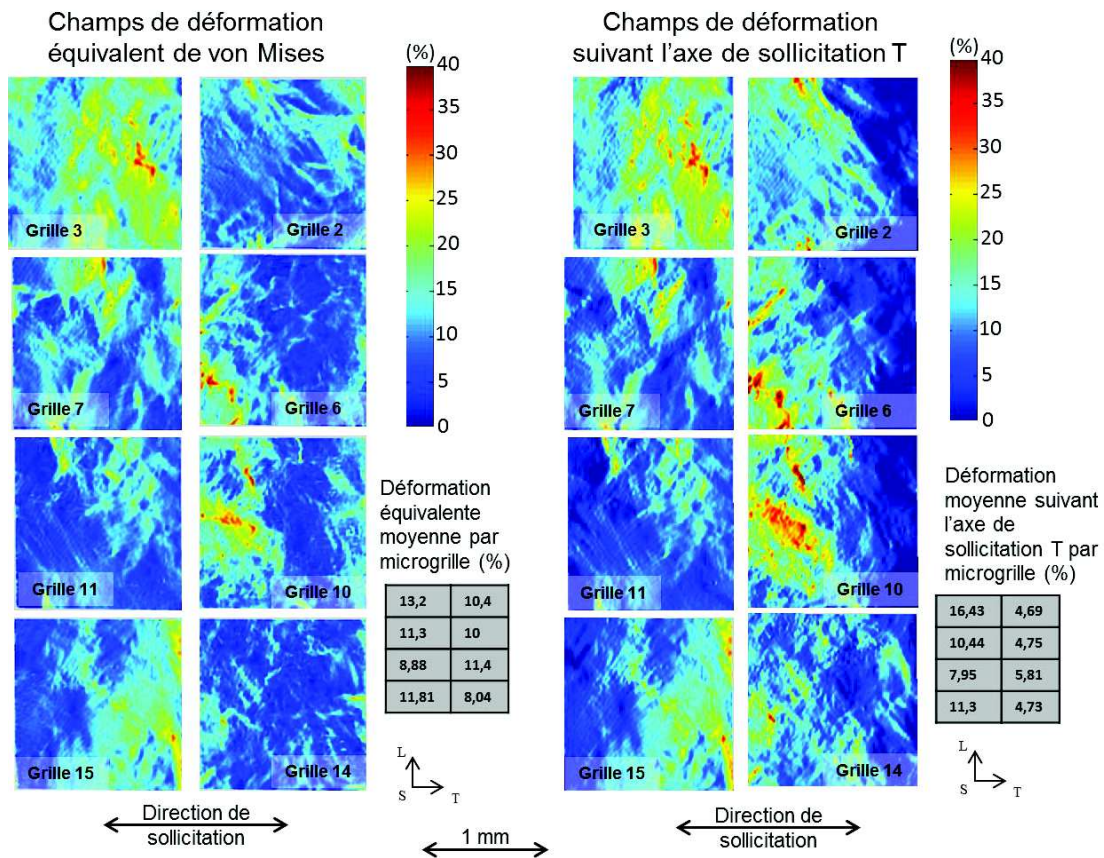


Figure IV-4 : Champs de déformation mesurés à la surface de l'éprouvette U-bend EP921 (moule B), déformations équivalentes de von Mises (à gauche), composante de déformation suivant l'axe de sollicitation T (colonne de droite avec correction de la défocalisation et du tilt). Les déformations moyennes de chaque champ sont reportées dans le tableau juxtaposé.

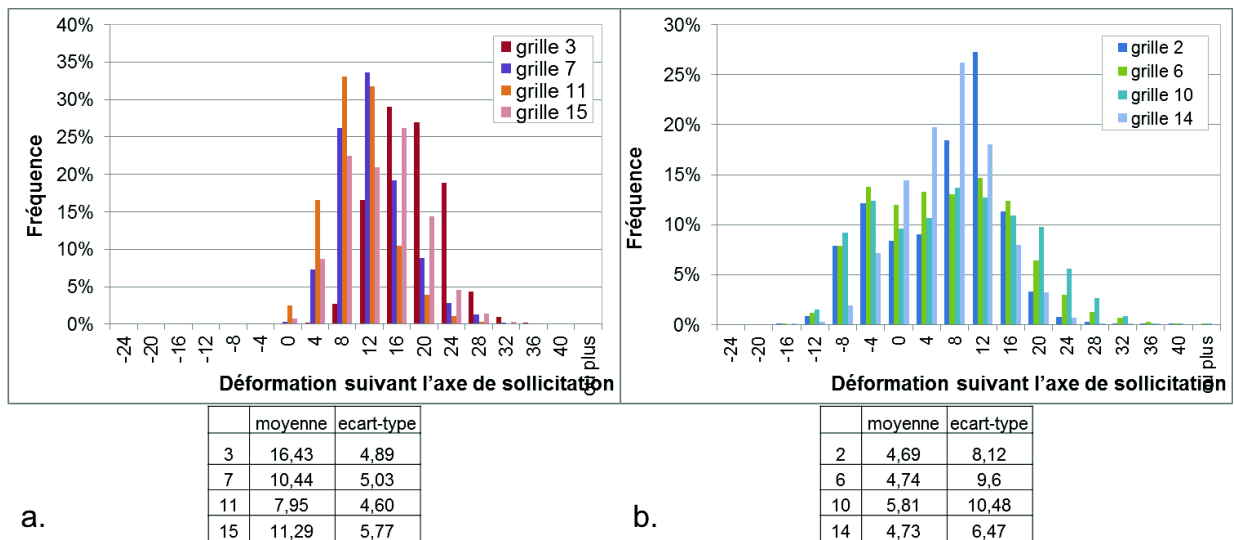


Figure IV-5 : Distributions de la déformation dans chaque grille mesurée sur l'éprouvette U-bend EP921 (moule B) : composante de déformation suivant l'axe de sollicitation des microgrilles de la colonne de gauche (a.) et des microgrilles de la colonne de droite (b.). Les moyennes et les écarts-types de chaque distribution sont reportés dans les tableaux sous-jacents.

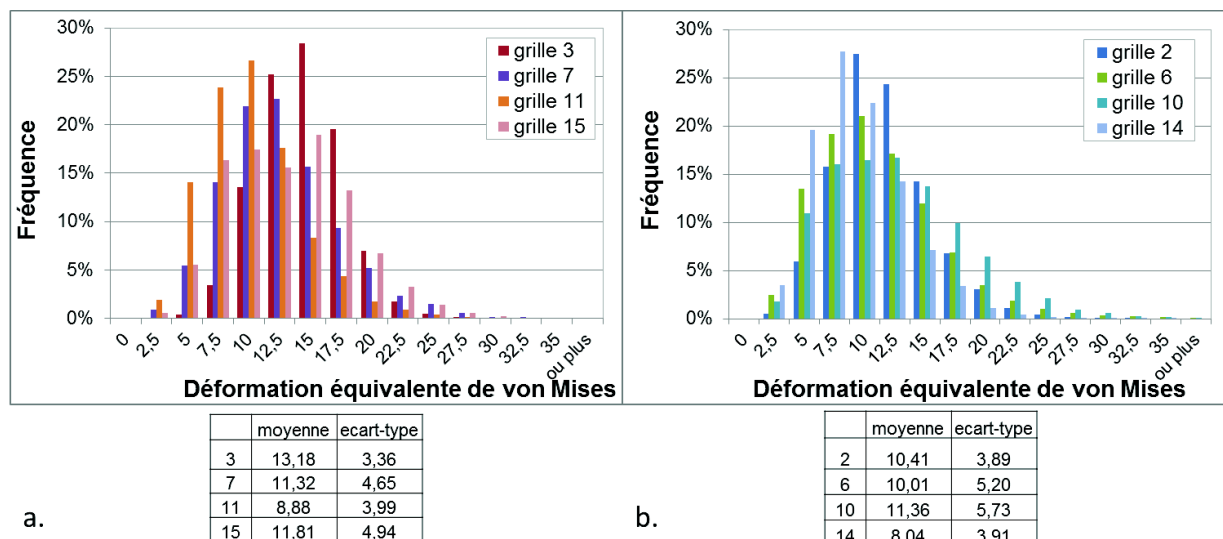


Figure IV-6 : Distribution de la déformation dans chaque grille mesurée sur l'éprouvette U-bend EP921 (moule B) : déformation équivalente de von Mises des microgrilles de la colonne de gauche (a.) et de la colonne de droite (b.). Les moyennes et les écarts-types de chaque distribution sont reportés dans les tableaux sous-jacents.

L'observation des champs de déformation révèle, dans tous les cas, des hétérogénéités de déformation que ce soit à l'échelle macroscopique ou microscopique. En outre, nous n'observons pas de différence significative entre les distributions des hétérogénéités des éprouvettes prélevées au sein de moules différents ni entre les deux types de trajet de chargement. Ce résultat semble également être indépendant du traitement thermique.

IV.2.2 Corrélation des champs de déformation avec la microstructure et les sites d'amorçage

La corrélation d'images numériques (avec le logiciel CMV®) des microgrilles a permis, à l'échelle de la microstructure, de mettre en évidence une hétérogénéité du champ de déformation du matériau en surface (Figure IV-7). Les valeurs locales atteintes sont principalement comprises entre 0% et plus de 30% avec quelques valeurs atteignant plus de 40% de déformation.

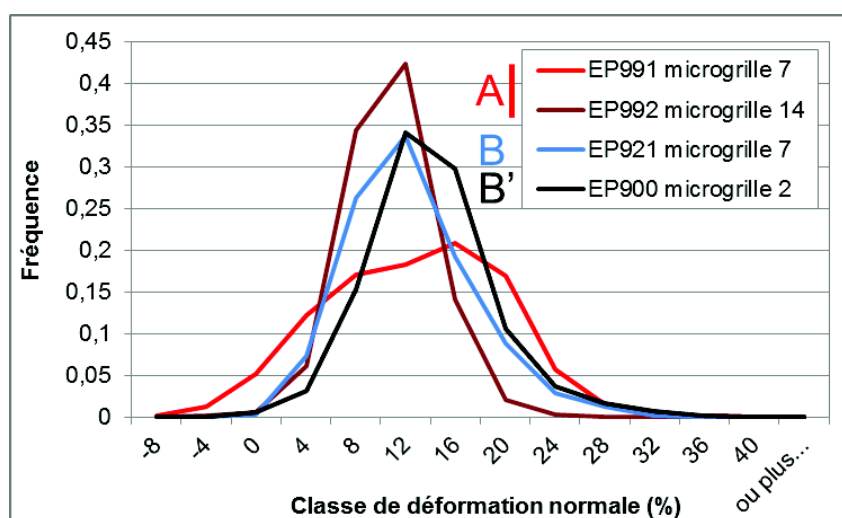


Figure IV-7 : Distributions des composantes de déformation suivant la direction de sollicitation de la grille 7 (deuxième microgrille sur la colonne de gauche) de l'éprouvette EP991, de la microgrille 14 (4^{ème} microgrille de la colonne de droite) de l'éprouvette EP992, toutes deux issues du moule A, de la grille 7 de l'éprouvette EP921 issue du moule B, et de la microgrille 2 (première microgrille sur la colonne de gauche) de l'éprouvette EP900 du moule B'

Pour déterminer si l'état local de déformation des éprouvettes joue un rôle dans l'amorçage des fissures de CSC, ces champs sont superposés aux sites d'amorçage des fissures. Afin de réaliser cette analyse, les microgrilles ont été repérées sur les éprouvettes U-bend et superposées aux cartographies EBSD après correction des distorsions d'images liées aux moyens d'analyse (correction d'angle de tilt, défaut de parallélisme, etc...). Seules ont été analysées les 8 éprouvettes pour lesquelles des amorces de fissures ont été observées, à savoir : EP990, EP991, EP992 et EP993 du moule A/TL, EP1291 du moule A/TS, EP921 et EP922 du moule B/TL et EP900 du moule B'/TL.

Dans un premier temps, l'évolution des champs de déformation a été étudiée entre les étapes n-1 et n, à savoir après 1500h, 2500h et 3500h d'essai d'amorçage. Ces analyses ont pour but de vérifier si, à 400°C, température de l'essai, une évolution des champs de déformation était observable. La Figure IV-8 présente l'évolution de la déformation suivant la direction de sollicitation pour le champ numéro 19 de l'éprouvette EP1313 du moule B' (plan TS). La déformation de la microgrille après la mise en forme à froid (Figure IV-8 (b.)) est comparée aux différentes mesures réalisées à chaque arrêt de l'essai d'amorçage (1500h, 2500h et 3500h). Si une certaine évolution du champ est observable dans une fourchette comprise entre 0 et 3%, ces valeurs sont négligeables vis-à-vis de l'effet de la mise en forme (déformation de plus de 30% localement). De plus, le schéma associé à l'évolution du champ semble être aléatoire et n'est pas corrélé à la microstructure, contrairement aux effets de mise en forme.

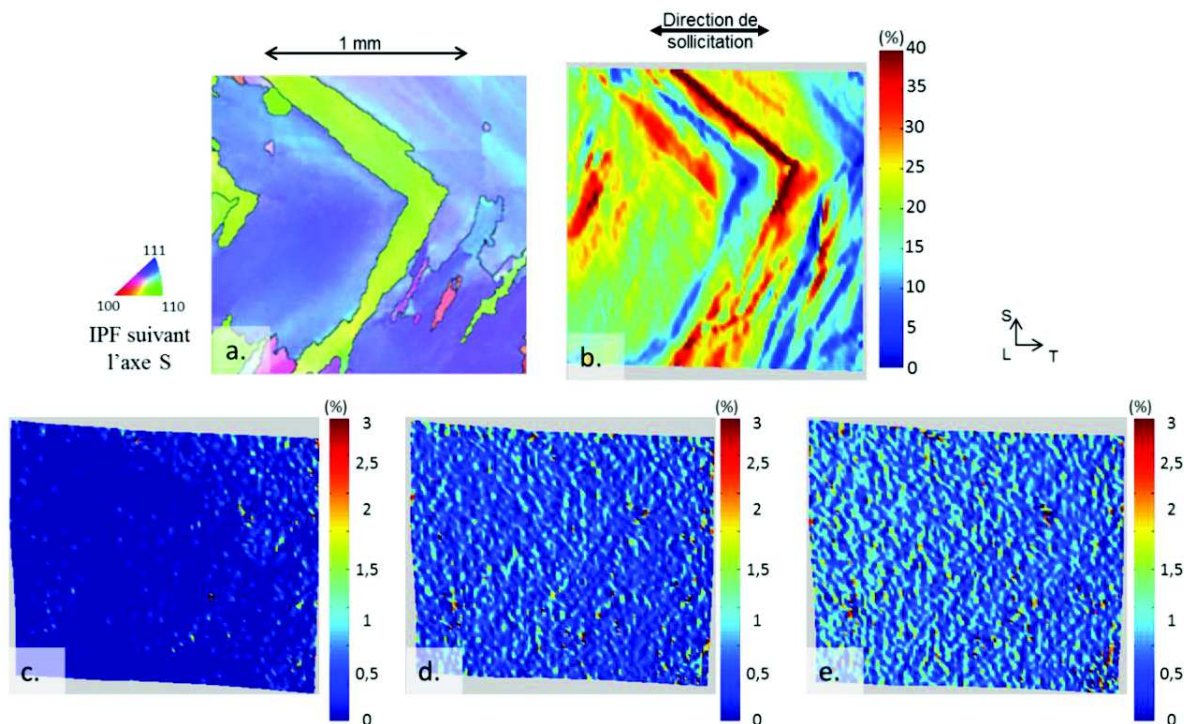


Figure IV-8 : (a.) Zone d'intérêt de la microstructure correspondant à la microgrille numéro 19 de l'éprouvette U-bend EP1313 du moule B' indexée suivant la nomenclature des figures de pôles inverses associée à la direction S, (b.) composante du champ de déformation suivant la direction de sollicitation T après la mise en forme à froid, (c.) évolution du champ de déformation après 1500h d'essai, (d.) variation du champ de déformation entre 1500h et 2500h d'essai, (e.) variation du champ de déformation entre 2500h et 3500h d'essai

Les Figure IV-9 et Figure IV-10 présentent la corrélation des champs de déformation avec la localisation des amorces de fissures et la microstructure (analyses EBSD) des éprouvettes :

- EP991 du moule A, plan de prélèvement TL,
- EP1291 du moule A, plan de prélèvement TS,
- EP921 du moule B, plan de prélèvement TL,

- EP900 du moule B', plan de prélèvement TL.

La superposition des champs de déformation avec les amorces de fissures des éprouvettes EP990, EP992, EP993, EP922 est présentée en annexe 15. Les champs de déformation sont ceux présentant la composante colinéaire à la direction de sollicitation, composante la plus significative vis-à-vis de la sollicitation des joints de grains, en particulier ceux qui sont perpendiculaires au sens de sollicitation (mode I d'ouverture du joint de grains). Rappelons que ces champs sont mesurés pour les éprouvettes prélevées suivant le plan TL après essai d'amorçage de 1500h et pour les éprouvettes prélevées suivant le plan TS directement après déformation (avant essai d'amorçage). Il est alors à noter que la majorité des fissures sont présentes dans les prélèvements TL et que dans certains cas l'ouverture des fissures a majoré la déformation locale.

