

UNIVERSITE DE NANTES

ÉCOLE DOCTORALE

**SCIENCES ET TECHNOLOGIES
DE L'INFORMATION ET DES MATERIAUX**

Année : 2007

Thèse de Doctorat de l'Université de Nantes

Spécialité : SCIENCES DES MATÉRIAUX

Présentée et soutenue publiquement par

Florent FOURNIER DIT CHABERT

le 30 novembre 2007

à l'École polytechnique de l'université de Nantes

**RECHARGEMENT LASER D'UN SUPERALLIAGE À BASE DE
NICKEL : ÉTUDE EXPÉRIMENTALE ET MODÉLISATION DE
L'ENDOMMAGEMENT**

Jury :

M. LANDESMAN Jean-Pierre, *Professeur des Universités, Université de Nantes*

Président du jury

M. BELLET Michel, *Maître de Recherche, École des Mines de Paris*

Rapporteur

M. GROSDIDIER Thierry, *Professeur des Universités, Université de Metz*

Rapporteur

M. WOLSKI Krzysztof, *Maître de Recherche, École des Mines de Saint Étienne*

M. LE GALL René, *Professeur des Universités, Université de Nantes*

M. TANCRET Franck, *Maître de Conférences, Université de Nantes*

Co-Directeurs de Thèse : Franck TANCRET et René LE GALL

Laboratoire : Laboratoire Génie des Matériaux et Procédés Associés

Composante de rattachement des directeurs de thèse : Polytech'Nantes

N° ED 0366-341

*La théorie, c'est quand on sait tout et que rien ne fonctionne.
La pratique, c'est quand tout fonctionne et que personne ne sait pourquoi.
Ici, nous avons réuni théorie et pratique :
Rien ne fonctionne... et personne ne sait pourquoi !*

*Albert Einstein
(1879-1955)*

*Ce travail est dédié à ma famille et à ma femme,
pour leurs encouragements et
leur amour.*

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au Laboratoire Génie des Matériaux et Procédés Associés de l'École polytechnique de l'université de Nantes en collaboration avec la société SNECMA SERVICES appartenant au Groupe SAFRAN.

J'adresse mes sincères remerciements à Messieurs René LE GALL, professeur des universités à l'université de Nantes et Franck TANCRET, maître de conférences à l'université de Nantes, pour avoir dirigé mes travaux tout au long de ces trois années. J'exprime ma sincère reconnaissance pour l'aide qu'ils m'ont apportée et leur soutien.

Que Mademoiselle Justine MENUÉY et Messieurs Jean-François CASTAGNÉ et Frédéric BRAILLARD, de la société SNECMA SERVICES, soient remerciés pour leur disponibilité sans laquelle ce travail n'aurait pu être mené dans d'aussi bonnes conditions.

Je remercie tout particulièrement Monsieur Jean Pierre LANDESMAN, professeur des universités à l'université de Nantes, d'avoir accepté de présider mon jury de thèse.

Je suis également très reconnaissant envers Monsieur Michel BELLET, maître de recherche à l'école des mines de Paris, et Monsieur Thierry GROSDIDIER, professeur des universités à l'université de Metz, qui ont accepté la tâche de rapporter ce travail, ainsi que Monsieur Krzysztof WOLSKI, maître de recherche à l'école des Mines de Saint Étienne pour avoir accepté de faire partie du jury.

À Messieurs Yann BORJON-PIRON, Dominique LAFON, techniciens à Polytech'Nantes, et Frédéric CHRISTIEN, maître de conférences à l'université de Nantes, j'exprime ma sincère reconnaissance pour leur aide, leur disponibilité et leurs conseils.

Que Madame Magali PAILLARD, secrétaire au Laboratoire Génie des Matériaux et Procédés Associés, soit remerciée pour les nombreux bons de commande émis.

Pour conclure ces remerciements, je tiens à exprimer mes plus sincères remerciements à l'ensemble du personnel permanent et non permanent du laboratoire pour les années exceptionnelles que j'ai passées et pour la formidable ambiance qui y règne.

SOMMAIRE

INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 1 : GÉNÉRALITÉS ET PROBLÉMATIQUE	3
1. L' AÉRONAUTIQUE ET LES SUPERALLIAGES	3
1.1. Les turboréacteurs	3
1.2. Aubes de turbine et superalliages à base de nickel	5
1.3. Les procédés de rechargement des aubes de turbine	9
1.3.1. Le procédé SWET (Superalloy Welded at Elevated Temperature)	12
1.3.2. Le procédé de rechargement laser	14
2. LES PRINCIPALES CAUSES DE FISSURATION LORS DU SOUDAGE DES SUPERALLIAGES À BASE DE NICKEL	17
2.1. Contraintes d'origine thermique en soudage	18
2.2. Fissuration de solidification	19
2.3. Les phénomènes de « liquation »	22
2.3.1. La liquation due à la ségrégation de solidification	22
2.3.2. La liquation de particules	24
2.4. La ségrégation interfaciale d'impuretés dans les alliages à base de nickel	26
2.4.1. Les origines de la ségrégation interfaciale	26
2.4.2. La thermodynamique de la ségrégation interfaciale de solutés	27
2.4.3. La notion de cinétique de ségrégation	29
2.4.4. Effet de la température sur la ségrégation interfaciale	30
2.4.5. Les conséquences de la ségrégation interfaciale	31
3. PROBLÉMATIQUE	34
CHAPITRE 2 : MATÉRIAU, PROCÉDÉ ET MÉTHODES D'ÉTUDE	37
1. MATÉRIAU ET PROCÉDÉ	37
2. L'ÉMISSION ACOUSTIQUE (EA)	41
2.1. Principe de l'émission acoustique (EA)	41
2.2. Méthode expérimentale	43

3. LES TECHNIQUES D'ÉTUDE DES SÉGRÉGATIONS INTERFACIALES	44
3.1. La spectroscopie des électrons Auger	44
3.1.1. Principe	45
3.1.2. Application à l'étude des ségrégations interfaciales	45
3.2. La microsonde de Castaing	47
3.2.1. Principe physique de la microsonde de Castaing	47
3.2.2. Analyse quantitative	50
3.2.3. Application à l'étude des ségrégations interfaciales	51
4. LA SIMULATION NUMÉRIQUE PAR ÉLÉMENTS FINIS	55
4.1. Principe général de la résolution d'un problème physique par la méthode des éléments finis	56
4.2. La simulation avec Comsol™	59
5. LES TECHNIQUES DE MESURE DES CONTRAINTES RESIDUELLES	60
5.1. La méthode de la complaisance	61
5.2. La technique de la flèche	63
CHAPITRE 3 : ÉTUDE ET SIMULATION DE L'ENDOMMAGEMENT	65
1. LA FISSURATION AU COURS DU PROCÉDÉ DE RECHARGEMENT LASER	65
1.1. Le mode de rupture des couches de rechargement	65
1.2. Les essais d'émission acoustique	68
1.3. Identification des températures de fissuration	74
1.3.1. Modélisation thermique du procédé de rechargement laser	74
1.3.2. Modélisation de lignes de fusion	81
1.3.3. Modélisation multi-passes du procédé de rechargement laser	87
1.3.4. Simulation thermique et émission acoustique	92
1.4. Conclusion	97
2. ÉTUDE DE LA DUCTILITÉ DU RENÉ 142	97
3. ÉTUDE MÉTALLURGIQUE DES CAUSES DE LA FISSURATION DES COUCHES DE RECHARGEMENT	102
3.1. Mise en évidence de la ségrégation interfaciale du soufre	103
3.1.1. Spectroscopie des électrons Auger	103
3.1.2. Analyses chimiques de surfaces de rupture en microsonde de Castaing	105
3.1.3. Profils de concentration à travers des fissures en microsonde de Castaing	121

3.2. Conclusion de l'étude des ségrégations interfaciales.....	130
4. SIMULATION DE LA SÉGRÉGATION INTERFACIALE	130
4.1. Description générale de la simulation numérique de la ségrégation interfaciale d'impuretés	131
4.2. Validation du modèle de ségrégation interfaciale d'impureté en conditions isothermes	134
4.3. Validation du modèle de ségrégation interfaciale d'impureté en conditions anisothermes	136
4.3.1. Simulation de la ségrégation interfaciale au chauffage.....	136
4.3.2. Simulation de la ségrégation interfaciale au refroidissement.....	138
4.3.3. Simulation de la ségrégation interfaciale dans le cas d'un superalliage à base de nickel	139
4.4. Simulation de la ségrégation au cours du procédé de rechargement	141
5. ROLE DE LA CHIMIE DE L'ALLIAGE SUR LA SÉGRÉGATION INTERFACIALE	152
6. BILAN DE L'ÉTUDE DES SÉGRÉGATIONS INTERFACIALES	153
CHAPITRE 4 : ASPECTS THERMOMÉCANIQUES ET ÉTUDE PARAMÉTRIQUE DU PROCÉDÉ DE RECHARGEMENT LASER.....	155
1. LES CONTRAINTES RÉSIDUELLES	155
1.1. Mise en évidence de la présence de contraintes résiduelles au sein des rechargements	155
1.2. Modélisation des contraintes résiduelles	158
1.3. Validation du modèle mécanique.....	163
2. ÉTUDE PARAMÉTRIQUE DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES	169
3. SOLUTIONS ENVISAGÉES ET DOMAINE DE PARAMÈTRES EXPLOITABLES	178
CONCLUSION ET PERSPECTIVES	187
ANNEXE 1 : ESSAI P = 140 W, V = 250 MM.MIN⁻¹.....	197
ANNEXE 2 : ESSAI P = 140 W, V = 140 MM.MIN⁻¹.....	211

ANNEXE 3 : COMPARAISON SIMULATION 2D-3D.....	221
ANNEXE 4 : ESSAI $P = 350 \text{ W}$, $V = 300 \text{ MM.MIN}^{-1}$	225
PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS	235
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	237

INTRODUCTION

Le groupe SAFRAN est un des leaders mondiaux dans le secteur de l'aéronautique. SNECMA SERVICES, appartenant au groupe SAFRAN, réalise l'entretien et la maintenance des turboréacteurs. L'usine de Châtellerauld reçoit, entre autres, la partie turbine haute pression constituée d'un anneau de turbine sur lequel sont fixés des aubes de turbines mobiles haute pression. L'ensemble situé en sortie de chambre de combustion est fabriqué en superalliage à base de nickel. Pour des raisons économiques, si l'état général des aubes de turbines mobiles haute pression le permet, il est avantageux de procéder à leur réparation plutôt que de les remplacer. L'opération est appelée rechargement. Divers procédés de type soudage peuvent être utilisés. Ils consistent à reconstruire la géométrie du sommet de l'aube en apportant l'alliage sous forme de baguette ou de poudre fondue par une source de chaleur (arc électrique, laser...). Dans le cadre de cette thèse, le rechargement laser d'aubes de turbines fabriquées en René 142, qui est un superalliage à base de nickel de la seconde génération, à l'aide d'une poudre de composition chimique identique, est considéré. Les superalliages à base de nickel à forte teneur en phase durcissante γ' sont connus dans la bibliographie pour être difficiles à souder de par leur forte tendance à la fissuration. L'objectif de la thèse est double : identifier les origines thermomécaniques et métallurgiques de la fissuration systématique des couches de rechargement en cours de procédé, et en déduire une solution permettant de réaliser des réparations exemptes de fissures.

Le chapitre I est consacré à une revue bibliographique des mécanismes d'endommagement des pièces métalliques en superalliages à base de nickel soumises à des procédés de type soudage. Les nuances de superalliages étant très variées, les mécanismes d'endommagement le sont par conséquent eux aussi : les contraintes d'origine thermique, la fissuration de solidification, la liquation due à la ségrégation de solidification, la liquation de particules et la ségrégation interfaciale d'impureté(s).

Le chapitre suivant présente le matériau utilisé dans le cadre de la thèse (René 142), le procédé de rechargement laser ainsi que les techniques expérimentales et numériques mises en œuvre dans cette étude : émission acoustique, spectroscopie des électrons Auger, microsonde de Castaing, techniques de mesure des contraintes résiduelles, simulation numérique par éléments finis (Comsol™).

Le chapitre III est dédié à l'étude métallurgique de l'endommagement. Tout d'abord, le mode de propagation des fissures amorcées au cours du procédé de rechargement est caractérisé. La détection spatio-temporelle d'évènements acoustiques reliés au mécanisme de fissuration, effectuée à l'aide de la technique de l'émission acoustique, est couplée à une simulation numérique du procédé de réparation afin d'estimer les températures de propagation des fissures. Les résultats obtenus, associés à l'étude de la ductilité du superalliage René 142 brut de solidification, permettent d'émettre l'hypothèse de la ségrégation interfaciale du soufre comme origine de la fragilisation des couches de rechargement. Des méthodes de détection et de quantification de la ségrégation interfaciale, utilisant la microsonde de Castaing, sont mises au point. Une simulation numérique de la ségrégation interfaciale est développée pour prédire l'évolution de la ségrégation au niveau des interfaces d'un matériau soumis au procédé de réparation. Au final, une étude paramétrique est présentée pour quantifier le rôle des paramètres du procédé sur la ségrégation interfaciale.

Le dernier chapitre s'intéresse aux aspects thermomécaniques de l'endommagement avec, entre autres, une simulation numérique élastoplastique du procédé laser en configuration ligne de fusion. L'effet des paramètres du procédé sur les contraintes générées par le procédé de rechargement laser est étudié. Finalement, l'ensemble des résultats obtenus est utilisé pour proposer un domaine de paramètres exploitables pour la réalisation de réparations non fissurées.

CHAPITRE 1 : GÉNÉRALITÉS ET PROBLÉMATIQUE

1. L'AÉRONAUTIQUE ET LES SUPERALLIAGES

1.1. Les turboréacteurs

Les turboréacteurs sont constitués, schématiquement, de trois ensembles successifs :

- un compresseur qui établit un débit d'air et augmente de façon très importante la pression des gaz entrant dans la chambre de combustion,
- une chambre de combustion dans laquelle une réaction chimique est volontairement déclenchée entre l'air comprimé et le carburant (kérosène),
- une turbine, située en sortie de chambre de combustion, qui a pour rôle de créer un couple moteur à partir de la détente des gaz de combustion traversant ses éléments constitutifs. Le compresseur est actionné par la turbine par le biais de l'arbre de transmission (Figure 1).

La Figure 1 présente le schéma de principe d'un moteur civil moderne à double flux et double corps. Dans ces turboréacteurs dits à double flux, la grande dimension du premier étage du compresseur basse pression (appelé soufflante) permet l'aspiration de grandes quantités d'air. Une partie seulement de l'air pré-comprimé par la soufflante passe par la chambre de combustion et la turbine. Ce flux est appelé « flux chaud ». L'autre partie de l'air pré-comprimé, appelée « flux froid », contourne l'ensemble compresseur, chambre de combustion et turbine jusqu'à la tuyère où elle est éjectée avec les gaz chauds (Figure 1). Le flux froid permet, pour les vitesses subsoniques, d'augmenter la poussée par augmentation du débit de gaz et de réduire considérablement le niveau de bruit. De tels moteurs tirent l'essentiel de leur poussée du flux froid (80%), le flux chaud ne représentant qu'une faible part de la poussée (20%). Ces moteurs sont donc particulièrement adaptés à l'aviation civile et aux vitesses subsoniques. Dans les turboréacteurs modernes, afin d'accroître le rendement du moteur, le compresseur a été divisé en deux parties successives, à basse et haute pression, actionnées par deux turbines successives haute et basse pression (Figure 1). On parle alors de turboréacteur double corps. La vitesse de rotation des deux corps est différente, nécessitant deux arbres concentriques (Figure 1).

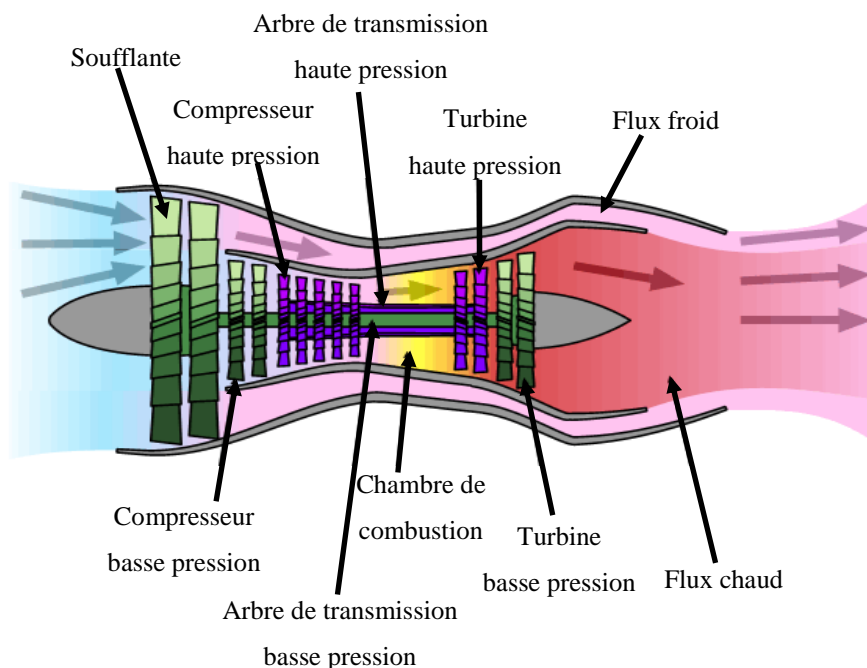


Figure 1 : Schéma de principe d'un turboréacteur moderne double flux, double corps.

(Source : Wikipedia, <http://fr.wikipedia.org/wiki/Accueil>)

Le développement des turboréacteurs reste de nos jours un enjeu considérable. Au fil des décennies, de nombreux progrès ont permis, entre autres, d'augmenter le rendement η du cycle de Carnot de la turbomachine donné par $\eta=1-T_{\text{ext}}/T_{\text{int}}$, avec T_{ext} la température absolue de sortie de la turbine et T_{int} la température absolue d'admission de la turbine. Il apparaît qu'une augmentation de l'écart entre ces deux températures est nécessaire pour améliorer le rendement du moteur. En 50 ans, la température d'admission des turbines est passée de 550°C dans les années 1940 à plus de 1400°C dans les années 1990, permettant d'atteindre des rendements de nos jours supérieurs à 40% [Schlachter'90]. De nombreuses études portent toujours sur l'augmentation de la température d'admission de la turbine. En effet, la température au sein de la chambre de combustion dépassant les 2000°C, l'utilisation de telles températures en entrée de la turbine autoriserait un accroissement très important du rendement des turbomachines. Toutefois, de nombreuses limitations apparaissent pour cette partie critique du turboréacteur, notamment en termes de matériaux.

1.2. Aubes de turbine et superalliages à base de nickel

Le développement des turboréacteurs durant le siècle dernier a été possible grâce à la maîtrise des matériaux utilisés tout au long de la conduite des gaz au sein des moteurs. L'évolution de la température et de la pression en fonction de la position, dans le turboréacteur, est présentée sur la Figure 2. Il apparaît clairement que le choix d'un matériau est totalement conditionné par l'environnement auquel il est soumis. Les faibles températures dans la partie compresseur justifient l'utilisation d'alliages légers à base de titane. À l'inverse, la présence de gaz de combustion très oxydants, sous haute pression, à des températures de l'ordre de 1500°C en sortie de chambre de combustion (Figure 2), nécessite l'utilisation de matériaux aux propriétés thermomécaniques bien supérieures : les superalliages à base de nickel.

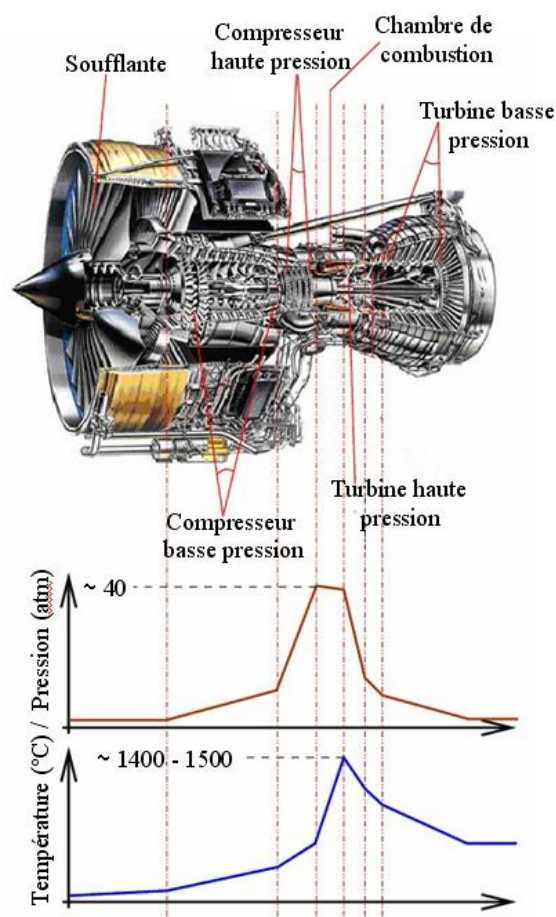


Figure 2 : Évolutions de la température et de la pression en fonction de la position dans un moteur double flux et double corps- Image du moteur Trent 800 de Rolls-Royce.

(Source : Présentation de Michael Cervenka, Assistant technique du directeur Engineering & Technology, Rolls-Royce, www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/mphil/Trent1.ppt)

Le module de turbine haute pression du turboréacteur est constitué d'un disque de turbine sur lequel sont fixées des ailettes ou aubes de turbine mobiles haute pression (MHP) (Figure 3).

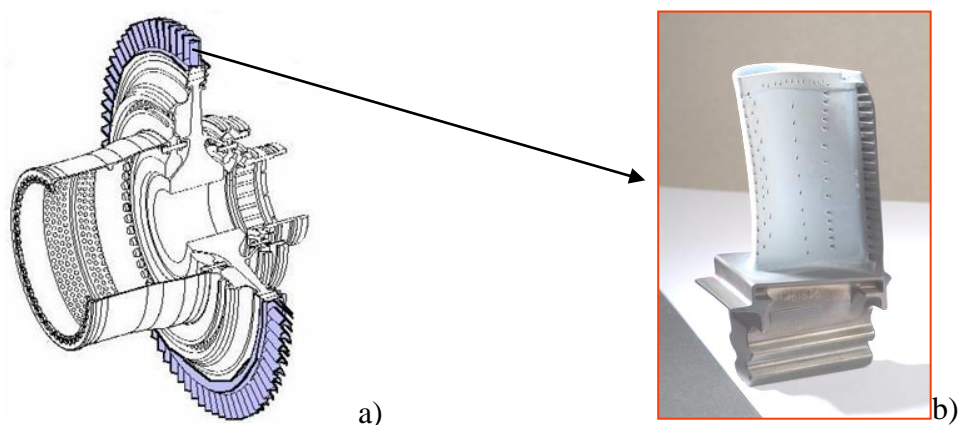


Figure 3 : a) Module de turbine haute pression. b) Aube de turbine mobile haute pression.

(Source : SNECMA SERVICES)

Ces dernières sont creuses (Figure 4), pour faciliter la circulation d'air de refroidissement en vol. L'intérieur est renforcé par des raidisseurs. L'épaisseur de la peau est de l'ordre de 800 μm .

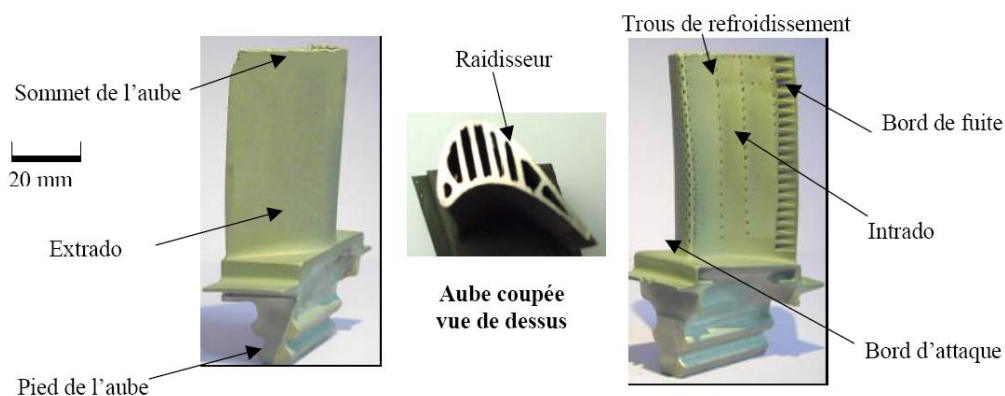


Figure 4 : Description d'une aube de turbine mobile haute pression (MHP).

(Source : SNECMA SERVICES)

Intervenant en sortie de chambre de combustion, partie extrêmement critique en termes de sollicitations thermomécaniques et chimiques, le module de turbine haute pression est entièrement fabriqué en superalliage à base de nickel hautement réfractaire. Dans le cadre de cette thèse, le superalliage à base de nickel appelé René 142 est utilisé. Il sera décrit dans la seconde partie du mémoire. De façon générale, les superalliages à base de nickel sont

constitués d'une matrice austénitique riche en nickel, appelée phase γ , contenant un pourcentage élevé d'éléments en solution solide et d'une fraction volumique importante, pouvant atteindre 0,7 dans les alliages de dernière génération, de précipités d'une phase intermétallique de type Ni_3Al , appelée phase γ' .

La phase γ a une structure cubique à faces centrées (CFC). Lors de la solidification, cette dernière précipite, à partir du liquide, sous forme d'un réseau dendritique dont la croissance des branches se développe selon les six directions $[100]$ du système cubique. Les orientations des six directions de croissance des branches sont indépendantes d'une dendrite à l'autre. La microstructure obtenue dépend des conditions de solidification [Gandin'94]. Pour les vitesses de refroidissement élevées, les dendrites croissent en adoptant une des directions de solidification préférentielle $[100]$, dite primaire, autour de laquelle se développent des branches secondaires. Les dendrites possèdent alors une forme allongée dite colonnaire, plus ou moins alignée dans la direction du gradient thermique [Gandin'94]. Le terme de solidification dirigée est utilisé dans ce cas. À l'inverse, pour les faibles vitesses de refroidissement, il n'existe pas de direction préférentielle de croissance par rapport au gradient thermique [Gandin'94]. Les dendrites possèdent des structures de taille relativement isotrope. La microstructure est alors qualifiée d'équiaxe.

Les précipités intermétalliques, de structure cubique simple de type $L1_2$, composent la phase γ' (Figure 5).

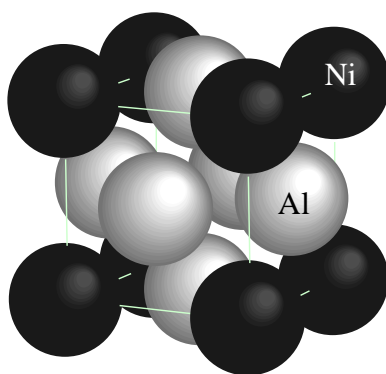


Figure 5 : Structure cubique simple de type $L1_2$ de la phase γ' .

La précipitation de la phase γ' intervient en phase solide, à une température appelée solvus de la phase γ' . Le faible désaccord paramétrique entre les deux phases γ et γ' , généralement compris entre 0 et 0,2% suivant la composition chimique de l'alliage, permet une précipitation cohérente de la phase γ' au sein de la phase γ . Bien que la structure de ces

alliages puisse être décrite assez simplement, leur composition chimique est en général très complexe et a évolué de façon importante d'une génération de superalliages à l'autre. Il est en effet fréquent de retrouver des systèmes à dix constituants ou plus. Les excellentes propriétés mécaniques des superalliages à base de nickel proviennent, d'une part, de la précipitation de la phase γ' au sein de la phase γ qui renforce la microstructure de l'alliage et, d'autre part, de la stabilité de la phase γ' à haute température [Royer'98][Stepanova'99]. Les dislocations doivent en effet, pour se déplacer, contourner ou cisailer les particules de γ' .

Dans le cadre des applications aéronautiques, la résistance au fluage des superalliages à base de nickel est fortement augmentée par l'ajout d'éléments tels que le rhénium, l'hafnium, le tungstène et le molybdène qui contribuent au durcissement de la matrice par effet de solution solide [Rae'01]. Le tungstène contribue aussi au durcissement de la phase γ' par effet de solution solide. L'ajout de tantale a quant à lui un objectif double : durcir la phase γ' par effet de solution solide et stabiliser cette dernière à haute température [Milhet Gayraud'94]. Les éléments tungstène et tantale interviennent alors comme éléments de substitution de l'aluminium au sein de la phase γ' . Toutefois, l'ajout de quantités importantes d'éléments réfractaires favorise la précipitation de phases topologiquement compactes (TCP) telles que les phases dites σ , μ , Laves, P et R [Rae'01][Pessah'92][Simonetti'98]. Leurs structures cristallographiques sont relativement complexes mais consistent en un empilement de couches pseudo-hexagonales d'atomes avec des sites atomiques possédant une coordinance élevée [Sinha'72]. Les plans compacts d'atomes sont séparés par une distance interatomique relativement grande pouvant dépasser les 10 Å. Entre deux plans compacts sont présents des atomes de taille importante, typiquement les éléments réfractaires cités précédemment [Rae'01]. Contrairement aux phases TCP, la phase γ' est compacte dans toutes les directions de l'espace lui conférant le nom de phase géométriquement compacte (GCP). L'effet néfaste de la présence de phases TCP sur la ductilité et la tenue au fluage des superalliages à base de nickel a été décrit dans la bibliographie. Il s'explique tout d'abord par l'appauvrissement important de la matrice en éléments durcissants qui ne jouent donc plus leur rôle de durcissement par solution solide [Rae'01]. En outre, la précipitation des phases TCP à haute température est fréquemment associée à la formation de cavités qui peuvent alors devenir sites d'initiations de fissures [Rae'00][Cox'00]. Un des moyens de lutter contre la précipitation de telles phases est d'augmenter la solubilité des éléments durcissants. Dans ce but, le pourcentage massique de cobalt a lui aussi été augmenté au fil des générations de superalliages [Milhet Gayraud'94].

Un autre moyen d'augmenter la résistance au fluage des superalliages à base de nickel est de réduire voire d'éliminer le phénomène de glissement des joints de grains qui est l'un des mécanismes de déformation par fluage des matériaux polycristallins. L'élimination de joints de grains perpendiculaires à la direction de sollicitation a permis des progrès considérables en ce qui concerne les performances et le rendement des turbomachines [Wagner'04]. De nos jours, les superalliages utilisés pour la fabrication des aubes de turbines ont une microstructure monocristalline ou à solidification dirigée.

La résistance à l'oxydation à haute température est quant à elle assurée, entre autres, par la présence de chrome et d'aluminium, qui permettent la formation d'une couche d'oxyde protectrice en surface. Il est important de préciser qu'en ce qui concerne les applications aéronautiques et tout particulièrement les aubes de turbine situées en sortie de chambre de combustion, la présence de barrières thermiques déposées par Dépôt Physique en Phase Vapeur (PVD) ou Dépôt Chimique en Phase Vapeur (CVD) assure, d'une part, une protection extrêmement efficace contre la corrosion et, d'autre part, une diminution importante de la température de fonctionnement du superalliage à base de nickel [Yu'06]. En effet, si les températures des gaz de combustion dépassent les 1500°C, la température de fonctionnement du superalliage à base de nickel se situe aux alentours de 900°C.

Le développement de nouveaux alliages plus résistants à ces environnements extrêmes, de géométries autorisant un meilleur refroidissement des pièces ainsi que l'ajout de barrières thermiques permettant un fonctionnement des pièces à plus hautes températures sont diverses solutions aux problèmes matériaux rencontrés pour augmenter le rendement η des turboréacteurs (paragraphe 1.1).