Les corrélations des champs de déformation avec les amorces de fissures et la microstructure mettent en évidence que 63% des amorces sont localisées dans des zones plus déformées que la valeur moyenne théorique de 12%. Par conséquent, 37% des amorces sont localisées dans des zones plus faiblement déformées que la valeur moyenne théorique. Bien que les fissures ne se situent donc pas uniquement dans des zones de forte déformation, une tendance peut tout de même être observée, montrant alors les zones fortement déformées plus sensibles à l'amorçage de fissures de CSC.

Parmi les éprouvettes U-bend fissurées issues du moule A, l'éprouvette EP1291 présente une colonne de microgrilles positionnée sur l'apex (colonne centrale) signifiant que ces champs de déformation correspondent à la zone la plus sollicitée mécaniquement après la mise en forme (Figure IV-9). Or les fissures se sont amorcées en dehors de la zone identifiée à l'apex, statistiquement plus favorable à l'apparition de fissures de CSC, ceci ne nous permet donc pas de déterminer les valeurs de déformation associées aux grains jouxtant les fissures. De plus, notons que la zone proche de l'apex de l'EP1291, observée avec les champs de déformation de la Figure IV-9, est non seulement fortement déformée localement mais présente des zones de clusters correspondant aux pieds de passes, ce qui semblait être un critère favorable suite à la corrélation de la fissuration avec la microstructure dans le chapitre précédent.

Par ailleurs, l'étude de la localisation de la déformation vis-à-vis de la microstructure met également en évidence que :

- des valeurs élevées de déformation sont mesurées dans des zones présentant des gros grains et dont les orientations cristallographiques sont proches, comme le montre le premier champ de la colonne de droite de l'EP991 de la Figure IV-9,
- certaines zones avec des clusters ne présentent pas d'hétérogénéités marquées de la déformation, comme le montre le troisième champ de la colonne de gauche de l'EP921 de la Figure IV-10.

De ces analyses, il en ressort qu'un critère en déformation ne peut être clairement établi, même si nous avons pu constater que près de 2/3 des joints fissurés présentaient des valeurs de déformation plus élevées que la moyenne macroscopique.

Wehbi [Wehbi2014] a également constaté, pour l'Alliage 182, qu'une forte valeur de déformation ne suffisait pas pour expliquer la sensibilité des joints de grains généraux à l'amorçage des fissures de CSC. Il a proposé un critère basé sur la différence entre taux de déformation des grains adjacents aux joints de grains généraux. Cette hétérogénéité de déformation locale entraînerait une augmentation de la vitesse d'oxydation intergranulaire, se traduisant par des profondeurs de pénétration d'oxyde plus importantes.

La différence entre les valeurs de déformation a donc été mesurée autour de quelques joints de grains généraux fissurés et non fissurés choisis arbitrairement sur l'éprouvette U-bend EP921 issue du moule B et prélevée dans le plan TL. Cette différence de valeurs de déformation est obtenue, dans le cas présent, avec la mesure de la déformation suivant la direction de sollicitation moyenne établie sur une aire de $30 \times 40 \mu\text{m}^2$ de chaque grain à environ

10 μm du joint de grain. La comparaison de ces différences représentée dans la Figure IV-11, n'a pas permis de mettre en évidence un seuil séparant les deux cas de figure.

Ces observations permettent de conclure que l'état de déformation ne semble pas être un critère suffisant pour prévoir la localisation de l'amorçage de fissures par CSC sur les alliages étudiés dans ces conditions d'essai.

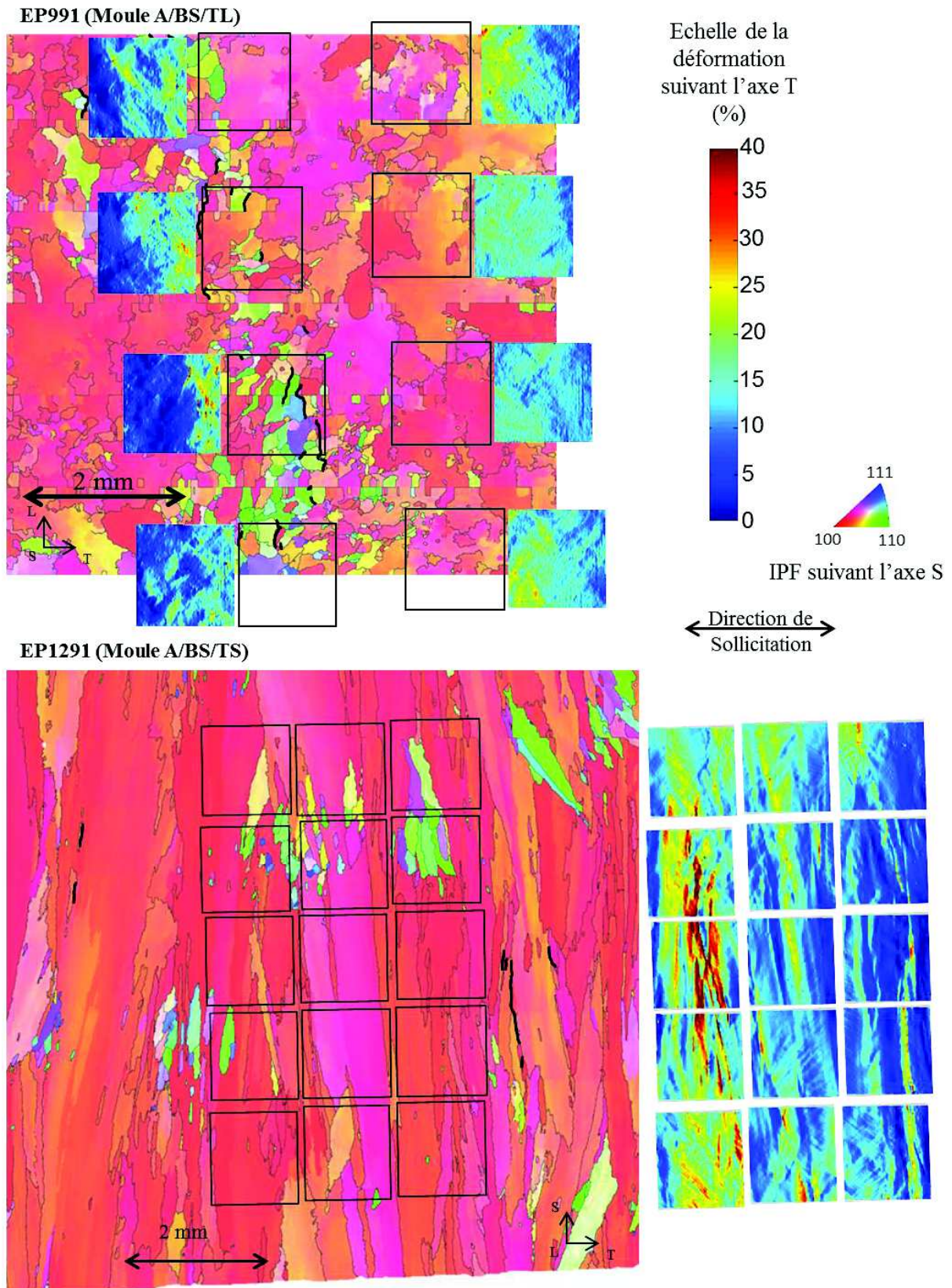


Figure IV-9 : Eprouvettes EP991 et EP1291 du moule A, brut de soudage, prélevées, respectivement, dans les plans TL et TS. Recherche de corrélations entre les champs de déformation, les amorfes de fissures (représentés en trait noirs) et la microstructure

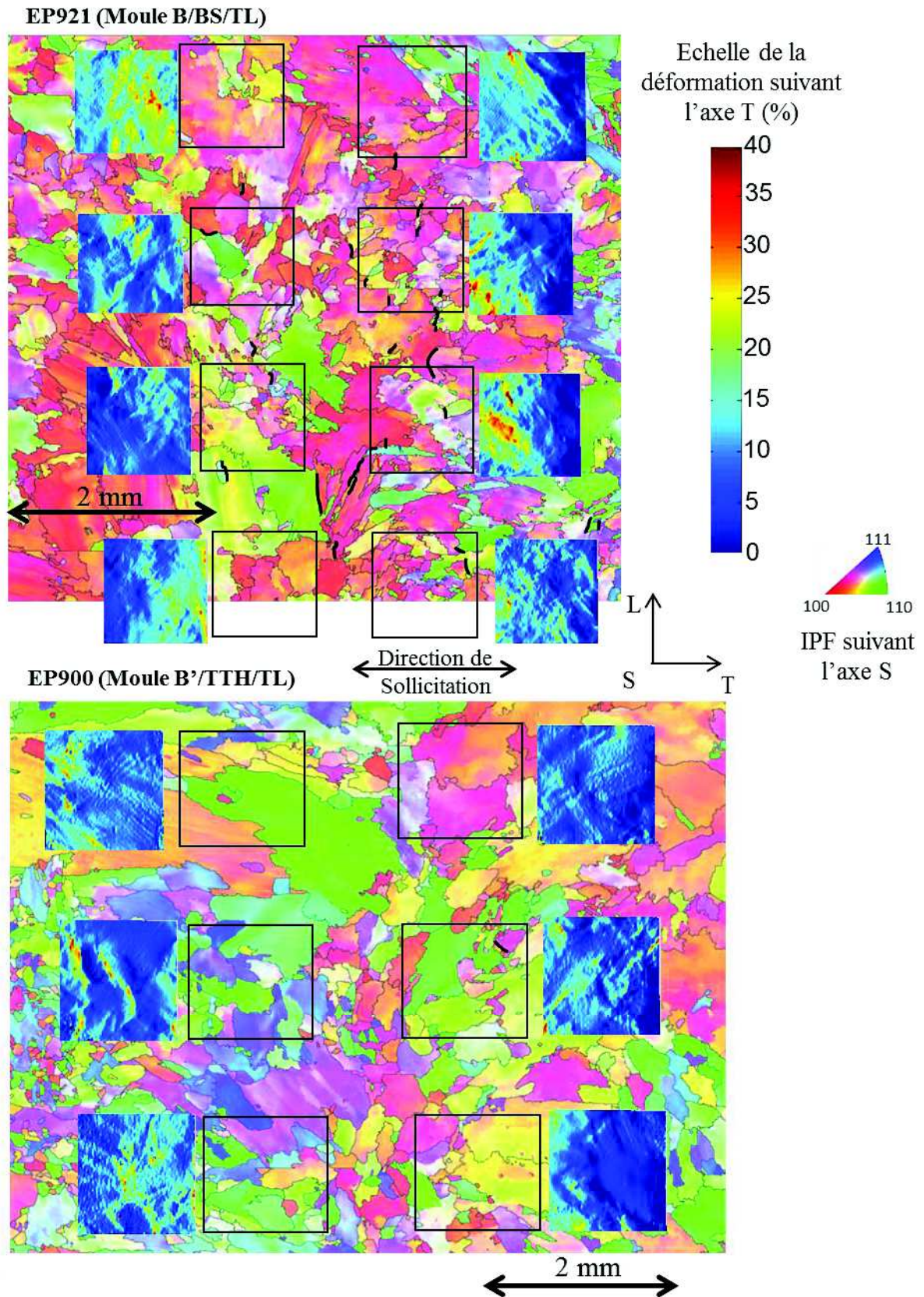


Figure IV-10 : Epruvettes EP921 et EP900 prélevées dans le plan TL, respectivement, du moule B et du moule B'. Recherche de corrélations entre les champs de déformation, les amorces de fissures (représentés en trait noirs), et la microstructure

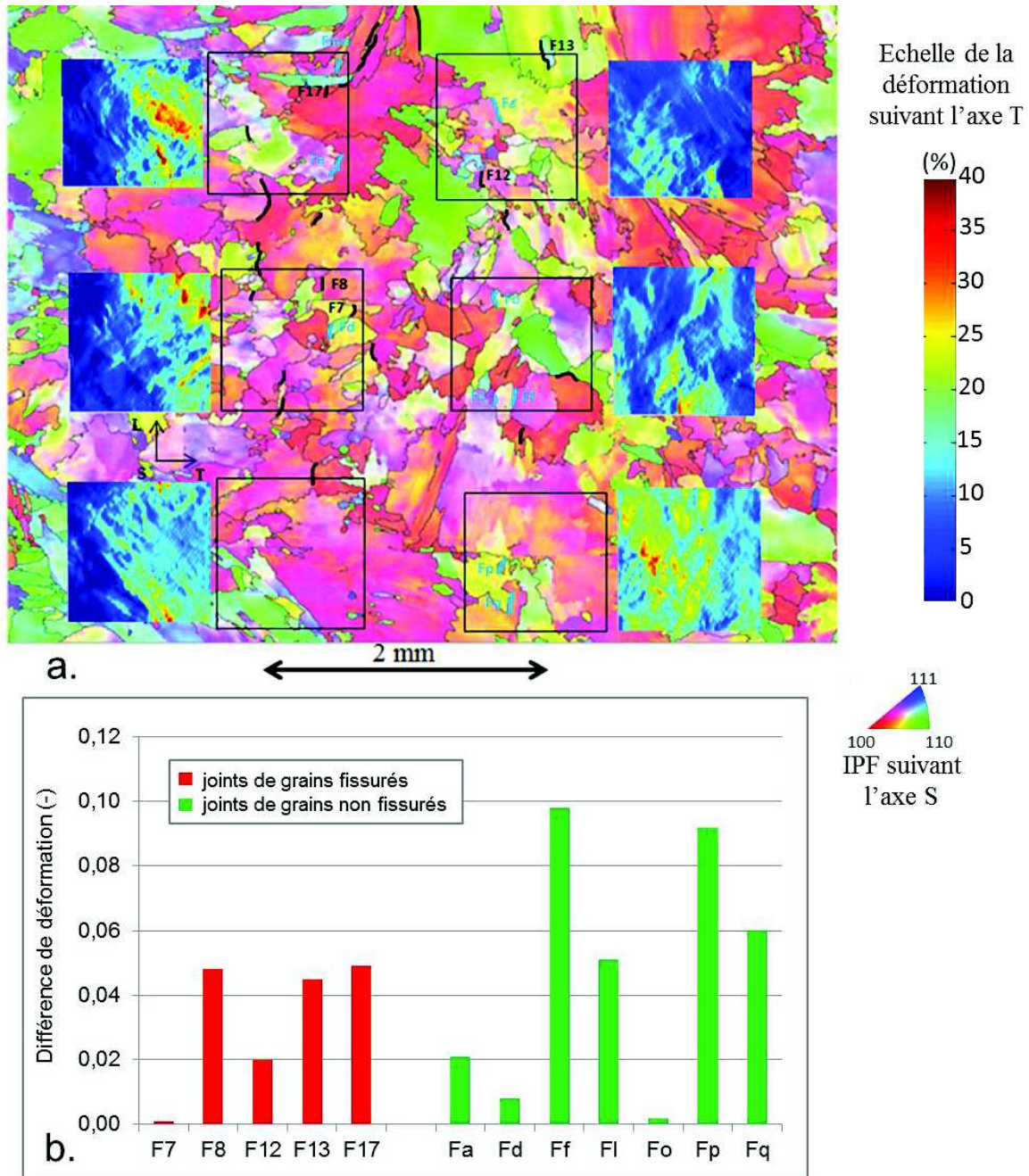


Figure IV-11 : Joints de grains fissurés (en noir) et non fissurés (en bleu) choisis pour l'étude (a.) et différence des déformations moyennes mesurées localement et suivant la direction de sollicitation (T) au niveau des joints de grains sur une base de $40 \times 30 \mu\text{m}^2$ de part et d'autre du joint de grains (b)

❖ Bilan

L'étude des champs de déformation a permis de mettre en évidence une hétérogénéité importante avec des valeurs principalement comprises entre 0 et 30%, alors que le procédé de mise en forme prévoit une valeur moyenne de 12%. Ces hétérogénéités ont été établies sur une base de mesure de $22 \mu\text{m}$ ce qui est nettement inférieur à la taille de grains des microstructures pouvant atteindre plusieurs millimètres (cf Chapitre II).

Toutefois, la corrélation spatiale de ces champs de déformation avec la microstructure montre qu'il n'existe pas de relation évidente entre ces derniers. En effet, il n'a pas été observé de lien

entre la taille des grains et la valeur de la déformation dans les zones correspondantes, ni entre les orientations cristallographiques et les valeurs de déformation.

La corrélation des champs de déformation avec les amorces de fissures par CSC et la microstructure a mis en évidence que la déformation locale était le critère nécessaire dans 63% des cas mais pas suffisant car 37% des cas sont des contre-exemples. On peut tout de même dire qu'une déformation locale plus élevée que la déformation moyenne théorique favorise l'amorçage de fissures par CSC dans nos conditions d'essai.

Cependant, nous avons vu que les forces appliquées par le ressort des éprouvettes U-bend différaient en fonction des échantillons pour atteindre une même valeur de déformation moyenne à l'apex. C'est pour cela, que nous allons, dans la suite de ce chapitre, nous intéresser aux contraintes locales au niveau des joints de grains.

IV.3 Etude par simulations numériques par éléments finis des contraintes au voisinage des joints de grains

Le premier volet de l'étude mécanique a concerné l'étude du champ de déformation surfacique des éprouvettes U-bend. Sa comparaison avec les sites d'amorçage de fissures de CSC et la microstructure n'a toutefois pas permis de trouver des corrélations expliquant l'ouverture des joints de grains fissurés. En outre, différents auteurs ont mis en évidence que la localisation des contraintes au sein d'un volume donné de matière n'était pas directement corrélée à la localisation de la déformation [Barbe2009] [Wehbi2014]. L'étude des champs de contrainte au voisinage des joints de grains est donc nécessaire pour compléter l'étude du comportement mécanique de l'alliage.