1.3. Les procédés de rechargement des aubes de turbine

Afin d'assurer une bonne étanchéité et d'éviter des pertes de flux, les aubes de turbine haute pression sont en contact avec la face intérieure de l'anneau de turbine, appelé « shroud ». Ce frottement entraîne une usure du sommet et génère des criques réparties de façon aléatoire. En fonctionnement, les ailettes subissent des contraintes importantes en raison des vitesses de rotation élevées (15000 tours/min) et, étant situées à quelques centimètres de la chambre de combustion, des températures de l'ordre de 900°C. La conséquence directe sur les MHP est le fluage et le vrillage des pièces.

Suivant l'endommagement de la pièce, la réparation de l'aube peut être envisagée. En effet, le coût de fabrication de ces pièces monocristallines ou à solidification dirigée, de l'ordre de 5000 euros par pièce, ajouté au nombre important d'aubes qui constituent la turbine haute pression (80 pour un moteur CFM-56) est tel qu'il est économiquement plus rentable de les réparer que de les remplacer. Suivant le type de réparation de l'aube de turbine mobile haute pression effectué, le coût n'excède pas les 1500 euros. Afin de procéder à la réparation de l'aube, la barrière thermique est tout d'abord retirée, le sommet usé de l'aube tronçonné puis les criques ouvertes (Figure 6).

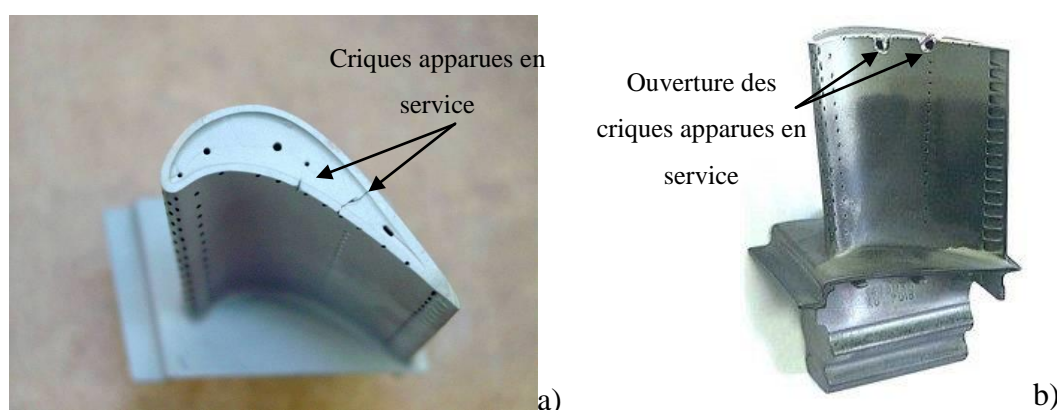


Figure 6 : a) *Criques apparues en service : observation faite après tronçonnage du sommet de l'aube.* b) *Ouverture des criques.* (Source : SNECMA SERVICES)

Dans un second temps, les criques sont rebouchées puis la géométrie du sommet de la pièce reconstruite. Ces deux étapes sont réalisées à l'aide d'un procédé de réparation appelé *rechargement*. Au cours de cet exposé, seule la reconstruction du sommet de l'aube sera traitée. La réparation des criques par rechargement ne sera pas abordée dans cette étude. Le rechargement consiste, à l'aide d'un procédé de type soudage, à apporter localement de la matière fondue au niveau de la surface du sommet de l'aube. Le métal d'apport est injecté dans la source de chaleur sous forme de poudre ou de baguette. La source de chaleur a un double rôle qui est, d'une part, de fondre le métal d'apport et, d'autre part, de réaliser une légère fusion du substrat afin d'obtenir une continuité chimique et donc une bonne tenue mécanique de l'ensemble dépôt/substrat (Figure 7). La hauteur déposée et la largeur du cordon dépendent des paramètres du procédé tels que la puissance et la vitesse de déplacement de la source de chaleur.

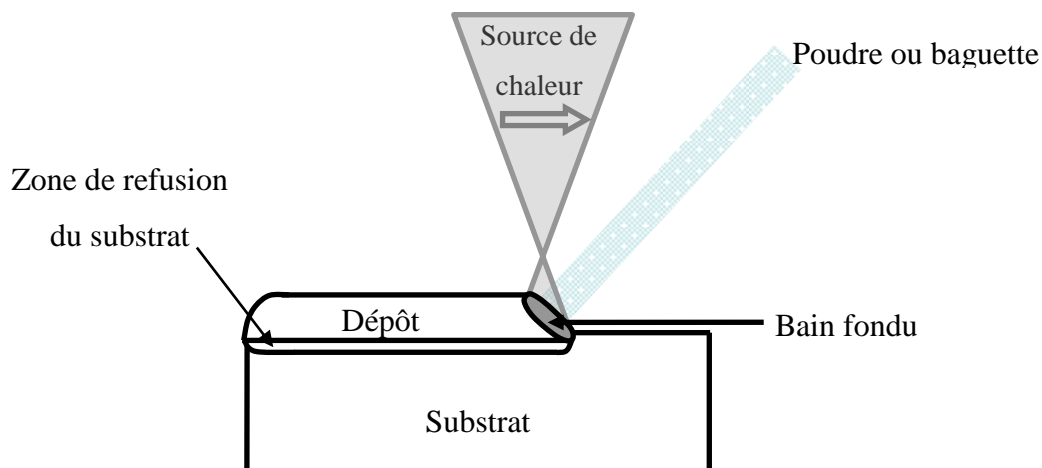


Figure 7 : Schéma de principe du procédé de rechargement.

La reconstruction du sommet de la pièce ou réhausse s'effectue en plusieurs étapes ou *passes de rechargement*. Au cours d'une *passé de rechargement*, la source de chaleur suit le contour complet du sommet de l'aube (Figure 8a) conduisant, au final, au dépôt d'une couche de rechargement. La reconstruction totale du sommet de la pièce intervient par dépôts successifs de plusieurs *couches de rechargement* (Figure 8b). Le procédé de réparation est donc un procédé multi-passes.

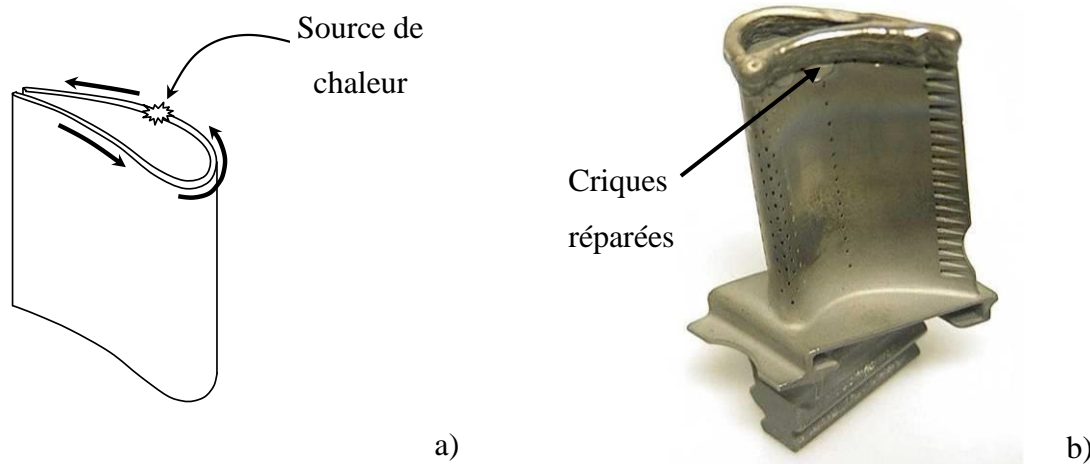


Figure 8 : a) Représentation de la trajectoire de la source de chaleur au cours du procédé de rechargement. b) Aube réparée à l'aide d'un procédé de rechargement.

(Source : SNECMA SERVICES)

La condition d'acceptation de la réhausse est une largeur de cordon supérieure à 1,5 mm et une hauteur de réhausse supérieure à 5 mm. Un usinage final permet d'obtenir une réhausse

aux cotes à savoir une épaisseur de 1 mm sur une hauteur de 5 mm, (Figure 9). Nous allons décrire plus en détail les deux procédés suivants :

- Le procédé actuellement utilisé par SNECMA SERVICES pour le rechargement des aubes de turbine haute pression,
- Le procédé que SNECMA SERVICES souhaite développer pour le rechargement des aubes de turbine haute pression, objet de la présente étude.



Figure 9 : *Aube de turbine haute pression après réparation et usinage final.*

(Source : SNECMA SERVICES)

1.3.1. Le procédé SWET (Superalloy Welded at Elevated Temperature)

Actuellement, au sein de l'entreprise SNECMA SERVICES, la réparation des aubes de turbine est effectuée à l'aide d'un procédé micro-plasma manuel, appelé SWET. D'un point de vue pratique, le soudage plasma dérive du procédé TIG. Les initiales TIG proviennent de l'appellation anglaise du procédé « Tungsten Inert Gas ». Il utilise, comme source de chaleur, un arc jaillissant entre une électrode non fusible en tungstène et la pièce à souder (Figure 10a). L'arc électrique est produit par le passage du courant dans le gaz de protection ionisé ; il s'établit entre la pointe de l'électrode et la pièce à souder. La chaleur générée par l'arc porte le métal à fusion. Une fois le bain de fusion établi, la torche est déplacée le long du joint pour réaliser la soudure. Un gaz de protection inerte (argon, hélium ou un mélange des deux) est amené autour de l'électrode et sur le bain de fusion ; il favorise l'amorçage et la stabilité de l'arc, tout en créant une atmosphère inerte qui protège l'électrode et le bain de fusion du contact avec l'oxygène de l'air. Si du métal d'apport est nécessaire, il est apporté dans le bain de fusion, à l'avant de l'arc.

En soudage plasma, l'arc électrique est en fait un arc TIG concentré sur son axe par une buse présentant un orifice calibré disposé comme l'indique la Figure 10b, et alimentée par un débit de gaz inerte. Dans le domaine du soudage et des techniques connexes, l'usage a retenu et imposé l'expression plasma d'arc ou plus simplement le terme plasma pour désigner l'arc électrique confiné. Ce gaz central ou gaz plasmagène est cependant insuffisant pour assurer la protection de la soudure. Celle-ci est complétée par un gaz de protection entourant la buse d'amenée du gaz plasmagène.

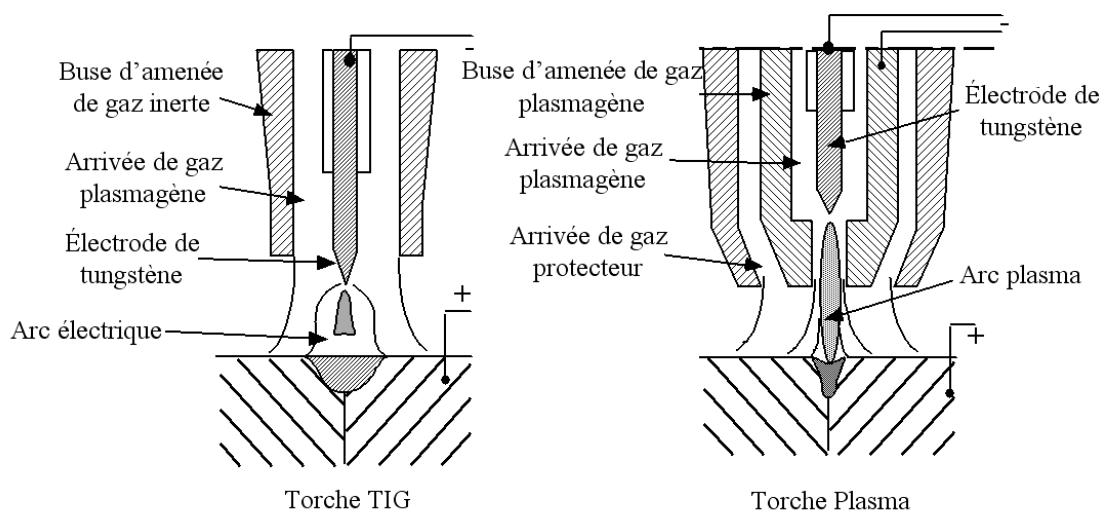


Figure 10 : Comparaison d'une torche TIG et d'une torche plasma.

(Source : Polycopié de cours Soudage Plasma, Polytech'Nantes, Pascal Paillard)

Lorsqu'un arc est amorcé entre l'électrode en tungstène et la pièce (arc transféré) ou entre l'électrode et la buse (arc non transféré), cette buse a deux fonctions particulières :

- ✓ son effet de paroi froide donne lieu à la constriction de la masse de gaz ionisé le long de l'axe,
- ✓ son orifice transforme l'écoulement gazeux en un véritable jet favorisant la formation d'un arc doté d'une grande densité par rapport à l'électrode.

Le générateur à courant continu d'une installation de soudage au plasma, bien que comparable à celui d'une installation TIG, a des tensions à vide et en fonctionnement plus élevées. En effet, la tension d'arc plasmagène est supérieure à celle d'un arc TIG. Elle nécessite des tensions de générateur pouvant atteindre 150 V. Une opération de soudage plasma se déroule de la même manière que celle en TIG, c'est à dire soit manuellement, soit automatiquement avec ou sans métal d'apport. Le courant de soudage le plus employé est le courant continu,

avec une polarité moins à une électrode en tungstène thorié, et un mode transféré. Le courant de soudage peut ainsi être réglé entre 0,1 et 500 A. Les désignations habituelles sont les suivantes :

- ✓ 0,1 à 10 A : microplasma,
- ✓ 10 à 50 A : miniplasma,
- ✓ 50 à 500 A : plasma

Pour des courants de soudage supérieurs à 100 A, l'emploi manuel du plasma devient difficile et le procédé s'applique de façon automatique.

Le procédé micro-plasma manuel, SWET, consiste à préchauffer par induction, à 750°C, le sommet de l'ailette et à « recharger » le sommet de l'aube par soudage micro-plasma avec métal d'apport. L'apport de matière est effectué à l'aide de baguettes de superalliage à base de nickel. Le préchauffage de la pièce est nécessaire en raison de la sensibilité à la fissuration du matériau. En effet, de nombreuses études ont mis en évidence une forte tendance à la fissuration au cours des procédés de soudage des superalliages à base de nickel et en particulier des superalliages hautement réfractaires utilisés en aéronautique. Les origines de la fissuration sont nombreuses et seront détaillées dans le paragraphe suivant. Il semblerait que dans le cas du procédé SWET, le préchauffage de la pièce permette de diminuer considérablement la tendance à la fissuration des superalliages utilisés. Ce mode de réparation est très délicat et contraignant car il demande une très grande dextérité au soudeur qui opère manuellement sur des pièces chauffées à 750°C. De ce fait, il ne permet d'atteindre ni des vitesses de soudage élevées ni une reproductibilité optimale. Les temps de cycle (~ 20 min par ailette) et les taux de retouche varient fortement d'un opérateur à l'autre. En effet, l'opération étant manuelle, chaque soudeur a développé une technique qui lui est propre. Enfin, le procédé SWET produit des cordons d'épaisseurs bien supérieures au millimètre et demi désiré (Figure 8b). Une importante opération d'usinage est donc nécessaire pour obtenir les cotes souhaitées.

1.3.2. Le procédé de rechargement laser

La mise en place d'un mode opératoire robuste et reproductible est un point essentiel pour diminuer, d'une part, le temps de réparation d'une aube et, d'autre part, les taux de rebuts et de retouche. Pour cela, SNECMA SERVICES souhaite développer un nouveau procédé de réparation appelé *rechargement laser*. Au cours du procédé de rechargement laser, le métal

d'apport est apporté sous forme de poudre fondue par un laser défocalisé sur la surface de la pièce.

Le mot LASER signifie en anglais : *Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*, c'est-à-dire : *Amplification de Lumière par Émission Stimulée de Radiation*. Tout laser comprend les éléments suivants : un milieu émetteur, une excitation et une amplification (résonateur optique). La Figure 11 présente le schéma de principe de fonctionnement d'un laser.

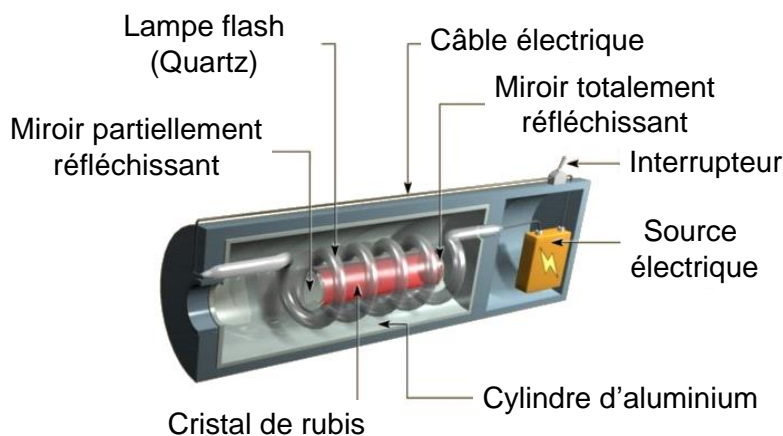


Figure 11 : Schéma de principe du fonctionnement d'un laser. Coupe d'un laser rubis.
(Source : Wikipédia)

Plusieurs types de milieux émetteurs peuvent être utilisés pour le soudage, tels que les milieux émetteurs solides et les sources laser à gaz. Pour les sources laser à gaz, dans le cadre d'applications à forte densité d'énergie comme pour le soudage, les sources laser CO₂ à régime de fonctionnement continu émettant à une longueur d'onde de 10,6 μm sont principalement utilisées. Les lasers à solide utilisent des cristaux ou des verres comme milieu d'émission des photons. Le cristal ou le verre constitue la matrice et doit être dopé par un ion. Pour les applications telles que le soudage, les lasers Nd-YAG possédant une longueur d'onde de 1,06 μm sont les plus connus. Les ions actifs (Nd³⁺) sont localisés au sein d'une matrice YAG : un grenat d'aluminium et d'yttrium.

L'excitation du milieu émetteur vers un état « n' » au moyen d'une source d'énergie extérieure (lampe flash par exemple) est appelée « pompage ». Ces atomes peuvent alors se désexciter vers un état « n », en émettant des photons de fréquence autour de $\omega_{nn'}$.

Ainsi un rayonnement de fréquence $\omega \sim \omega_{nn'}$ passant à travers ce milieu émetteur peut être amplifié (de nouveaux photons sont émis en phase) par un processus d'origine quantique

appelé émission stimulée. Ce processus produit l'amplification de la lumière et une parfaite cohérence de la lumière laser. Notons que le rayonnement peut également être absorbé : il n'y aura amplification que si les atomes sont plus nombreux à être dans l'état « n' » (susceptible d'émettre) que dans l'état « n » (susceptible d'absorber). Il est donc nécessaire d'avoir une « inversion de population ». Deux miroirs situés aux extrémités du laser se réfléchissent les photons émis. La lumière se densifie à chaque parcours. L'un des deux miroirs est semi-réfléchissant, ce qui permet à une fraction de la lumière d'être relâchée à chaque aller-retour.

Au cours du procédé de réparation, le déplacement du laser s'effectue de façon automatisée le long d'une trajectoire représentant le contour de l'aube, définie par l'opérateur. Une fois les paramètres du procédé optimisés, la réparation deviendrait totalement automatisée et ne nécessiterait donc plus l'intervention directe d'un opérateur externe. La reproductibilité de l'opération deviendrait donc optimale. Par ailleurs, dans le cadre d'un procédé automatisé de rechargement laser, un des objectifs de SNECMA SERVICES est de mettre fin au préchauffage de la pièce (750°C). En effet, travailler sur des pièces chauffées (750°C) complique de façon importante l'opération de soudage. Par ailleurs, la qualité des cordons en soudage laser est très supérieure à celle obtenue par le procédé SWET. Une épaisseur de cordon voisine de 1,5 mm peut être directement obtenue ce qui permet de diminuer de façon importante les étapes d'usinage *a posteriori*. Toutefois, la très forte sensibilité à la fissuration des superalliages à base de nickel utilisés est un frein majeur au développement et à la mise en production de ce nouveau procédé de réparation. Il s'avère en effet que, sans préchauffage de la pièce, quels que soient les paramètres du procédé utilisés lors des tests préliminaires, les rechargements présentent de nombreuses fissures apparaissant essentiellement pendant la réparation (Figure 12).

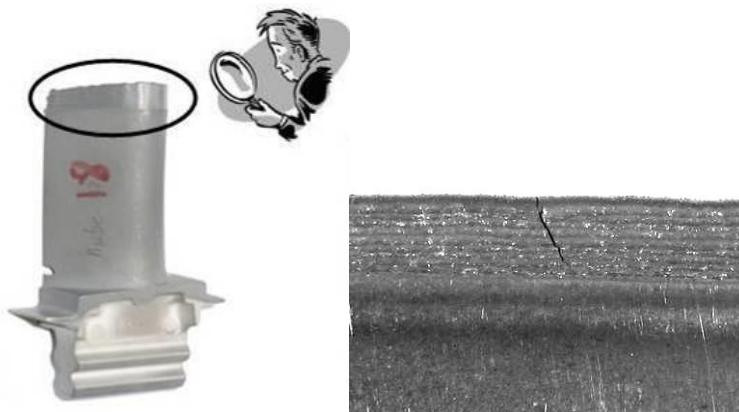


Figure 12 : Exemple de fissure apparaissant au cours du procédé de rechargement laser.

(Source : SNECMA SERVICES)

2. LES PRINCIPALES CAUSES DE FISSURATION LORS DU SOUDAGE DES SUPERALLIAGES À BASE DE NICKEL

La fissuration systématique des couches de rechargement, le plus souvent au cours du procédé de réparation, a motivé une étude bibliographique afin d'identifier les origines possibles de la fragilisation. La difficulté de ce travail réside, tout d'abord, dans la rareté des informations concernant les matériaux utilisés pour les applications haute température en aéronautique, et notamment le René 142. Les études métallurgiques documentées dans la littérature concernent davantage des alliages tels que l'Inconel 738 ou 718... Il est important de souligner que les sensibilités à la fissuration et les mécanismes de fragilisation des différents matériaux, au cours des procédés de soudage, diffèrent d'un alliage à l'autre ainsi que d'une génération de superalliages à l'autre. La difficulté réside aussi dans le peu d'informations concernant les problèmes de fissuration au cours du procédé de rechargement laser. En effet, ce procédé de type soudage a fait l'objet de peu de publications même si dans l'aéronautique, par exemple, depuis plusieurs années, ce procédé de réparation est étudié pour les nombreux avantages cités au cours de la partie précédente. En résumé, l'étude bibliographique présentée ci-dessous a pour objectif de recenser, de façon générale, les mécanismes de fissuration des superalliages au cours de procédés de type soudage. Nous verrons donc que les mécanismes d'endommagement peuvent être, par conséquent, très variés. Les superalliages à précipitation durcissante qui contiennent une importante concentration d'aluminium et de titane (> 6 wt.%) sont généralement considérés comme difficiles à souder à cause de la forte tendance à la

microfissuration, dans la zone affectée thermiquement (ZAT) du métal de base [Thompson'86]. La fissuration, pendant le soudage, a souvent été attribuée à l'importante variation de contrainte générée lors de la précipitation rapide de la phase γ' , au cours du refroidissement [Haafkens'82]. Dans la bibliographie, nous pouvons recenser plusieurs autres origines possibles à la microfissuration.

2.1. Contraintes d'origine thermique en soudage

Le soudage par fusion consiste à produire, au moyen d'une source de chaleur superficielle et ponctuelle, la fusion locale de la pièce avec ou non l'utilisation de métal d'apport. L'opération se poursuit par déplacement de la source de chaleur le long du joint à souder. Au cours des procédés de soudage, chaque point au voisinage de la zone soudée subit un cycle thermique qui lui est propre, correspondant tout d'abord à un échauffement plus ou moins rapide jusqu'à la fusion ou jusqu'à un maximum moins élevé, suivi d'un refroidissement plus lent. La zone où le maximum de température dépasse le point de fusion de l'alliage est appelée *bain fondu*. La zone restée à l'état solide tout au long du procédé de soudage, au voisinage du bain fondu, et qui est le siège de transformations métallurgiques induites par la présence de températures élevées, est appelée *zone affectée thermiquement (ZAT)*. De façon générale, les procédés de soudage entraînent de fortes hétérogénéités de température au sein de la pièce. Il en résulte une dilatation différentielle au sein du matériau, qui génère des incompatibilités de déformations conduisant à des champs de contraintes et de distorsions [Withers'01][Silva'07][Kou'03]. Si au cours du procédé de soudage les contraintes générées dépassent localement la limite d'élasticité du matériau, il s'ensuit une plastification de la matière et l'établissement de contraintes résiduelles après retour à la température ambiante. Le niveau des contraintes résiduelles dépend alors de nombreux facteurs tels que le procédé de soudage considéré, le bridage de la pièce, mais surtout les propriétés thermomécaniques du matériau telles que sa limite d'élasticité. La prise en compte des contraintes résiduelles est nécessaire que ce soit au cours du procédé de soudage ou pour les applications ultérieures de la pièce. Tout d'abord, au cours du procédé de soudage, une rupture au niveau du cordon de soudure est possible si les contraintes résiduelles sont trop élevées. Très souvent, la fissuration trouve son origine dans une fragilisation locale du matériau couplée à la présence de contraintes résiduelles importantes, toutes deux induites par le procédé de soudage. Les causes possibles de fragilisation locale du matériau sont étudiées ci après. Dans bien des cas,

réduire le niveau des contraintes résiduelles peut être suffisant pour éliminer la fissuration au cours du procédé de soudage. Par ailleurs, avant de mettre en service une pièce, il est parfois nécessaire de connaître l'état de contraintes résiduelles au sein de joints soudés. En effet, la tenue mécanique d'un joint soudé, et notamment la tenue en fatigue, est fortement affectée par la présence de contraintes résiduelles [Nguyen'95]. En outre, la présence de contraintes résiduelles peut entraîner la formation de défauts tels que des microfissures, diminuant de façon importante la durée de vie de la pièce *via* une rupture prématurée. Enfin, la présence de contraintes résiduelles au sein d'une pièce peut entraîner de fortes distorsions résiduelles dépassant les tolérances dimensionnelles.

2.2. Fissuration de solidification

Au cours du processus de solidification d'un alliage, la zone pâteuse est la région située entre le solide (fraction de solide $f_s=1$) et le liquide (fraction de solide $f_s=0$). La température est donc comprise entre le liquidus de l'alliage T_L et le solidus T_S (Figure 13).

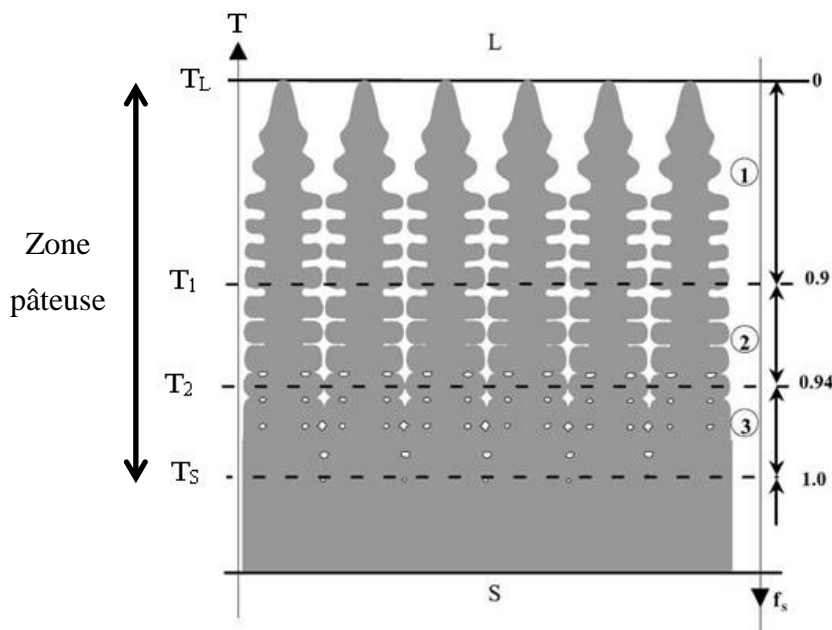


Figure 13 : Description du processus de solidification d'un alliage. Schématisation de la zone pâteuse [Wang'04].

L'axe des ordonnées situé à gauche de la Figure 13 représente la température et celui de droite la fraction de solide. La zone pâteuse peut se décomposer en trois régions. La première, dont

la température est comprise entre T_L et T_1 est constituée de grandes quantités de liquide et d'une proportion de phase solide f_s inférieure à 0,9. Lors du refroidissement et de la solidification, les déformations générées au sein du matériau sont accommodées par l'apport permanent de liquide. Au sein de la seconde région dont la température est comprise entre T_1 et T_2 , la fraction volumique de liquide restante, de l'ordre de 6 à 10%, se présente sous forme de films liquides continus aux interfaces entre les dendrites solidifiées. Cette région constitue une zone critique puisque la tenue mécanique des joints interdendritiques est nulle. En outre, l'apport de liquide est difficile et ne permet pas toujours de « ré-alimenter » les défauts ou criques formés. Sous l'action de déformations, une décohésion des joints interdendritiques est possible pouvant entraîner une rupture du matériau. Ce mécanisme d'endommagement intervenant durant les dernières étapes de la solidification est appelé fissuration de solidification [Zhang'03][Wang'04][Zhou'05]. Au niveau de la troisième région dont la température est comprise entre T_2 et T_S , la coalescence des dendrites se produit, isolant le liquide restant sous forme de petites gouttes piégées dans le solide. Il n'existe plus de films liquides continus au niveau des interfaces. Les propriétés mécaniques de l'alliage se rapprochent de celles de l'alliage solidifié. Notamment, les déformations générées par le procédé de soudage peuvent être accommodées par la capacité du matériau à se déformer plastiquement.

Plusieurs explications ont été avancées concernant l'origine de la fissuration de solidification. Le premier critère énoncé est relié à l'intervalle de température de solidification. Plus celui-ci est grand, plus l'alliage est sensible à la fissuration de solidification [Campbell'91]. Pour Feurer *et al.*, la fissuration de solidification est contrôlée par la formation de défauts tels que des pores, ce mécanisme étant directement relié aux retraits locaux de matière [Feurer'76]. Clyne *et al.* ont corrélé la sensibilité à la fissuration de solidification avec la durée d'existence de la zone critique [Clyne'81]. La fissuration de solidification étant plus ou moins reliée à la difficulté qu'ont les bras de dendrites à coalescer, Rappaz *et al.* ont proposé, plus récemment, un modèle permettant de déterminer la température à partir de laquelle un solide cohérent est formé, c'est-à-dire un solide capable de se déformer et d'accommoder les déformations. Un critère est développé pour la coalescence de dendrites au sein d'un même grain ou entre deux grains (1) [Rappaz'03][Wang'04].

$$(1) \quad \Delta T = \frac{\gamma_{GB} - 2\gamma_{SL}}{\Delta S_f \delta}$$

avec γ_{GB} l'énergie du joint de grain, γ_{SL} l'énergie de l'interface solide/liquide, ΔS_f l'entropie de fusion et δ l'épaisseur d'une interface solide/liquide isolée. Ainsi si $\gamma_{GB} < 2\gamma_{SL}$, le film liquide est instable et la coalescence intervient dès que deux interfaces solide/liquide sont situées à une distance de l'ordre de δ . Cette situation qualifiée d'attractive est typique si les bras de dendrites en question appartiennent au même grain. Dans le cas inverse, si $\gamma_{GB} > 2\gamma_{SL}$, le film liquide est stable et les deux interfaces solide/liquide se repoussent. Le film liquide persiste jusqu'à que la surfusion dépasse ΔT . Cette situation qualifiée de répulsive intervient si les bras de dendrites en question appartiennent à deux grains différents (Figure 14). Ainsi comme le montre la Figure 14, la coalescence des bras de dendrites intervient à une température beaucoup plus basse entre deux grains différents.