A l'échelle macroscopique, les techniques du trou incrémental, de la diffraction des rayons X, des ultrasons et du bruit Barkhausen peuvent être utilisées pour mesurer expérimentalement les contraintes [Bouscaud2012]. Toutefois, il existe des méthodes plus adaptées aux mesures de contraintes à l'échelle locale (celle de la microstructure). Il s'agit de la spectrométrie micro-Raman, la diffraction des rayons X en synchrotron, la diffraction électronique en faisceau convergent, la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) et la microdiffraction Kossel [Bouscaud2012]. Ces méthodes de mesures nécessitent des conditions particulières de mise en œuvre ou de formes spécifiques d'échantillon (comme par exemple une lame mince pour la méthode par diffraction électronique en faisceau convergent) qui ne sont pas compatibles avec la géométrie d'éprouvette U-bend choisie pour les essais d'amorçage de CSC. Le choix s'est donc porté sur la réalisation de simulations numériques à l'aide de la suite Z-set® [Zebulon1999] développée par le Centre des Matériaux de Mines ParisTech et l'ONERA.

IV.3.1 Démarche

Le calcul des contraintes par simulation numérique au voisinage des joints de grains va permettre de faire une étude comparative entre différentes configurations de joints (fissurés/non fissurés). La méthodologie utilisée repose sur trois phases, la première concerne l'identification de la loi de comportement de l'Alliage 82, la deuxième consiste en la représentation de la géométrie et du maillage choisis pour l'étude, et la troisième phase concerne l'application des conditions aux limites imposées aux contours de la géométrie choisie.

L'association des champs de contrainte aux champs de déformation a pour objectif d'aller vers la formulation d'un critère de fissuration concernant la CSC. Ce travail a été réalisé sur des joints de grains fissurés et non fissurés de l'éprouvette EP921 provenant du moule B sur laquelle ont été recensées 29 fissures après 2500h d'essai d'amorçage en milieu vapeur d'eau à 400°C sous une pression partielle d'hydrogène de 0,7 bar. Le nombre de joints de grains fissurés présents dans les champs de déformation est de 12 dont ont été exclus les joints de

grains fissurés colinéaires au sens de sollicitation, ne faisant donc pas intervenir le mode I d'ouverture du joint. Parmi les joints de grains fissurés, certains mettent en jeu plusieurs couples de grains adjacents. Le nombre total de couples retenus est donc de 16. Concernant les joints de grains qui n'ont pas fissuré en surface d'après les observations réalisées par MEB, une caractérisation arbitraire de 15 joints de grains a été effectuée. Les joints de grains non fissurés ont été choisis parmi les joints de grains généraux présents dans les champs de déformation, certains peuvent être observés sur la Figure IV-11.

IV.3.2 Identification de la loi de comportement

L'identification des paramètres d'une loi de comportement a pour objectif de reproduire la réponse mécanique d'un élément de volume du matériau soumis à une sollicitation mécanique imposée. Les données expérimentales qui ont été utilisées pour identifier cette loi proviennent d'essais mécaniques réalisés dans le cadre de cette étude ainsi que de résultats issus de la littérature [Wehbi2014].

Un essai mécanique a été réalisé sur l'Alliage 82 soudé du moule B (plus précisément du moule 1, Tableau II-1). Cet essai cyclique a été réalisé à 320°C à une vitesse de déformation $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, avec des limites fixées en contrainte (+389 MPa sur 319 cycles et $R=0$). La représentation des cinq premiers cycles est donnée sur la Figure IV-12, et permet de mettre en évidence l'existence d'un effet rochet, manifestation de l'écroutissage cinématique.

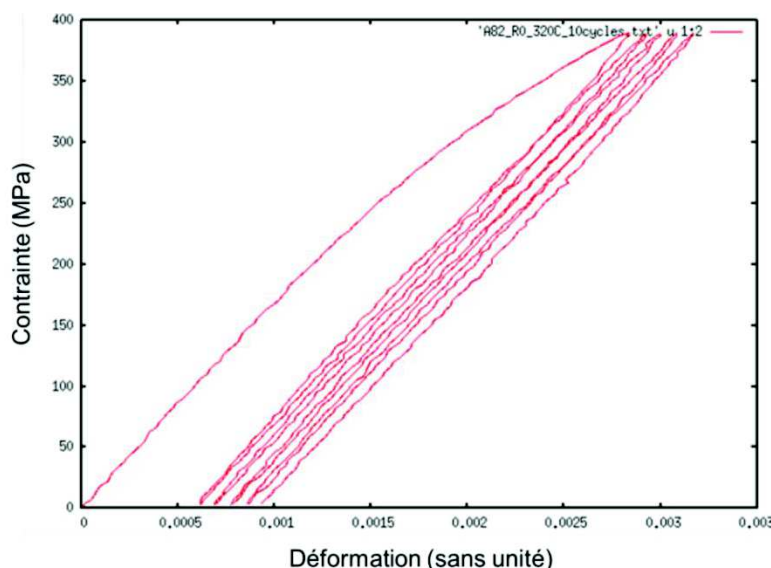


Figure IV-12: Courbe de comportement cyclique à 320°C de l'Alliage 82, moule B, sollicité suivant la direction L, pilotage en vitesse de déformation $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, à $R=0$ et $\sigma_{max} = 389 \text{ MPa}$, 20 secondes par cycle

Le Tableau IV-2 présente des données complémentaires issues d'essais de traction réalisés préalablement à cette étude, et concernant le comportement mécanique de l'Alliage 82 du moule 1 (type moule B) étudié ainsi que la spécification matériau RCC-M.

Matériau	T (°C)	Limite élastique Rp 0,2(MPa)	Contrainte maximale (MPa)	Allongement (%)
moule 1 (assimilé au moule B)	20	504	698	39,28
spécifications RCC-M pour soudure A82 brut de soudage	20	> 240	550 - 800	> 30

Tableau IV-2 : Caractéristiques mécaniques issues d'essais de traction réalisés sur éprouvette cylindrique prélevée dans le moule 1 (similaire au moule B)

Wehbi [Wehbi2014] a identifié une loi de comportement pour l'Alliage 182. La microstructure et le comportement mécanique des alliages 82 et 182 sont proches. L'identification de la loi cristalline relative à notre matériau s'appuie donc sur les données expérimentales précédentes et l'étude de Wehbi [Wehbi2014] à partir d'un essai de traction réalisé à 360°C (carrés rouges de la Figure IV-13 (a.)). La loi identifiée par Wehbi est une loi cristalline élasto-viscoplastique de type Méric-Cailletaud [Méric1991] comportant un écrouissage isotrope (paramètres R_0 , Q , b et h de la Figure IV-13 (b.)) et un écrouissage cinématique non linéaire (paramètres C et D de la Figure IV-13 (b.)). Les paramètres N et K sont relatifs à l'aspect visqueux du matériau, E et ν sont relatifs à l'élasticité supposée isotrope.

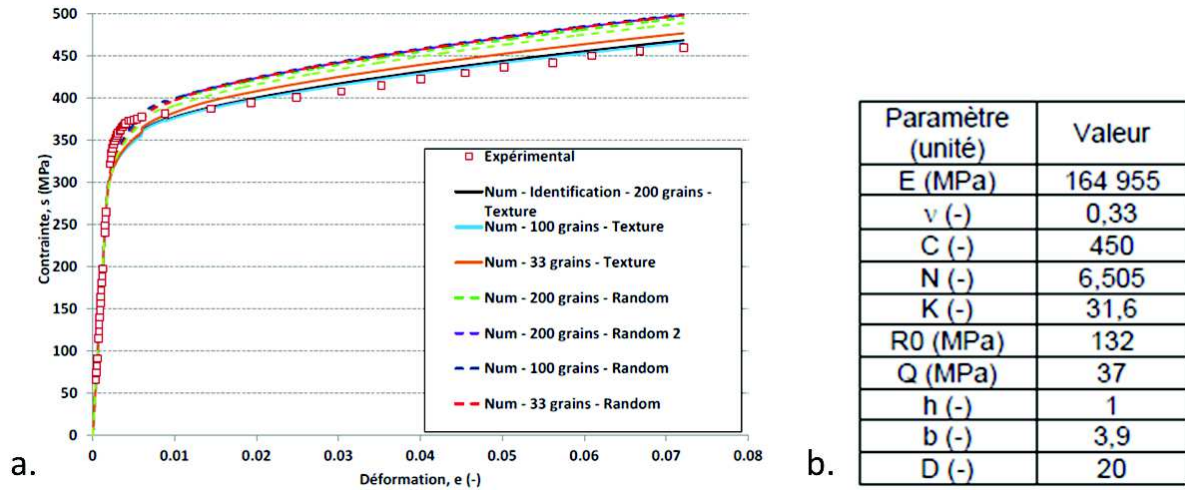


Figure IV-13 : (a.) Courbes de traction expérimentale (carrés rouges) et numériques accompagnées du tableau des paramètres de la loi cristalline identifiés par [Wehbi2014] (b.)

La description de la loi de comportement élasto-viscoplastique cristalline choisie est décrite dans [Méric1991] et synthétisée ici. Tout d'abord, le tenseur de déformation total se décompose en une partie élastique ($\underline{\varepsilon}_e$) et une partie viscoplastique ($\underline{\varepsilon}_{vp}$) :

$$\underline{\varepsilon} = \underline{\varepsilon}_e + \underline{\varepsilon}_{vp} \quad \text{Équation 10}$$

Le tenseur de contrainte de la loi de Hooke généralisée par Cauchy est défini par :

$$\underline{\sigma} = \underline{\underline{C}} : \underline{\varepsilon}_e \quad \text{Équation 11}$$

avec $\underline{\underline{C}}$ le tenseur classique d'ordre 4 des modules d'élasticité.

Le domaine d'élasticité est délimité par la surface d'écoulement, qui est définie de la manière suivante :

$$f(\underline{\sigma}, \underline{X}, R) = \overline{(\underline{\sigma} - \underline{X})} - R \quad \text{Équation 12}$$

avec les paramètres R et \underline{X} qui sont respectivement relatifs à l'écrouissage isotrope et l'écrouissage cinématique.

Sachant que le comportement élasto-viscoplastique, suppose une sensibilité à la vitesse de déformation dans le domaine plastique, le potentiel d'écoulement $\Omega_p(f)$ est défini de la manière suivante :

$$\Omega_p(f) = \frac{n+1}{K} \langle f/K \rangle^{n+1} \quad \text{Équation 13}$$

avec $\langle . \rangle$, qui indique la partie positive. La dérivée partielle du potentiel d'écoulement par rapport à la surface d'écoulement donne alors la vitesse de déformation plastique équivalente :

$$\dot{\gamma} = \langle f/K \rangle^n \quad \text{Équation 14}$$

et ainsi

$$\dot{\gamma} = \langle (\overline{(\underline{\sigma} - \underline{X})} - R) / K \rangle^n \quad \text{Équation 15}$$

Le tenseur de la déformation plastique est lié aux différents systèmes de glissement et à la dérivée du potentiel d'écoulement par :

$$\underline{\dot{\varepsilon}}_{vp} = \sum_s \dot{\gamma} \underline{m}_s \quad \text{Équation 16}$$

où

$$\underline{m}_s = (n_s \otimes l_s + l_s \otimes n_s) \quad \text{Équation 17}$$

avec \underline{m}_s le tenseur d'orientation défini par la direction des systèmes de glissement l_s et par la normale à ces plans de glissement n_s .

L'écroissage isotrope non linéaire identifié dans la loi, pour chaque système de glissement s est de la forme suivante :

$$R^s = R_0^s + \sum_{r=1}^N h_{sr} (1 - e^{-b \varepsilon_{vp}^r}) \quad \text{Équation 18}$$

avec h_{sr} , les composantes de la matrice d'écroissage représentant l'interaction entre les différents systèmes de glissement. L'écroissage cinématique linéaire, pour chaque système s , est, quant à lui, de la forme :

$$\underline{X}^s = \frac{2}{3} \underline{\varepsilon}_{vp} C \quad \text{Équation 19}$$

Les paramètres associés à l'écroissage isotrope non linéaire, qui ont été déterminés, sont R_0 , Q , les composantes de la matrice h_{sr} et b , celui associé à l'écroissage cinématique linéaire est noté C . Les systèmes de glissement considérés sont ceux de type $\{111\} \langle 100 \rangle$ et toutes les valeurs de la matrice d'interaction sont choisies égales à 1.

La loi de comportement est identifiée en utilisant un volume élémentaire représentatif de 284 grains ayant la texture cristallographique prise aléatoirement dans les orientations cristallographiques des moules A et B. Le passage « micro-macro » est réalisé avec l'utilisation de la règle en β qui n'est pas décrite dans ce manuscrit [Cailletaud1987] [Pilvin1990] mais dont les paramètres sont les suivant : $C_{\text{règle } \beta}$ à 50 000 et $D_{\text{règle } \beta}$ à 100.

La réponse numérique résultante de la loi élasto-viscoplastique cristalline identifiée est comparée à la courbe expérimentale sur la Figure IV-14. Les paramètres identifiés sont reportés dans le Tableau IV-3. La méthode d'optimisation utilise l'algorithme de Levenberg-Marquardt [Marquardt1963]. Bien que la courbe numérique ne soit pas strictement similaire à la courbe expérimentale, les paramètres identifiés permettent de simuler une réponse jugée proche et satisfaisante du comportement expérimental. Cependant, bien que 5 cycles soient simulés, l'effet rochet observé expérimentalement n'est pas mis en évidence avec l'expression de la loi de comportement identifiée numériquement. Le premier cycle de déformation peut alors être estimé satisfaisant, mais lors de trajet de chargement multiple la loi de comportement nécessite d'être réévaluée. D'autre part, la courbe expérimentale provient d'essais réalisés à 320°C. Or la mise en forme de U des échantillons est réalisée à la température ambiante. Les paramètres sont ainsi donnés à titre indicatifs et présentent surtout une base pour l'identification ultérieure des paramètres appropriés.

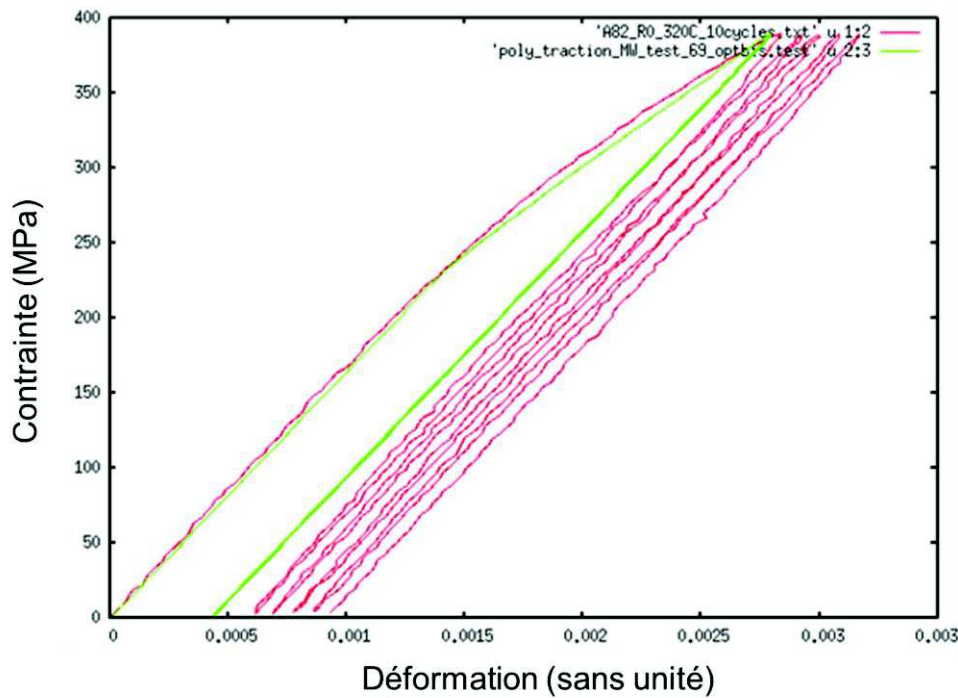


Figure IV-14 : Comparaison de la réponse numérique (verte) avec la courbe issue de l'essai de traction cyclique sur un échantillon du moule B. Seuls les 5 premiers cycles sont représentés ici

Paramètres	Valeur
E (MPa) imposé	164955
ν (-) imposé	0,33
n (-) imposé	6,505
K (-) imposé	31,6
R ₀ (MPa)	100
Q (MPa)	6000
B (-)	5,8
C (MPa)	66000

Tableau IV-3 : Paramètres identifiés pour la loi de comportement élasto-viscoplastique

Par ailleurs, si les essais utilisés pour identifier les paramètres de la loi de comportement sont pertinents pour les essais de fatigue et notamment pour avoir accès aux paramètres définissant l'écroissage cinématique, ces essais ne sont pas pertinents vis-à-vis d'une sollicitation de type grande déformation (>10%) et associée aux opérations de mise en forme. En effet, nous constatons sur la Figure IV-15 une non-saturation de l'écroissage pour une simulation du comportement en traction jusqu'à 12% de déformation macroscopique, ce qui ne correspond pas à la réalité, puisque la contrainte maximale R_m est de 700 MPa (Tableau IV-2). Toutefois, l'essai de traction reporté dans le Tableau IV-2 est réalisé à la température ambiante et la contrainte maximale R_m est atteinte avant la striction de l'alliage pour un allongement de 40% ce qui montre l'impossibilité d'avoir une contrainte de 13 000 MPa pour 13% de déformation comme prédit à la suite des calculs avec la loi identifiée (Figure IV-15). Par manque de temps, il n'a pas été possible de réaliser de nouveaux essais mécaniques jusqu'à rupture pour identifier à nouveau une loi de comportement plus réaliste. Cependant, l'étude portant sur une comparaison de l'état mécanique des joints de grains fissurés et non

fissurés, nous avons donc décidé, toutes choses égales par ailleurs, de normaliser la réponse locale par la réponse macroscopique homogène obtenue à 12% de déformation de la courbe de traction simulée avec la présente loi de comportement. D'après cette loi, la valeur de la contrainte utilisée pour la normalisation est de 12 000 MPa pour 12% de déformation. L'objectif est d'identifier les surcroûts de contrainte au voisinage des joints de grains calculés numériquement. Il s'agit donc d'une étude comparative et non absolue.