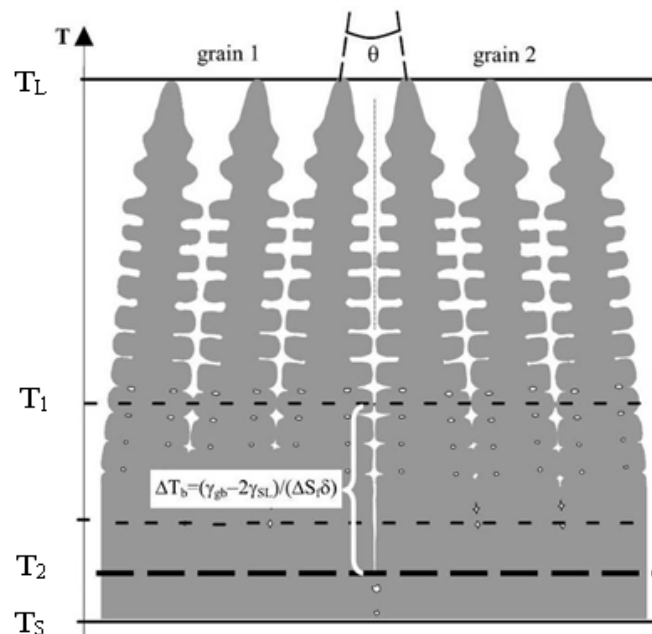


Figure 14 : Schématisation de la surfusion se produisant à l'interface entre deux grains différents [Wang'04].

La situation à $\Delta T=0$, qualifiée de neutre, correspond à une coalescence des dendrites sans surfusion. Dans un solide contraint, la déformation est concentrée aux régions où les films liquides sont présents [Wang'04]. En effet, dans un grain, la déformation moyenne est distribuée sur une multitude de joints interdendritiques liquides qui ont, juste avant la coalescence, une épaisseur de l'ordre de l'interface solide/liquide ($\delta \sim 1$ nm). Le facteur de localisation de la déformation pour un tel cristal, donné par λ/δ avec λ l'espace entre deux bras de dendrites primaires (environ $5 \mu\text{m}$ dans le cas d'un soudage laser), vaut alors

5000. Si la localisation de la contrainte s'effectue sur des joints interdendritiques liquides, entre deux grains différents contenant chacun au moins une centaine de dendrites coalescées, alors le facteur de localisation de la déformation est beaucoup plus important : de l'ordre de 500 000. Cela explique que la fissuration de solidification est un mécanisme se produisant préférentiellement à l'interface entre deux grains différents.

La coalescence étant aussi influencée par la concentration du film liquide, l'étude de Zhang *et al.* menée sur l'Inconel 792 a permis de proposer certaines solutions, en modifiant par exemple la composition chimique initiale de l'alliage. Des éléments tels que le tantale qui vont être rejetés en avant du front de solidification ont été ajoutés afin d'augmenter la température de solidification des films liquides interdendritiques [Zhang'03]. La tendance à la fissuration de solidification de cet alliage a pu ainsi être diminuée. Enfin, une dernière étude de Zhou *et al.*, basée sur le modèle de Rappaz *et al.*, a mis en évidence l'effet bénéfique du raffinement de la microstructure de l'alliage étudié pour diminuer la tendance à la fissuration de solidification [Zhou'05].

2.3. Les phénomènes de « liquation »

La *liquation* est un terme général qui désigne l'apparition de films liquides, à partir d'une phase solide, à une température inférieure au solidus de l'alliage. D'un point de vue thermodynamique, ces phases liquides se trouvent donc hors d'équilibre. Les origines du mécanisme de liquation sont diverses.

2.3.1. La liquation due à la ségrégation de solidification

Les procédés de type soudage conduisent à des microstructures brutes de solidification. Ces dernières sont extrêmement sensibles à la ségrégation de solidification. En effet, le processus de solidification rapide de l'alliage entraîne l'enrichissement ou l'appauvrissement progressif, en certains constituants, du liquide interdendritique et notamment le rejet, sur le front de solidification, de certains éléments peu solubles dans le solide. Ce phénomène est à l'origine de la non homogénéité de composition des dendrites dans les alliages bruts de solidification. Un gradient de composition chimique est observé entre le cœur des dendrites et les joints interdendritiques (Figure 15).

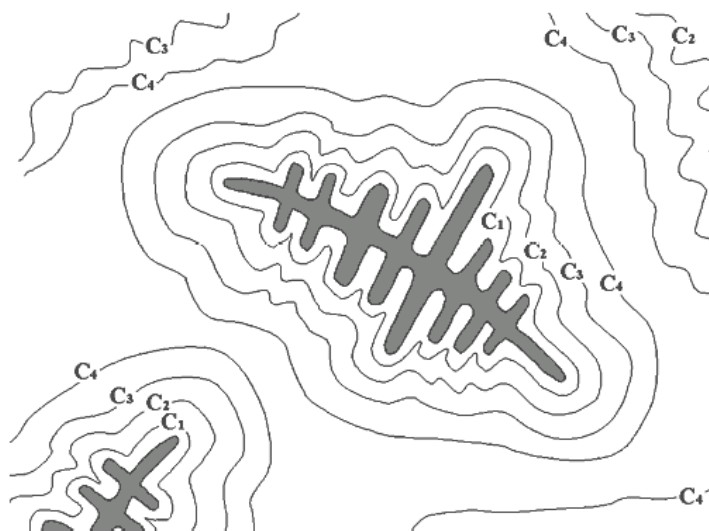


Figure 15 : Schématisation de la ségrégation de solidification dans un alliage brut de solidification.

Au cours de la solidification, l'accumulation d'éléments chimiques sur le front de solidification modifie localement la composition chimique du liquide interdendritique. En fin de solidification, des phases hors d'équilibre sont susceptibles de précipiter. Le solidus réel de l'alliage peut s'en trouver abaissé de plusieurs centaines de degrés par rapport au solidus d'équilibre de l'alliage. Ces phases hors d'équilibre sont alors dites à bas points de fusion. Si l'homogénéisation ultérieure de la composition chimique de l'alliage n'est pas possible ou incomplète, un chauffage rapide de l'alliage entraîne alors une liquation de ces phases lorsque leur température de fusion est atteinte. Des films continus de liquide apparaissent alors au niveau des joints interdendritiques, au sein d'un alliage majoritairement solide qui subit d'importantes contraintes et déformations. La rupture par décohésion des joints interdendritiques est alors envisageable. Le cas des procédés de soudage *multi-passes* peut être cité. Ces derniers sont particulièrement sensibles à la liquation due à la ségrégation de solidification pour deux raisons. Tout d'abord, les zones solidifiées possèdent une microstructure brute de solidification favorable à la présence de phases à bas point de fusion au niveau des joints interdendritiques. Ensuite, les vitesses de chauffage sont élevées ce qui conduit, lors de la passe suivante, à réchauffer de façon rapide ces phases hors d'équilibre thermodynamique, sans permettre l'homogénéisation complète de la composition chimique de l'alliage. Au final, une liquation de ces phases peut, dans certains cas, entraîner une rupture

par décohéssion des joints interdendritiques, sous l'action de contraintes de tractions générées par le procédé de soudage.

2.3.2. La liquation de particules

La liquation de particules intermétalliques est un phénomène souvent observé, au cours de divers procédés de soudage, au sein de la zone affectée thermiquement. De même que précédemment, la liquation intervient pour des températures inférieures au solidus de l'alliage. Toutefois, les causes sont différentes. Pour illustrer le phénomène, un diagramme de phase binaire fictif AB comprenant un eutectique entre la solution solide α et un intermétallique A_xB_y est considéré (Figure 16). Considérons un alliage de composition X_1 , en équilibre à la température initiale T_1 . L'alliage contient une certaine fraction volumique de précipités intermétalliques A_xB_y en équilibre avec la matrice α environnante. Si on chauffe lentement l'ensemble, les particules de A_xB_y se dissolvent et lorsque le solvus T_{solvus} de la phase intermétallique est atteint, seule la matrice subsiste. Si on continue le chauffage, la fusion de l'alliage interviendra alors pour la température T_{solidus} . À l'inverse, si le chauffage est rapide et qu'il ne permet pas la dissolution complète des particules intermétalliques A_xB_y avant que la température de l'eutectique T_E soit atteinte, selon le modèle proposé par Pepe et Savage [Pepe'67], une fusion de l'interface entre les deux phases se produit, conduisant au phénomène de liquation. En effet, T_E est la température de la réaction eutectique $\alpha + A_xB_y \rightarrow L$. Or, à T_E , la coexistence des deux phases α et A_xB_y seules est impossible. Elle ne peut avoir lieu qu'en présence de liquide (point triple sur le diagramme binaire). En résumé, à la température T_E , il se produit une réaction de type eutectique entre les particules intermétalliques non dissoutes et la matrice environnante, entraînant l'apparition d'un film liquide à l'interface matrice/précipités bien que la température soit inférieure au solidus de l'alliage T_{solidus} .

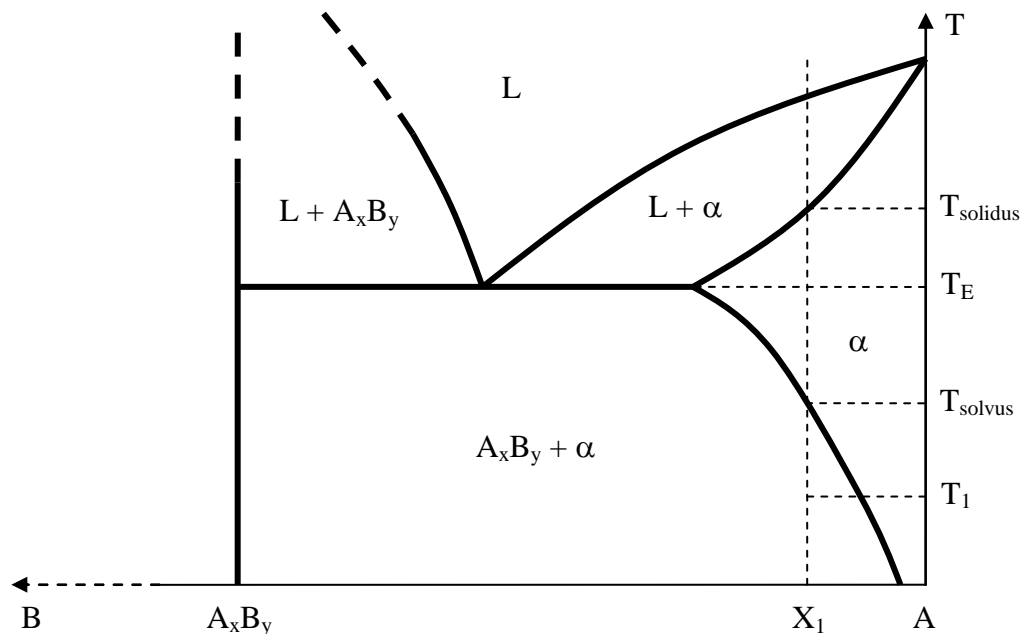


Figure 16 : Exemple de diagramme binaire AB fictif comprenant un eutectique entre la solution solide α et l'intermétallique A_xB_y .

Dans le cas des superalliages à base de nickel Astroloy ou Udimet, des modèles de dissolution de précipités de γ' , couplés à des résultats expérimentaux, ont montré que la température de dissolution des particules, au sein de la matrice, dépendait à la fois des cycles thermiques imposés au matériau, de la taille initiale des particules et de leur localisation [Rosenthal'99][Soucail'96]. Les résultats de Soucail *et al.*, en accord avec ceux de Bjorneklett *et al.* [Bjorneklett'98], ont révélé que sous des conditions rapides de chauffage, la température de fin de dissolution de la phase γ' augmentait avec la vitesse de chauffage. En outre, le phénomène est accentué avec l'augmentation de la taille des particules. En résumé, lors des procédés de soudage caractérisés par des élévations de température très rapides, la température de fin de dissolution des précipités peut donc dépasser le solvus de la phase γ' et entraîner une liquation des particules intermétalliques non dissoutes. Des résultats similaires ont été observés lors du soudage du superalliage Inconel 738 [Ojo'04]. La tendance à la fissuration des superalliages peut s'expliquer en termes d'interaction entre les zones qui subissent la liquation et les joints interdendritiques ou intergranulaires regroupés sous le terme générique d'interfaces. La fragilisation interfaciale dépendra alors de la capacité du film liquide à pénétrer et à mouiller les interfaces [Ojo'04]. Sous l'action de contraintes de traction générées par le procédé de soudage, une décohésion aux interfaces solide/liquide est possible. Ce phénomène est exacerbé par la ségrégation interfaciale d'éléments tels que le bore qui

augmente la pénétration et la mouillabilité des interfaces par le film liquide [Ojo'04]. Il est important de préciser que ce phénomène de liquation ne concerne pas seulement les particules de γ' . De nombreuses études ont rapporté la liquation de carbures sous des conditions rapides de chauffage dans des aciers [Aronson'63] ou des superalliages à base de nickel [Owczarski'66] [Radhakrishnan'91][Shahsavari'07].

2.4. La ségrégation interfaciale d'impuretés dans les alliages à base de nickel

2.4.1. Les origines de la ségrégation interfaciale

Il est de nos jours admis que la présence de quelques dizaines de parties par million (ppm) d'impuretés ou solutés dans les superalliages à base de nickel pouvait modifier de façon importante les performances des alliages. Le soufre et le phosphore sont, entre autres, connus pour diminuer notablement les propriétés mécaniques des aciers ou des superalliages. Toutefois, pour de nombreuses applications, il est trop coûteux et/ou parfois impossible de descendre en dessous d'une certaine teneur que l'on pourrait qualifier de critique. Le mécanisme de fragilisation des alliages par les impuretés est appelé *fragilisation par ségrégation interfaciale*. Le but de cette partie est de décrire les équations thermodynamique et cinétique qui régissent la ségrégation interfaciale des impuretés. Tout d'abord, la notion d'*interfaces* dans un matériau regroupe les surfaces libres, les joints intergranulaires ou interdendritiques, les interfaces matrice/précipités, les interfaces matrice/porosités (Figure 17)...

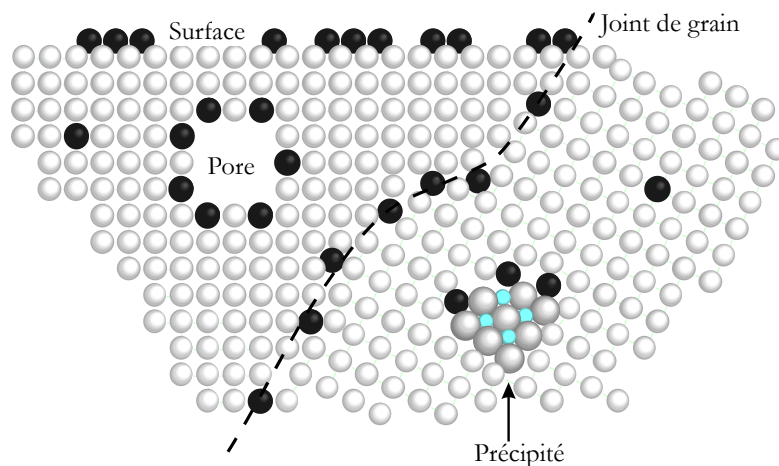


Figure 17 : Illustration de différentes interfaces au sein d'un alliage [Le Gall'02].

De façon générale, la ségrégation interfaciale exprime le rassemblement d'une ou de plusieurs espèces chimiques déterminées au niveau des interfaces d'un matériau. La force motrice du mécanisme est la baisse de l'enthalpie libre du métal, correspondant à des réarrangements de réseau par redistribution des atomes de soluté entre la matrice et l'interface. Un équilibre entre la concentration en impureté de l'interface et celle du volume du grain s'établit, mais le rapport entre les deux peut excéder les 10^5 voire 10^6 .

2.4.2. La thermodynamique de la ségrégation interfaciale de solutés

L'objectif de ce paragraphe est de présenter les lois classiques de la thermodynamique gouvernant le phénomène de la ségrégation interfaciale d'un soluté dans un alliage métallique. Pour plus de détails sur la thermodynamique de la ségrégation, la revue de Lejcek et Hoffman peut être consultée [Lejcek'95]. La ségrégation interfaciale d'un soluté I dans une matrice M peut être représentée par une réaction chimique réversible qui échange un atome de métal M de l'interface avec un atome d'impureté I de la matrice (2) :



L'exposant ϕ signifie que l'espèce est située dans l'interface. À l'équilibre thermodynamique, l'évolution de la concentration du soluté dans une interface, en fonction de la température et de la concentration volumique initiale en impureté, est donnée par :

$$(3) \quad \frac{X_{eq}^\phi}{X_{max}^\phi - X_{eq}^\phi} = \frac{X^v}{1 - X^v} \exp\left(-\frac{\Delta G^{seg}}{RT}\right)$$

ΔG^{seg} est l'enthalpie libre de ségrégation de l'impureté I. Une valeur de ΔG^{seg} négative sera synonyme d'une tendance à l'enrichissement de l'interface ϕ en soluté I, alors qu'une valeur positive conduira à l'appauvrissement de l'interface en soluté. X_{eq}^ϕ est la fraction atomique d'équilibre en soluté dans l'interface. X_{max}^ϕ est la fraction atomique maximale de sites admissibles pour la ségrégation de l'impureté dans l'interface. Cette quantité est égale à 1 si la ségrégation est parfaitement substitutionnelle. Elle peut être inférieure à 1 si pour différentes

raisons tous les sites ne peuvent pas être occupés. X^v est la fraction atomique volumique de soluté. R est la constante universelle des gaz parfaits et T la température absolue.

En introduisant la notion de taux de recouvrement ou taux de ségrégation d'équilibre de

l'interface, $\theta_{eq} = \frac{X_{eq}^\phi}{X_{max}^\phi}$, et en supposant que $1 - X^v \approx 1$ dans le cas d'une concentration en

soluté faible (cette condition est toujours vérifiée lorsque l'on parle d'éléments traces), l'équation (2) devient :

$$(4) \quad \frac{\theta_{eq}}{1 - \theta_{eq}} = X^v \exp\left(-\frac{\Delta G^{seg}}{RT}\right) \Leftrightarrow \theta_{eq} = \left(\frac{X^v \exp\left(-\frac{\Delta G^{seg}}{RT}\right)}{1 + X^v \exp\left(-\frac{\Delta G^{seg}}{RT}\right)} \right)$$

La Figure 18 représente l'évolution du taux de recouvrement d'équilibre, en fonction de la température, pour trois fractions atomiques volumiques en impureté, et pour une enthalpie libre de ségrégation $\Delta G^{seg} = -80$ kJ/mol. Le taux de recouvrement diminue avec la température et augmente avec la teneur initiale volumique en soluté. Il représente la quantité maximale admissible de soluté, au niveau de l'interface, à une température donnée.

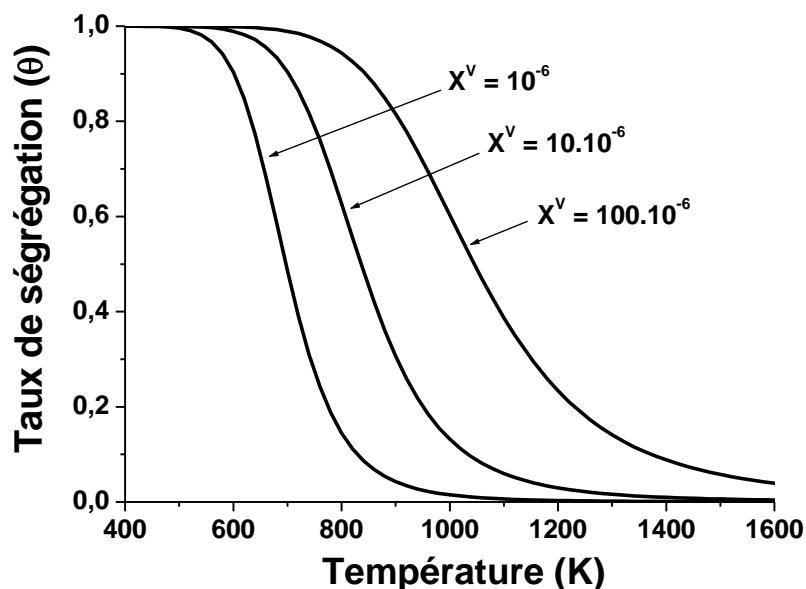


Figure 18 : Évolution du taux de recouvrement d'équilibre, en fonction de la température, pour trois fractions atomiques volumiques en impureté, et pour une enthalpie libre de ségrégation $\Delta G^{seg} = -80$ kJ/mol.

2.4.3. La notion de cinétique de ségrégation

La cinétique de ségrégation exprime l'évolution de la fraction atomique de soluté dans l'interface en fonction du temps. L'exemple ci-dessous illustre le cas d'un système binaire métal-impureté au sein duquel l'impureté peut ségréger sur une interface. Initialement, la fraction atomique de soluté est supposée identique dans le volume et dans l'interface (quelques ppm atomique). À $t = t_1$, si l'ensemble est porté à une température autorisant la diffusion de l'impureté et si la fraction atomique de l'impureté dans l'interface est inférieure à la fraction atomique d'équilibre ($X_0^\phi < X_{eq}^\phi$ à $t = 0$), une augmentation progressive du taux de recouvrement est observée jusqu'à ce que l'équilibre thermodynamique soit atteint entre les fractions atomiques de soluté du volume et de l'interface. La courbe ① de la Figure 19 illustre le phénomène. Au niveau du volume du matériau près de l'interface, cela se traduit par un très fort appauvrissement en soluté dans les premiers instants (temps t_1 , Figure 20). L'enrichissement de l'interface se fait par le biais de sauts atomiques du voisinage immédiat de l'interface vers l'interface. Il s'ensuit alors une diffusion volumique de l'impureté vers l'interface conduisant à un « aplanissement » du profil de concentration au cours du temps, dans le volume du matériau (t_2 et t_∞) (Figure 20). En résumé, la cinétique de ségrégation est contrôlée par la diffusion de l'impureté I dans le volume.

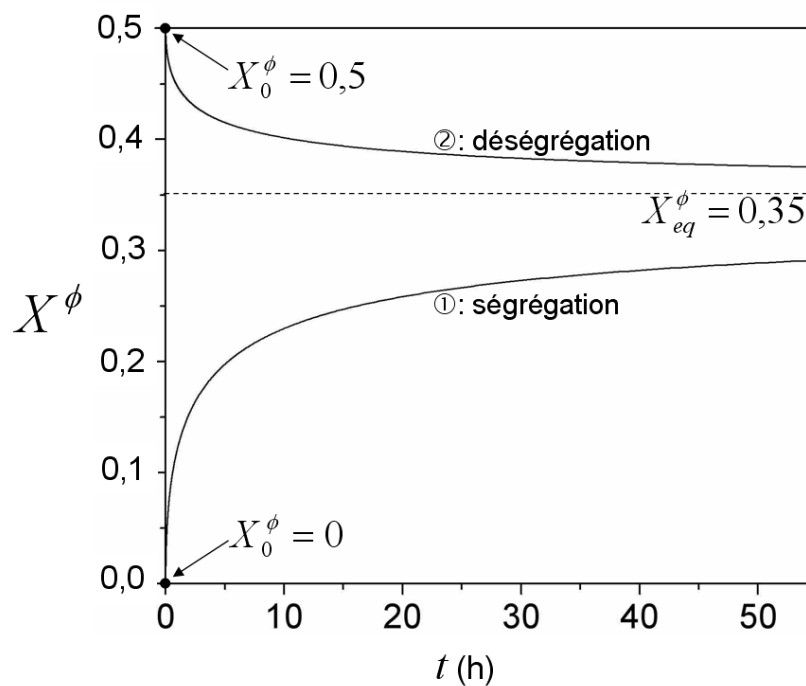


Figure 19 : Présentation des cinétiques de ségrégation et déségrégation.

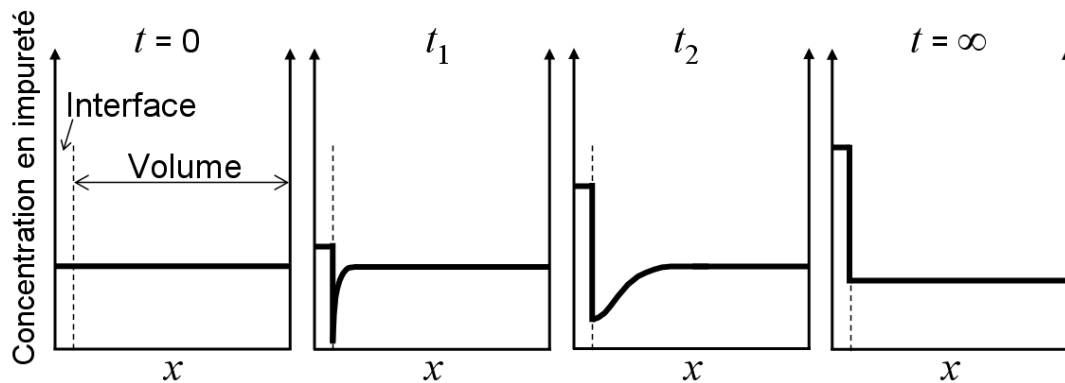


Figure 20 : Profil de concentration au voisinage de l'interface au cours de la ségrégation.

La courbe ② de la Figure 19 présente le cas où la fraction atomique de l'impureté dans l'interface est initialement supérieure à la fraction atomique d'équilibre ($X_0^\phi > X_{eq}^\phi$ à $t = 0$). Une diminution progressive du taux de recouvrement est alors observée jusqu'à ce que l'équilibre thermodynamique soit atteint entre les fractions atomiques de soluté du volume et de l'interface. Le terme de déségrégation est utilisé. Au niveau du volume du matériau, près de l'interface, cela se traduit par un rejet de soluté de l'interface vers le volume et donc par un enrichissement important du voisinage de l'interface. La diffusion volumique de l'impureté loin de l'interface conduit aussi à un « aplatissement » du profil de concentration, au cours du temps, dans le volume du matériau.

2.4.4. Effet de la température sur la ségrégation interfaciale

Thermodynamiquement, le taux de ségrégation diminue quand la température augmente. D'un point de vue cinétique, l'élévation de la température entraîne une augmentation de la cinétique de diffusion des impuretés au sein du volume du matériau. Il s'ensuit donc un remplissage plus rapide de l'interface en soluté. Un système modèle avec des paramètres choisis arbitrairement est utilisé pour illustrer le phénomène (Figure 21). Dans les premiers temps, la pente de la courbe à 700°C est plus importante que celle à 600°C, traduisant bien le fait que la cinétique de remplissage de l'interface est plus rapide à 700°C qu'à 600°C. Par contre, la valeur limite du taux de ségrégation atteinte à 700°C est plus faible que celle atteinte à 600°C, comme le prédit la thermodynamique.

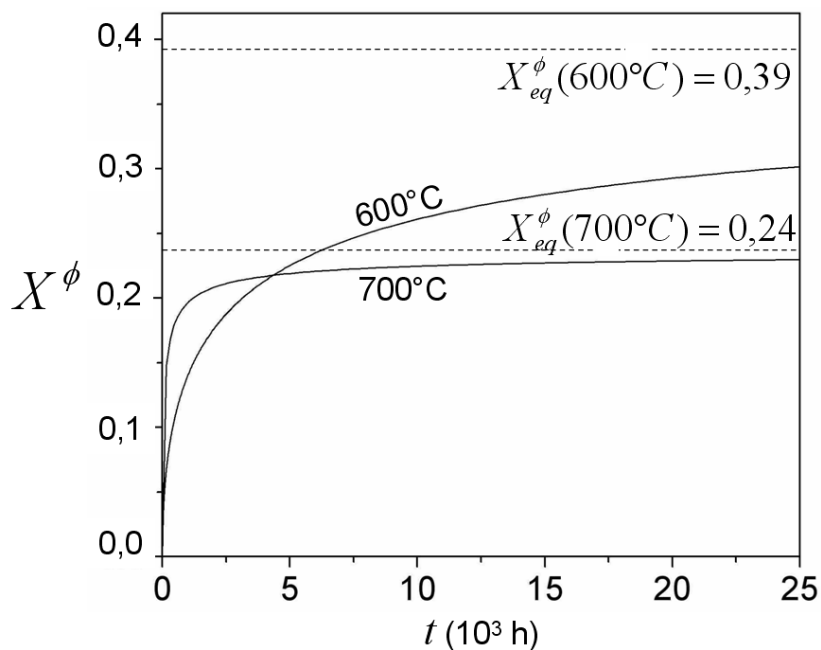


Figure 21 : *Effet de la température sur la cinétique et la thermodynamique de la ségrégation.*

2.4.5. Les conséquences de la ségrégation interfaciale

Dans la bibliographie, deux éléments sont particulièrement connus pour ségréger au niveau des joints interdendritiques et modifier les propriétés mécaniques des alliages. Le bore est connu, par exemple, pour améliorer significativement la résistance à la rupture et la ductilité de nombreux alliages dont ceux de nickel [Ladna'88]. En ségrégeant aux joints de grains, du fait de sa petite taille et de sa faible solubilité dans le nickel, le bore améliore la cohésion intergranulaire [Messmer'82]. Pour ces raisons, contrairement à d'autres métalloïdes, le bore est souvent rajouté lors de l'élaboration. Toutefois, dans certains cas, il peut s'avérer que la ségrégation interfaciale du bore soit néfaste. Lors du soudage de l'alliage 718, par exemple, une augmentation de la tendance à la fissuration a pu être reliée à une augmentation de la ségrégation interfaciale du bore [Huang'97]. Cet effet néfaste de la ségrégation interfaciale du bore en soudage s'explique alors par l'augmentation de la mouillabilité et de la pénétration du joint de grain par le liquide issu, entre autres, de la liquation de particules. Sous l'action de contraintes, une décohésion des grains peut alors être observée.

Parmi toutes les impuretés présentes dans les superalliages à base de nickel, le soufre est connu pour avoir un rôle néfaste sur les propriétés mécaniques, et notamment sur la tenue

mécanique des joints intergranulaires ou interdendritiques. La présence de soufre dans les interfaces du matériau est la cause d'un phénomène observé dans les alliages à base de nickel : la perte de ductilité à chaud. Il s'agit d'une forte diminution de la capacité à la déformation plastique du matériau, appelée aussi trou de ductilité. Ce dernier apparaît dans un intervalle de température voisin de $0,5-0,8T_f$, T_f étant la température absolue de fusion de l'alliage. La Figure 22 présente un exemple de trou de ductilité, mesuré sur un alliage Fe - 48% Ni - 5% Cr avec deux teneurs différentes en titane [Le Gall'03]. La ductilité a été évaluée par la variation relative de section au niveau de la section rompue de l'éprouvette. L'analyse chimique de surfaces de rupture d'échantillons fracturés, *in situ*, à chaud, dans un spectromètre d'électrons Auger, a révélé la présence de soufre, confirmant le rôle de la ségrégation interfaciale sur la perte de ductilité à chaud.