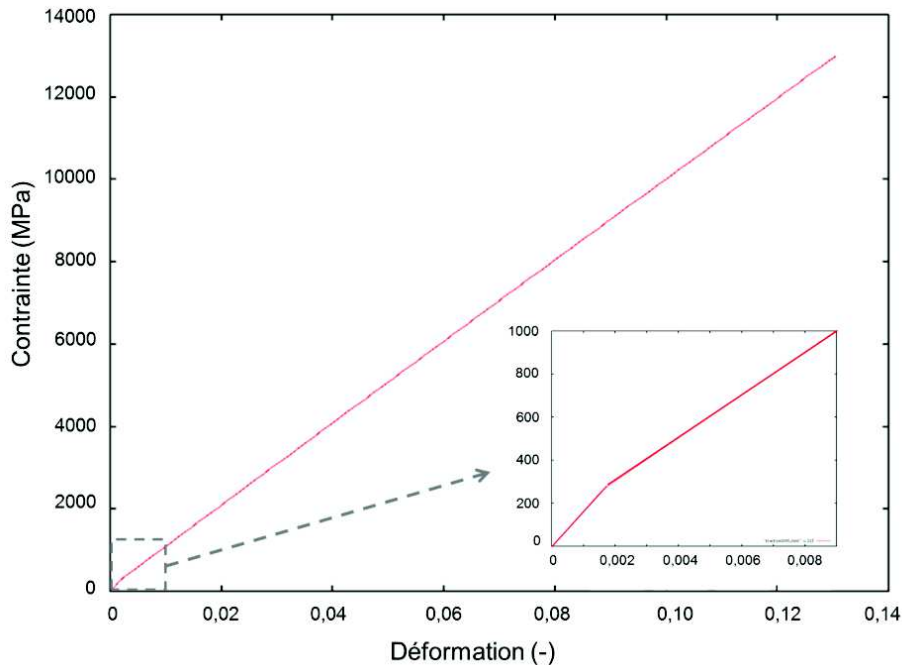


Figure IV-15 : Courbe simulée de traction jusqu'à 13% de déformation représentant le comportement de l'Alliage 82 avec la loi de comportement élasto-viscoplastique cristalline identifiée.

IV.3.3 Mise en place de la géométrie

La géométrie choisie pour réaliser les simulations numériques par éléments finis est une géométrie 3D composée de deux grains autour d'un joint de grains perpendiculaire à la direction de sollicitation. Cette géométrie est utilisée pour les deux cas de figures (joints fissurés ou non) et permet de faire une étude comparative de la distribution des contraintes près des joints de grains. La Figure IV-16 présente la géométrie du bi-cristal qui a été réalisée à l'aide de la suite Z-set®. Les dimensions des grains du bi-cristal ne sont pas représentatives de la microstructure réelle des alliages étudiés mais sont représentatives d'une zone locale proche du joint de grains. Les dimensions sont de 80 μm de long sur 40 μm de large. L'épaisseur du bi-cristal (dans la direction S) est fixée à 20 μm . Dans le cas des joints de grains fissurés étudiés, la largeur du bi-cristal (dans la direction L) est inférieure à la taille des fissures.

La modélisation du bi-cristal comme décrite précédemment implique les hypothèses suivantes :

- La dimension de l'épaisseur modélisée est très faible par rapport à l'épaisseur réelle de l'éprouvette, on peut donc considérer que l'on est en extrême surface avec une sollicitation mécanique en traction dans cette zone,
- La normale au plan du joint de grains est parallèle à la direction de traction.

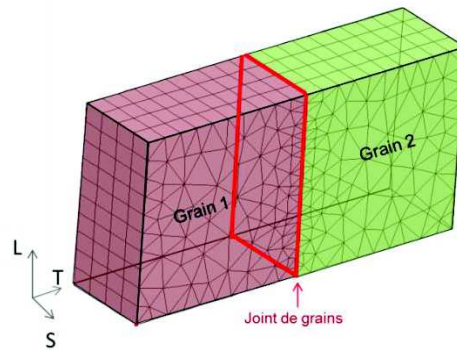


Figure IV-16 : Représentation du bi-cristal utilisé pour les simulations numériques par éléments finis

Le maillage 3D associé au bi-cristal est composé de 12807 degrés de liberté (DDL) associés à des éléments triangulaires à interpolation quadratique (c3d15). Il est affiné au niveau du joint de grains afin de bien capturer les différences et les hétérogénéités dans cette zone.

Il a été choisi de considérer le joint de grains comme une interface sans défaut ni propriétés et de ne pas introduire d'éléments d'interface dans les simulations numériques en raison d'une méconnaissance des critères de décohésion des joints de grains. Ce type d'approche est utilisé dans la littérature pour les problématiques d'ouverture des joints de grains aussi bien dans des cas d'études de CSC en milieu corrosif [Musienko2009] que pour des études de fissuration plus classiques [Geoffroy2013].

La même géométrie et la même loi de comportement sont utilisées pour tous les joints de grains étudiés. Pour chaque cas, les orientations cristallographiques mesurées par EBSD ont été introduites dans les simulations, rendant chaque simulation unique.

IV.3.4 Résultats des simulations numériques par éléments finis en appliquant des conditions aux limites macroscopiques homogènes

Dans un premier temps, il a été choisi d'appliquer les conditions aux limites « macroscopiques » à chaque bi-cristal étudié. L'application de ces conditions aux limites va permettre d'étudier si l'effet de la sollicitation macroscopique peut à elle seule générer des différences significatives de comportement à l'échelle locale entre les joints de grains fissurés et non fissurés. Dans ce cas de configuration, seules les orientations cristallographiques sont caractéristiques de la microstructure et tous les autres paramètres sont pris égaux par ailleurs.

Les conditions aux limites macroscopiques sont introduites dans la simulation de façon à appliquer une traction uniaxiale et normale aux joints de grains, selon l'axe T. Les faces dans les plans TL et TS sont libres (force nulle) et un nœud est bloqué dans les directions L et S pour éviter les déplacements de corps rigide. Une sollicitation en vitesse de déplacement imposée est appliquée sur les faces des plans LS. Pour cela, les nœuds situés à l'extrémité gauche du grain 1 voient leur déplacement selon T nul et les nœuds à l'extrémité droite du grain 2 se déplacent suivant la direction T à une vitesse constante de $0,96 \mu\text{m/s}$ soit une vitesse de déformation de $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Un déplacement est donc appliqué pour simuler la déformation théorique de 12% vue par la mise en forme de l'éprouvette en 10 secondes. Toutefois, il est à noter que la mise en forme des éprouvettes U-bend s'apparente à un essai de flexion trois points. Cependant, conformément à l'hypothèse citée précédemment concernant, la taille et l'épaisseur de la zone étudiée, ces dimensions sont très petites par rapport à la taille de l'éprouvette déformée par flexion, ce qui localement, peut s'apparenter à une traction uniaxiale.

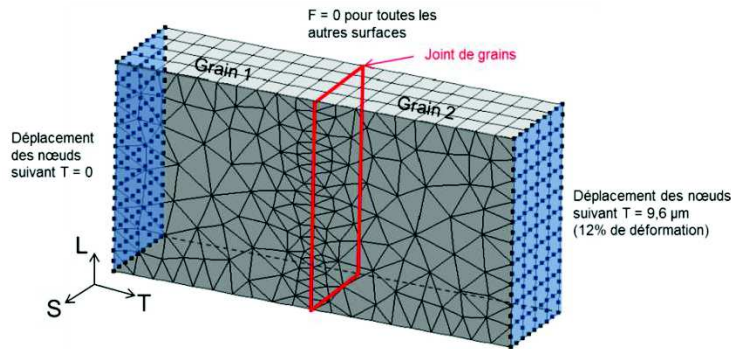


Figure IV-17 : Modélisation du bi-cristal et des conditions aux limites appliquées pour imposer une déformation globale égale à 12%, valeur finale théorique atteinte par la déformation expérimentale macroscopique

Rappelons que les valeurs des contraintes présentées sont normalisées par une contrainte macroscopique mesurée à 12% de déformation soit 12 000 MPa. La Figure IV-18 présente la répartition des contraintes de von Mises (σ_{VM}^N) et principales (σ_{TT}^N) normalisées pour les cas de joints de grains fissurés (F12 couple 1) et non fissurés (FI). Les résultats mettent en évidence une localisation de la contrainte au niveau des joints de grains dans les deux cas présentés, résultats représentatifs de l'ensemble des cas étudiés.

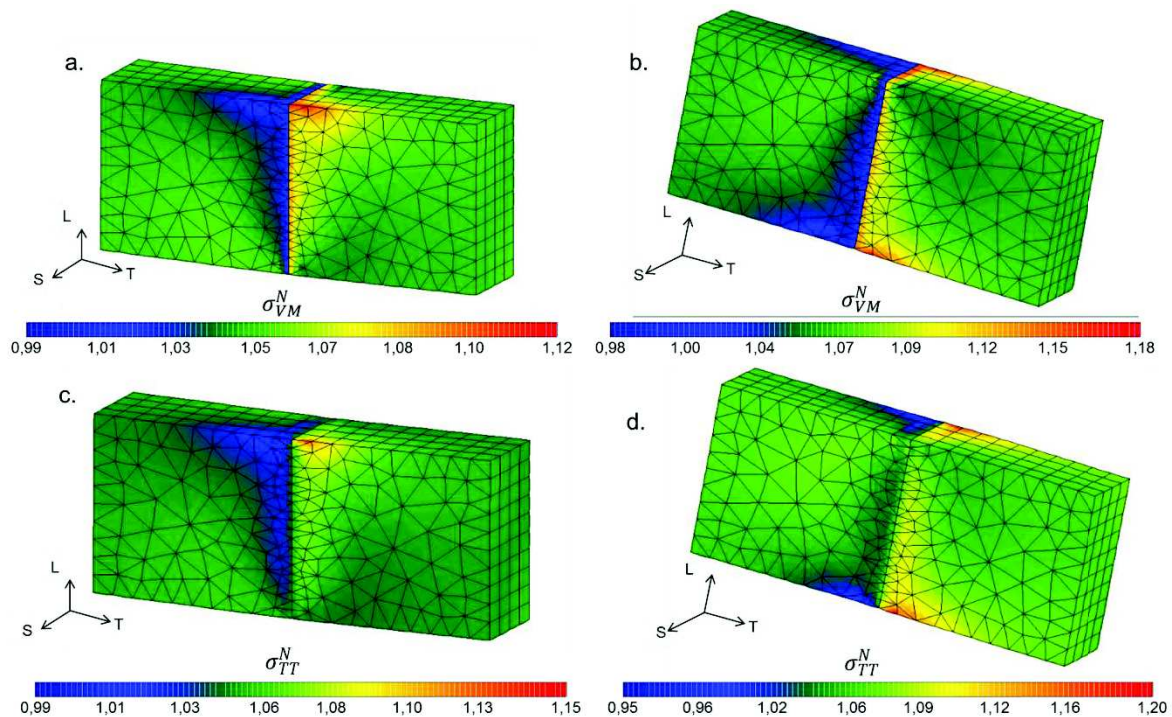


Figure IV-18 : Visualisation des contraintes de von Mises (σ_{VM}^N) et normales au joint de grains (σ_{TT}^N), en (a.) et (c.) pour le joint de grains F12 (couple 1), et pour le joint de grains FI en (b.) et (d.) (Échelles normalisées par la contrainte mesurée à 12% de déformation macroscopique à 12%)

En ce qui concerne les déformations normales aux joints de grains, la Figure IV-19 met en évidence, pour les mêmes bi-cristaux que la Figure IV-18 (F12 et FI), une déformation hétérogène d'un grain par rapport à l'autre avec un faible delta de déformation au sein des grains.

Les contraintes et les déformations normales au joint de grains ne sont pas constantes suivant la longueur (direction T) et l'épaisseur (direction S) en raison de la dépendance à la cristallographie qui influence les réponses des grains les uns par rapport aux autres.

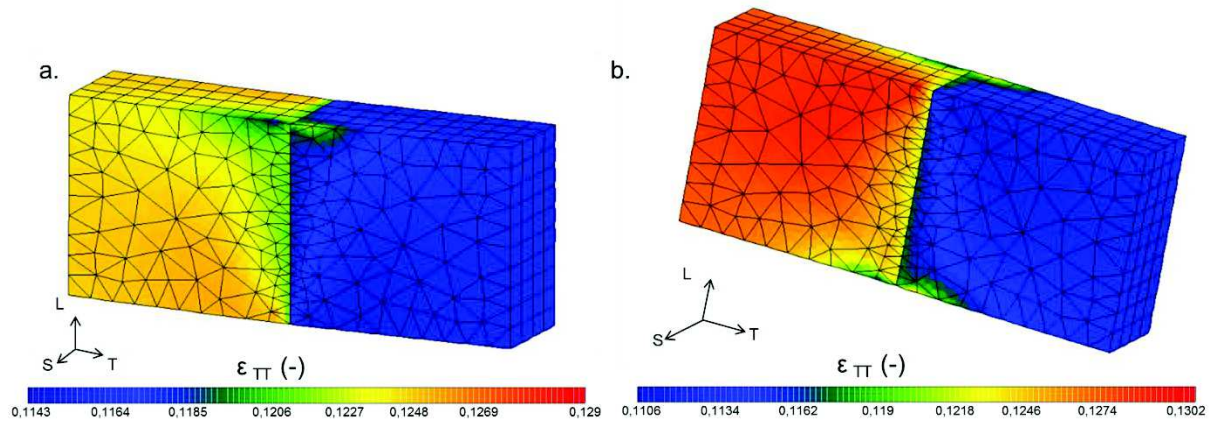


Figure IV-19 : Visualisation de la composante de déformation normale au joint de grains (ϵ_{TT}) du cas fissuré F12 (couple 1) (a.) et du cas non fissuré FI (b.)

Afin d'étudier les différences de contrainte et de déformation, et ainsi en déduire la zone d'influence du joint de grains, des profils de ces grandeurs caractéristiques ont été relevés. La Figure IV-20 montre les trois profils qui ont été définis et la Figure IV-21 présente les valeurs relevées pour chaque profil pour le cas du joint de grain fissuré F12 (couple 1). Les valeurs sont relevées aux nœuds du maillage, qui ne sont pas alignés sur l'axe de sollicitation et qui nécessite une interpolation à partir des points de Gauss, ce qui peut expliquer les perturbations observées. Toutefois, ces profils sont cohérents avec les contraintes et les déformations normales moyennes des Figure IV-18 et Figure IV-19.

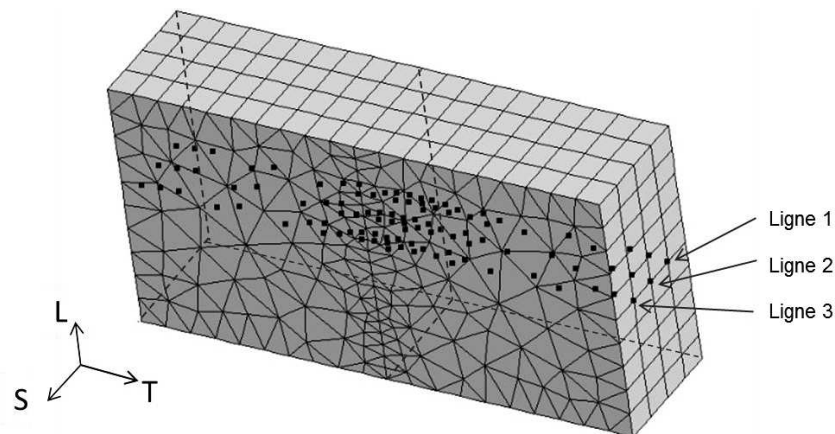


Figure IV-20 : Représentation des nœuds auxquels sont interpolées les contraintes et les déformations pour l'établissement de profils

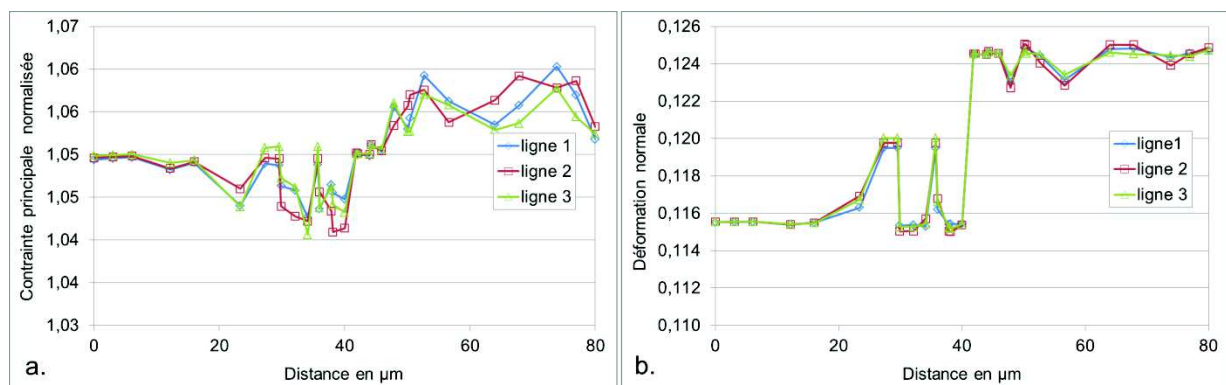


Figure IV-21 : (a.) Profils de contrainte suivant la direction de sollicitation T normalisée par la valeur moyenne macroscopique et (b.) Profils de déformation normale au joint de grains, cas du joint fissuré F12

Une zone d'intérêt de 20 μm centrée sur le joint de grains a été choisie pour caractériser les contraintes et les déformations normales de tous les cas étudiés (en vert sur la Figure IV-22). Seules les valeurs des points de Gauss de cette zone seront considérées. Les points de Gauss situés sur les bords du bi-cristal ne sont pas pris en compte pour s'affranchir des effets de bords.