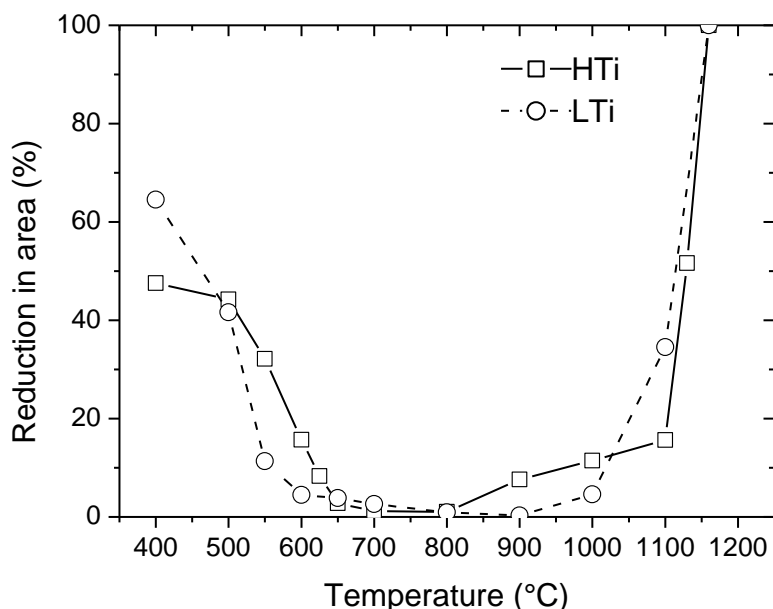


Figure 22 : Variation de la réduction d'aire en fonction de la température pour un alliage Fe - 48% Ni - 5% Cr avec deux teneurs différentes en titane [Le Gall'03].

La ségrégation interfaciale de soluté(s) résulte de la compétition entre effets thermodynamiques et cinétiques. Cela explique la présence de cette gamme de températures pour laquelle les effets néfastes sont observables dans des durées « raisonnables ». En effet, à très haute température la cinétique de diffusion du soufre est rapide, mais l'équilibre thermodynamique prédit que le taux de ségrégation est très faible. À haute température la ductilité du matériau n'est donc pas affectée par la présence du soufre car ce dernier n'aura pas tendance à se rassembler dans les joints intergranulaires ou interdendritiques.

Inversement, à basse température la thermodynamique indique un fort taux de ségrégation au niveau des interfaces. Toutefois, la trop faible cinétique de diffusion ne permet pas à l'impureté d'atteindre les interfaces. À basse température, la ductilité de l'alliage n'est donc pas affectée par la présence du soufre. Finalement, pour les températures intermédiaires ($0,5 - 0,8T_f$), les taux de ségrégation non négligeables prédits par la thermodynamique, associés à une diffusion thermiquement activée de l'impureté, autorisent la migration du soufre et un remplissage important de l'interface. La ségrégation interfaciale provoque alors une baisse importante de la cohésion intergranulaire, conduisant, sous l'action de contraintes externes, à une rupture au niveau des joints de grains ou des joints interdendritiques de l'alliage. Les ruptures sont alors de type fragile, ce qui signifie qu'au niveau macroscopique et microscopique le faciès de rupture ne présente aucun signe de ductilité caractérisé par la présence de cupules. L'étude réalisée par Le Gall *et al.* a permis de mettre clairement en évidence la correspondance entre faciès de rupture intergranulaires, ségrégation de soufre détectée par spectroscopie des électrons Auger et perte de ductilité à chaud sur des alliages de nickel [Le Gall'03]. De nombreuses études, dont celle de Ben Mostefa *et al.*, ont montré une forte diminution de la résistance à la rupture des alliages de nickel dès la présence de quelques ppm massiques de soufre dans le volume [Ben Mostefa'91]. Par ailleurs, il a été mis en évidence qu'une augmentation de la concentration volumique en soufre entraînait une sensibilité accrue à la fragilisation interfaciale des alliages à base de nickel [Ben Mostefa'91] [Ben Mostefa'90] [Ben Mostefa'88] [Dong'02]. En résumé, la gamme de températures concernée par la perte de ductilité à chaud, la profondeur du trou de ductilité ainsi que la proportion de faciès de rupture de type fragile dépendent fortement de la teneur nominale en soufre.

Plusieurs hypothèses ont été émises afin d'expliquer ce phénomène. La première est la modification de la structure électronique induite par la présence du soufre au niveau des joints de grain, fragilisant la liaison chimique Ni-Ni [Messmer'82][Eberhart'84]. La deuxième raison avancée est que la fragilisation du joint est directement reliée à la différence d'énergie de liaison pour le soufre entre un joint de grain et une surface fracturée libre en accord avec le modèle de Rice-Wang [Rice'89][Wu'94]. Toutefois, ces hypothèses ne permettent pas de comprendre le rôle de la quantité de soufre au niveau des joints de grain sur la fragilisation. Plus récemment, il a été montré qu'une expansion importante du joint de grain résulte de la répulsion électronique à courte distance entre les atomes de soufre densément ségrégés et ceux présents au voisinage du joint. Cette expansion a pour conséquence une forte diminution, de plus d'un ordre de grandeur, de la résistance à la traction du joint de grain.

Cette décohésion est la cause directe de la fragilisation puisque la concentration critique en soufre responsable de cette décohésion est en parfait accord avec des données expérimentales sur la fragilisation [Yamaguchi'05].

En conclusion, il s'avère que la mise en place de contraintes de traction générées par le procédé de soudage, sur des joints intergranulaires ou interdendritiques fragilisés par la présence de soufre, est une des causes possible de fissuration des alliages à base de nickel.

3. PROBLÉMATIQUE

Le développement d'un nouveau procédé de réparation des aubes de turbine haute pression est guidé par la volonté de mettre en place un mode opératoire robuste et reproductible afin de diminuer, d'une part, le temps de réparation des pièces et, d'autre part, les taux de rebuts et de retouche. Toutefois, l'utilisation d'un matériau, le René 142, très sensible à la fissuration lors d'opérations de type soudage, est un frein majeur à la mise en production du procédé de rechargement laser. En effet, il s'avère que quels que soient les paramètres du procédé utilisés lors de la réparation laser des aubes de turbine, une fissuration systématique des couches de rechargement est observée.

Le but de la thèse est double :

- comprendre les origines thermomécaniques et métallurgiques de la fissuration,
- en déduire une solution afin de recharger les aubes de turbine sans fissuration.

À travers une revue bibliographique, ce premier chapitre a permis d'identifier plusieurs mécanismes possibles d'endommagement des superalliages au cours de procédés de soudage. Il apparaît clairement que les causes de fragilisation sont variées : les contraintes d'origine thermique, la fissuration de solidification, la liquation due à la ségrégation de solidification, la liquation de particules et la ségrégation interfaciale d'impureté(s). Ainsi, l'étude fractographique des surfaces rompues et l'étude des gammes de température de la fissuration au cours du procédé de rechargement laser permettrait d'apporter des indications quant aux mécanismes possibles de la fissuration. En effet, les phénomènes de fissuration de solidification et de liquation interviendraient plutôt à haute température avec présence de films liquides dans les interfaces. Le phénomène de ségrégation interfaciale, quant à lui, interviendrait généralement dans des gammes de température plus faibles. Après avoir

identifié le ou les mécanisme(s) de fissuration et les températures associées, il serait intéressant de pouvoir prédire l'occurrence du ou des phénomène(s) à l'aide d'outils de modélisation. Par ailleurs, quel que soit le mécanisme d'endommagement, il est évident que l'intervention de contraintes et/ou de déformations est nécessaire à l'ouverture de fissures de taille importante. Ainsi, l'aspect thermomécanique pourrait lui aussi être abordé avec une double approche :

- expérimentale pour mettre en évidence et si possible quantifier les éventuelles contraintes résiduelles,
- numérique, d'une part pour caractériser la mise en place des contraintes et déformations au cours du procédé, d'autre part pour étudier et prédire l'effet des paramètres du procédé sur les contraintes et déformations générées.

L'approche numérique pourrait alors permettre d'étudier l'effet de certains paramètres du procédé sur les aspects thermomécaniques et métallurgiques de la fissuration afin de proposer une solution au problème posé.

CHAPITRE 2 : MATÉRIAU, PROCÉDÉ ET MÉTHODES D'ÉTUDE

1. MATÉRIAU ET PROCÉDÉ

Le René 142 est un superalliage à base de nickel de la société General Electric de la seconde génération utilisé, entre autres, pour la fabrication des aubes de turbine de certains moteurs d'avion. Le Tableau 1 présente, à titre indicatif, la composition chimique en éléments majoritaires de l'alliage.

Tableau 1 : Composition chimique indicative de l'alliage René 142 en pourcentages massiques.

Al	Co	Cr	Ni	W
5,94-6,3	11,45-12,05	6,6-7,0	Bal	4,7-5,1
Ta	Re	Hf	Mo	C
6,2-6,5	2,6-3,0	1,3-1,7	1,3-1,7	0,1-0,14

Les aubes de turbine mobiles haute pression en René 142 sont soit monocristallines soit à solidification dirigée. Dans ce dernier cas, les dendrites sont de taille importante : plusieurs centaines de microns et orientées dans la direction (100) du cristal. Suite aux différents traitements thermiques subis, la fraction volumique de phase durcissante γ' est de l'ordre de 0,7. Les précipités intermétalliques ont une forme cuboïdale (Figure 23). Leur taille est variable et se situe autour de 500 nm. Cette microstructure conditionne les excellentes propriétés mécaniques de l'aube qui lui permettent d'opérer dans des conditions extrêmes.

Le procédé de rechargement laser est, quant à lui, caractérisé par des vitesses de refroidissement élevées. La partie rechargée de l'aube est brute de solidification avec une croissance plus ou moins verticale des dendrites qui sont alignées dans la direction des gradients thermiques. Bien qu'assimilée à une microstructure à solidification dirigée, cette microstructure brute de solidification est de moins bonne qualité car les tailles de dendrites sont plus faibles et moins bien orientées. La sursaturation importante en éléments entrant dans la composition de la phase γ' entraîne une germination abondante de petits précipités au cours

du refroidissement. Néanmoins, leur croissance ne dépasse pas quelques nanomètres. Il est important de souligner que l'optimisation de la microstructure du sommet de l'aube n'est pas recherchée puisque cette zone de la pièce sert essentiellement à assurer l'étanchéité de la turbine en frottant sur la face intérieure de l'anneau de turbine, appelé « shroud ». La partie rechargée n'a donc pas d'impact sur la tenue mécanique de l'ensemble de l'aube.

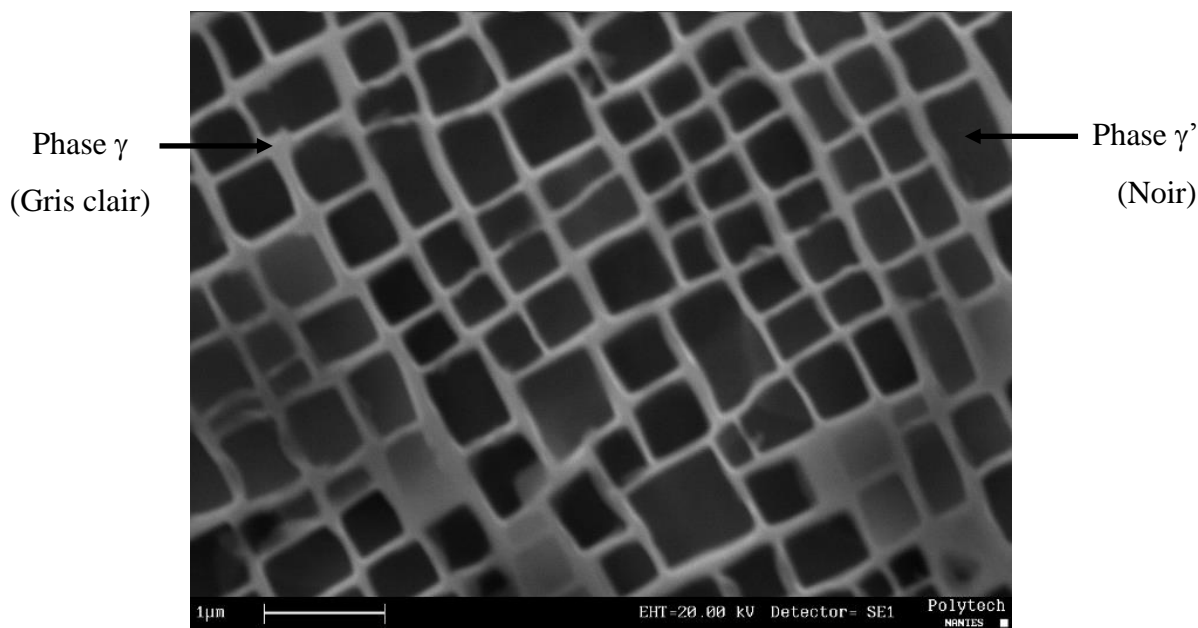


Figure 23 : Microstructure biphasée γ/γ' du superalliage à base de nickel : René 142.

Les essais de rechargement laser ont été effectués au sein du Groupement d'Étude et de Recherche pour les Applications Industrielles des Laser de Puissance (GERAILP), situé à Arcueil (France), avec la contribution technique de Mr Malot et Mr Verdier. Au cours du procédé de rechargement laser, le métal d'apport est injecté sous forme de poudre de René 142 dans un laser. Le diamètre des grains de poudre est compris entre 40 et 90 μm (Figure 24). Le laser utilisé est de type Nd-YAG avec une longueur d'onde de 1,06 μm . Suite aux études préliminaires réalisées par SNECMA SERVICES, il a été décidé de fixer un certain nombre de paramètres, notamment la défocalisation du laser 5 mm au-dessus de la surface de l'échantillon. Pour une défocalisation de 5 mm, le diamètre de la tache focale est de 1,2 mm (donnée GERAILP). Rappelons, à titre indicatif, que l'épaisseur de la peau de l'aube est de l'ordre de 800 μm . Le débit de poudre et le débit de gaz de protection ont été fixés respectivement à 3-3,5 g/min et 3 L/min, pour l'ensemble des campagnes d'essais. Les paramètres : nombre de couches déposées, puissance (P) et vitesse (V) du laser varieront suivant les différents essais de rechargement. La hauteur des couches déposées dépend de la

puissance et la vitesse du laser. Il est important de préciser que, tout au long de la thèse, le terme de puissance correspondra à la puissance nominale du laser c'est-à-dire à la puissance entrée en consigne. Il a été fait une calibration précise de la puissance nominale du laser. Elle est présentée sur la Figure 25.

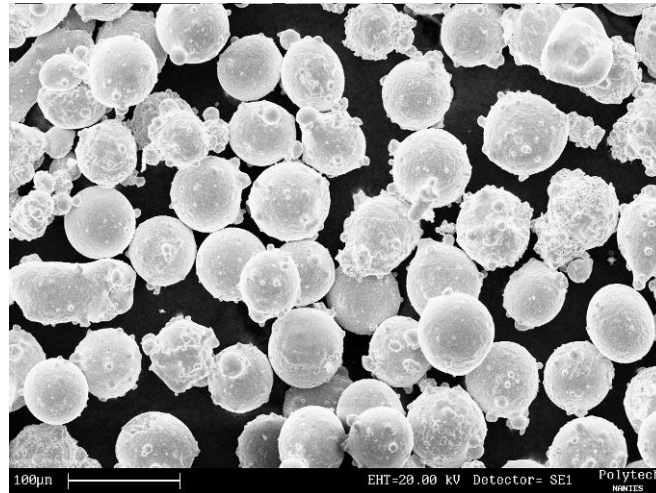


Figure 24 : Poudre de René 142 utilisé pour le procédé de rechargement laser.

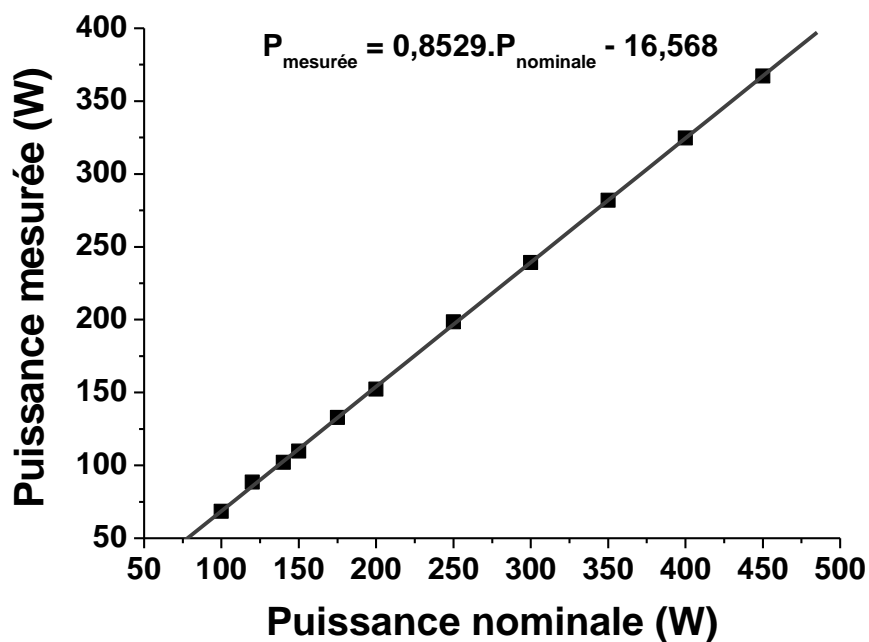


Figure 25 : Calibration de la puissance nominale du laser.

Au cours du procédé, le déplacement du laser s'effectue de façon automatisée le long d'une trajectoire définie par l'opérateur, correspondant au contour de l'aube (Figure 26). Afin de

simplifier la géométrie du problème, une configuration plaque a été préférée pour réaliser les essais de rechargement (Figures 26 et 27).

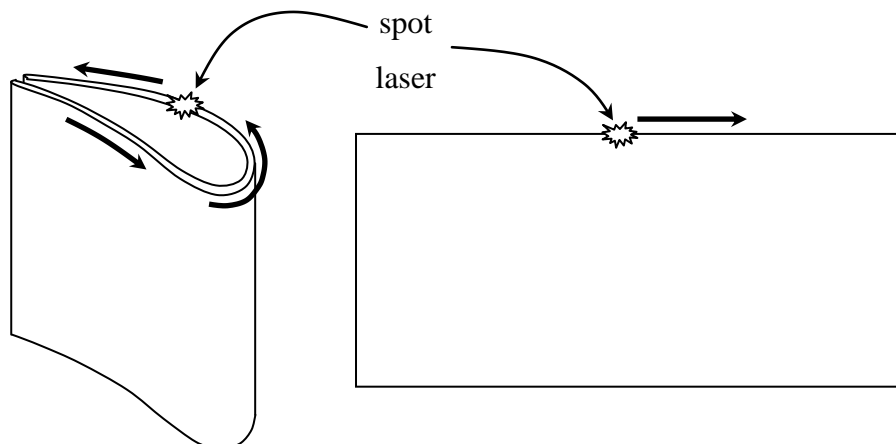


Figure 26 : Représentation de la trajectoire réelle du laser au cours du procédé de rechargement laser (à gauche). Configuration plaque préférée pour la thèse (à droite).

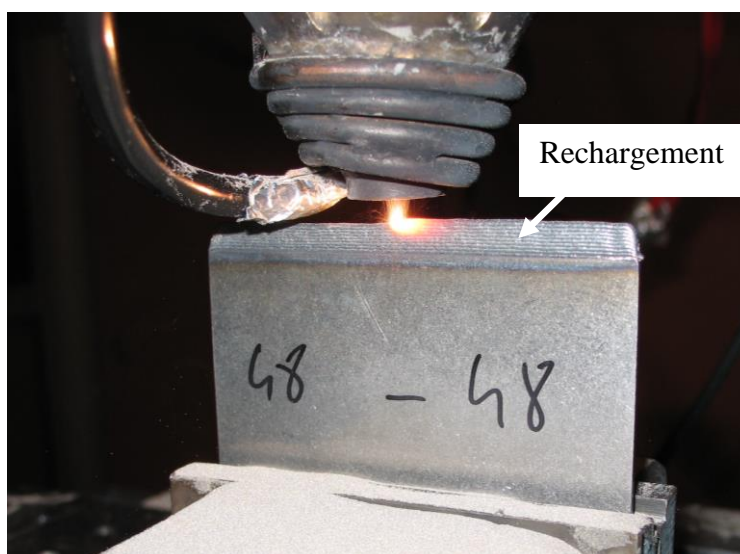


Figure 27 : Photo du procédé de rechargement laser sur plaque.

Suivant les possibilités et les expériences envisagées, plusieurs types de plaques ainsi que différentes dimensions de plaques pourront être utilisées. En effet, il n'a pas été possible de réaliser l'ensemble des essais sur des plaques en René 142. Le coût élevé de la fabrication des plaques en René 142 nous a obligé à utiliser des plaques en Hastelloy X comme substrat pour la grande majorité des essais. L'Hastelloy X est un superalliage à base de nickel dont la composition indicative en éléments majoritaires est donnée dans le Tableau 2.

Tableau 2 : Composition chimique indicative de l'alliage Hastelloy X en pourcentages massiques.

Ni	Cr	Fe	Mo	Co
Bal	22	18	9	1,5
W	C	Mn	Si	
0,6	0,1	Max. 1	Max. 1	

Toutefois, pour certaines expériences nécessitant un dépôt de René 142 sur un substrat en René 142, l'utilisation de plaques en René 142 a été possible. Une épaisseur de plaque de 1 mm, voisine de l'épaisseur de peau de l'aube (800 μm), est utilisée. Il est évident que la configuration des rechargements sur plaques n'est pas rigoureusement identique à la configuration des rechargements d'aubes de turbine puisque toute la partie interne de l'aube comprenant les canaux internes et les raidisseurs n'est pas prise en compte (Figure 4). Des différences au niveau des champs de température et de contraintes sont par conséquent envisageables entre les configurations simplifiée et réelle. Toutefois, afin d'identifier et comprendre les phénomènes thermomécaniques et métallurgiques mis en jeu au cours du procédé de rechargement laser, cette simplification paraît indispensable.

2. L'ÉMISSION ACOUSTIQUE (EA)

2.1. Principe de l'émission acoustique (EA)

Le principe de l'émission acoustique est basé sur le fait qu'un défaut, soumis à une sollicitation mécanique, donne naissance à des ondes élastiques transitoires qui vont se propager au sein du matériau. On dit alors que le défaut est source d'émission acoustique. La création ou l'évolution d'un mécanisme d'endommagement est donc à l'origine d'émission acoustique. D'un point de vue énergétique, une source d'émission acoustique est un lieu où l'énergie mécanique est dissipée par de brusques variations du champ de contrainte. Cet excès d'énergie peut être dissipé thermiquement par les vibrations du réseau, converti en énergie de surface ou absorbé dans le réseau par accumulation de dislocations. Seule une petite partie de l'excès d'énergie permet la création d'ondes élastiques. Cette part d'énergie élastique dépend

du mécanisme d'endommagement et de l'environnement de la source d'émission acoustique au sein du matériau. Les signaux d'émission acoustique générés sont appelés *salves*. Leur détection permet de déceler et de localiser, dans l'espace et dans le temps, l'apparition ou l'évolution d'un défaut. L'émission acoustique constitue donc une technique de contrôle non destructif, l'endommagement créé au cours de la sollicitation étant quant à lui irréversible. L'émission acoustique peut être utilisée pour l'étude d'un grand nombre de matériaux (métaux, composites, bétons, roches...) et de mécanismes d'endommagement tels que :

- la relaxation de contraintes dans les soudures,
- la rupture d'inclusions ou de composés intermétalliques,
- l'amorçage et la propagation de fissures,
- la corrosion générale et localisée...

La Figure 28 présente l'instrumentation utilisée.

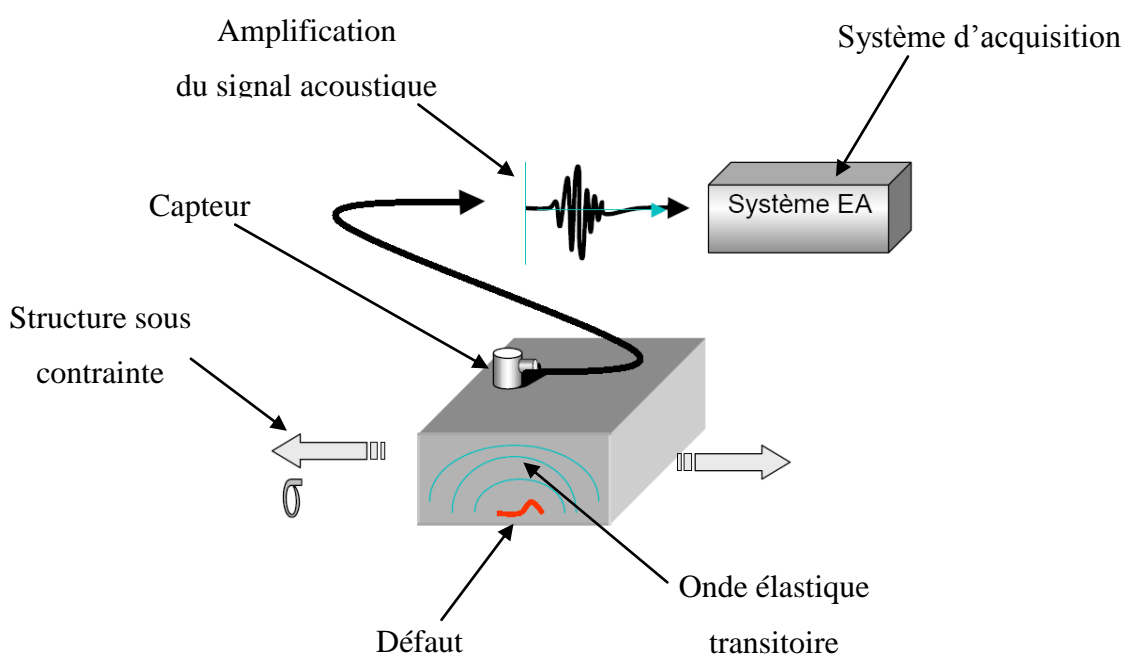


Figure 28 : *Principe de l'émission acoustique [Boinet'07].*

Il est important de souligner que les ondes élastiques subissent d'importantes modifications lors de leur propagation dans le matériau. Le choix du capteur dépend donc du type de source d'émission acoustique à étudier, des caractéristiques environnementales, de la sensibilité et du filtrage fréquentiel induit par la propagation dans le matériau. Les capteurs les plus

couramment utilisés en émission acoustique sont de type piézo-électrique. Ils sont constitués d'une céramique piézo-électrique qui, lorsqu'elle est en contact avec le matériau, convertit les ondes mécaniques en signaux électriques. L'utilisation de plusieurs capteurs (au moins deux) permet de calculer la localisation de la source d'émission acoustique en mesurant, tout d'abord, les temps d'arrivée des différentes salves détectées, puis en utilisant des algorithmes de triangulation en deux ou trois dimensions. La bonne transmission des ondes mécaniques entre le matériau et le capteur est assurée en général par l'intermédiaire d'un couplant acoustique. En sortie du capteur, la faiblesse des niveaux de signal générés nécessite l'utilisation d'un amplificateur. En conclusion, l'instrumentation utilisée consiste donc à convertir les ondes mécaniques reçues par le capteur en signaux électriques, à les amplifier et finalement à les transmettre au système d'acquisition. Le Tableau 3 résume quelques limites et avantages de la technique :

Tableau 3 : Limites et avantages de la technique de l'émission acoustique.

Limites de la technique	Avantages de la technique
Structure nécessairement sous contraintes	Sensibilité élevée de la technique
Capteur obligatoirement en contact ou couplé acoustiquement au matériau	Détection possible en temps réel et à distance (possibilité de détecter des défauts dans des endroits inaccessibles)
Méthode sensible uniquement aux défauts évolutifs et aux transformations irréversibles	Méthode globale et rapide (examen de la totalité d'une structure en un seul essai)
Pas d'indication sur la taille ou la géométrie des défauts	Surveillance permanente d'une structure

2.2. Méthode expérimentale

Des plaques en Hastelloy X de dimensions 75 mm × 50 mm × 1 mm ont été utilisées pour la réalisation des rechargements. La Figure 29 présente le dispositif d'émission acoustique. Plusieurs hauteurs de rechargement, vitesses et puissances du laser ont été testées. Après un certain nombre de passes du laser, un échauffement non négligeable de la pièce est observé. Pour ne pas prendre le risque d'endommager les capteurs d'émission acoustique qui ont une température maximale d'utilisation de 177°C, ceux-ci ont été placés à la base de la plaque

(Figure 29). Pour notre configuration plaque, seulement deux capteurs sont utilisés pour la détection spatio-temporelle des sources d'émission acoustique (Figure 29). Les capteurs sont directement en contact avec la surface de la plaque. Ils sont maintenus à l'aide de pinces. Une fine pellicule de graisse silicone permet le couplage entre la surface et les capteurs. La pièce métallique reposant sur les deux pinces sert seulement à éviter que des projections de poudre viennent perturber les capteurs.

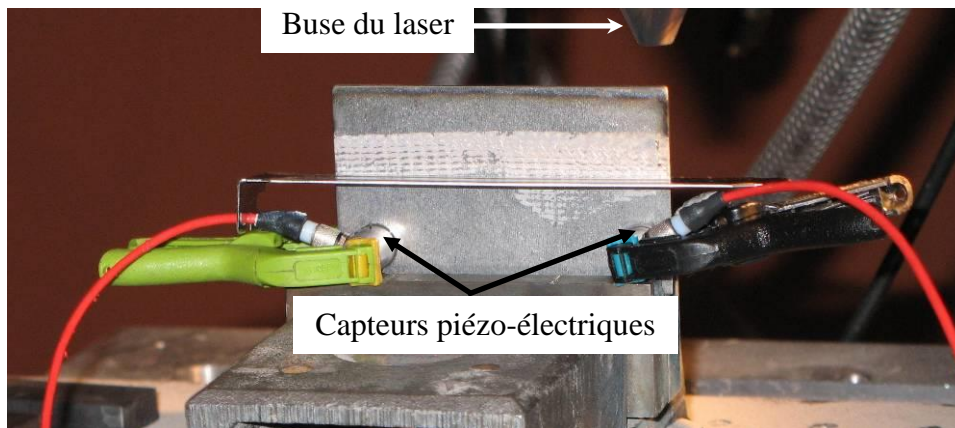


Figure 29 : *Dispositif d'émission acoustique : capteurs maintenus à l'aide de pinces directement en contact avec la surface de la plaque.*

Les ondes mécaniques (salves) reçues par les capteurs sont converties en signaux électriques, puis amplifiées, filtrées et traitées par le système d'acquisition. La gestion du système d'acquisition a été réalisée par Mr Boinet de l'entreprise Euro Physical Acoustics (EPA).

3. LES TECHNIQUES D'ÉTUDE DES SÉGRÉGATIONS INTERFACIALES

3.1. La spectroscopie des électrons Auger

La spectroscopie des électrons Auger est une technique directe d'analyse de la composition chimique d'une surface. Bien que la limite de détection de la technique aux alentours de 1% soit faible, l'excellente résolution en profondeur (quelques angströms) fait de la spectroscopie des électrons Auger une technique parfaitement adaptée à l'étude des ségrégations interfaciales d'impuretés.

3.1.1. Principe

Le principe de la spectrométrie d'électrons Auger est basé sur un processus non radiatif de relaxation d'un atome dont un niveau de cœur a été ionisé. Sous l'effet du bombardement d'un matériau par un faisceau électronique d'énergie primaire E_p , des électrons dits secondaires dont la distribution énergétique est comprise entre 0 et E_p sont arrachés. Cette ionisation des niveaux de cœur a pour effet de mettre l'atome dans un état excité. Le retour à la stabilité se fait par le passage d'un électron d'un niveau supérieur Y vers le niveau ionisé X. L'excès d'énergie libéré lors de la désexcitation permet alors l'éjection d'un électron d'un niveau externe d'énergie $E_{Y'}$, appelé électron Auger. Ce dernier aura une énergie finale $E_C = E_X - E_Y - E_{Y'} - e_\phi$ avec e_ϕ le travail de sortie de l'électron (Figure 30). Seuls les électrons émis près de la surface pourront quitter le solide. En effet, le libre parcours moyen des électrons Auger n'est que de quelques angströms, ce qui fait de la spectrométrie Auger une technique parfaitement adaptée à l'analyse chimique des surfaces. Les électrons sont ensuite collectés par un analyseur et discriminés en énergie. La position des pics observés sur le spectre obtenu est caractéristique des éléments qui composent la surface. La hauteur des pics donne une information quantitative.