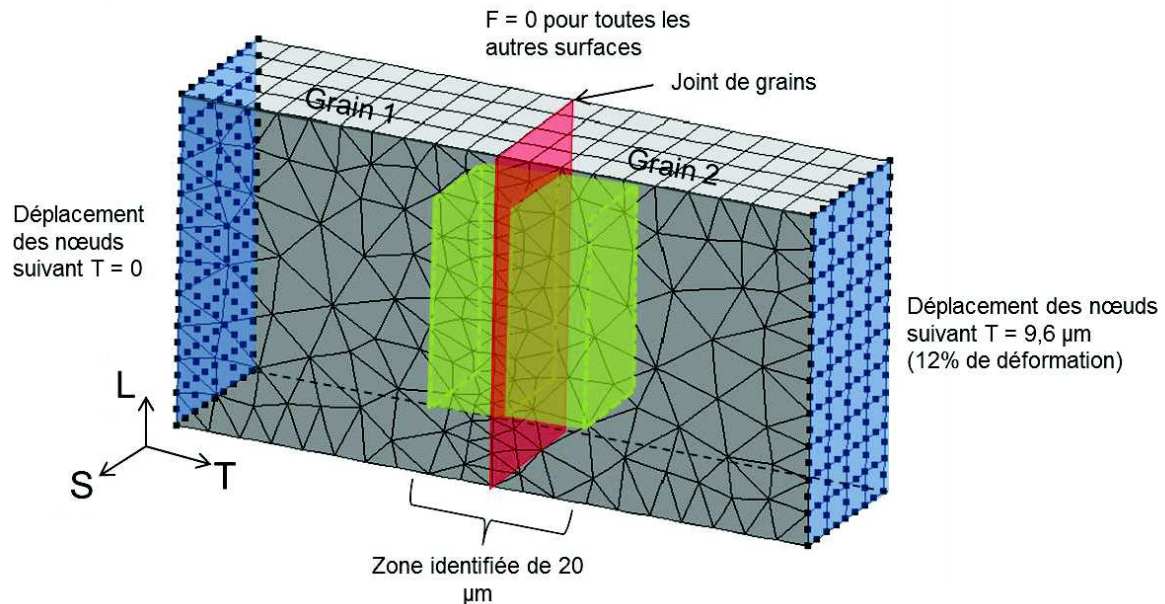


Figure IV-22 : Représentation des conditions aux limites et de la zone d'intérêt pour étudier les contraintes et les déformations proches du joint de grains

Les valeurs de contraintes normales maximales ($\sigma_{gb\ max}^N$) et celles des différences (delta) de déformation ($\Delta\varepsilon_{gb}$) sont relevées pour chaque cas simulé. La contrainte normale maximale $\sigma_{gb\ max}^N$ correspond à la valeur maximale associée au point de Gauss le plus sollicité dans toute la zone d'intérêt et $\Delta\varepsilon_{gb}$ correspond à la différence de déformation entre la déformation moyenne dans la zone d'intérêt du grain 1 et la déformation moyenne dans la zone d'intérêt du grain 2.

Les contraintes et les déformations normales relevées au niveau des joints de grains pour tous les couples de joints de grains sélectionnés de l'éprouvette EP921 sont présentées sur la Figure IV-23. Rappelons que les contraintes normales maximales sont normalisées par la contrainte normale macroscopique.

Les résultats ne mettent pas en évidence de contraintes normales maximales ($\sigma_{gb\ max}^N$), ni de delta de déformation moyenne ($\Delta\varepsilon_{gb}$) seuils qui permettrait de dissocier les joints de grains fissurés des joints de grains non fissurés. Cependant, la Figure IV-23 (a.) confirme que, dans la majorité des cas étudiés, les contraintes normales maximales sont supérieures à la valeur macroscopique (12%), ce qui signifie qu'à proximité des joints de grains, il y a bien une surcontrainte. Les différences de déformation, observés sur la Figure IV-23 (b.), présentent de très faibles différences entre les grains.

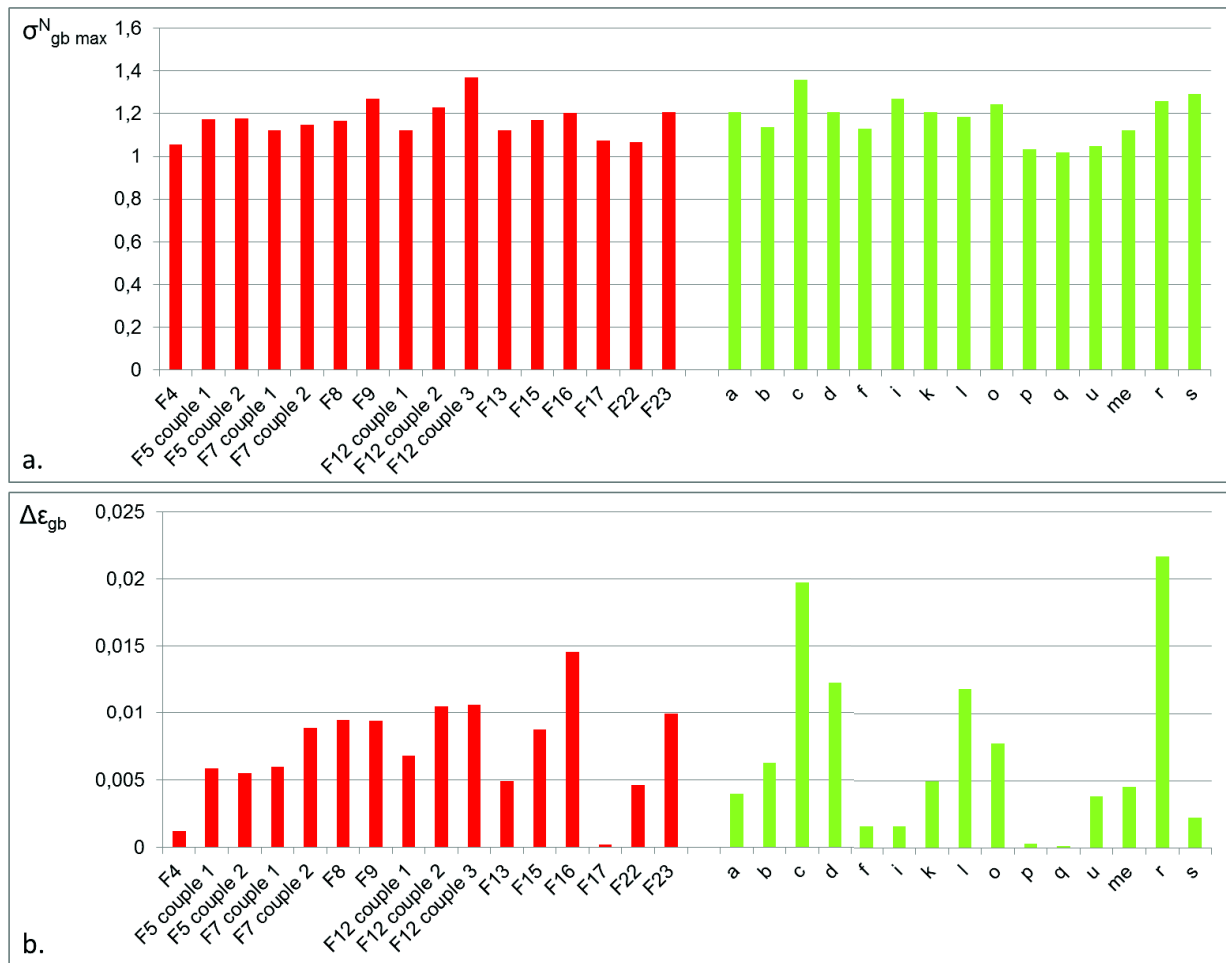


Figure IV-23 : Mesures des contraintes normales maximales ($\sigma_{gb\ max}^N$) (a.) et des différences de déformation moyenne ($\Delta\varepsilon_{gb}$) (b.) au niveau du joint de grains pour les cas fissurés en rouge et non fissurés en vert

Les résultats précédents montrent, sous réserve de la validité des hypothèses retenues, que l'application des conditions aux limites macroscopiques ne permet pas d'identifier un critère unique de rupture des joints de grains, que ce soit en termes de contrainte ou de déformation. La microstructure, avec la prise en compte des orientations cristallographiques comme seuls paramètres de modification des simulations numériques, ne permet pas de répondre à la problématique de l'amorçage de fissures. Par ailleurs, les champs de déformation expérimentaux ont montré que la déformation en surface des éprouvettes était hétérogène à l'échelle macroscopique (celle de l'apex) et à l'échelle microscopique (celle de la microstructure). La poursuite des investigations a donc pour but d'appliquer des conditions aux limites expérimentales, les plus proches de la réalité, mesurées à l'aide de la corrélation d'images numériques des microgrilles en se focalisant autour des joints de grains étudiés précédemment.

IV.3.5 Résultats des simulations numériques par éléments finis avec l'application de conditions aux limites expérimentales

L'étude numérique a été poursuivie par l'application des déplacements expérimentaux aux contours des bi-cristaux étudiés. En effet, les champs de déformation mesurés, évoqués dans le paragraphe IV.2.1, ont révélé une hétérogénéité de déformation avec une valeur maximale pouvant atteindre localement 40%. Pour cela, les déformations expérimentales localisées autour des joints de grains étudiés ont été mesurées à l'aide des déplacements des nœuds des microgrilles.

Les déplacements mesurés par CMV[®] sont donc introduits dans les simulations numériques par éléments finis en les appliquant sur le contour du bi-cristal comme le montre la Figure IV-24 (a.). La taille de la zone qui a été mesurée expérimentalement autour des joints de grains est la même que celle du bi-cristal modélisé par simulation numérique, soit de 88 μm de long par 44 μm de large et centré sur le joint de grains (Figure IV-24 (b.)). Les mesures sur CMV[®] sont des mesures en 2D. Les déplacements mesurés en surface avec CMV[®] dans les directions T et L sont appliqués aux nœuds du contour et sont identiques pour tous les nœuds quelle que soit leur position suivant l'axe S. Un nœud est bloqué suivant la direction S afin d'éviter les mouvements de corps rigide.

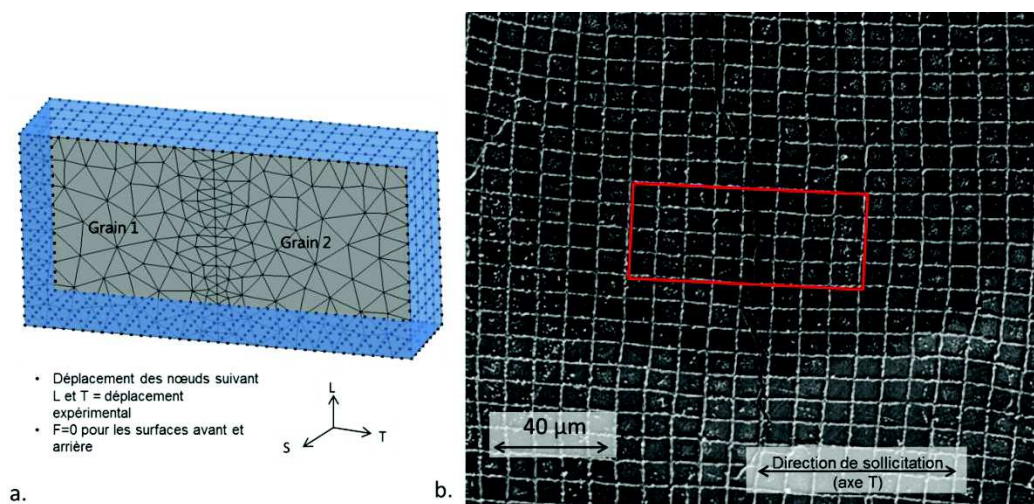


Figure IV-24 : (a.) Visualisation des nœuds utilisés pour appliquer les conditions aux limites expérimentales sur le bi-cristal sur le contour bleu et (b.) observation de la taille du bi-cristal modélisé sur une microgrille de l'éprouvette EP921 du moule B et autour du joint de grains fissuré F12 (couple 1)

Les conditions aux limites expérimentales ont été appliquées sur 5 joints de grains fissurés et 9 joints de grains non fissurés de l'éprouvette U-bend EP921. Ces joints de grains ont été choisis en raison de leur positionnement qui est plus proche de l'apex (Figure IV-11). Les joints de grains fissurés sont libellés F7, F8, F12 (couple 1), F13 et F17 et les joints de grains non fissurés sont libellés Fa, Fd, Ff, Fi, Fo, Fp, Fq, Fu et Fme. La zone proche du joint de grains utilisée pour calculer les contraintes et les déformations normales est la même que celle utilisée pour les simulations numériques avec les conditions aux limites macroscopiques.

Toutefois, l'utilisation des conditions aux limites appliquées sur le contour du bi-cristal (Figure IV-24 (a.)) entraîne des perturbations, qui sont dues aux relevés des déplacements sur le bord du bi-cristal. En effet, le nombre de nœud est supérieur au nombre d'intersections de la microgrille (Figure IV-25), ainsi la procédure de corrélation d'images choisie impose un même déplacement aux nœuds les plus proches d'une intersection de grille. Afin d'éviter d'entacher les résultats avec cette erreur, nous ferons abstraction des 4 premières couches d'éléments associées aux surfaces normales à l'axe L et d'une couche d'éléments pour les surfaces latérales de normale S (Figure IV-25) pour le relevé des données de contrainte et de déformation.

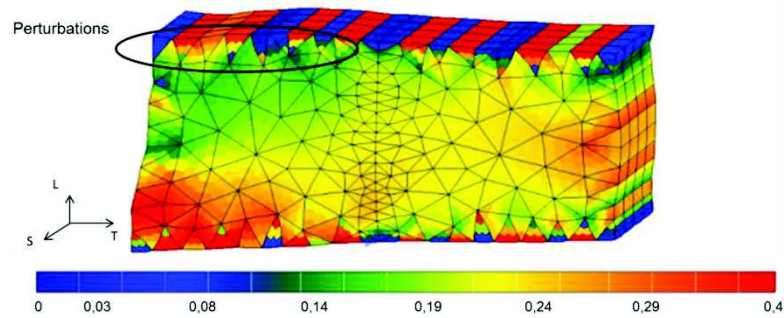


Figure IV-25 : Résultats des déformations normales au joint de grains avec les conditions aux limites expérimentales appliquées sur le bi-cristal du joint de grains fissuré libellé F7

Les champs de déformation normaux au joint de grains obtenus numériquement ont été comparés à ceux mesurés expérimentalement pour l'ensemble des joints de grain étudiés (Figure IV-26 et annexe 16). Les champs de déplacements ont été imposés à un maillage avec interpolation linéaire représentant la microgrille. Les déformations sont ainsi calculées par la procédure classique imposée par le code de calcul par éléments finis. Cette comparaison permet de vérifier la bonne reproductibilité des conditions aux limites sur les résultats de déformation, comme pour le joint de grains F1 (Figure IV-26). Dans certains cas, des champs de déformation sont moins hétérogènes, comme le cas du joint de grains F12 (Figure IV-26).

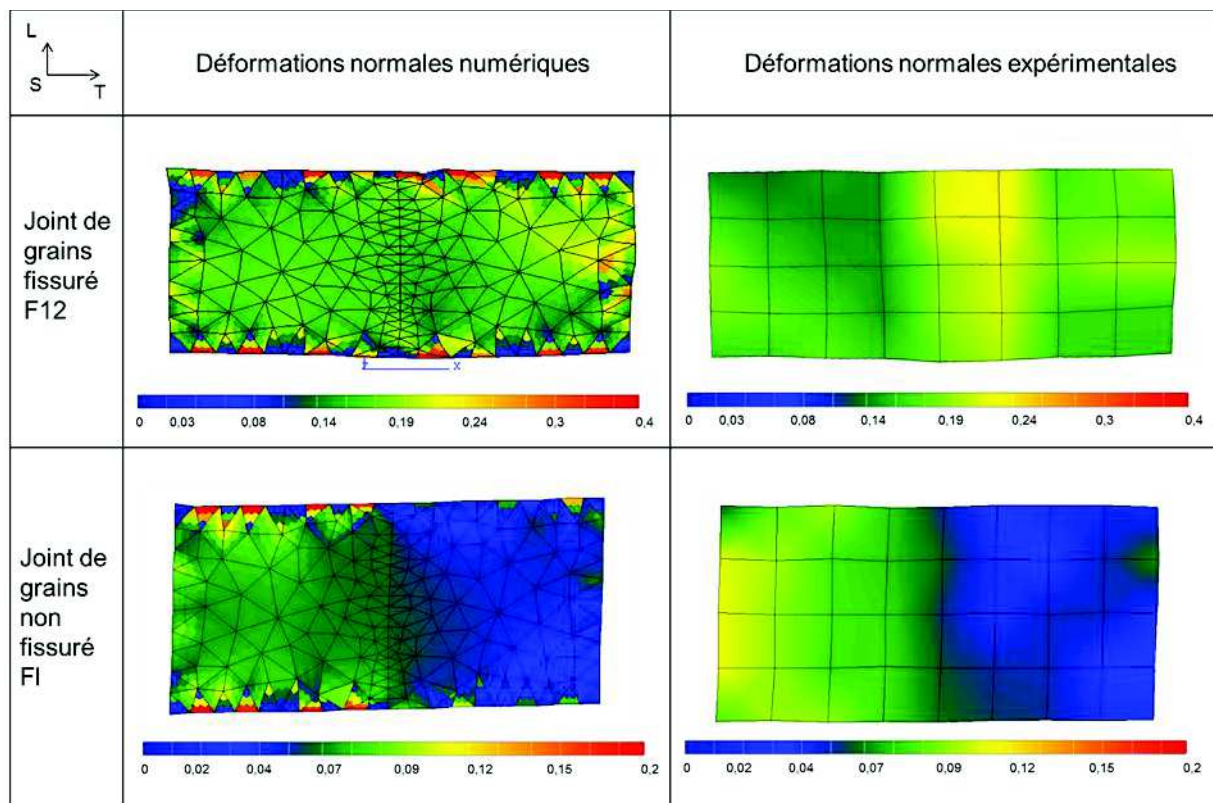


Figure IV-26 : Comparaison des champs de déformation expérimentaux et numériques pour la composante de déformation normale au joint de grains, cas des joints de grains fissuré F12 et non fissuré F1

L'étude des contraintes normales au joint de grains (suivant l'axe T) normalisées par la contrainte moyenne calculée à 12% de déformation macroscopique (σ_{gb}^N), met en évidence des valeurs moyennes plus élevées pour les cas fissurés que pour les cas non fissurés (Figure IV-27). En effet, les joints de grains non fissurés présentent pour 5 cas sur 9 une contrainte σ_{gb}^N inférieure à la contrainte normale moyenne mesurée dans la zone d'intérêt (Tableau IV-4).

De plus, la moyenne des contraintes normales est plus élevée pour tous les joints fissurés. Les champs de contrainte des autres cas étudiés sont reportés en annexe 17.

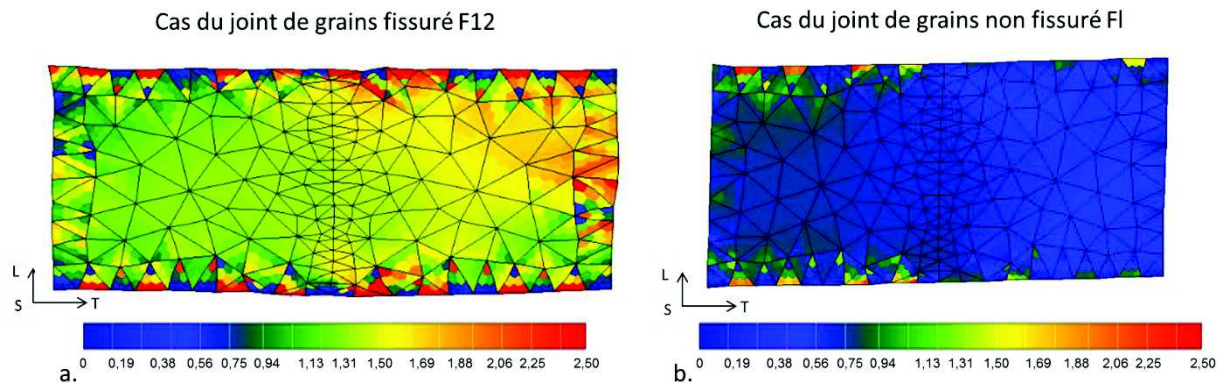


Figure IV-27 : Répartition des contraintes normales au joint de grains normalisées par la contrainte normale calculée à 12% de déformation macroscopique, cas des joints de grains F12 (fissuré) (a.) et F1 (non fissuré) (b.)

		Zone proche du joint de grain du grain 1	Zone proche du joint de grain du grain 2	Moyenne de la zone d'intérêt totale
Joint de grains fissurés	F7	2,14	2,14	2,14
	F8	1,79	1,88	1,83
	F12	1,39	1,42	1,41
	F13	1,51	1,60	1,56
	F17	1,69	1,76	1,73
Joint de grains non fissurés	Fa	1,12	1,13	1,12
	Fd	0,62	0,62	0,62
	Ff	1,41	1,54	1,47
	F1	0,67	0,62	0,65
	Fo	0,79	0,78	0,78
	Fp	2,02	2,14	2,08
	Fq	1,54	1,48	1,51
	Fu	0,95	0,93	0,94
	Fme	0,35	0,34	0,34

Tableau IV-4 : Contraintes normales moyennes (normalisées) relevées au niveau des joints de grains (zone d'intérêt) des cas fissurés et non fissurés

Les contraintes normales maximales ($\sigma_{gb \max}^N$) ont été calculées et relevées au niveau des joints de grains (toujours dans la zone d'intérêt) de tous les cas étudiés (Figure IV-28 (a.)). Les joints de grains fissurés présentent une moyenne des contraintes normales maximales plus élevée pour les joints de grains non fissurés. Bien qu'une contrainte normale maximale seuil ne puisse être clairement déterminée, on peut tout de même estimer que les joints de grains avec une valeur égale ou supérieure à 1,62 fois la contrainte moyenne pour $\sigma_{gb \max}^N$ sont plus susceptibles d'amorcer des fissures de CSC.

Par ailleurs, Wehbi [Wehbi2014] a montré que les distances de pénétration d'oxyde aux joints de grains sont plus élevées dans les joints de grains présentant de fortes hétérogénéités de déformation. Les différences de déformation ont été étudiés (Figure IV-28 (b.)). Bien qu'une valeur seuil distinguant les cas fissurés de ceux qui ne le sont pas ne puisse pas être déterminée, la valeur moyenne des différences de déformation des cas fissurés est supérieure à la celle des cas non fissurés.

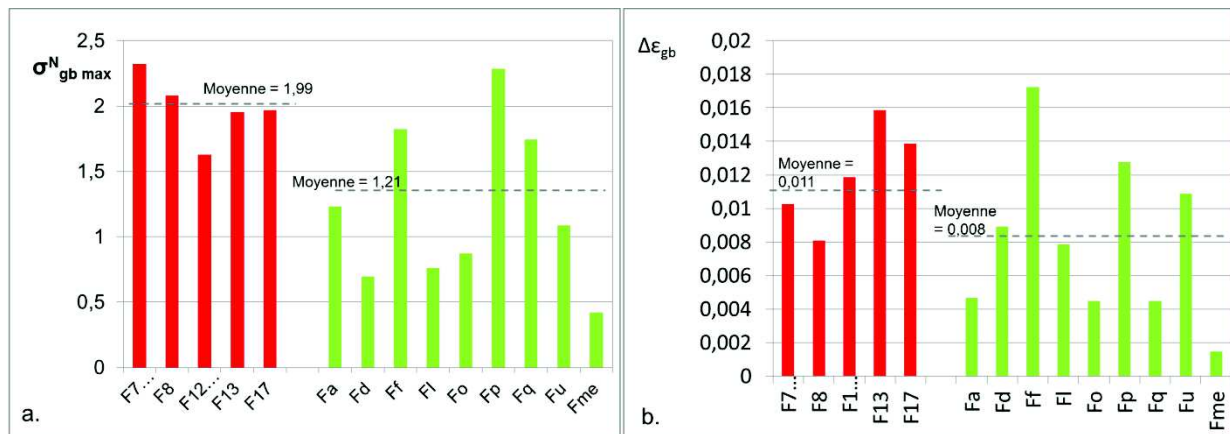


Figure IV-28 : (a.) Contraintes normales maximales normalisées mesurées aux joints de grains fissurés en rouge et aux joints de grains non fissurés en vert ($\sigma_{gb\ max}^N$) et (b.) différences de déformation moyenne mesurées au niveau des mêmes joints de grains ($\Delta\epsilon_{gb}$) avec les moyennes associées à chaque catégorie de joints de grains (fissurés en rouge et non fissurés en vert)

Nous avons alors essayé de conjuguer les deux grandeurs mécaniques pour définir une équivalence en terme énergétique, pouvant être assimilée à une énergie de cohésion du joint de grains. Les graphiques de la Figure IV-29, (a.) et (b.), représentent cette grandeur mécanique en fonction de la différence de déformation entre les grains, et de la contrainte normale maximale. Aux vues de ces résultats et malgré les hypothèses fortes formulées, tant sur la loi de comportement que sur les conditions aux limites, il apparaît que la prise en compte de l'état local permet de mieux approcher les hétérogénéités de déformation ou de contrainte mis en jeu au sein des bi-cristaux. De ces corrélations, il semble qu'un critère associant la différence de déformation et la contrainte normale maximale puisse apparaître sur la Figure IV-29 avec un seuil à 0,012, sans prépondérance ni de la différence de déformation, ni de la contrainte normale maximale. Nous observons, cependant, que deux cas non fissurés (Ff et Fp) ne respectent pas ce critère. Ce résultat conduit à faire l'hypothèse que d'autres critères doivent être associés aux paramètres mécaniques comme ceux dépendant de la microstructure, qui seront évoqués dans la suite de ce chapitre.

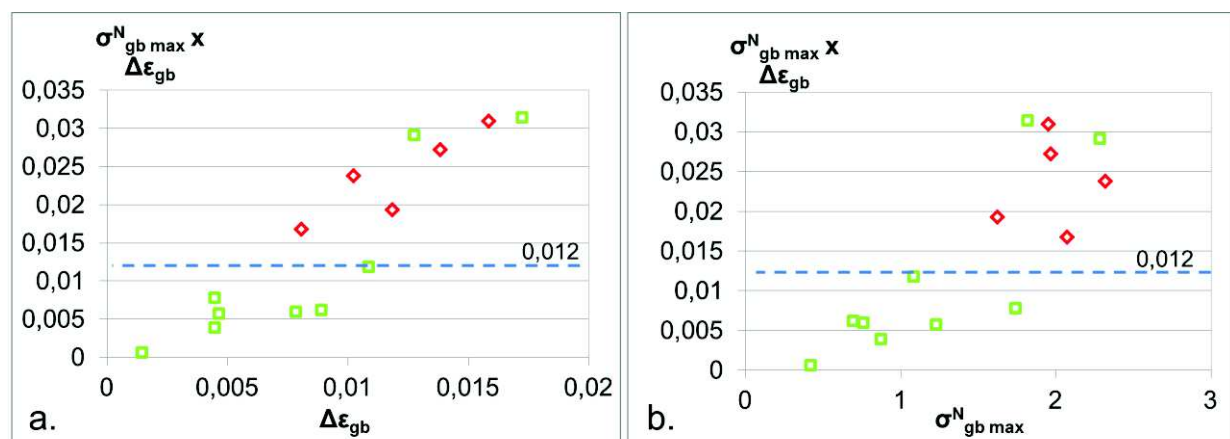


Figure IV-29 : Produit des contraintes normales maximales normalisées mesurées au joint de grains avec le delta de la déformation en fonction (a.) du delta de déformation et (b.) de la contrainte normale maximale normalisée, cas fissurés en rouge et non fissurés en vert.

IV.4 Association des champs mécaniques locaux à l'amorçage et à la microstructure

Afin d'associer les paramètres issus de l'étude mécanique et ceux issus de l'étude microstructurale, deux analyses complémentaires ont été réalisées. La première consiste en une observation en coupe des joints de grains qui ont été étudiés numériquement dans le but de caractériser leur nature et de leur orientation en profondeur (vérification de l'hypothèse de normalité par rapport à l'axe de traction du plan du joint de grain).

La deuxième analyse consiste en l'association des paramètres mécaniques avec les paramètres microstructuraux qui ont été déterminés dans le chapitre précédent. En effet, il a été observé qu'un critère de différence de taille entre les grains adjacents au joint de grains pouvait être retenu. Dans la majorité des cas de joints de grains fissurés étudiés, l'aire d'un grain est significativement plus élevée que celle de l'autre. De plus, il a également été observé dans la majorité des cas, qu'au moins un grain sur deux présente un diamètre équivalent inférieur à 250 μm soit une aire inférieure à 50 000 μm^2 (paragraphe III.3.1).

Les premières observations de pénétrations d'oxyde et d'amorces de fissures ont été présentées dans le paragraphe III.2.1. Ces observations ont mis en évidence, dans le cas des éprouvettes équipées de microgrilles, que les pénétrations d'oxyde sont de morphologie similaire entre les éprouvettes U-bend du moule B et du moule B'. De plus, certaines pénétrations peuvent être assimilées à des amorces de fissures ou des fissures en raison de la présence de nickel pur au niveau du joint de grains.

Des observations complémentaires ont été réalisées dans un MEB-FIB de type FEI HELIOS Nanolab 660 acquis dans le cadre de l'EquipEx MATMECA (ANR-10-EQPX-37) situé au laboratoire MSSMat de Centrale Supélec. Cet équipement consiste en un MEB auquel est ajoutée une colonne ionique FIB (Focused Ion Beam) qui va permettre d'enlever de la matière autour de la zone ciblée à l'aide d'un faisceau d'ions gallium. La colonne FIB utilisée a une tension d'accélération et une intensité comprises respectivement entre 500 V et 30 keV et entre 0,1 pA et 65 nA. Afin de protéger la zone ciblée pour le prélèvement, un dépôt de platine est préalablement réalisé. La procédure de découpe est illustrée ci-dessous (Figure IV-30).

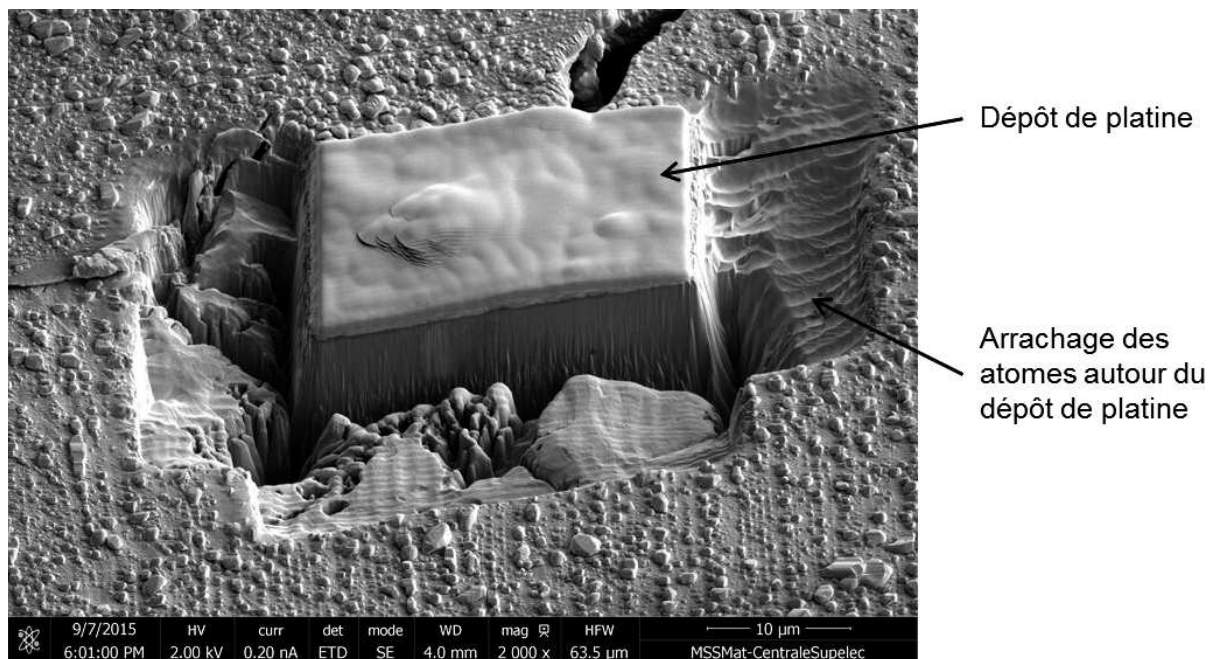


Figure IV-30 : Exemple de découpe par FIB autour d'une zone préalablement recouverte d'un dépôt de platine

Dans notre cas, les dimensions choisies pour le dépôt de platine sont de 20 μm de long, 2 μm de large et 2 μm d'épaisseur. Les conditions de ce dépôt sont adaptées à un prélèvement ultérieur de lames minces. La tension d'accélération et le courant utilisés sont, respectivement, de 30 KeV et 0,43 nA. Une excavation devant la couche de platine avec une tension d'accélération de 30 KeV et un courant de 47 nA, puis un nettoyage de la surface à observer, sont réalisés. Le nettoyage de la surface à analyser à l'aide du faisceau ionique est décomposée en trois étapes successives avec une tension d'accélération de 30 KeV et un courant de 2,5 nA, 0,79 nA et 0,43 nA respectivement.