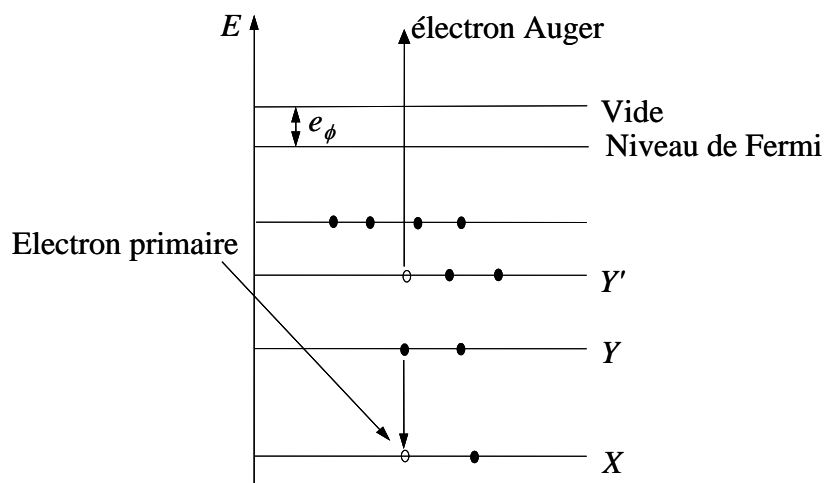


Figure 30 : Principe physique de l'émission d'électrons Auger.

3.1.2. Application à l'étude des ségrégations interfaciales

Comme nous l'avons vu au cours du chapitre précédent, dans le cas des alliages de nickel, la ségrégation interfaciale d'impuretés telle que le soufre donne lieu à une fragilisation très

importante des interfaces conduisant à des ruptures de type interdendritiques fragiles. Il est donc intéressant d'utiliser la spectroscopie d'électrons Auger dans le but d'analyser la composition chimique des joints interdendritiques rompus. La ségrégation interdendritique a été étudiée sur surfaces de ruptures à l'aide d'un spectromètre RIBER disposant d'un canon à électrons à effet de champ et d'un détecteur non coaxial MAC 2. La procédure de rupture, de transfert et d'analyse d'un échantillon dans le spectromètre d'électrons Auger est présentée sur la Figure 31. Le libre parcours moyen des électrons Auger n'étant que de quelques Angströms, il est impératif d'effectuer les analyses sur des surfaces parfaitement propres, c'est à dire non contaminées par des espèces gazeuses adsorbées. Il faut donc limiter au maximum la contamination de la surface de rupture. Pour ce faire, il est indispensable de travailler sous ultra-vide. Un échantillon de dimensions $10 \text{ mm} \times 5 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ est tout d'abord rompu, *in-situ*, dans un premier sas, à un niveau de vide compris entre 5.10^{-10} et 2.10^{-10} Torr, puis transféré dans la chambre d'analyse où le vide est inférieur à 10^{-10} Torr (Figure 31). Ces niveaux de vide bas permettent de limiter la cinétique de contamination de la surface et de disposer de quelques heures d'analyse. L'énergie du faisceau incident est fixée à 3 keV. Un système de balayage du faisceau incident et un détecteur d'électrons secondaires permettent de visualiser la surface fraîchement rompue de l'échantillon et de vérifier le caractère interdendritique de la rupture.

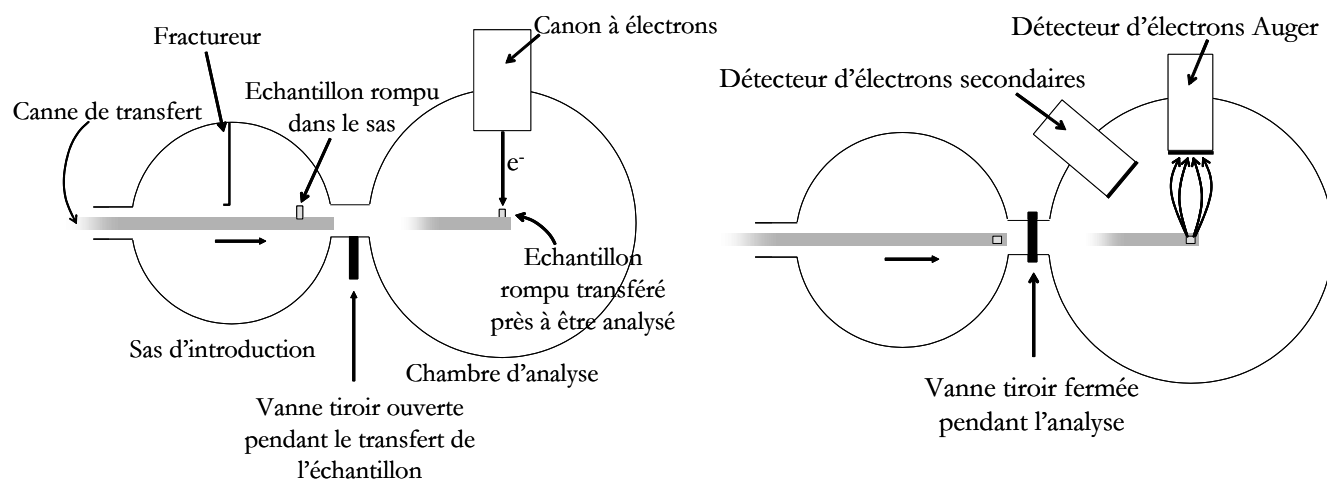


Figure 31 : Descriptif de la rupture, du transfert et de l'analyse d'un échantillon dans le spectromètre d'électrons Auger.

3.2. La microsonde de Castaing

La microsonde de Castaing est une technique éprouvée de mesure quantitative de la composition chimique volumique d'un matériau. Nous verrons par la suite que le principal avantage de la technique par rapport à la spectroscopie des électrons Auger est qu'il est possible de travailler sur des fractures obtenues, *ex-situ*, car la technique est peu sensible à la pollution de surface.

3.2.1. Principe physique de la microsonde de Castaing

Le principe de la microsonde de Castaing [Castaing'60] est basé sur un processus radiatif de relaxation d'un atome dont un niveau de cœur a été ionisé. Sous l'effet du bombardement d'un matériau par un faisceau électronique d'énergie primaire E_p , des électrons dits secondaires dont la distribution énergétique est comprise entre 0 et E_p sont arrachés dans un volume appelé « poire d'interaction électron-matière » (Figure 32). Ce volume analysé dépend de la tension d'accélération du faisceau électronique incident ainsi que de la composition chimique du matériau. Par exemple, il est de l'ordre de $1 \mu\text{m}^3$ pour une matrice ferreuse, sous une tension d'accélération du faisceau électronique incident de 20 kV, mais cela peut être beaucoup moins (quelques dizaines de nanomètres) quand la tension d'accélération est abaissée à 3 kV.

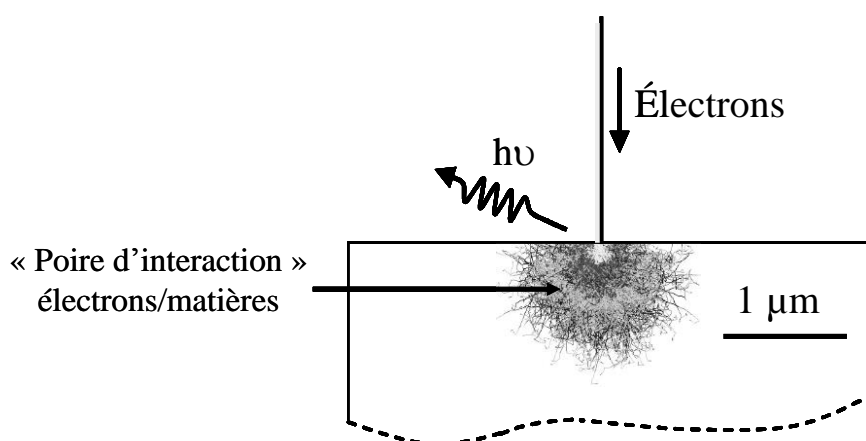


Figure 32 : « Poire d'interaction » électrons/matière.

Cette ionisation des niveaux de cœur a pour effet de mettre l'atome dans un état excité. Le retour à la stabilité se fait par le passage d'un électron d'un niveau supérieur Y vers le niveau

ionisé X. L'excès d'énergie est alors libéré sous la forme d'un photon X d'énergie $E_X - E_Y$. Les photons X sont ensuite discriminés en longueur d'onde grâce à un monochromateur (analyseur) en utilisant la loi de Bragg :

$$(5) \quad 2d \sin \theta = k\lambda$$

avec λ la longueur d'onde du RX émis, θ l'angle entre le faisceau RX et la normale au monochromateur diffractant, k un nombre entier (ordre de diffraction) et d un paramètre lié à l'analyseur sélectionné (Figure 33).

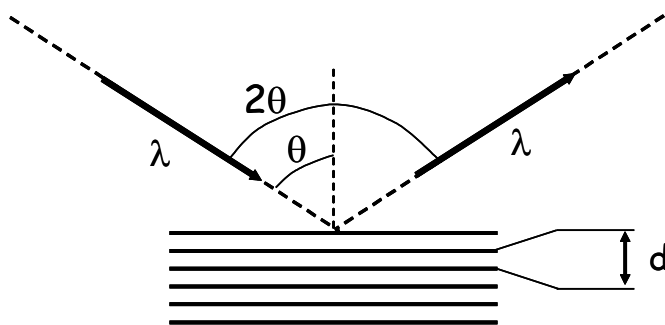


Figure 33 : *Diffraction des rayons X.*

La gamme des longueurs d'onde, du bore (Raie K à 183 eV) à l'uranium (Raie L à 21,8 KeV) est accessible par l'utilisation d'un jeu de monochromateurs. Chaque analyseur est caractérisé par sa distance d qui détermine la gamme d'énergies accessible. Les énergies les plus grandes sont diffractées par les cristaux possédant les distances réticulaires d les plus petites. La Figure 34 représente les domaines d'éléments accessibles par leurs raies K, L ou M au 1^{er} ordre pour différents cristaux analyseurs.

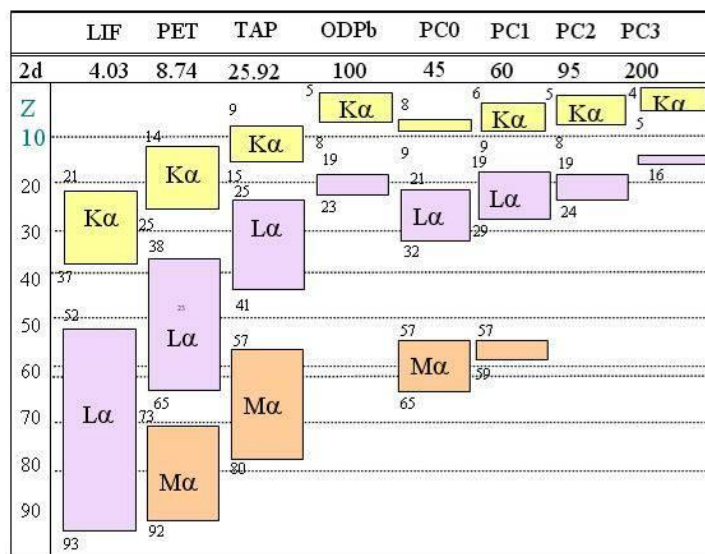


Figure 34 : Domaines d'éléments accessibles par leurs spectres K, L ou M au 1^{er} ordre pour les cristaux analyseurs LIF, TAP, PET, ODPb, PC0, PC1, PC2 et PC3.

Les monochromateurs TAP, PET et LiF sont des cristaux. Le paramètre d correspond donc à la distance inter-réticulaire. Les monochromateurs PC0, PC1, PC2 et PC3 sont des empilements de couches minces. Le paramètre d représente l'épaisseur de couche déposée ; la diffraction s'effectue alors entre ces couches. Le monochromateur ODPb est, quant à lui, un pseudo-cristal. Il est constitué d'atomes de plomb intercalés entre des couches de sels d'acides gras qui permettent de reproduire des plans régulièrement espacés, ce qui est alors équivalent à des plans cristallins. Le pseudo-cristal ODPb comme les monochromateurs PC0, PC1, PC2 et PC3 est périodique seulement dans une direction. À titre d'exemple, on peut voir sur la Figure 34 que la raie Kα du fer (Z=26) est diffractée sur un cristal LIF dont le paramètre 2d vaut 4,03 Å. La formule chimique des différents cristaux et pseudo-cristaux analyseurs est donnée dans le Tableau 4. La microsonde utilisée est une CAMECA SX 50 [Cameca¹]. Les analyseurs LIF, TAP, PET, PC1 et PC2 sont disponibles, permettant le dosage des espèces chimiques du bore (Z=5) au neptunium (Z=93). Quatre spectromètres rendent possible le dosage simultané de quatre espèces chimiques différentes. Chaque spectromètre contient au maximum quatre monochromateurs différents. Un spectre est alors tracé en longueur d'onde (ou en énergie) où la position des différents pics est caractéristique de la nature chimique des éléments présents.

Tableau 4 : Composition chimique et paramètres réticulaires de différents cristaux analyseurs.

Cristal	Composition chimique	2d (Å)
PC3	Mo/B4C multicouches	200
PC2	Ni/C multicouches	95
PC1	W/Si multicouches	60
PC0	W/Si multicouches	45
ODPb	Pb + sels d'acides gras	100
TAP	C ₈ H ₅ O ₄ Ti	25,92
PET	C ₅ H ₁₂ O ₄	8,742
LiF	LiF	4,027

3.2.2. Analyse quantitative

Pour chaque élément à doser se pose tout d'abord le choix de la raie qui servira à réaliser la quantification. Dans la plupart des cas, les raies $K\alpha$ ou $L\alpha$ de l'élément sont choisies. Le cristal sélectionné est déplacé à la position de la raie puis le nombre de photons diffractés est compté pendant un temps suffisamment long, souvent une centaine de secondes. Lorsque cela est possible, le cristal est ensuite déplacé de part et d'autre du pic pour la mesure du « fond continu ». La valeur du fond continu à la position de la raie sélectionnée est alors obtenue par interpolation linéaire entre les deux mesures obtenues de part et d'autre du pic. La hauteur réelle I du pic, divisé par le temps de comptage et par le courant du faisceau électronique primaire, exprimée en nombre de coups/s/nA, est déduite de la soustraction du fond continu à la hauteur totale du pic (Figure 35). Pour chaque élément à doser, la même procédure est reproduite sur un échantillon « standard » dans lequel la concentration de l'élément qui nous intéresse est parfaitement connue. Enfin, la concentration de l'élément dans l'échantillon étudié est déduite du rapport R des hauteurs de pics obtenues sur l'échantillon étudié et sur l'échantillon standard ($R = I/I_{std}$) après correction de type ZAF. Cette dernière permet de prendre en compte :

- les effets liés au numéro atomique (terme « Z »), dus aux phénomènes de ralentissement et de rétrodiffusion des électrons primaires dans la matière,

- les effets d'absorption interne (terme « A ») sur le trajet de sortie des rayons X dans l'échantillon,
- les effets de fluorescence (terme « F »), dus à l'excitation interne d'éléments plus légers par d'autres rayonnements X caractéristiques d'énergies supérieures.

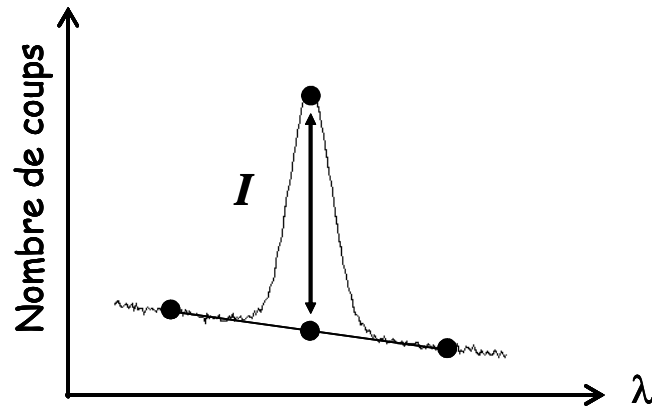


Figure 35 : Mesure de la hauteur réelle de pic.

3.2.3. Application à l'étude des ségrégations interfaciales

Deux méthodes ont été utilisées pour étudier la ségrégation du soufre au niveau des joints interdendritiques fissurés au cours du procédé de rechargement laser.

a) Analyse chimique d'une surface de rupture

La première méthode est l'analyse chimique de surfaces de rupture. Il est important de préciser que la microsonde de Castaing n'est pas une technique directe d'analyse chimique de surface comme la spectroscopie Auger. Toutefois, de nombreuses études ont mis en évidence la capacité de la microsonde de Castaing à analyser la composition chimique de films minces sur des substrats si celle-ci est inconnue [Pouchou'90a] [Pouchou'90b] [Pouchou'91] [Pouchou'02] ou à déterminer, par exemple, l'épaisseur de films minces dans le cas où ceux-ci sont de composition connue. L'exemple d'un dépôt d'or dont on souhaite mesurer l'épaisseur sur un substrat en cuivre est présenté pour illustrer la méthode. Elle consiste, dans un premier temps, à mesurer le rapport $R = I/I_{std}$ pour l'or et le cuivre pour différentes tensions d'accélération H_V du faisceau électronique incident (Figure 36). En effet, le principe

est de diminuer la tension d'accélération du faisceau incident afin d'augmenter la contribution de la surface et donc d'observer une augmentation détectable du rapport $R = I/I_{\text{std}}$ pour l'or.

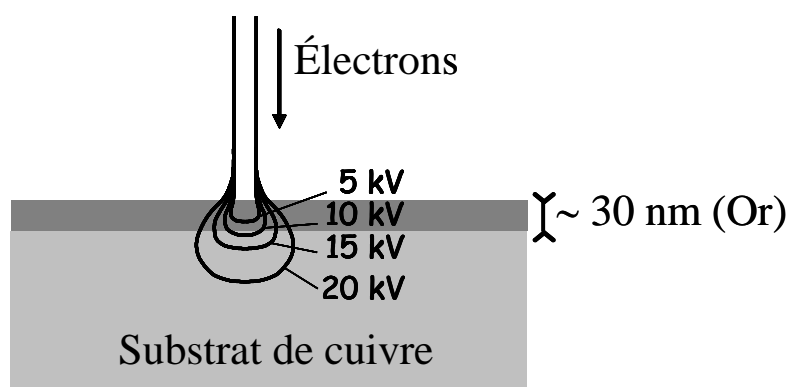


Figure 36 : Schéma de la poire d'interaction électrons/matière dans le cas d'un dépôt d'or sur un substrat de cuivre pour différentes tensions d'accélération du faisceau électronique incident.

La détermination de l'épaisseur de la couche d'or à partir des courbes expérimentales $R=f(H_V)$ n'est pas immédiate. Elle nécessite, par la suite, une modélisation fine de l'émission X dans une structure stratifiée. Ce travail de modélisation a été réalisé dans les années 1990, notamment par Pouchou *et al.* [Pouchou'90a][Pouchou'90b][Pouchou'91]. Plusieurs logiciels commerciaux permettant de traiter l'émission X dans des structures stratifiées sont disponibles. Le logiciel StratagemTM est ici utilisé [Stratagem]. La description détaillée des équations du modèle implémenté dans StratagemTM sort du cadre de cette étude. Plusieurs articles décrivant en détail le modèle sont disponibles dans la littérature [Pouchou'90a][Pouchou'90b][Pouchou'91]. Les données d'entrée du modèle sont, d'une part, la courbe expérimentale $R=f(H_V)$ et, d'autre part, la structure stratifiée de l'échantillon qui décrit l'épaisseur, la composition et la densité de chacune des couches constituant l'échantillon. StratagemTM permet de simuler, de façon théorique, pour chaque élément de l'échantillon, la courbe $R=f(H_V)$. Dans le cas présent, l'échantillon est modélisé par un empilement de deux couches : une couche d'or d'épaisseur inconnue sur un substrat de cuivre. Pour déterminer l'épaisseur de la couche d'or, celle-ci est ajustée dans StratagemTM afin d'obtenir un très bon accord entre la courbe expérimentale $R=f(H_V)$ et celle simulée. La Figure 37 présente un exemple de courbes simulées pour l'or et le cuivre dans le cas d'une épaisseur d'or de 30 nm. Il apparaît clairement une augmentation du rapport $R = I/I_{\text{std}}$ pour l'or quand la tension d'accélération du faisceau incident diminue ce qui s'explique par une

contribution de la surface plus importante. Le choix des raies étudiées est très important. Dans le cas de l'or par exemple, le seuil d'excitation des raies K et L étant très élevé, la raie M est préférée pour l'étude. Il apparaît néanmoins que pour des tensions de l'ordre de 2 kV, il n'est pas possible d'exciter la raie M de l'or.

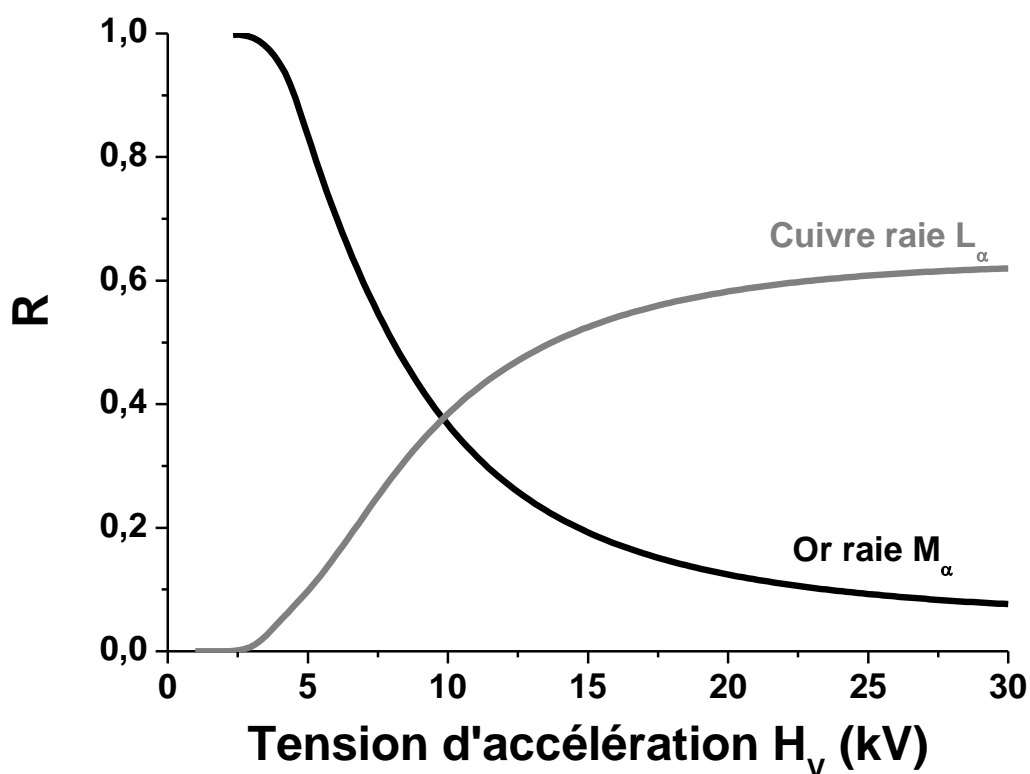


Figure 37 : Évolution simulée du rapport $R = I/I_{std}$ pour le cuivre et l'or en fonction de la tension d'accélération pour une épaisseur d'or de 30 nm.

En extrapolant cette technique à des films minces de l'ordre de quelques dizaines d'angström, il est envisageable d'utiliser la microsonde afin de détecter et quantifier les ségrégations interfaciales d'impuretés sur des surfaces de rupture. Il est important de rappeler que ce n'est pas une technique d'analyse chimique de surface comme la spectroscopie des électrons Auger. Toutefois, même si la résolution en profondeur est moins bonne (quelques dizaines de nanomètres) que celle observée en spectroscopie des électrons Auger (quelques dizaines d'angström), l'excellente limite de détection de la microsonde de Castaing (quelques dizaines de ppm contre 1% en spectroscopie des électrons Auger) va être mise à profit pour détecter et quantifier les ségrégations interfaciales de soluté(s). Le gros avantage de la technique est la possibilité de travailler sur des surfaces rompues *ex-situ* et de s'affranchir des problèmes de pollution de la surface, ce qui est impossible en spectroscopie des électrons Auger. Les

surfaces de rupture des rechargements fissurés lors du procédé laser peuvent donc être directement analysées. Le rapport $R = I/I_{std}$ pour l'élément soufre est mesuré pour différentes tensions d'accélération du faisceau électronique incident. La ségrégation interfaciale traduisant un enrichissement très important en soluté sur la surface de rupture, le fait de diminuer la tension d'accélération du faisceau incident permet d'augmenter la contribution de la surface et donc d'observer une augmentation détectable du rapport $R = I/I_{std}$ pour l'élément soufre. La quantification intervient de même que précédemment en comparant la mesure de l'évolution du rapport $R=f(H_V)$ pour l'élément soufre à celle simulée à l'aide du logiciel Stratagem™. Il s'agit d'ajuster la quantité de soufre présente à la surface de l'échantillon, de façon à ce que la courbe calculée passe au plus près des points expérimentaux. Les gradients de température induits par le procédé de rechargement laser conduisent plus ou moins à une solidification de la matière suivant une des six directions (100) du cristal. La ségrégation interfaciale du soufre se produit à l'interface entre les dendrites. Du fait du caractère colonnaire des dendrites, la diffusion volumique du soufre est supposée unidirectionnelle, perpendiculairement aux joints interdendritiques, suivant la direction transverse à la direction de croissance préférentielle. Un plan (100) d'un réseau cubique à faces centrées (CFC) de paramètre de maille $a = 3,52 \text{ \AA}$ est considéré pour la ségrégation. La concentration surfacique en soufre mesurée est donc comparée à la densité atomique surfacique du plan (100) : $d(100)=2,68.10^{-5} \text{ mol/m}^2$.

b) Profil de concentration à travers une fissure

Les conditions expérimentales sont celles de la microanalyse « classique » : une tension d'accélération de 15 kV et un courant de faisceau est de 50 nA. Dans ces conditions, le diamètre du faisceau, mesuré par fluorescence sur un diamant, est de 7 μm . La méthode consiste à réaliser un profil du rapport $R = I/I_{std}$ pour l'élément soufre sur un échantillon poli, perpendiculairement à la fissure (Figure 38) puis à observer si un enrichissement en soufre est présent au niveau des faces internes de la fissure.

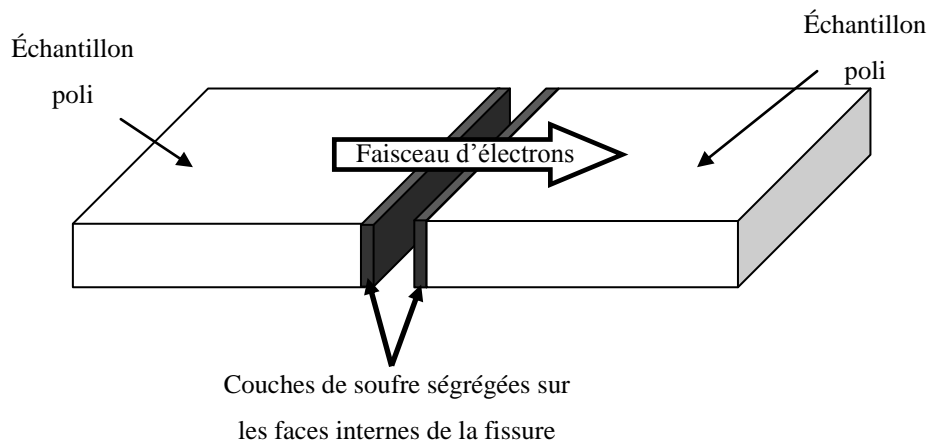


Figure 38 : Schéma d'un profil de concentration au travers d'une fissure.

La quantification est obtenue en comparant le profil du rapport $R = I/I_{std}$ mesuré pour le soufre avec celui calculé à l'aide d'un logiciel de simulation Monte Carlo des trajectoires électroniques : Casino™ [Casino][Drouin'07]. Ce dernier permet de simuler l'émission des rayons X des différents éléments d'un échantillon de composition connue suite à l'interaction électrons/matière [Hovington'97a][Hovington'97b]. Le déplacement d'un faisceau électronique de 7 μm de diamètre est simulé à la surface d'un échantillon modélisé par une succession de couches de composition fixée. La couche de soufre ségréguée sur chacune des faces internes de la fissure en est un exemple (Figure 38). Comme dans le cas des mesures en surface (3.2.3.a), la démarche consiste à ajuster la quantité de soufre présente sur le bord de la fissure de façon à reproduire le mieux possible le profil expérimental.

4. LA SIMULATION NUMÉRIQUE PAR ÉLÉMENTS FINIS

La description détaillée de la méthode de résolution par les éléments finis sortant du cadre de cette étude, seule une présentation succincte est faite dans le premier paragraphe. Dans un second paragraphe, le logiciel d'éléments finis Comsol™ est présenté [Comsol].

4.1. Principe général de la résolution d'un problème physique par la méthode des éléments finis

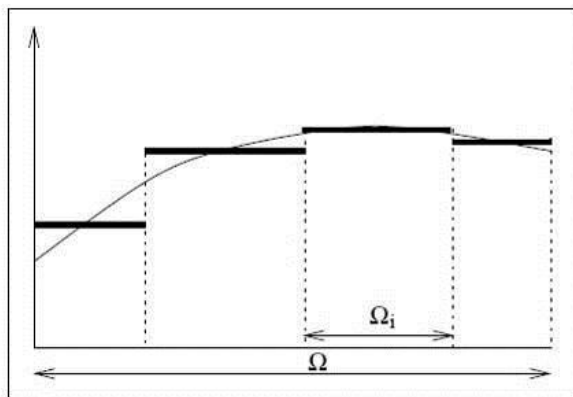
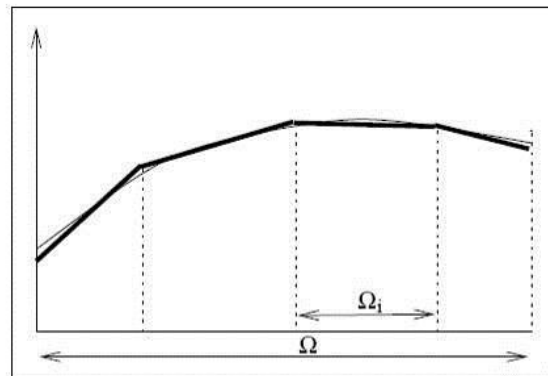
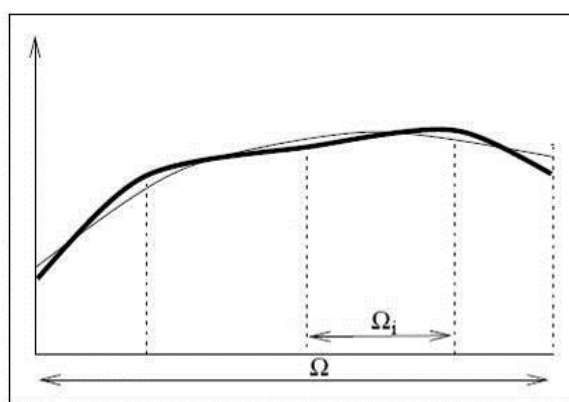
Considérons le champ inconnu $u(M)$, D un opérateur symbolisant un système différentiel ou aux dérivées partielles, devant être nul en tout point d'un domaine Ω , et B l'opérateur symbolisant les conditions aux limites sur le bord devant être nul sur la frontière $\partial\Omega$ du domaine Ω . Le problème physique s'écrit alors :

$$(6) \quad \begin{aligned} &\text{Trouver le champ } u(M) \text{ défini sur } \Omega \text{ tel que :} \\ &D(u(M)) = 0, \quad \forall M \in \Omega ; \quad B(u(N)) = 0, \quad \forall N \in \partial\Omega \end{aligned}$$

La méthode des éléments finis consiste à chercher une solution approchée de la solution exacte, sous la forme d'un champ \tilde{u} , défini par morceaux, sur des sous-domaines de Ω . Les sous-domaines Ω_i ou mailles sont tels que :

$$(7) \quad \bigcup_{i=1}^n \Omega_i = \Omega \text{ et } \tilde{\Omega}_i \cap \tilde{\Omega}_j = \emptyset \quad \forall i \neq j$$

où $\tilde{\Omega}_i$ désigne l'intérieur de Ω_i . Cette opération qui consiste à réaliser une partition du domaine Ω est appelée *maillage*. Les champs \tilde{u}_i définis sur chaque maille ou chaque sous-domaine de Ω sont des champs choisis parmi une famille arbitraire de champs (généralement polynomiaux). La famille de champs locaux est appelée *espace des fonctions d'interpolation de l'élément*. La Figure 39 montre une solution approchée discontinue d'un champ scalaire sur un domaine Ω de dimension 1. La famille des champs locaux est la famille des champs constants par morceaux. La Figure 40 montre une solution approchée continue (C_0) d'un champ scalaire sur un domaine Ω de dimension 1. La famille des champs locaux est la famille des champs polynomiaux de degré 1. La Figure 41 montre une solution approchée continue (C_1) d'un champ scalaire sur un domaine Ω de dimension 1. La famille des champs locaux est la famille des champs polynomiaux de degré 2.