Les prélèvements et observations ont donc été réalisés principalement sur les joints de grains non fissurés dont le comportement mécanique a été étudié par simulations numériques. De plus, un joint de grains fissuré a été observé (F7). Au total, huit joints de grains non fissurés ont été observés : Fa, Fd, Ff, Fi, Fo, Fp, Fq et Fme. Parmi les joints de grains choisis, se trouvent les deux joints ne répondant pas au critère en contrainte de non fissuration, comme illustré sur le graphique de la Figure IV-29 : le joint Ff et le joint Fp.

Lors des premières étapes d'érosion, une zone d'une largeur proche du micromètre, localisée au niveau du joint de grains, présentant un contraste blanc entouré d'un contraste gris foncé de part et d'autre du blanc sur une profondeur supérieure à 10 μm est observée (Figure IV-31). Des caractérisations ont été réalisées sur cette zone avec des analyses EDX au MET. Ces analyses montrent (Figure IV-32) que le contraste blanc correspond à du nickel pur et que le contraste gris foncé correspond à de l'oxyde riche en chrome. Ce dernier apparaît continu dans la partie la plus proche du nickel pur mais se présente sous forme de canaux pénétrant dans l'alliage dans la partie la plus éloignée du nickel pur. La présence de nickel pur se retrouve donc à la fois sous forme de cristallites en surface des éprouvettes U-bend mais également dans les joints de grains. Certains joints de grains observés présentent, en plus de la présence de nickel pur, une décohésion à l'interface zone blanche/zone grise.

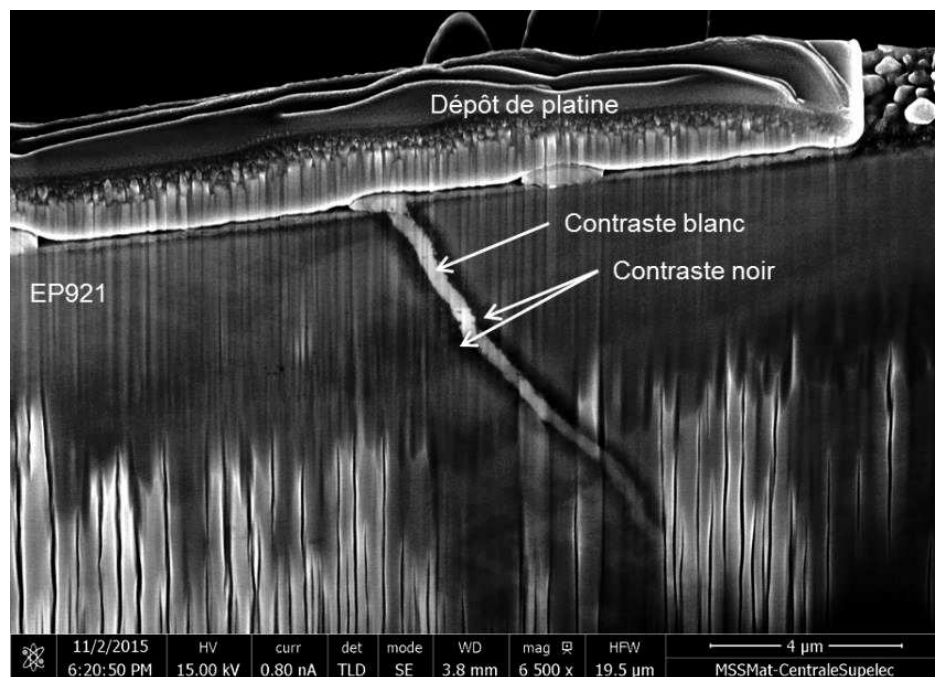


Figure IV-31 : Observation au MEB en mode électrons secondaires de la section révélée par découpe au FIB et correspondant au joint de grains noté F1

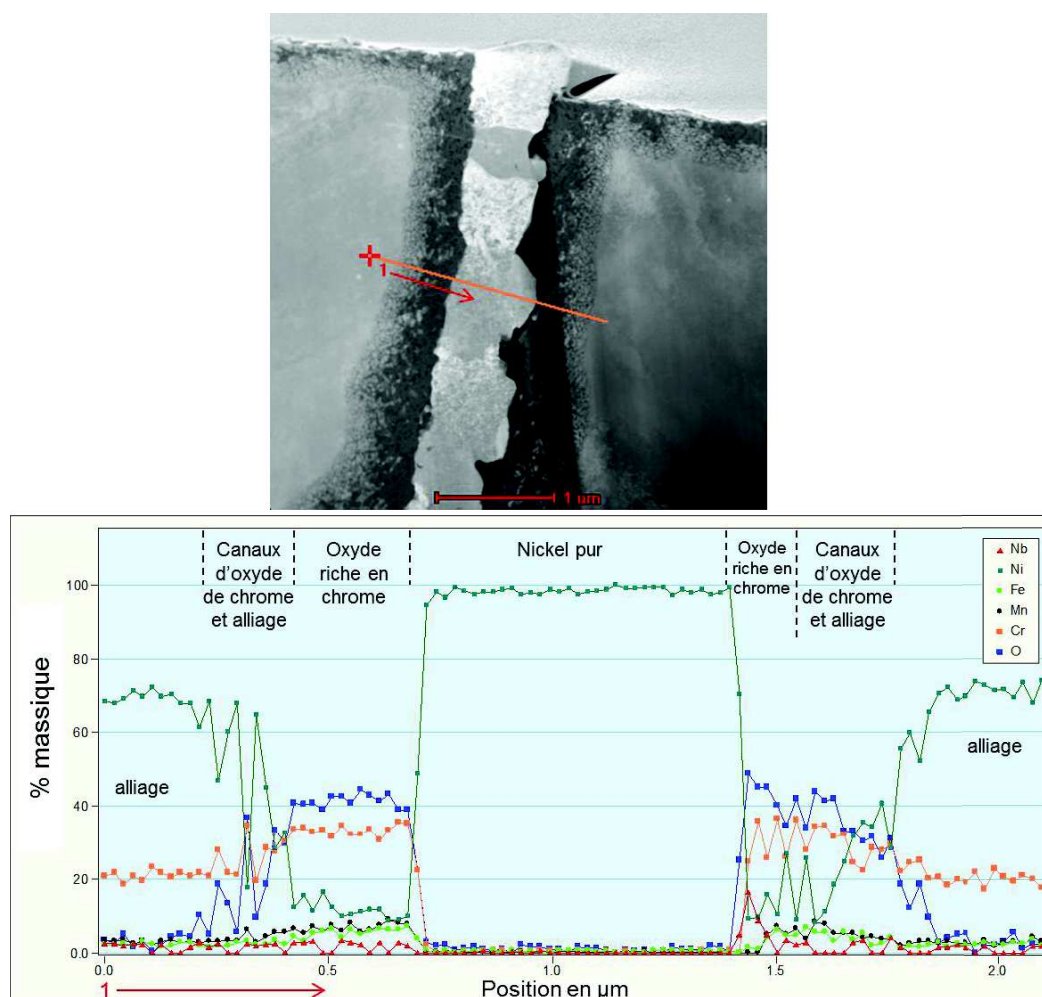


Figure IV-32 : Observation par MET en mode HAADF du joint de grains Ff et profil d'analyse EDX de l'oxyde riche en chrome et du nickel pur au niveau du joint de grains ; %massique des éléments analysés

Il semblerait que nos conditions d'essai d'amorçage favorisent d'une part la formation d'un oxyde riche en chrome, et d'autre part le transport du nickel vers les surfaces libres. Ceci nous amène à requalifier en amorces de fissures de CSC un certain nombre de joints de grains préalablement identifiés par les observations de surface au MEB comme « non fissurés ». Cette requalification de certains joints de grains en « amorce de fissures » signifie, suivant notre définition, que l'épaisseur du nickel pur observé dans les joints est trop élevée pour être considérée comme une pénétration d'oxyde et que cette présence peut être :

- soit une diffusion du nickel vers une surface libre en raison de la formation de l'oxyde riche en chrome, signifiant alors que le joint de grains était fissuré,
- soit la formation d'une zone « dé-alliée » (comme observé par Bertali *et al.* [Bertali2015]), en raison de la formation de l'oxyde de chrome.

Toutefois, la première hypothèse est privilégiée en raison du fait que des cristallites de nickel sont également observées en surface. La deuxième hypothèse n'implique pas forcément une décohésion à l'interface entre la zone « dé-alliée » et l'oxyde riche en chrome mais impose une modification du mécanisme avec l'apparition de cette zone « dé-alliée ». De ce fait, cela pose la question de la résistance mécanique de cette interface.

Le Tableau IV-5 présente les caractéristiques des joints de grains dit « non fissurés » (sans fissure apparente en surface) en termes de profondeur de pénétration, largeur du joint de grains, épaisseur de nickel dans le joint de grains et angle du joint de grains par rapport au plan perpendiculaire à la surface. D'après les observations en coupe, les joints de grains Fd,

Ff et Fq sont fissurés, une décohésion de l'interface est observée, mais ces fissures ne sont pas visibles en surface en raison du nickel qui les recouvre (exemple avec (a.) et (b.) de la Figure IV-33). Les autres joints de grains n'ont pas présenté de fissuration. Cependant, un critère basé sur les épaisseurs de nickel pur et les longueurs totales des joints de grains permet de distinguer ceux qualifiés d'amorces de fissures/fissures et ceux de pénétrations. D'après les observations réalisées ici, je propose la définition suivante pour notre étude :

- Si l'épaisseur de nickel dans le joint de grain est supérieure à 150 nm et si l'épaisseur totale associant la zone de nickel pur et un oxyde riche en chrome (avec les canaux) est supérieure à 700 nm, et de plus qu'**une décohésion entre le nickel pur et l'oxyde est observée** alors le joint de grains est fissuré,
- Si l'épaisseur de nickel dans le joint de grain est supérieure à 150 nm et si l'épaisseur totale associant la zone de nickel pur et un oxyde riche en chrome (avec les canaux) est supérieure à 700 nm, mais **sans observation de décohésion** du joint de grains alors celui-ci est considéré comme étant une amorce de fissure,
- Enfin, si l'épaisseur de nickel pur dans le joint de grains est inférieure à 150 nm, et que l'épaisseur associée au nickel pur et à l'oxyde riche en chrome est inférieure à 700 nm, le joint de grain sera considéré comme oxydé. Nous serons donc en présence d'une **pénétration d'oxyde**.

D'après cette définition, les joints Ff et Fp sont qualifiés d'amorces et les joints Fa, Fo et Fme de pénétrations.

	profondeur de pénétration (μm)	largeur totale du joint de grains (oxyde de chrome + nickel) (nm)	largeur du nickel pur dans le joint de grain (nm)	angle du joint de grains par rapport au plan perpendiculaire à la sollicitation ($^\circ$)
F7 couple 2	>10,00	1810	500	5,0
Fa	4,13	450	60	5,6
Fd	>11,00	1690	640	0,4
Ff	>12,17	1510	580	13,3
Ff	>10,79	990	370	12,0
Fo	3,26	470	90	30,2
Fp	>7,50	920	290	32,5
Fq	>11,18	700	280	12,0
Fme	4,00	500	150	35,0

Tableau IV-5 : Profondeur de pénétration de l'oxyde, largeur totale des zones formées d'oxyde et de nickel pur, largeur de nickel pur dans le joint de grains et angle du plan du joint de grains par rapport au plan perpendiculaire à la sollicitation

Outre la profondeur de la zone oxydée, les joints de grains Fa, Fo et Fme présentent, une morphologie de celle observée sur les joints de grains amorcés et fissurés. De plus, les analyses EDX mettent en évidence sur les Figure IV-34 (b.) et (c.), une répartition des oxydes dans le joint de grains avec au centre de l'oxyde riche en chrome, et d'une couche de nickel pur ainsi que des canaux d'oxyde riche en chrome de part et d'autre.

Une analyse EDX en pointe de pénétration (Figure IV-34 (d.) et (e.)) montre un profil de concentration dissymétrique avec un appauvrissement en chrome sur le côté droit. Cet appauvrissement en chrome serait dû à la formation de canaux d'oxyde qui se forment du même côté du joint de grains. Il semblerait donc qu'un des deux grains soit plus favorable à la pénétration d'oxyde, signifiant vraisemblablement un effet de l'orientation cristallographique sur la cinétique de pénétration.

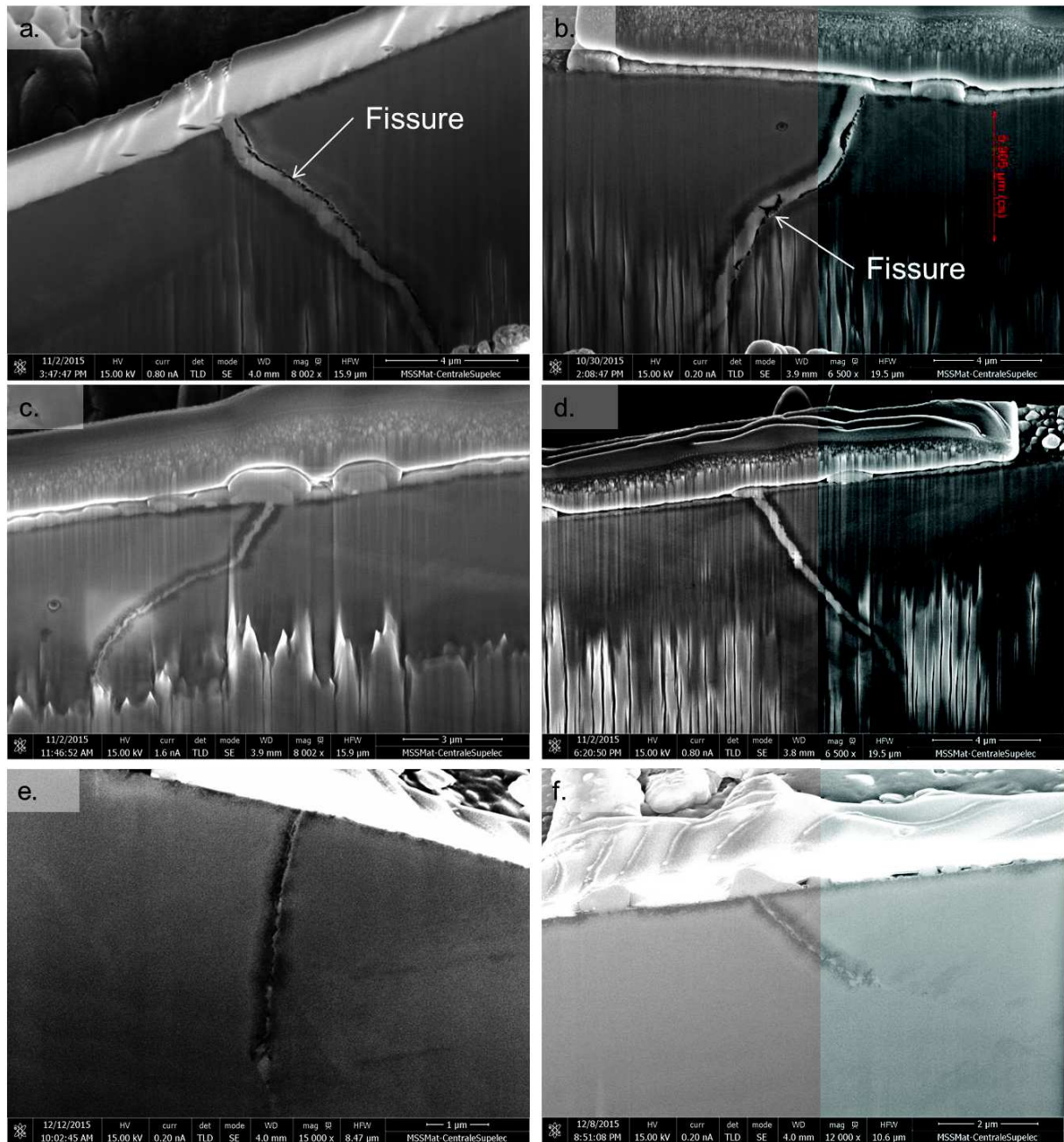


Figure IV-33 : Observations par MEB FIB en mode électrons secondaires des coupes de joints de grains Fd en (a.), Ff en (b.), Fp en (c.), t FI en (d.), Fa en (e.) et Fo en (f.)

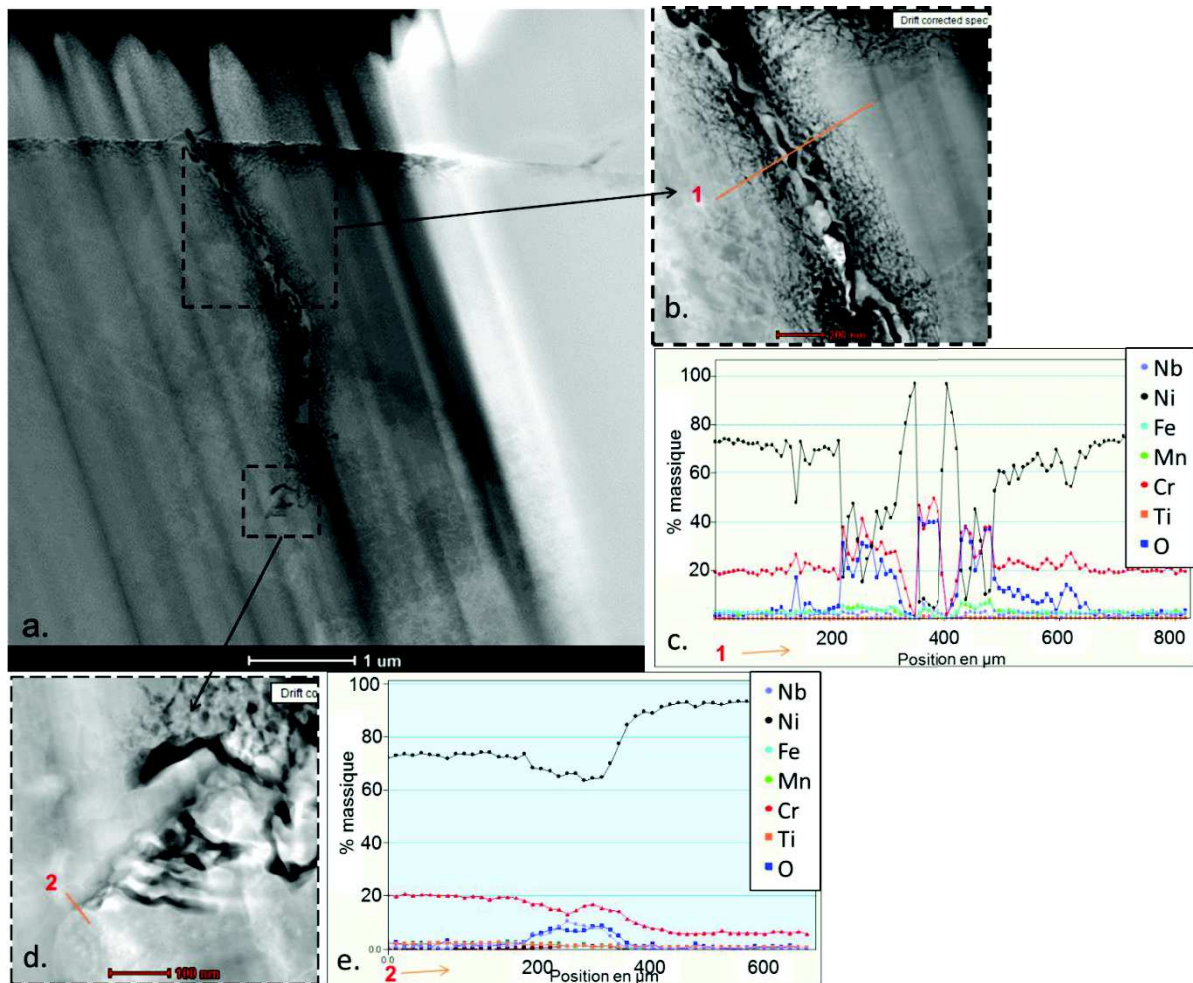


Figure IV-34 : (a.) Observation par MET en mode HAADF, après préparation FIB, de la pénétration d'oxyde du joint de grains noté Fme, (b.) agrandissement de la zone supérieure de la pénétration, (c.) profil EDX (1) de la pénétration, (d.) agrandissement de l'extrémité de la pénétration (e.) profil EDX (2), avec les pourcentages massiques des éléments

Ainsi trois catégories de joints de grains peuvent être établies : les joints de grains non fissurés (ne présentant qu'une pénétration d'oxyde), les joints de grains présentant des amorces avec une forte présence de nickel dans le joint sans décohésion visible et les joints de grains fissurés présentant une décohésion entre les deux grains. Ces trois catégories peuvent être représentées par trois couleurs différentes sur les graphiques précédents pour l'identification d'un critère d'amorçage de fissures par CSC. Les graphiques de la Figure IV-35 mettent en évidence que le paramètre associé à la contrainte normale ou celui associé à la différence de déformation pris de façon indépendante ne permet pas de différencier les cas fissurés de ceux qui ne le sont pas. Cependant, le paramètre associé à une valeur homogène à une énergie de cohésion du joint de grains semble être pertinent avec une valeur seuil estimée à 0,0058 qui permettrait de différencier les joints de grains non fissurés des joints de grains fissurés ou présentant un amorçage de fissures tel que défini précédemment. Cette valeur seuil a donc été diminuée par rapport à celle déterminée sur les graphiques de la Figure IV-29 en raison de la requalification des joints de grains étudiés.

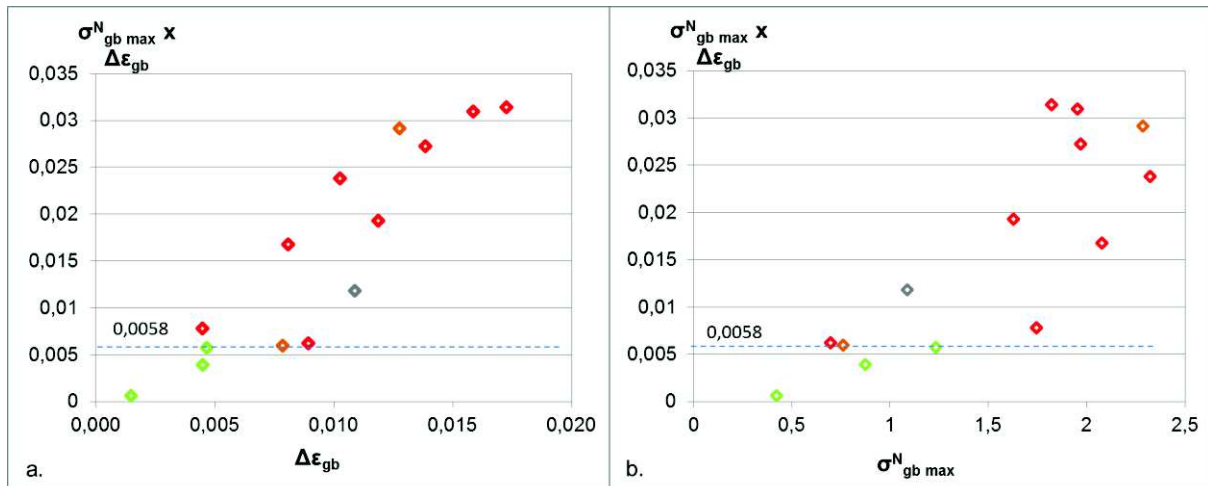


Figure IV-35 : Graphiques représentant le produit des contraintes normales maximales normalisées proches des joints de grains avec la différence de déformation en fonction (a.) de la différence de déformation et (b.) de la contrainte normale maximale normalisée ; joints de grains fissurés en rouge, les amorces en orange, les pénétrations en vert et le joint de grains non vérifié est en gris

Par ailleurs, les images MEB de la Figure IV-33 montrent que les joints de grains ne sont pas strictement perpendiculaires à la sollicitation. Afin de vérifier l'influence de cette désorientation sur les résultats présentés précédemment et permettre, le cas échéant d'améliorer les prédictions, les contraintes normales au joint peuvent être déterminées. D'après la mesure de l'inclinaison du joint de grains après découpe par FIB (Tableau IV-5), la valeur réelle de la composante normale du tenseur des contraintes peut être évaluée ainsi :

$$\underline{\sigma}_r = \underline{T}_n \cdot \underline{n} = \sigma_{xx} \cos^2 \theta + 2\sigma_{xy} \sin \theta \cos \theta + \sigma_{yy} \sin^2 \theta$$

Où \underline{n} représente la normale au joint de grains et \underline{T}_n le vecteur contrainte suivant la direction n :

$$\underline{T}_n = \underline{\sigma} \cdot \underline{n} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \cos \theta \\ \sin \theta \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} \cos \theta + \sigma_{xy} \sin \theta \\ \sigma_{yx} \cos \theta + \sigma_{yy} \sin \theta \\ \sigma_{xz} \cos \theta + \sigma_{zy} \sin \theta \end{pmatrix}$$

Les valeurs des composantes normales associées à l'inclinaison du joint de grains sont reportées dans le Tableau IV-6. La fissuration semble se produire dans la majorité des cas pour les joints dont la contrainte normale locale à proximité du joint de grain dépasse la contrainte normale macroscopique, à l'exception des joints F7, F1 et Fa.

Les graphiques de la Figure IV-36 sont basés sur les résultats de la Figure IV-35, auxquels a été ajoutée la prise en compte de la contrainte normale maximale recalculée en tenant compte de l'inclinaison du joint de grains réelle dans le plan LS. Ces graphiques permettent d'estimer un domaine de « non fissuration » délimité par une énergie de cohésion (normalisée) de 0,0054 (valeur proche de celle trouvée précédemment), par une différence de déformation au niveau du joint de grains de 0,005 et une contrainte normale maximale au joint de grains 1,25 fois supérieure à la contrainte moyenne macroscopique.

Ces premiers résultats montrent qu'un critère associant une énergie de cohésion et un gradient de déformation permet de juger de la sensibilité respective des joints de grains dans l'Alliage 82. Cette démarche pourrait être approfondie notamment par une analyse systématique de tous les joints de grains fissurés et non fissurés sur l'ensemble des échantillons analysés.

		Contrainte normale max suivant T	Contrainte normale vraie max suivant l'inclinaison du joint de grains
F7 couple 2	Fissure	2,32	2,48
Fa	Pénétration	1,23	1,15
Fd	Fissure	0,70	0,71
Ff	Fissure	1,82	2,26
Fl	Amorce	0,76	0,86
Fo	Pénétration	0,87	0,40
Fp	Amorce	2,29	2,24
Fq	Fissure	1,74	1,66
Fme	Pénétration	0,48	0,46

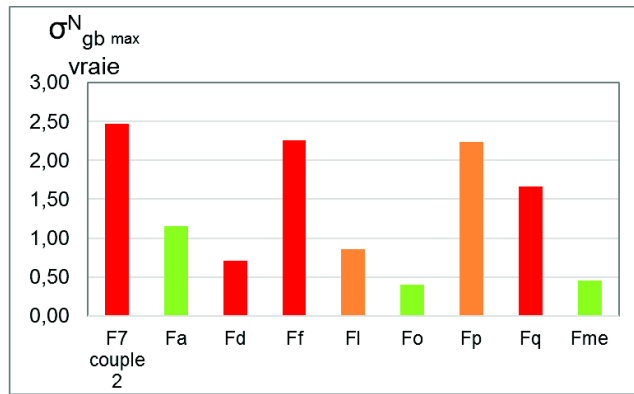


Tableau IV-6 : Contraintes normales maximales suivant la direction de sollicitation et contraintes maximales perpendiculaire au joint de grains (avec la prise en compte de l'inclinaison réelle mesurée au joint de grains), valeurs normalisées par la contrainte macroscopique à 12% de déformation

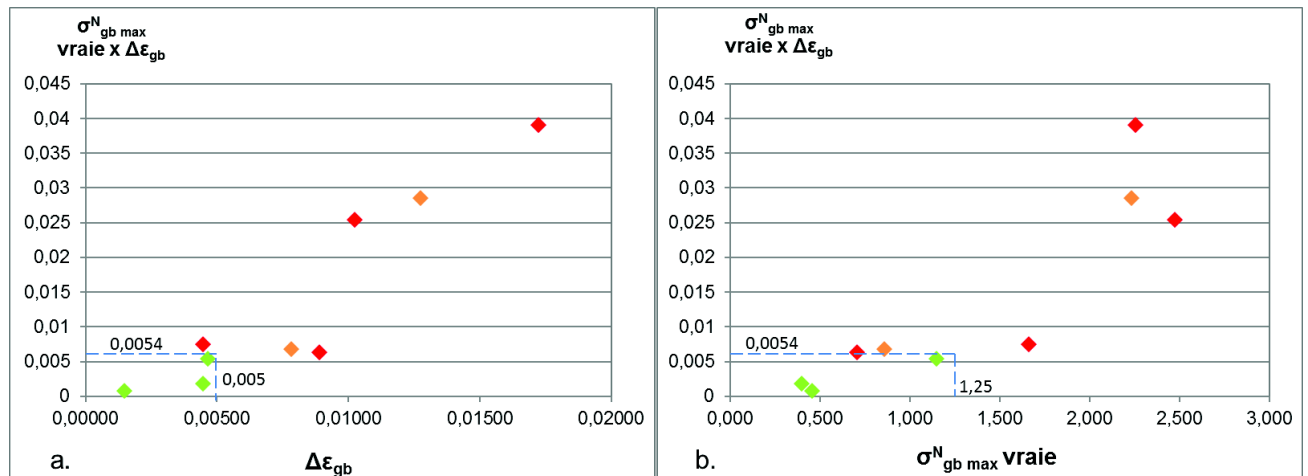


Figure IV-36 : Graphiques des produits des contraintes normales maximales normalisées mesurées aux joints de grains recalculés suivant l'inclinaison en profondeur du joint de grains avec la différence de déformation (a.) en fonction de la différence de déformation et (b.) en fonction de la contrainte normale maximale normalisée; joints de grains fissurés en rouge, les amorces en orange, les pénétrations en vert

IV.5 Synthèse

L'étude du comportement mécanique de l'Alliage 82 a été réalisée dans le but de déterminer si un paramètre mécanique pouvait faire partie du critère d'amorçage de fissures en CSC. En effet, il a été vu dans la littérature qu'un critère en déformation locale avait une influence sur les profondeurs de pénétration d'oxyde et par conséquent sur la cohésion des joints de grains [Wehbi2014].

Les champs de déformation qui ont été mesurés en surface des éprouvettes U-bend sur les trois moules (A, B et B') à l'aide de CMV® ont mis en évidence des hétérogénéités de déformation au niveau de l'apex. Ces hétérogénéités de déformation ont été observées sur tous les moules et dans les deux plans de prélèvement (TL et TS) et présentent des valeurs inférieures et supérieures à la déformation macroscopique homogène de 12%. L'hétérogénéité de déformation est à la fois à l'échelle macroscopique avec une différence de valeur de déformation moyenne entre deux champs d'une même colonne et à l'échelle microscopique au sein d'un même champ. La déformation maximale suivant la direction de sollicitation peut atteindre localement 40% (sur une base de mesure de 22 μm). Les champs de déformation

n'ont toutefois pas révélé de différence significative entre les moules, ce qui implique qu'il n'y a pas d'effet du moule, ni du traitement thermique sur l'hétérogénéité. D'autre part, la localisation de la déformation se situe à la fois dans des zones intragranulaires et intergranulaires ainsi qu'indifféremment dans des zones de gros grains ou des clusters de petits grains. Il ne semble donc pas y avoir de lien entre la taille et les orientations cristallographiques des grains et la localisation de la déformation.

La corrélation des champs de déformation avec les amorces de fissures de CSC a révélé que les sites d'amorçage étaient majoritairement situés dans des zones de déformation plus élevées que la valeur macroscopique de 12%. Cependant, il a été montré que cette localisation de la déformation ne conduisait pas systématiquement à un amorçage de fissures puisque certaines fissures se situent dans des zones plus faiblement sollicitées et certaines zones fortement déformées ne présentent pas de fissures visibles en surface

Les champs de déformation n'étant pas suffisants pour établir un critère d'amorçage de fissures de CSC dans les conditions d'essai données, une étude plus locale des contraintes et des déformations autour des joints de grains a donc été entreprise. Cette partie de l'étude a été réalisée à l'aide de simulations numériques par éléments finis de la suite Z-set® et sur des cas de joints de grains fissurés et non fissurés identifiés à partir d'observations de surface par MEB sur une éprouvette du moule B prélevée dans le sens TL. Une étude comparative des deux types de joints de grains (fissurés et non fissurés) est effectuée dans le but de déterminer des paramètres mécaniques influençant la sensibilité du joint de grains à l'amorçage de fissures de CSC.

Une loi cristalline de comportement élasto-viscoplastique de type Méric-Cailletaud a été identifiée pour les simulations numériques avec un écrouissage isotrope non linéaire et un écrouissage cinématique linéaire [Méric1991]. La géométrie choisie pour l'étude locale des contraintes au niveau du joint de grains est composée de deux grains de même taille autour d'un joint de grains qui ne présente pas de propriétés particulières. Toutefois, les orientations cristallographiques expérimentales des couples de grains étudiés ont été introduites dans le maillage des bi-cristaux. Pour cette géométrie, des hypothèses ont été établies notamment que le plan du joint de grains est normal à la sollicitation et qu'il n'y a pas d'effet de taille de grains.

Si l'application des conditions aux limites macroscopiques sur tous les bi-cristaux étudiés ne permet pas de dissocier les joints de grains fissurés de ceux qui ne le sont pas, une approche plus locale basée sur l'application des conditions aux limites expérimentales permet de mettre en évidence des différences de comportement au niveau des joints de grains avec des moyennes de contraintes normales maximales et des gradients de déformation aux joints de grains plus marqués dans le cas des joints de grains fissurés. Cependant, l'hypothèse de joint de grains perpendiculaire à la sollicitation s'avère parfois peu réaliste et limite donc notre interprétation. C'est pour cela que des prélèvements par MEB-FIB ont été réalisés sur les joints de grains étudiés. Les observations ont permis à la fois de requalifier des joints de grains non fissurés en amorces de fissure ou de fissurés, et de pouvoir recalculer les contraintes normales maximales en fonction de l'inclinaison du joint de grains. Enfin, la mise en place d'un critère liant contrainte normale maximale et différence de déformation semble être une voie à explorer, confirmant l'importance de l'énergie de cohésion du joint de grains. Toutefois, les valeurs seuils qui ont été identifiées ne prennent pas en compte l'effet de la chimie locale de l'alliage qui peut également varier suivant la nuance de l'alliage. De plus, il a été constaté précédemment que la précipitation des impuretés des moules A et B peut avoir pour effet de modifier la valeur seuil du paramètre qui est homogène à une énergie de cohésion du joint de grains (paramètre mécanique faisant intervenir la contrainte normale au joint de grains maximale avec la différence de déformation au niveau du joint de grains).