Figure 39 : *Solution approchée discontinue.*Figure 40 : *Solution approchée continue C_0 .*Figure 41 : *Solution approchée continue C_1 .*

Chercher une solution par éléments finis consiste donc à déterminer quel champ local \tilde{u}_i il faut attribuer à chaque maille ou chaque sous-domaine de Ω pour que le champ global \tilde{u} obtenu par juxtaposition de ces champs locaux soit proche de la solution du problème. La résolution d'un problème par la méthode des éléments finis se ramène à calculer un nombre fini de valeurs de la solution approchée, en des points choisis dans le sous-domaine, appelés *nœuds*. Le champ local est une interpolation entre les valeurs aux nœuds. La notion d'*élément* est définie, d'une part par le choix des nœuds dans la maille et, d'autre part par le choix arbitraire d'une famille de champs locaux destinés à donner une valeur approchée de la solution en tout point de la maille, en ne connaissant que les valeurs d'une solution approchée aux nœuds de l'élément. Le nombre d'inconnues scalaires par nœud est appelé *nombre de degrés de liberté*. Le choix des éléments est un des points délicats de la simulation numérique puisqu'il est un compromis entre la qualité de la solution approchée et le coût en termes de temps de calcul. En effet, si la qualité de la solution approchée augmente souvent avec le

degré des polynômes d'interpolation, le nombre de mailles et le nombre de nœuds par maille, le coût en temps de calcul peut, lui, devenir exorbitant.

Le choix d'un maillage et des éléments permet de construire un espace \mathcal{F} de fonctions \tilde{u} définies sur tout le domaine Ω et obtenues par juxtaposition des interpolations sur les éléments. Chaque fonction \tilde{u} de \mathcal{F} est une interpolation sur tout le domaine Ω qui est complètement déterminée par les N_{ddl} valeurs de degré de liberté aux nœuds. En analyse fonctionnelle, sous certaines conditions, il est possible de définir un produit scalaire entre deux fonctions f et g possédant la propriété suivante :

$$(8) \quad \int_{\Omega} f(M) \cdot g(M) d\Omega = 0 \quad \forall g \Leftrightarrow f = 0 \quad \forall M \in \Omega$$

Autrement dit, résoudre le système différentiel (6) est équivalent à chercher $u(M)$ tel que :

$$(9) \quad \int_{\Omega} D(u(M)) \cdot \psi(M) d\Omega = 0 \quad \forall \psi(M) \text{ avec } B(u(N)) = 0, \quad \forall N \in \partial\Omega$$

Cette formulation est appelée *formulation variationnelle* ou *forme intégrale* du problème. Le principe d'approximation par éléments finis consiste à satisfaire l'équation (9) avec, d'une part les fonctions \tilde{u}_i complètement déterminées par les valeurs de degrés de liberté aux nœuds et, d'autre part certaines fonctions $\psi(M)$. Le choix des fonctions $\psi(M)$ est très important. Plusieurs méthodes existent dont la méthode de Galerkin semble être la plus utilisée dans les logiciels d'éléments finis. Ainsi à chaque fonction $\psi(M)$ correspondra une équation scalaire fonction des valeurs de degrés de liberté aux nœuds. Si on choisit correctement un nombre de fonctions $\psi(M)$ indépendantes, égal au nombre d'inconnues du système, alors on est ramené à un système de N_{inc} équations à N_{inc} inconnues. La construction de ce système d'équations s'appelle l'*assemblage*.

Si la formulation variationnelle (9) est une application linéaire en u , un système linéaire est obtenu. Deux classes de méthodes peuvent être alors envisagées pour la résolution :

- les méthodes directes : elles aboutissent à la solution en un nombre fini d'opérations,

- les méthodes itératives : la solution est atteinte en un nombre infini d'opérations convergeant vers la solution. Les itérations sont stoppées lorsqu'un critère d'arrêt des itérations est atteint estimant que l'on est suffisamment près de la solution cherchée.

Si la formulation variationnelle n'est pas une application linéaire en u , la résolution du système est plus complexe. Il existe alors des méthodes permettant de se ramener à une succession de problèmes linéaires.

4.2. La simulation avec Comsol™

Comsol™ est un logiciel d'éléments finis qui permet de traiter tout phénomène physique régi par une équation aux dérivées partielles. La forme générale d'équations aux dérivées partielles retenue est la suivante :

$$(10) \quad e_\alpha \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} + d_\alpha \frac{\partial u}{\partial t} + \nabla(-c\nabla u - au + \gamma) + \beta \nabla u + au - f = 0$$

où u est le champ inconnu (qui peut être scalaire ou vectoriel), ∇ ou « nabra » est l'opérateur différentiel par rapport à la position, et e_α , d_α , c , a , γ , β et f sont des paramètres spécifiques au problème physique traité. Pour illustrer l'équation ci-dessus, le cas de la variable concentration C est traité. Si $d_\alpha = 1$, $c = D$ et $e_\alpha = a = \gamma = \beta = f = 0$ alors l'équation (10) s'écrit :

$$(11) \quad \frac{\partial C}{\partial t} + \nabla(-D\nabla C) = 0$$

avec D le coefficient de diffusion de l'espèce. En une dimension, et avec un coefficient de diffusion constant, l'équation se ramène à la forme bien connue de la deuxième loi de Fick :

$$(12) \quad \frac{\partial C}{\partial t} - D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} = 0$$

Différents modules spécialisés ont ainsi été prédéfinis pour la résolution de problèmes physiques classiques (thermique, mécanique, diffusion...) de façon à ne pas avoir à redéfinir

les équations différentielles mises en jeu. Comsol™ est un logiciel « multiphysique » qui permet la résolution simultanée de plusieurs phénomènes physiques indépendants ou couplés. Le couplage peut être faible ou fort. Dans le cas de la résolution de deux problèmes physiques, un couplage faible signifie que seul une des deux variables dépend de l'autre. La deuxième variable est indépendante. C'est le cas classique des problèmes thermomécaniques : la solution mécanique dépend de la solution thermique *via* les effets de la dilatation, la solution thermique étant quant à elle indépendante de la solution mécanique. Un couplage fort signifie que les deux variables sont dépendantes l'une de l'autre. Selon la dimension du problème, les mailles peuvent être des segments (en une dimension 1D), des triangles (en deux dimensions 2D), des quadrangles (2D), des tétraèdres (en trois dimensions 3D)... Par défaut, les mailles sont triangulaires en 2D ou tétraédriques en 3D. Les fonctions d'interpolation sont de type polynomial, dits polynômes de Lagrange, d'ordre 1 à 5 (ordre 2, par défaut). Ces polynômes sont définis de la façon suivante. À l'aide de $(n+1)$ points, connaissant les valeurs $y_i = f(x_i)$ aux points x_i , on construit un polynôme $P_n(x)$ de degré n défini par :

$$(13) \quad P_n(x) = \sum_{j=0}^n y_j L_j(x), \text{ avec, } L_j(x) = \prod_{k=0, k \neq j}^n \frac{x - x_k}{x_j - x_k}$$

Un module de post traitement permet de visualiser les résultats obtenus ou toute expression ou fonction de n'importe quelles variables du problème.

5. LES TECHNIQUES DE MESURE DES CONTRAINTES RESIDUELLES

Comme cela a été mentionné lors du premier chapitre, la présence de contraintes ou déformations résiduelles est une cause possible des problèmes de fissuration intervenant au cours de procédés de type soudage. La méthode de la complaisance a été utilisée dans le but de mettre en évidence la présence de contraintes résiduelles au sein des rechargements. Cette technique est présentée dans le premier paragraphe. Au cours de la thèse, un modèle numérique de simulation thermomécanique du procédé de rechargement laser, en configuration ligne de fusion (voir Chapitre IV, paragraphe 1.2), a été développé dans le but

d'étudier l'influence de certains paramètres du procédé sur les contraintes résiduelles. La validation de ce modèle thermomécanique a été réalisée à l'aide de la technique dite de la flèche. Cette dernière est expliquée au cours du second paragraphe.

5.1. La méthode de la complaisance

La méthode de la complaisance introduite par Cheng et Finnie en 1985 consiste à introduire progressivement une entaille dans un matériau contenant des contraintes résiduelles [Finnie'85]. Des jauges de déformation placées judicieusement sur la pièce mesurent les déformations engendrées, au cours du temps, à chaque incrément de profondeur de la découpe. Les déformations mesurées proviennent de la relaxation des contraintes résiduelles au sein de la pièce, au fur et à mesure de la découpe. L'avantage de cette technique est la possibilité de connaître l'évolution du profil de contrainte en fonction de la profondeur plus précisément que par d'autres techniques. Dans le cadre de notre étude, cette technique a été utilisée pour connaître l'évolution du profil de contraintes résiduelles ($\sigma_x(y)$) au sein d'une plaque préalablement soumise au procédé de rechargement laser (Figure 42).

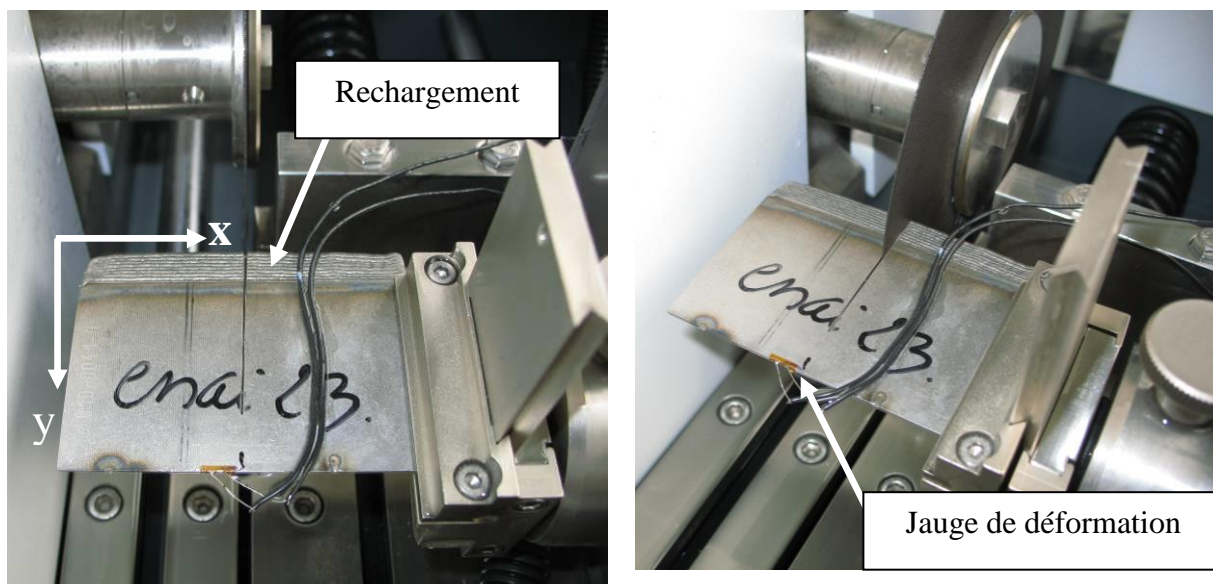


Figure 42 : Méthode de la complaisance : mesure de déformations par une jauge de déformation collée sur l'arête inférieure d'une plaque subissant une découpe progressive à partir du sommet opposé.

La technique de mesure consiste à placer une jauge de déformation sur l'arête inférieure de la plaque. La découpe de la plaque est effectuée à l'aide d'une tronçonneuse à partir de l'arête opposée (Figure 42). Il a été vérifié au préalable, sur une plaque non rechargée donc libre de contraintes, que la découpe n'ajoute pas de contraintes résiduelles supplémentaires au matériau. L'évolution des contraintes résiduelles avec la profondeur de découpe est déterminée à partir des déformations mesurées, à l'aide d'une technique similaire à la méthode des séries de puissance [Schajer'81]. Cette dernière a été développée initialement pour la technique du trou incrémental. La répartition des contraintes résiduelles peut s'écrire sous la forme d'une série de fonctions :

$$(14) \quad \sigma_x(y) = \sum_{i=0}^n A_i P_i(y)$$

avec y la profondeur, A_i des coefficients à déterminer et P_i les termes de la série de fonction et n l'ordre de la série. Des fonctions de type polynômes de Legendre sont utilisées. La méthode d'optimisation pour le choix de l'ordre n des polynômes de Legendre n'est pas présentée. Elle a fait l'objet d'un article publié par Prime *et al.* [Prime'06]. Typiquement, des polynômes de Legendre jusqu'à l'ordre 10 sont calculés. Les polynômes de Legendre étant définis dans l'intervalle $[-1,1]$, la profondeur de découpe sera ramenée à une dimension comprise entre -1 et 1 grâce à la formule suivante :

$$(15) \quad y = 2 \times a/H - 1$$

avec H la hauteur totale de la plaque (substrat + rechargement) et a la distance de découpe. Les coefficients A_i de l'équation sont calculés à l'aide de la méthode des éléments finis. Pour cela, un modèle mécanique purement élastique est réalisé. Les dimensions de la pièce sont reproduites. Une des frontières de la pièce est fixée dans toutes les directions de l'espace (Figure 42). Les autres frontières sont libres de se déformer. L'évolution du profil de contraintes au sein de la pièce est recherchée, par exemple, tous les 500 microns. Au $k^{\text{ième}}$ incrément de découpe de 500 μm , l'entaille créée a une longueur $a_k = k \times 0,5 \text{ mm}$ correspondant à une distance y_k , normalisée grâce à l'équation (15). Ainsi, les n termes $P_i(y_k)$ appliqués comme force par unité de surface, sur l'entaille de longueur a_k , dans le modèle numérique élastique, retournent une valeur de déformation élastique au niveau de la jauge de déformation. Cette valeur de déformation est appelée « *compliance* » et est notée

habituellement $C_i(y_k)$. Pour n termes de la série de polynômes de Legendre et m incréments de découpes la dimension de la matrice de complaisance notée C est $(m \times (n+1))$. La déformation mesurée expérimentalement pour chaque profondeur de découpe y_k s'écrit alors :

$$(16) \quad \varepsilon(y_k) = \sum_{i=0}^n A_i C_i(y_k)$$

Pour tous les incréments de découpe, l'équation (16) peut s'écrire sous la forme matricielle suivante :

$$(17) \quad \varepsilon = [C]A$$

où ε est un vecteur colonne contenant les m valeurs de déformation $\varepsilon(y_k)$ mesurées expérimentalement, C est la matrice de complaisance de dimension $m \times (n+1)$ déterminée à l'aide du modèle numérique élastique et A un vecteur colonne de dimension $(n+1) \times 1$ contenant les coefficients A_j . Si le nombre d'incrément de découpe m est supérieur ou égal à l'ordre des polynômes de Legendre n alors l'équation (ci-dessus) a une solution qui s'écrit sous forme matricielle :

$$(18) \quad A = ([C]^T [C])^{-1} [C]^T \varepsilon$$

Finalement, la valeur des contraintes résiduelles en fonction de la profondeur y est donnée par l'équation (14).

5.2. La technique de la flèche

Des lignes de fusion ont été réalisées sur des plaquettes en René 142 de dimensions $60 \text{ mm} \times 20 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ pour différents paramètres du procédé de rechargement laser. Après retour à température ambiante, le sommet de la plaque est tronçonné. La présence de contraintes résiduelles, au sein de l'échantillon, entraîne une relaxation de la partie découpée se traduisant par une courbure de cette dernière (Figure 43). La flèche est mesurée au centre de la partie découpée, à l'aide d'un logiciel d'analyse d'image (Image Tool). Au cours de la

thèse, un modèle numérique de simulation thermomécanique du procédé de rechargement laser, en configuration ligne de fusion (voir Chapitre IV, paragraphe 1.2), a été développé dans le but d'étudier l'influence de certains paramètres du procédé sur les contraintes résiduelles. Pour les conditions opératoires expérimentales testées, la relaxation virtuelle du sommet d'une plaque soumise à une ligne de fusion a été simulée. Une validation indirecte du modèle thermomécanique a ainsi été choisie en comparant les flèches mesurées et simulées.

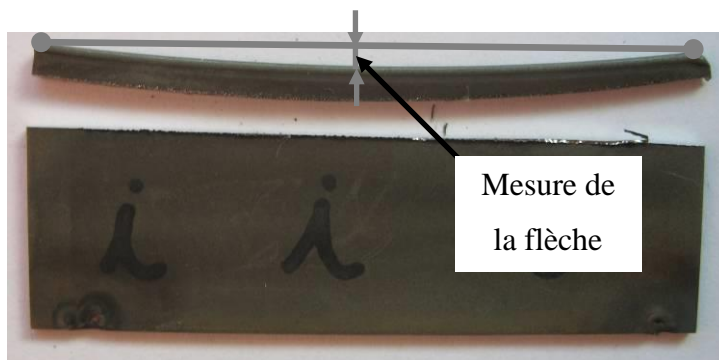


Figure 43 : *Exemple de courbure du sommet d'une plaque soumise à une ligne de fusion après retour à température ambiante et tronçonnage du sommet.*

CHAPITRE 3 : ÉTUDE ET SIMULATION DE L'ENDOMMAGEMENT

Le procédé de rechargement laser conduit à la formation de fissures qui s'amorcent et se propagent au sein même du rechargement au cours de la réparation. Ce chapitre a pour objectif de comprendre quelles sont les origines métallurgiques de la fissuration.

1. LA FISSURATION AU COURS DU PROCÉDÉ DE RECHARGEMENT LASER

Cette étude consiste tout d'abord en une étude fractographique des rechargements fissurés. Puis, les conditions thermiques d'apparition des fissures sont déterminées. Pour ce faire, des essais d'émission acoustique sont réalisés au cours du procédé de rechargement. Dans un premier temps, la technique est validée pour la détection spatio-temporelle de fissures. Dans un deuxième temps, les résultats d'émission acoustique sont couplés à la simulation numérique du procédé de rechargement laser dans le but d'estimer les gammes de températures de fissuration.

1.1. Le mode de rupture des couches de rechargement

Au cours du procédé laser, la rupture des rechargements intervient par le biais de fissures qui se propagent plus ou moins verticalement, dans la direction perpendiculaire aux couches déposées (Figure 44). La technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), disponible dans le microscope électronique à balayage (MEB), est utilisée afin de déterminer l'orientation cristallographique de la croissance des dendrites, au sein des rechargements. L'ensemble des points correspondant à une même orientation cristallographique ou une désorientation de moins de 5° (valeur choisie arbitrairement) sont représentés d'une même couleur sur une cartographie EBSD. Ils appartiennent alors au même cristal. Les dendrites différentes apparaissent donc de couleurs différentes. Le code couleur correspond à une orientation cristallographique parallèle à l'axe de représentation choisi pour la cartographie

(Figure 45). En pratique, l'axe de représentation de la cartographie est un des axes du repère orthonormal de l'échantillon (Figure 45).

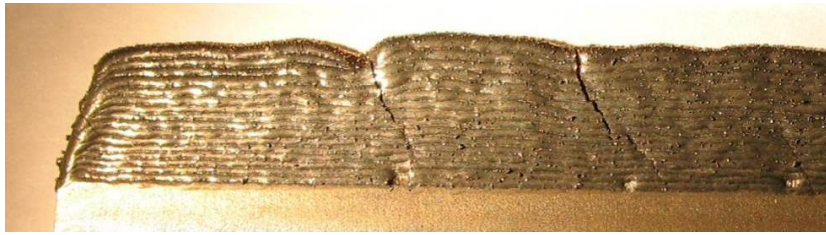


Figure 44 : Exemple de fissures propagées au sein des rechargements, perpendiculairement aux couches déposées, au cours du procédé de réparation.

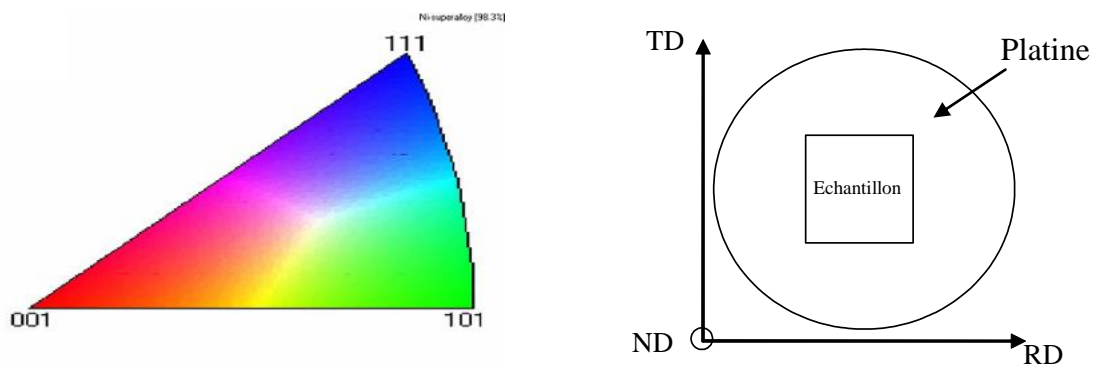


Figure 45 : a) Code couleur correspondant à une orientation cristallographique du système cubique parallèle à l'axe de représentation choisi pour la cartographie. b) Repère orthonormal de l'échantillon.

La Figure 46 présente, après polissage, une partie d'un rechargement fissuré. Une cartographie EBSD de la zone encadrée est également présentée. Comme cela a été expliqué précédemment, au cours du procédé de rechargement laser, les vitesses de refroidissement élevées conduisent à une microstructure brute de solidification avec une croissance orientée des dendrites plus ou moins alignées dans la direction du gradient thermique. Une microstructure à solidification dirigée des rechargements est mise en évidence. Les zones blanches sont non indexées et correspondent à la fissure. La microstructure en « zig zag » observée s'explique par le déplacement du laser qui s'est effectué, couche après couche, successivement de gauche à droite puis de droite à gauche. Une modification de la direction des gradients thermiques se produit à chaque passe, expliquant les changements de direction de croissance des dendrites. Toutefois, il est important de souligner que ce changement de direction de croissance des dendrites n'est pas forcément accompagné d'un changement

d'orientation cristalline des dendrites. En effet, la croissance d'une même dendrite peut être observée sur plusieurs passes traduisant une épitaxie de la nouvelle couche par rapport à la précédente. La rupture verticale des rechargements en « zig zag » sur la Figure 46 semble indiquer que la propagation des fissures suit la croissance des dendrites.

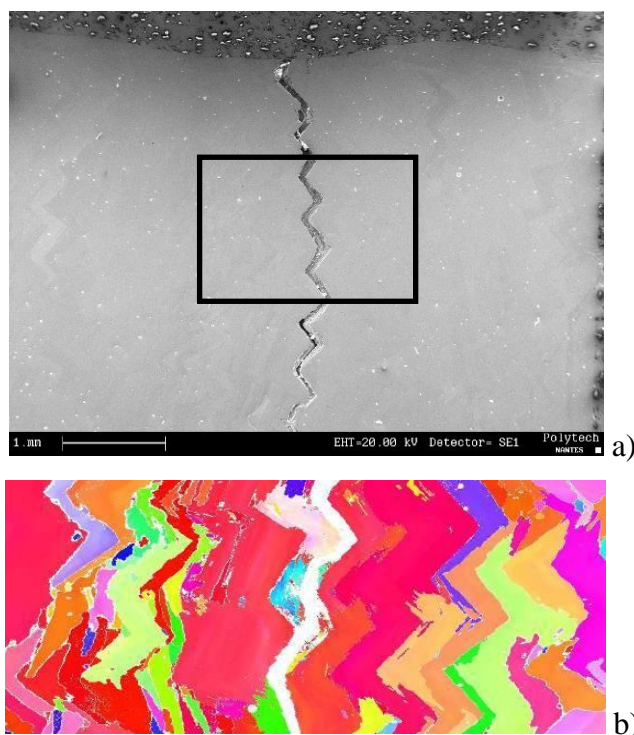


Figure 46 : a) Image MEB d'une partie d'un rechargement fissuré au cours du procédé de rechargement laser. b) Cartographie EBSD de la zone encadrée.

La Figure 47 présente une cartographie EBSD au voisinage de la fissure amorcée au cours du procédé de rechargement laser. Une orientation cristalline différente des dendrites est observée de part et d'autre de la fissure. La fissuration s'est donc produite, au sein des rechargements, à l'interface entre les dendrites. L'observation fractographique des faciès de rupture révèle systématiquement des ruptures de type interdendritique fragile (Figure 48). En conclusion, le procédé de rechargement laser conduit à une solidification dirigée de la matière. La rupture plus ou moins verticale des couches de rechargement s'explique par la propagation de fissures au niveau des joints interdendritiques du matériau. En outre, au niveau macroscopique et microscopique, l'observation fractographique des faciès de rupture révèle systématiquement un mode de fragilisation de type interdendritique fragile.

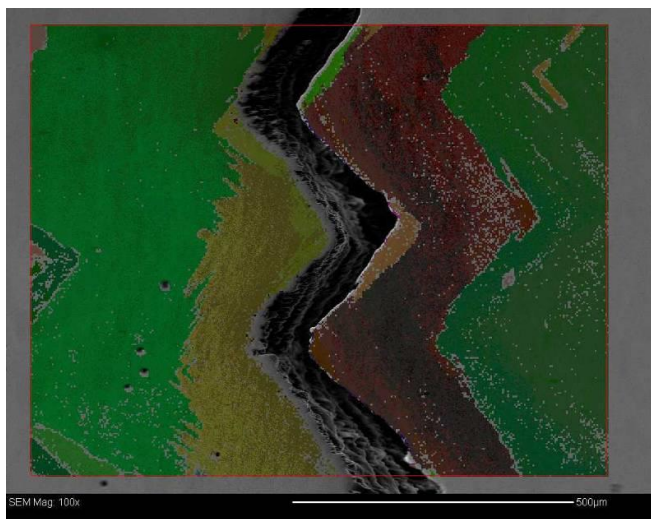


Figure 47 : Cartographie EBSD au voisinage d'une fissure amorcée au cours du procédé de rechargement laser.

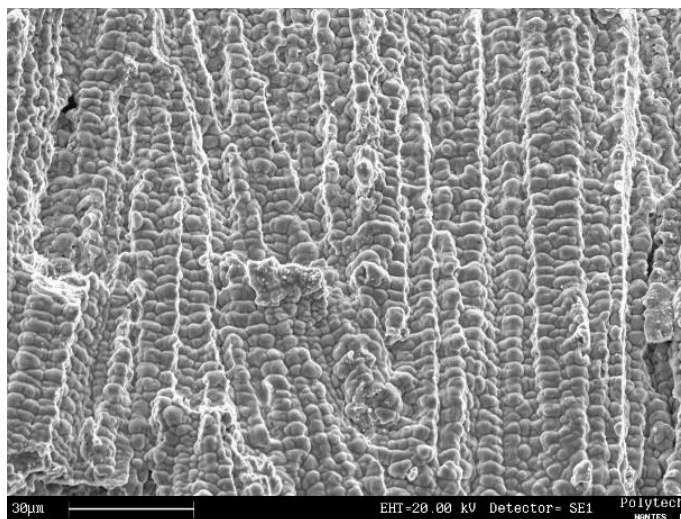


Figure 48 : Faciès de rupture d'une fissure amorcée au cours du procédé de rechargement laser.

1.2. Les essais d'émission acoustique

De nombreux mécanismes d'endommagement peuvent être sources d'émission acoustique. Le premier objectif de l'étude est de corréliser la localisation *a posteriori* de fissures avec une détection spatio-temporelle d'éventuels événements acoustiques correspondants, se produisant au cours de la réparation. Le but est de valider la technique de l'émission acoustique comme moyen d'étude du mécanisme de fissuration des couches de rechargement. Une plaque en Hastelloy X de dimensions 75 mm × 50 mm × 1 mm a été rechargée avec une puissance laser de 140 W et une vitesse du laser de 250 mm.min⁻¹ (Figure 49). Dans tous les cas, la poudre utilisée est en René 142. Treize passes de rechargement ont été réalisées, conduisant à une hauteur de rechargement supérieure à 5 mm. Pendant le rechargement, le déplacement du laser s'effectuait systématiquement de la droite de la plaque vers la gauche (Figure 49). Les flèches blanches représentent la localisation visuelle, *a posteriori*, des fissures.

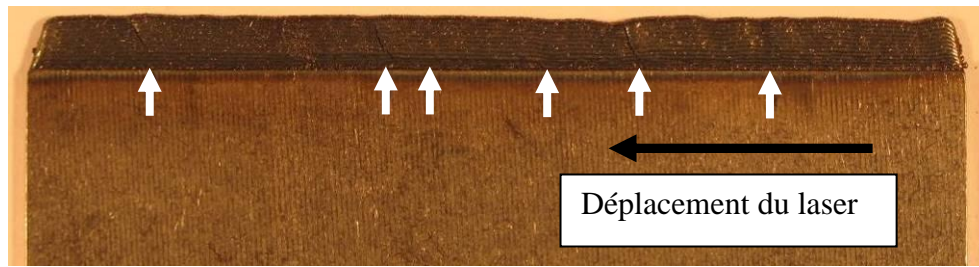


Figure 49 : Essai de recharge laser réalisé avec une puissance laser de 140 W et une vitesse du laser de $250 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$. Identification a posteriori des fissures, en blanc.

L'évolution de l'énergie absolue générée au sein de la pièce est suivie au cours du temps, pour les différentes passes de recharge, à l'aide de deux capteurs piézoélectriques en contact avec la pièce (Figure 29, Chapitre II, paragraphe 2.2). Un exemple de résultat obtenu est présenté sur la Figure 50 pour une passe de recharge.

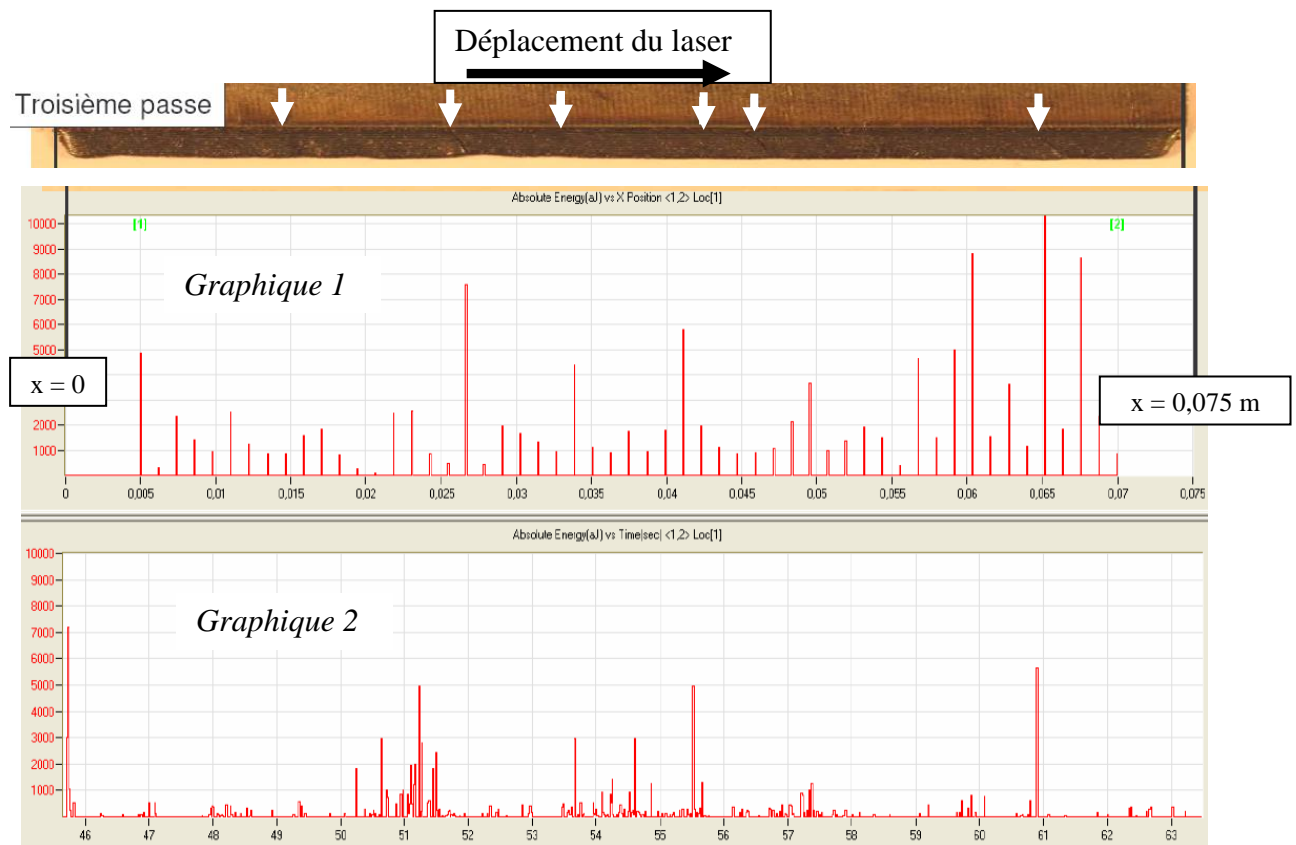


Figure 50 : Détection spatio-temporelle des événements acoustiques au cours d'une passe de recharge.

Sous la photographie inversée du rechargement (déplacement du laser de la gauche vers la droite), le premier graphique présente la somme des énergies des événements acoustiques ou

salves, en attojoules ($1 \text{ aJ} = 10^{-18} \text{ J}$), intervenus au cours d'une passe de rechargement, en fonction de leur position dans la plaque. L'abscisse représente donc la position en x de la plaque, soit 75 mm. Le second graphique présente l'énergie absolue des événements acoustiques en fonction du temps, au cours de la passe considérée. L'abscisse représente alors le temps qui varie, pour la troisième passe, de 45,5 s à 63,5 s. À la vitesse de $250 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$, le laser parcourt la plaque en 18 s. Le post-traitement des données permet de tracer, pour chaque passe de rechargement, une Figure similaire à la Figure 50. L'inconvénient de cette représentation est la quantité importante d'information disponible qui complique l'exploitation des résultats et empêche de relier à première vue les nombreuses détections spatiales et temporelles. Par ailleurs, les résultats correspondant aux instants situés entre deux passes successives ne sont pas présentés car le mouvement du laser pour revenir à sa position initiale perturbe l'enregistrement des capteurs.

Afin de simplifier la lecture des graphiques, un filtre est réalisé autour d'une fenêtre spatiale englobant, par exemple, une fissure identifiée *a posteriori*. L'exemple de la fenêtre spatiale située entre l'abscisse $x = 0,06 \text{ m}$ et $x = 0,07 \text{ m}$ du graphique 1 de la Figure 50 est traité. La Figure 51 illustre le résultat obtenu à la suite de la troisième passe. Le graphique 2 présente l'énergie des événements acoustiques en fonction du temps pour la fenêtre spatiale considérée. Les événements acoustiques situés en dehors de la fenêtre spatiale ne sont alors plus représentés. La quantité d'information s'en trouve diminuée et la lecture des graphiques grandement simplifiée. Pour toutes les passes de rechargement, une Figure similaire est tracée. L'ensemble des résultats pour cette fenêtre spatiale est donné en Annexe 1. Cette nouvelle représentation permet de suivre l'évolution des énergies des salves au voisinage de la fissure au cours du temps.

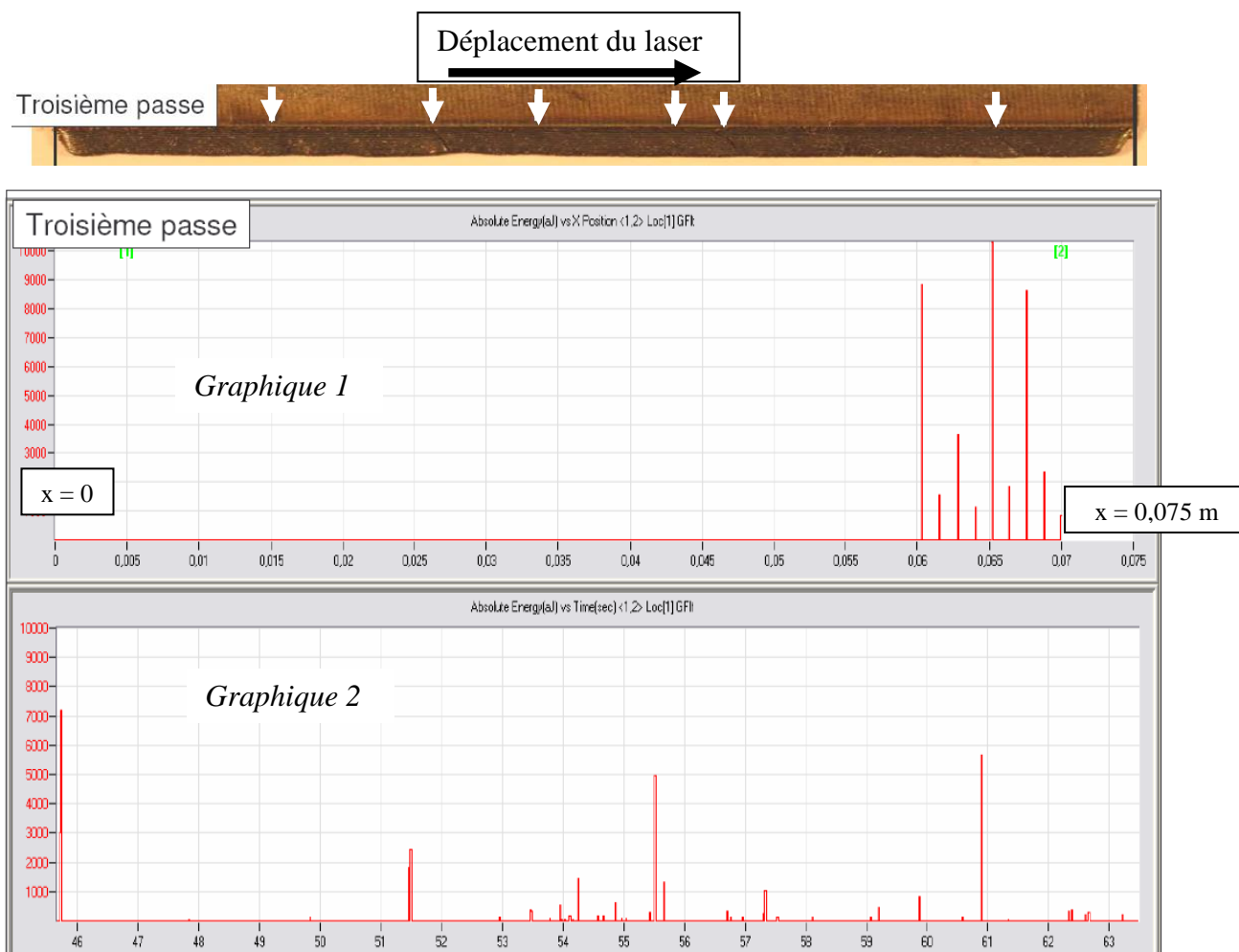


Figure 51 : Détection temporelle des évènements acoustiques intervenus au cours de la troisième passe de rechargement, dans la fenêtre spatiale située entre l'abscisse $x = 0,06$ m et $x = 0,07$ m du premier graphique.

Pour les huit premières passes, les énergies libérées ne dépassent pas les 18 000 aJ. Dans les conditions opératoires testées ($P_{\text{Laser}} = 140$ W et $V_{\text{Laser}} = 250$ mm.min⁻¹), il apparaît au bout de la neuvième passe une salve de forte énergie (> 5 000 000 aJ) à la position même de la fissure identifiée (Figure 52). Cette salve s'est produite à $t = 178,4$ s au cours du procédé de rechargement laser. La superposition des deux échelles, temporelle et spatiale, permet de connaître à tout instant la position exacte du laser. En effet, à $t = 169,5$ s commence la neuvième passe à $x = 0$ m et à $t = 187,5$ s s'achève la neuvième passe à $x = 0,075$ m. Ainsi, à $t = 178,4$ s, le laser était situé à $x = 0,037$ m, c'est à dire en amont de la fissure. En outre, une deuxième salve de l'ordre de 500 000 aJ s'est produite au cours de cette passe, à la position même de la fissure identifiée, quelques dixièmes de secondes plus tard.

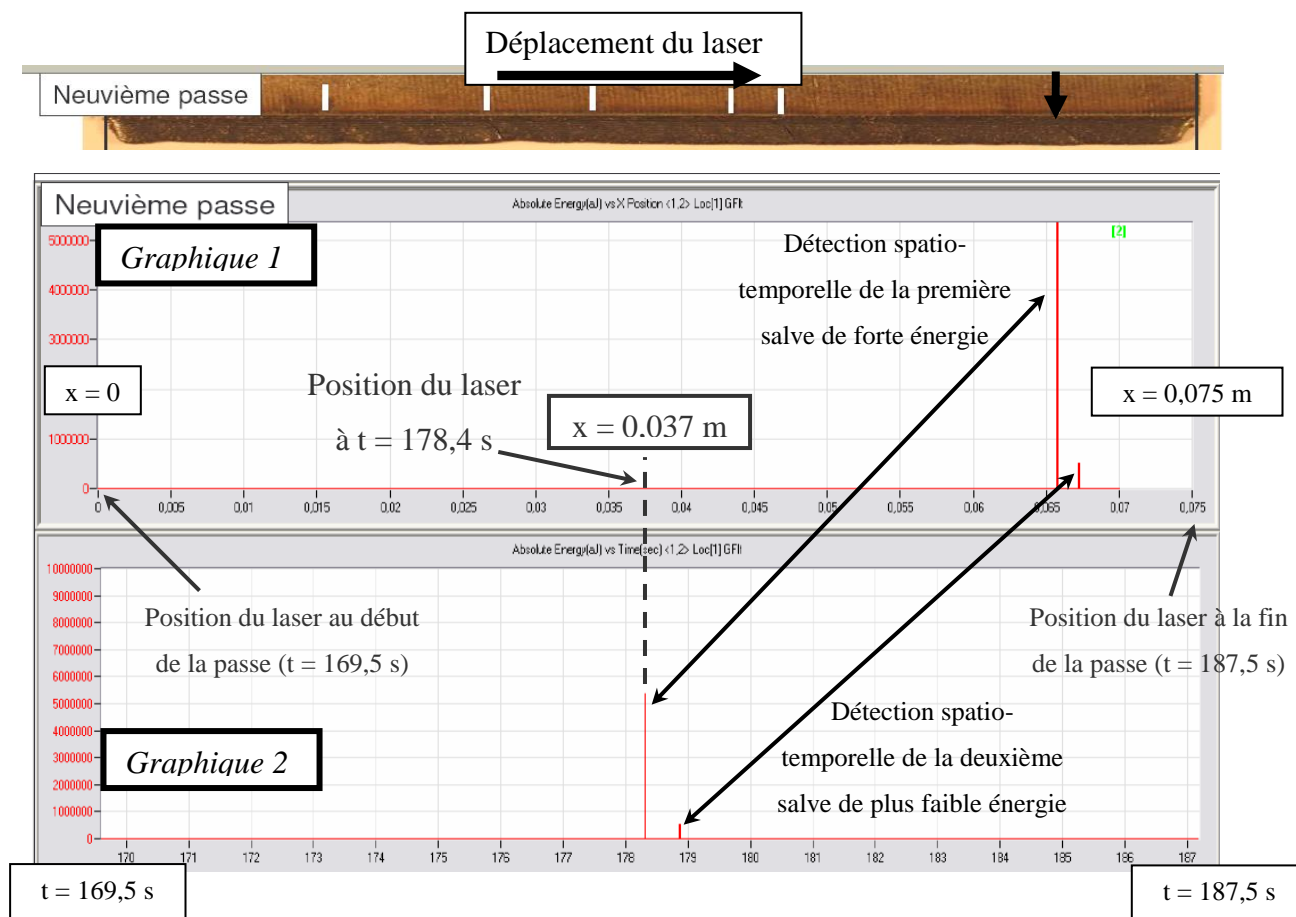


Figure 52 : Exemple de détection spatio-temporelle d'évènements acoustiques intervenus au cours de la neuvième passe de rechargement au niveau de la fenêtre spatiale située entre l'abscisse $x = 0,06$ m et $x = 0,07$ m du premier graphique.

Deux autres salves de forte énergie ont eu lieu au cours des passes 11 et 12. Il est intéressant d'observer que les énergies des salves varient d'une passe à l'autre puisque lors de la douzième passe, l'énergie de l'évènement acoustique est supérieure à 20 000 000 aJ alors que celle de la onzième passe ne dépasse pas les 800 000 aJ. Il existe donc une grande disparité d'énergie entre les salves détectées pour une même fissure. Finalement, pour la dixième passe comme pour la dernière, les énergies des salves détectées chutent en dessous des 18 000 aJ. En résumé, pour une zone fissurée, plusieurs salves d'énergies très différentes sont détectées au cours du procédé de rechargement laser. Elles peuvent se produire pendant une même passe ou sur plusieurs passes. En outre, entre deux salves d'amplitudes importantes, il peut se passer une ou plusieurs passes sans évènement acoustique notable. De plus, d'après l'ensemble des essais réalisés, les salves d'énergie importante apparaissent au bout d'un certain nombre de passes qui varie suivant la zone fissurée considérée pour un même essai. Le nombre de passes avant l'apparition de la première salve de forte énergie dépend des

conditions opératoires. Il semble clair que les salves de forte énergie, systématiquement associées à des zones fissurées, correspondent au mécanisme de fissuration. Ce dernier intervient en plusieurs évènements acoustiques notables comme le montrent les passes 9, 11 et 12. Un traitement identique à celui détaillé ci-dessus permet d'associer à chaque fissure identifiée *a posteriori* une ou plusieurs salve(s) de forte énergie. Toutefois, l'amplitude des évènements acoustiques varie d'une fissure à l'autre, pouvant aller de quelques centaines de milliers d'attojoules à plusieurs dizaines de millions d'attojoules. Notre étude n'a donc pas permis de déterminer un seuil énergétique de fissuration pour la détection en cours de procédé. Par contre, nous avons clairement mis en évidence, *a posteriori*, lors de l'exploitation des données recueillies, que toute fissure avait systématiquement émis au moins une salve d'énergie importante attribuée au mécanisme de fissuration.

Un deuxième essai de rechargement réalisé sur une plaque en Hastelloy X, de dimensions 75 mm × 50 mm × 1 mm, est présenté ci-dessous. Les paramètres du procédé utilisés ont été une puissance du laser de 140 W et une vitesse du laser de 140 mm.min⁻¹. Lors du procédé, la fissuration intervient après un certain nombre de passes, qui dépend des conditions opératoires. Pour cet essai, le rechargement a été interrompu afin de s'assurer de l'absence de fissure. La présentation de cet essai vient en complément pour appuyer les remarques issues de l'exploitation de l'essai précédent. Les résultats d'émission acoustique obtenus sur cet essai sont intéressants. Ils sont donnés en Annexe 2. Tout d'abord, la répartition spatiale et temporelle des évènements acoustiques semble plus uniforme même s'il peut exister toujours localement des salves d'amplitude plus importantes. Contrairement à l'essai présenté précédemment, une seule salve de 70 000 aJ a été détectée sur l'ensemble de l'essai et la quasi totalité des salves a une amplitude inférieure voire très inférieure à 20 000 aJ. La comparaison des deux essais confirme que les évènements acoustiques de forte énergie ne peuvent être directement reliés qu'au mécanisme de fissuration des couches de rechargement. L'absence de salve d'énergie importante est donc en accord avec l'observation visuelle d'une non fissuration des couches de rechargement. En outre, la présence de salves d'amplitude de quelques dizaines de milliers d'attojoules dans l'essai non fissuré semble indiquer qu'il est difficile d'attribuer les signaux acoustiques de plus faible amplitude (quelques milliers ou quelques dizaines de milliers d'attojoules) à un phénomène physique clairement identifié puisque de tels signaux ont été observés sur un essai non fissuré ainsi que sur d'autres essais, de façon « aléatoire », dans des zones fissurées ou non.

1.3. Identification des températures de fissuration

Après validation de la technique de l'émission acoustique pour la détection de la fissuration, l'objectif de cette partie est d'estimer les températures du superalliage à l'endroit où se propagent les fissures. Pour cela un modèle de simulation numérique du procédé de rechargement laser est développé. La possession d'un outil prédictif de la thermique du procédé devrait alors permettre de connaître les températures de fissuration à l'endroit de la détection temporelle des événements acoustiques, et ainsi de donner des indications supplémentaires quant au(x) mécanisme(s) de fissuration.

1.3.1. Modélisation thermique du procédé de rechargement laser

L'objectif de la modélisation thermique est de déterminer l'évolution du champ de température, en phase solide, dans une pièce soumise au procédé de rechargement laser. Un modèle de transfert de chaleur par conduction est utilisé. La modélisation complète du bain fondu avec les mouvements convectifs en phase liquide n'est, par conséquent, pas réalisée. Le bain fondu sera seulement visualisé par l'isotherme du solidus de l'alliage. Comme cela a été expliqué précédemment, les essais de rechargement laser ont été effectués en configuration plaque, par soucis de simplification. Une modélisation en deux dimensions (2D) du procédé de rechargement consistant à déplacer une source de chaleur sur l'arête supérieure d'une plaque d'épaisseur 1 mm a été motivée, tout d'abord, par la faible épaisseur de la peau des aubes de turbine mobiles haute pression (800 μm). Les essais de rechargement sur plaques réalisés au GERAILP ont, eux, été effectués sur des plaquettes d'épaisseur de l'ordre du millimètre. Dans les deux cas, la température est supposée homogène dans l'épaisseur de la plaque, au cours du procédé. Cette hypothèse est justifiée en Annexe 3. En outre, utiliser un modèle 2D permet de diminuer considérablement les temps de calcul. Ce gain de temps permet, d'une part, de tester et valider la physique d'un modèle et, d'autre part, de multiplier les expériences virtuelles pour caler le modèle. Pour les deux raisons citées précédemment, il semble donc judicieux de développer un modèle 2D du procédé de rechargement laser (Figure 53).

Application du procédé de soudage sur la

frontière supérieure de la plaque

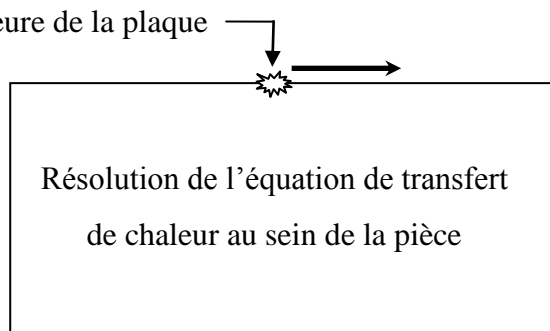


Figure 53 : Modélisation du procédé de rechargement laser.

La source laser est simulée par un flux de chaleur dont la répartition spatiale est une gaussienne. L'équation de la gaussienne en deux dimensions est donnée ci-dessous.

$$(19) \quad Flux = \frac{P \times \eta}{L \sqrt{\frac{\pi}{2}}} \times \exp\left(\frac{-2 \times (x-d)^2}{L^2}\right); \quad d = V \times t$$

avec P la puissance nominale par unité de surface ($W.m^{-2}$), η le rendement du procédé laser, d la position du laser à un instant t donné (m), t le temps (s), V la vitesse du laser ($m.s^{-1}$), (x-d) la distance (m) entre le laser et l'abscisse x à un instant t donné, et L un paramètre relié à la largeur de la gaussienne (m). Pour une défocalisation du laser fixée à 5 mm, une tache focale du laser de l'ordre de 1,2mm a été mesurée (donnée GERAILP). Une valeur de 6.10^{-4} m, pour L, est donc choisie (Figure 54).

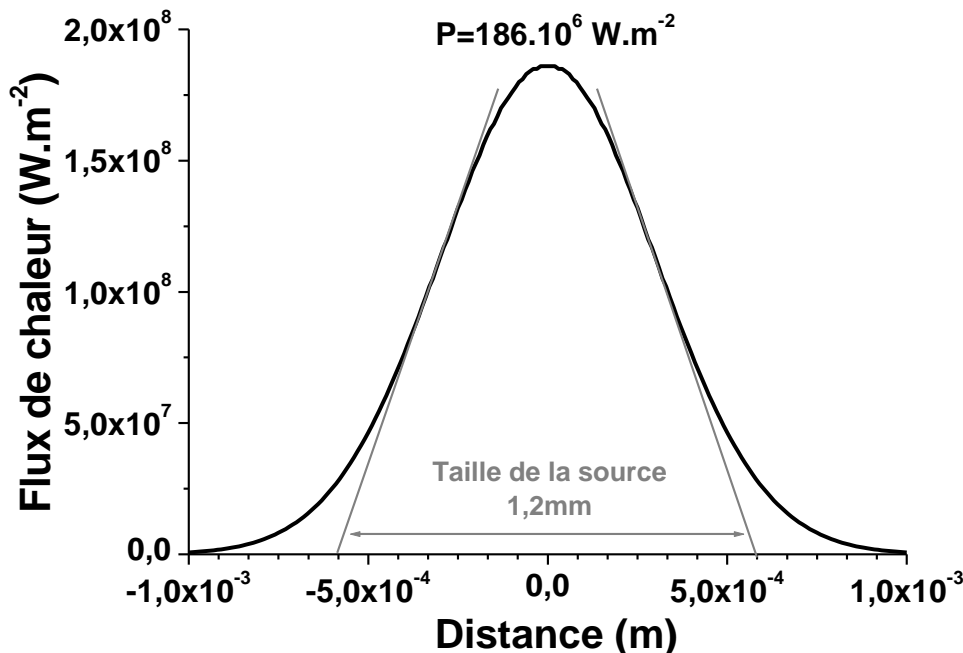


Figure 54 : *Modèle source utilisé pour la simulation thermique (exemple pour une puissance $P = 186 \text{ W}$).*

Au cours du procédé, l'équation de transfert de chaleur en 2D est résolue au sein de la pièce, (20). Un solveur temporel est choisi.

$$(20) \quad e\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} + \nabla \cdot (-ek\nabla T) = 2 \times h \times (293 - T) + 2 \times \varepsilon \times \sigma_{stephan} (293^4 - T^4)$$

avec e l'épaisseur de la plaque (10^{-3} m), ρ la masse volumique de l'alliage (8720 kg.m^{-3}), C_p sa chaleur spécifique ($\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$), k sa conductivité thermique ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$), T la température (K), t le temps (s), h le coefficient de convection ($\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$), ε l'émissivité et $\sigma_{stephan}$ la constante de Stephan ($5,67.10^{-8} \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$). Le coefficient 2 fait référence au fait que la convection et le rayonnement s'appliquent sur les deux faces de la plaque. La frontière inférieure est isolée thermiquement. Une condition de flux de chaleur, normal à la surface, est appliquée sur les trois autres frontières :

$$(21) \quad \vec{n} \cdot (k\nabla T) = q_0 + h(293 - T) + \varepsilon \sigma_{stephan} (293^4 - T^4)$$

avec \vec{n} le vecteur normal à la frontière, T la température (K), $q_0 = \text{Flux}$ pour la frontière supérieure, $q_0 = 0$ pour les frontières latérales, h le coefficient de convection ($\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$), ε

l'émissivité. Pour la modélisation, l'émissivité ε et le coefficient h sont les mêmes que l'on considère une surface ou une frontière de la plaque. La simulation thermique du procédé nécessite la connaissance des évolutions de la conductivité thermique et de la chaleur spécifique avec la température, pour le René 142. Ces dernières nous ont été fournies par SNECMA SERVICES (Figures 55 et 56). La conductivité thermique du René 142 a été mesurée pour la gamme de température [383 K, 1468 K]. En dehors de cet intervalle, une extrapolation linéaire des valeurs est choisie.

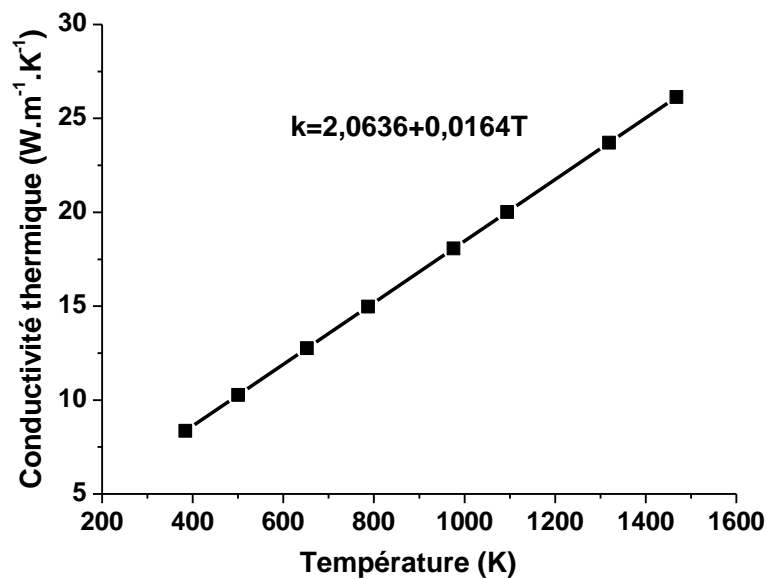


Figure 55 : Évolution de la conductivité thermique avec la température.

La chaleur spécifique a été mesurée dans l'intervalle de température [574 K, 1486 K]. La chaleur latente de fusion n'a donc pas été mesurée puisque $T_f = 1633$ K.

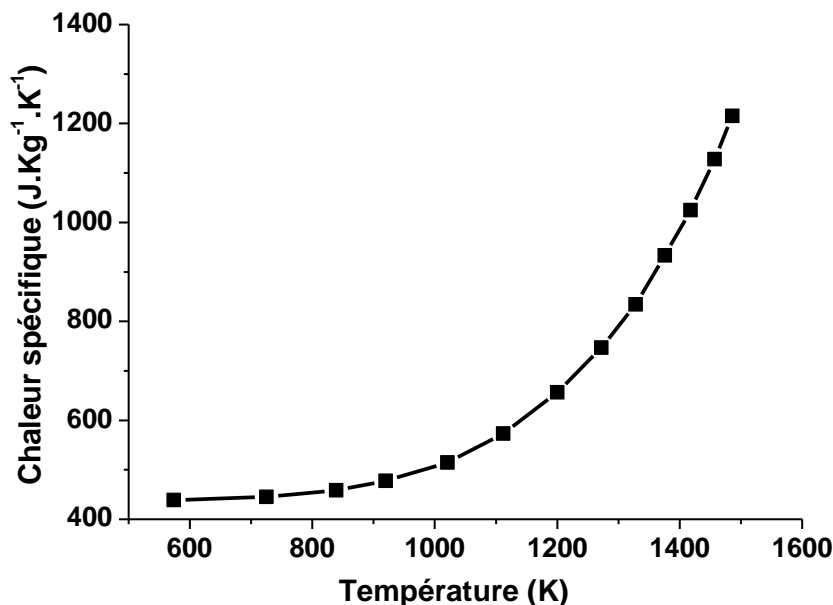


Figure 56 : Évolution de la chaleur spécifique avec la température.

La Figure 57 présente les mesures de chaleur spécifique de Chapman *et al.* pour le superalliage à base de nickel CMSX-4 [Chapman'04] dont la composition chimique voisine du René 142 est donnée dans le Tableau 5.

Tableau 5 : Composition chimique indicative de l'alliage CMSX-4 en pourcentages massiques.

Al	Co	Cr	Ni	W
6,5	9,7	6,4	Bal	6,4
Ta	Re	Si	Mo	Ti
6,5	3,0	0,4	0,6	1,1

Pour les températures inférieures à 1500 K, les valeurs de chaleur spécifique sont identiques à celles fournies par SNECMA SERVICES. Au voisinage de 1633 K, température de fusion de l'alliage, la chaleur latente de fusion a été mesurée. Au cours du paragraphe suivant de validation du modèle en configuration lignes de fusion, l'effet de la prise en compte de la chaleur spécifique, sur le champ de température calculé au cours du procédé de rechargement, sera étudié afin de déterminer quelle loi il est préférable d'utiliser.

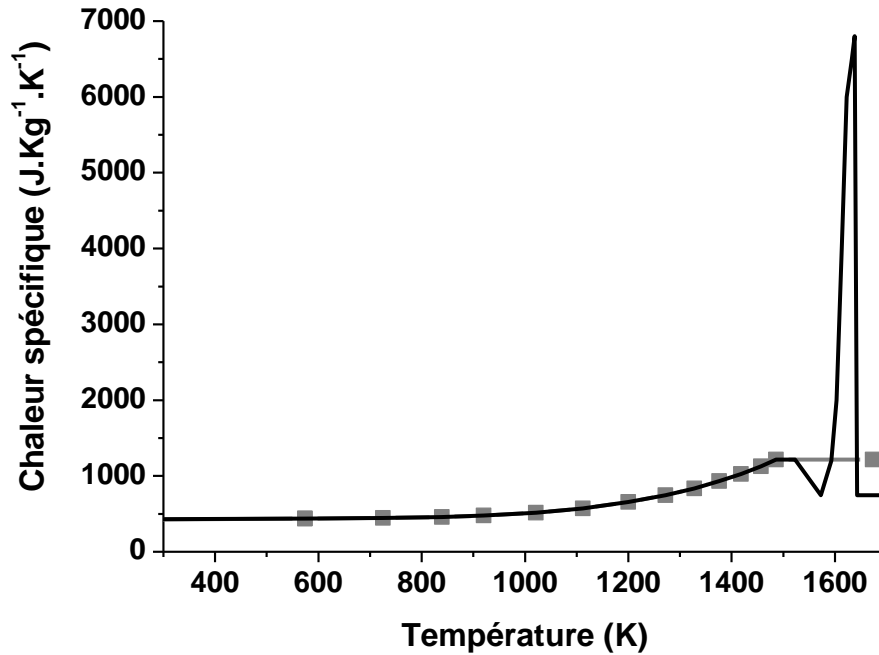


Figure 57 : Évolution de la chaleur spécifique avec la température. En gris, mesures réalisées par SNECMA plafonnées à $1215 \text{ J.Kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$. En noir, mesures réalisées par Chapman et al.

L'essentiel des transferts de chaleur s'effectue au voisinage de l'arête supérieure. Le maillage est affiné près de la surface supérieure et de plus en plus grossier en s'éloignant de cette dernière. La taille du spot laser étant de 1,2 mm, des mailles inférieures au millimètre sont choisies en surface. L'apport de matière est simulé à l'aide d'un maillage mobile. Une vitesse de déformation verticale est imposée à la frontière supérieure, au cours du temps. Cette dernière est donnée par l'équation suivante :

$$(22) \quad v_y = \frac{V_y}{L} \times \exp\left(\frac{-2 \times (x-d)^2}{L^2}\right) ; V_y = \frac{V \cdot h}{\sqrt{\frac{\pi}{2}}} ; d = V \times t$$

avec h la hauteur de couche déposée, d la position du laser à un instant t donné (m), $(x-d)$ la distance (m) entre le laser et l'abscisse x à un instant t donné, V la vitesse du laser (m.s^{-1}), t le temps (s) et $L = 6 \cdot 10^{-4}$ m. Cette relation, en tout point similaire à la modélisation de la source de chaleur, traduit le fait que le maillage est déformé, avec une certaine vitesse, seulement au niveau de la source de chaleur. L'exponentielle impose qu'au delà d'une certaine distance L de part et d'autre de la position du laser, la vitesse de déformation du maillage est nulle. En d'autres termes, en amont de cette position, la frontière supérieure n'est pas déformée et, en

aval, de cette position, la frontière supérieure n'est plus déformée. Suivant la vitesse de déplacement du laser, le calcul du paramètre V_y permet d'obtenir la hauteur de déformation de la frontière supérieure correspondant à la hauteur de passe déposée expérimentalement. La hauteur de passe déposée au cours du procédé de rechargement laser dépend des paramètres P et V utilisés. La Figure 58 illustre la déformation du maillage.

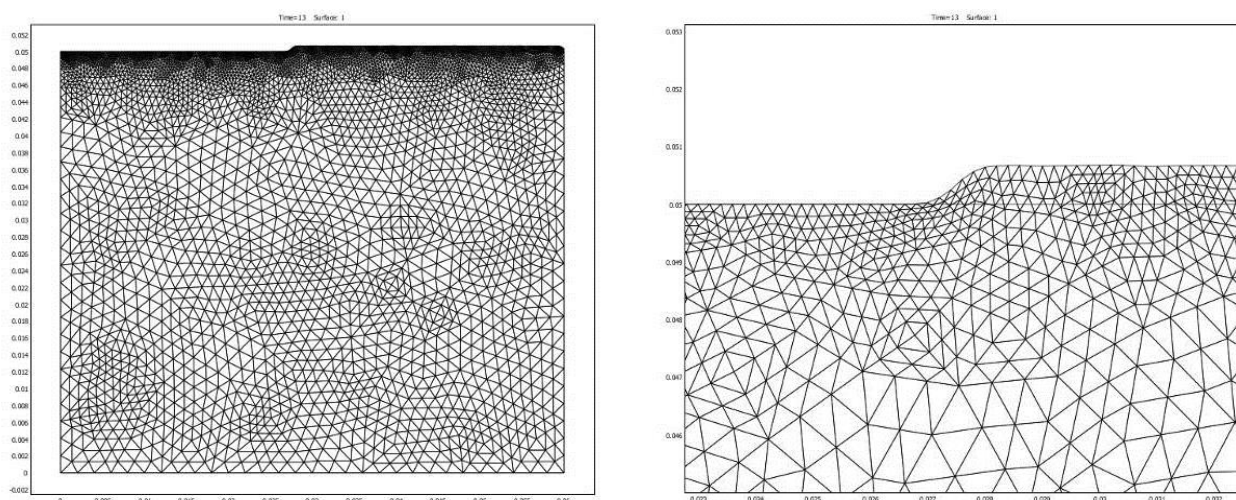


Figure 58 : Déformation du maillage à un instant donné

Ce maillage mobile induit deux effets dans le calcul thermique. Tout d'abord, le logiciel régularise le maillage dans le solide au voisinage de la frontière déformée, ce qui provoque un déplacement de la solution thermique calculée, ou advection, que l'on choisit d'ignorer étant donné les faibles déplacements mis en jeu. Ensuite, le maillage mobile implique une augmentation du volume de la pièce, et par conséquent une génération de chaleur. Cette augmentation artificielle d'énergie interne est sans conséquence puisqu'elle sera implicitement corrigée par l'ajustement du rendement du laser (cf. paragraphe 1.3.3).

En conclusion, quatre paramètres doivent être déterminés pour reproduire le plus fidèlement possible le champ thermique dans la pièce, en phase solide, mesuré au cours des essais au GERAILP : le rendement du procédé de rechargement laser, l'émissivité ε , le coefficient de convection h et la hauteur déposée par passe (*via* le paramètre V_y).

1.3.2. Modélisation de lignes de fusion

Le calage du modèle thermique nécessite d'être réalisé sur le superalliage à base de nickel René 142. Des plaquettes de dimensions 60 mm × 20 mm × 1 mm nous ont été fournies par SNECMA SERVICES. La Figure 59a présente l'instrumentation de la plaquette par des thermocouples de 100 μm , soudés par points, sous microscope optique, à la surface de la plaque. La position des différents thermocouples est repérée grâce à un logiciel d'analyse d'image. Une ligne de fusion a été réalisée, de la gauche vers la droite, sur l'arrête supérieure de la plaque (Figure 59b) avec les conditions opératoires suivantes : $P = 300 \text{ W}$, $V = 300 \text{ mm/min}$.

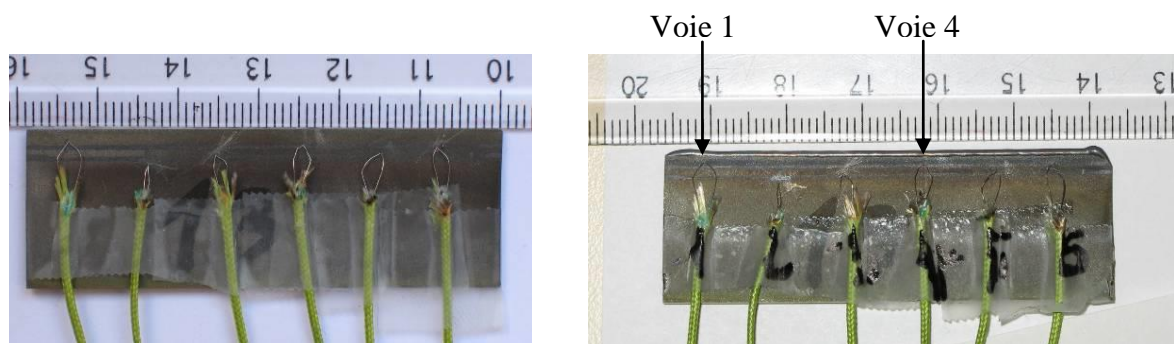


Figure 59 : a) Instrumentation de la plaquette avec des thermocouples. b) Plaquette instrumentée après réalisation d'une ligne de fusion.

Une taille de bain fondu de l'ordre de 850 μm est obtenue (Figure 60).

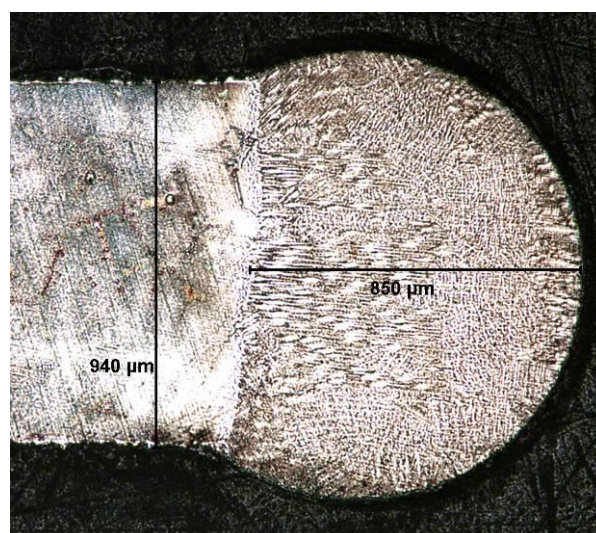


Figure 60 : Taille de la zone fondue observée pour les conditions opératoires : $P = 300 \text{ W}$, $V = 300 \text{ mm/min}$.

Pour chaque thermocouple, la température est enregistrée, en continu, pendant et après le passage du laser, jusqu'au refroidissement complet de la plaque. Deux simulations thermiques sont réalisées avec et sans prise en compte de la chaleur latente de fusion. Une première simulation utilise une extrapolation constante de la chaleur spécifique en dehors de l'intervalle de température [574 K, 1486 K]. La deuxième simulation utilise les valeurs de chaleur spécifique mesurées par Chapman *et al.* En configuration ligne de fusion, seuls trois paramètres sont nécessaires pour le calage du modèle thermique, à savoir le rendement du procédé laser, l'émissivité de surface ε et le coefficient de convection h . Ils sont tous trois ajustés afin de reproduire au mieux les évolutions des champs de température mesurés expérimentalement au niveau des thermocouples. Les résultats sont présentés sur le Tableau 6 et les Figures 61 et 62, pour deux thermocouples (voies 1 et 4).

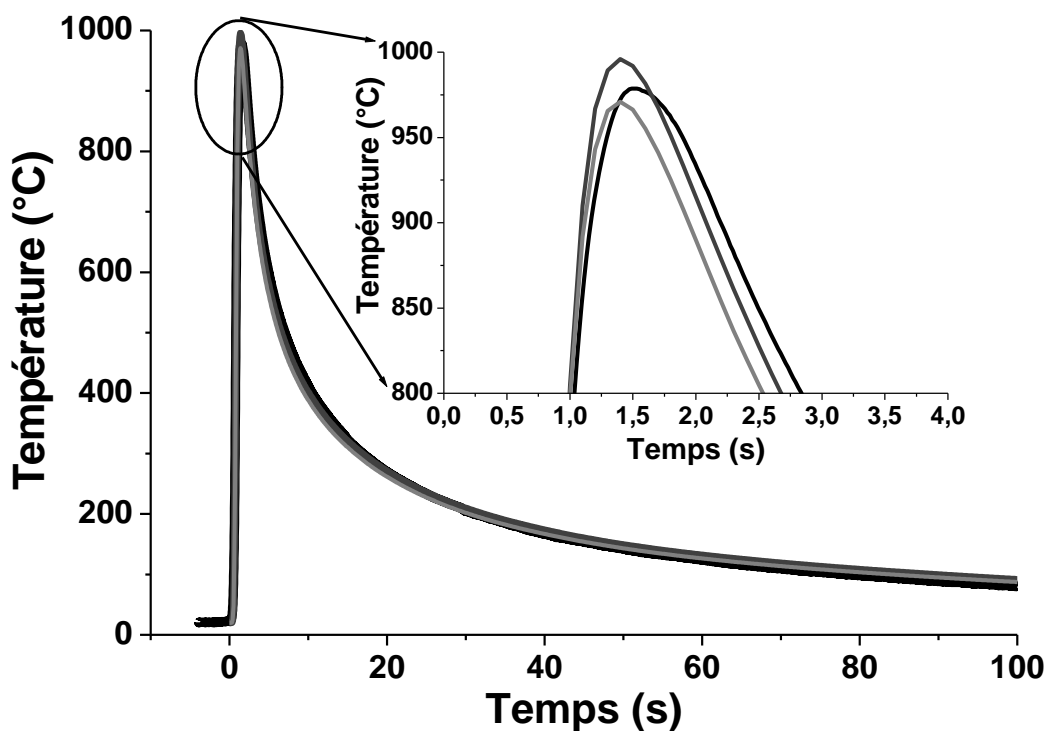


Figure 61 : Évolution de la température en fonction du temps pour la voie 1. En noir, courbe expérimentale. En gris foncé, prise en compte du pic de chaleur latente. En gris clair, non prise en compte du pic de chaleur latente.

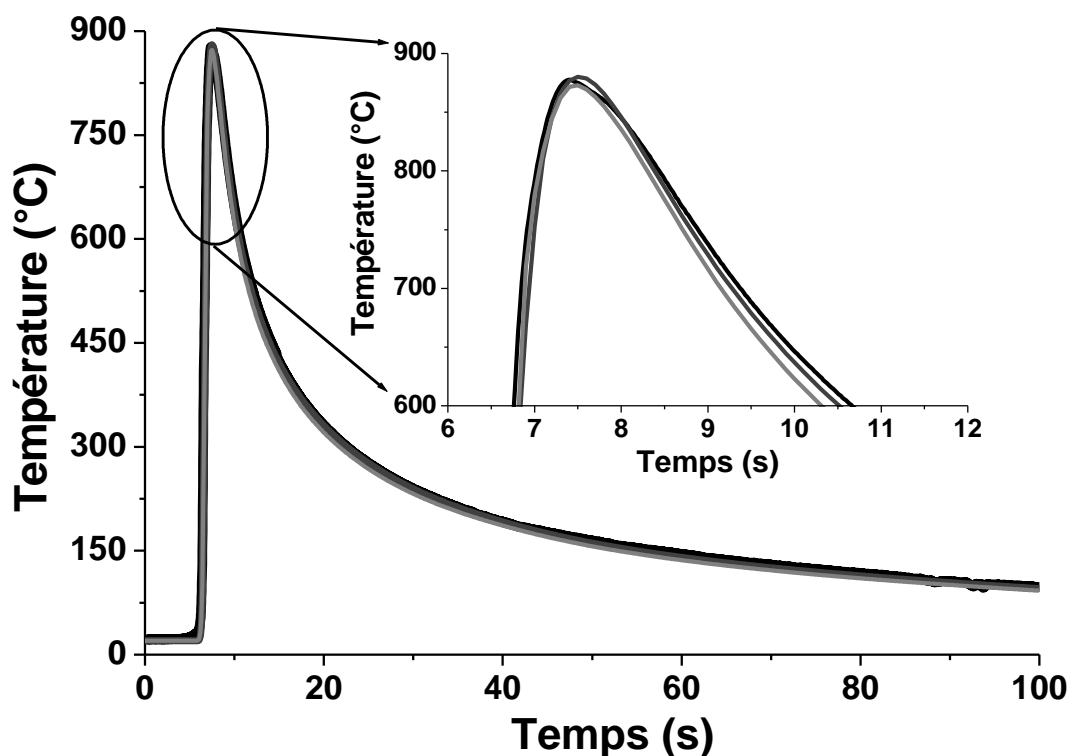


Figure 62 : Évolution de la température en fonction du temps pour la voie 4. En noir, courbe expérimentale. En gris foncé, prise en compte du pic de chaleur latente. En gris clair, non prise en compte du pic de chaleur latente.

Tableau 6 : Paramètres utilisés pour le calage du modèle thermique.

	Prise en compte de la chaleur latente de fusion	Non prise en compte de la chaleur latente de fusion
Rendement (η)	0,28	0,3
Coefficient de convection ($\text{W/m}^2\text{K}$)	15	15
Émissivité de surface	0,5	0,5

En noir, est représentée la courbe expérimentale de l'évolution de la température en fonction du temps. En gris foncé, est représentée l'évolution de la température en fonction du temps avec prise en compte du pic de chaleur latente pour un rendement du procédé de rechargement de 0,28. La courbe gris clair présente l'évolution de la température en fonction du temps sans prise en compte du pic de chaleur latente pour un rendement de 0,3. En résumé, un excellent calage thermique est obtenu en modifiant légèrement le rendement du procédé du modèle (Tableau 6 et Figures 61 et 62). La Figure 63 permet de comparer la forme de trois isothermes

différentes dont celle du solidus de l'alliage à 1603 K, avec et sans prise en compte de la chaleur latente de fusion. Pour les deux modélisations, la profondeur du bain fondu simulée, donnée par l'isotherme du solidus de l'alliage, est proche de celle observée expérimentalement (Tableau 7). Le procédé de rechargement laser conduit à un processus de fusion puis solidification de la matière. L'apport d'énergie supplémentaire nécessaire à la fusion de la matière, en avant du bain (pic de C_p), est restitué en arrière du bain lors de la solidification. Un léger décalage des isothermes en arrière du bain fondu est donc observé (Figure 63). La prise en compte de la chaleur latente de fusion ne semble donc pas être un paramètre capital pour la modélisation numérique puisqu'un très bon accord est obtenu entre mesures expérimentales et simulations en termes de taille de bain fondu et d'évolution du champ de température au cours du temps, en phase solide, dans la pièce. À partir du paragraphe 1.3.3, pour toutes les simulations, l'effet de la chaleur latente ne sera plus pris en compte. Une valeur de C_p plafonnée à $1215 \text{ J.Kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour les températures supérieures à 1486 K sera donc utilisée.

Tableau 7 : Comparaison de la taille du bain fondu mesurée et simulée.

	Profondeur du bain fondu en microns
Mesure	850
Simulation prenant en compte la chaleur latente de fusion	842
Simulation ne prenant pas en compte la chaleur latente de fusion	900

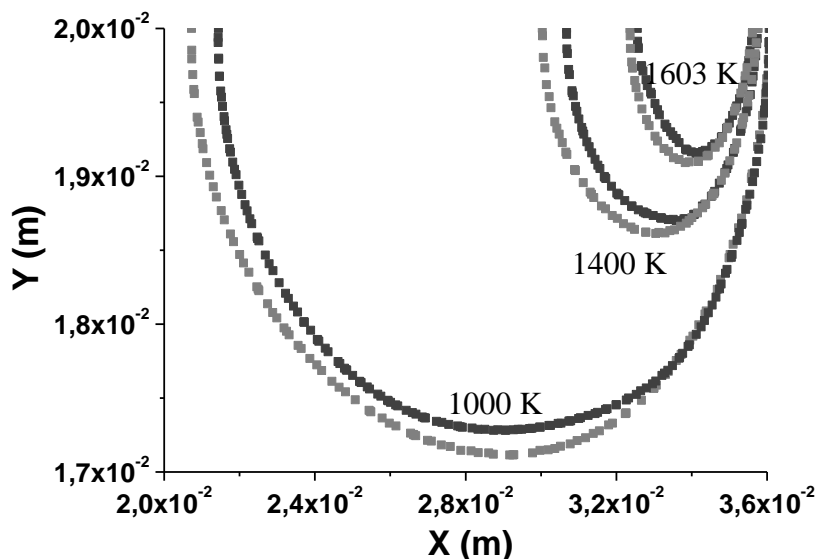


Figure 63 : Comparaison de la forme de trois isothermes pour les deux simulations réalisées, avec (gris foncé) et sans prise en compte (gris clair) de la chaleur latente de fusion.

En résumé, pour les différents essais instrumentés réalisés, il ressort de l'étude que l'ajustement du rendement du procédé laser permet un accord systématique à la fois des évolutions des champs de températures mesurés par les thermocouples et simulés et des tailles de zone fondue mesurées *a posteriori* et simulées. Il n'a pas été réalisé systématiquement une instrumentation des plaquettes afin de connaître l'évolution du champ de température, au cours du procédé, en phase solide, dans la pièce. Cependant, d'après les essais de calibration du modèle thermique réalisés, l'ajustement du rendement du procédé pour obtenir une taille de bain fondu simulée de l'ordre de la taille de zone fondue mesurée *a posteriori* semble suffire pour caler le modèle thermique. Après exploitation des résultats des essais de lignes de fusion, il apparaît que le rendement du procédé de rechargement laser injecté dans le modèle de simulation numérique dépend de la puissance nominale et de la vitesse du laser. Considérons les neuf essais notés dans le Tableau 8.

Tableau 8 : Paramètres du procédé utilisés pour les essais de lignes de fusion.

P (W)	V (mm/min)	P (W)	V (mm/min)	P (W)	V (mm/min)
150	100	250	100	350	100
150	200	250	200	350	200
150	400	250	400	350	400

Pour la simulation numérique les rendements du procédé de rechargement injectés dans le modèle ont été ajustés pour reproduire au mieux les tailles de zone fondue mesurées. La Figure 64 présente l'évolution de la taille de bain fondu mesurée en fonction de la taille de bain fondu simulée, pour tous les couples (P,V) du Tableau 8.

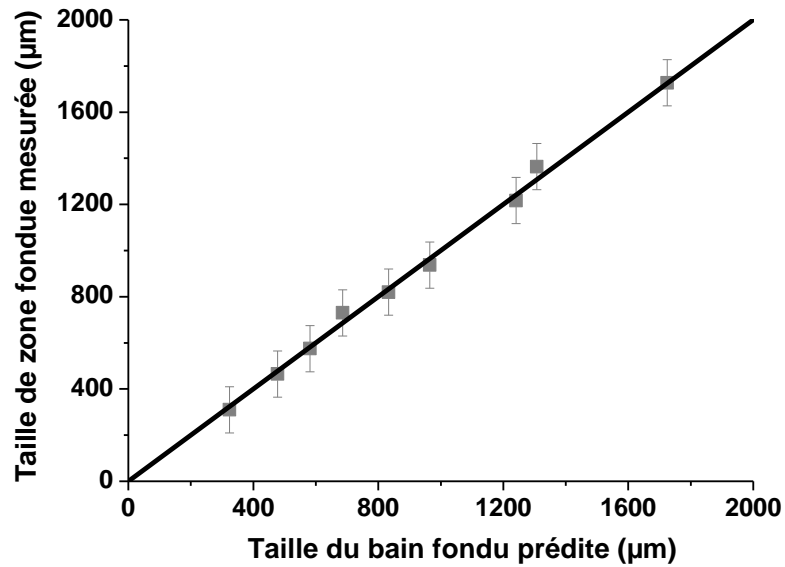


Figure 64 : Évolution de la taille de zone fondue mesurée (μm) en fonction de la taille de bain fondu prédite (μm).

L'évolution du rendement en fonction de la vitesse du laser pour les trois puissances utilisées est représentée sur la Figure 65.

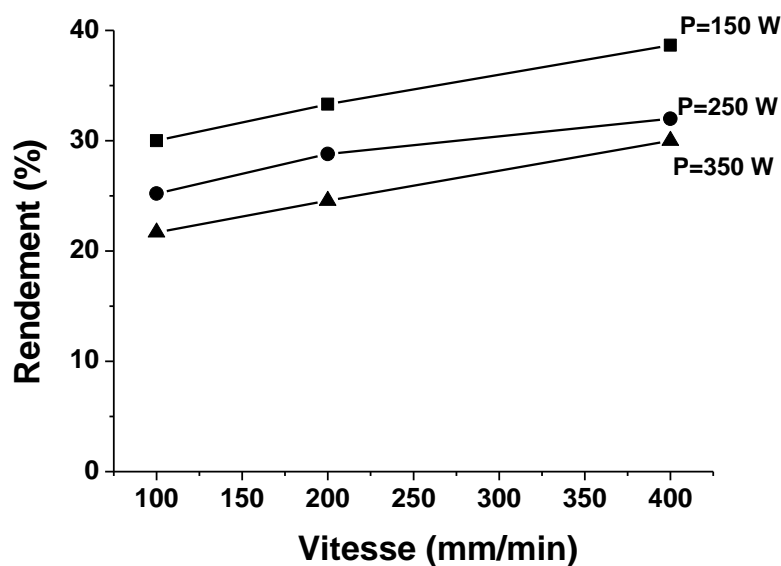


Figure 65 : Évolution du rendement du procédé en fonction de la vitesse du laser et ce pour trois puissances nominales du laser : $P=150\text{ W}$, 250 W et 350 W .

L'effet du maillage sur la solution calculée est visualisé ci-après. La première simulation, réalisée avec prise en compte de la chaleur latente de fusion est considérée. Trois tailles maximales de mailles différentes, au niveau de la frontière supérieure, ont été testées. Les résultats en termes de nombre d'éléments et de temps de calcul sont donnés dans le Tableau 9.

Tableau 9 : Effet de la taille maximale des mailles au niveau de l'arête supérieure de la plaque sur le nombre d'éléments et les temps de calculs.

Taille maximale des mailles au niveau de l'arête supérieure de la plaque	Nombre d'éléments	Temps de calcul pour une durée de procédé de 100 secondes
Maillage grossier : 10^{-3} m	771	78 secondes
Maillage intermédiaire : 5.10^{-4} m	1573	103 secondes
Maillage fin : 5.10^{-5} m	16179	4200 secondes

Aucune différence notable n'a été mise en évidence en ce qui concerne les résultats numériques. Le maillage intermédiaire semble donc être le meilleur compromis entre qualité de solution et temps de calcul. En effet, une taille de maille de 1.10^{-3} m ne nous semble pas particulièrement adaptée puisque la largeur de la source de chaleur est de $1,2.10^{-3}$ m. En outre, la différence de temps de calcul entre les maillages grossier et intermédiaire est faible. Le maillage fin, quant à lui, conduit à des temps de calcul beaucoup trop importants sans gain notable de qualité sur la solution calculée. Pour l'ensemble des simulations qui vont suivre un maillage intermédiaire sera choisi au niveau de la frontière supérieure.

1.3.3. Modélisation multi-passes du procédé de rechargement laser

Les plaquettes en René 142 fournies par SNECMA SERVICES ont les dimensions suivantes : 60 mm × 20 mm × 1 mm. Les aubes de turbines mobiles haute pression ont une hauteur de 50 mm. Afin de reproduire au mieux les conditions de rechargement avec une hauteur de 50 mm pour la pièce, les plaquettes en René 142 ont été soudées par le procédé A-TIG sur des plaquettes en hastelloy X de dimensions 75 mm × 50 mm × 1 mm. L'hastelloy X est un superalliage à base de nickel dont la composition chimique est donnée dans le Tableau 2

(Chapitre II, paragraphe 1). Le procédé A-TIG est dérivé du soudage TIG. Il utilise des flux activants déposés à la surface de la pièce, avant soudage, de façon à augmenter la profondeur de pénétration des cordons de soudure [Leconte'06]. Finalement, des plaques de dimensions $60\text{ mm} \times 50\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ sont découpées. La Figure 66 présente l'instrumentation d'une plaque par des thermocouples de $100\text{ }\mu\text{m}$, soudés par points, sous microscope optique, à la surface de la plaque. La position des différents thermocouples est repérée grâce à un logiciel d'analyse d'image.

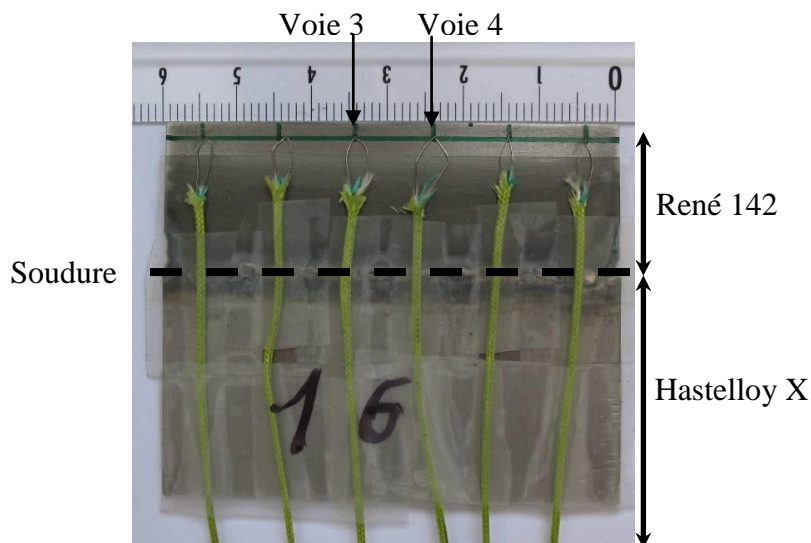


Figure 66 : Instrumentation de la plaque avec des thermocouples.

Sept passes de rechargement sont réalisées, de la droite vers la gauche sur l'arrête supérieure de la plaque, avec les conditions opératoires : $P = 120\text{ W}$, $V = 100\text{ mm/min}$. La Figure 67 présente une macrographie du rechargement.

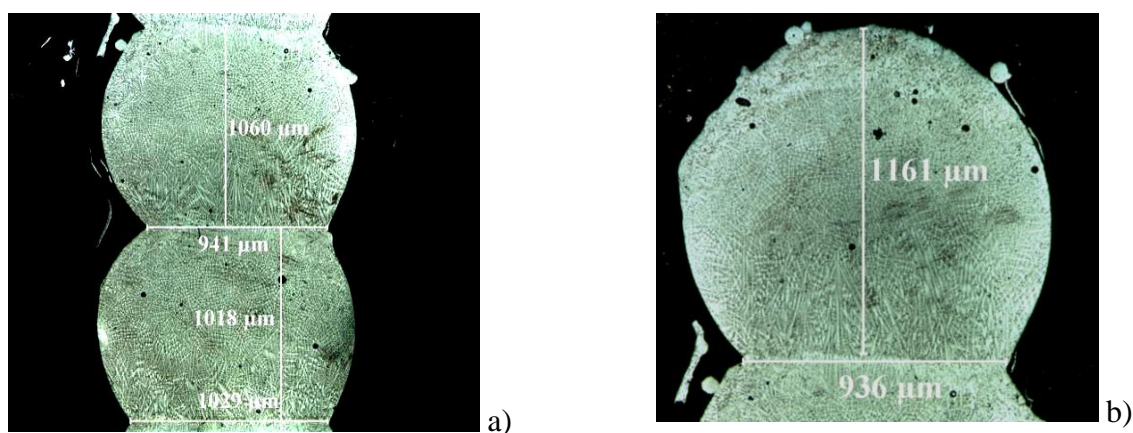


Figure 67 : a) Macrographies réalisées sur une coupe transverse du rechargement. b) Mesure de la taille de zone fondue au niveau de la dernière passe de rechargement.

Pour les paramètres puissance et vitesse choisis, la hauteur moyenne déposée par passe est de l'ordre de 1000 μm . Une taille de zone fondue de l'ordre de 1200 μm est observée au niveau de la dernière passe. Pour chaque thermocouple, la température est enregistrée, en continu, pendant et après le passage du laser, jusqu'au refroidissement complet de la plaque. Il est rappelé que quatre paramètres sont nécessaires pour le calage du modèle thermique en configuration rechargement, à savoir, le rendement η du procédé laser, l'émissivité ε , le coefficient de convection h et la hauteur déposée par passe. Ils sont ajustés afin de reproduire au mieux les évolutions des champs de température mesurés expérimentalement au niveau des thermocouples. Les résultats sont présentés sur le Tableau 10 et les Figures 68 et 69, pour deux thermocouples (voies 3 et 4).

Tableau 10 : Paramètres utilisés pour le calage du modèle thermique.

Rendement η	0,25
Coefficient de convection h ($\text{W}/\text{m}^2\text{K}$)	10
Émissivité ε	0,5
Hauteur moyenne déposée par passe (μm)	1000

En noir, est représentée la courbe expérimentale de l'évolution de la température en fonction du temps. En gris, est représentée l'évolution simulée de la température en fonction du temps. Un bon accord est obtenu entre courbes expérimentales et courbes simulées. Les Figures 70 et 71 présentent la simulation thermique à un instant donné de la dernière passe de rechargement. Les températures supérieures au solidus d'équilibre de l'alliage (1603 K) ne sont pas représentées. Comme lors des lignes de fusion, un très bon accord est obtenu entre taille de zone fondue mesurée et taille de bain fondu simulée donnée par l'isotherme du solidus de l'alliage. En résumé, un très bon accord est obtenu entre mesures et simulations en termes de taille de bain fondu et d'évolution du champ de température au cours du temps, en phase solide, dans la pièce.

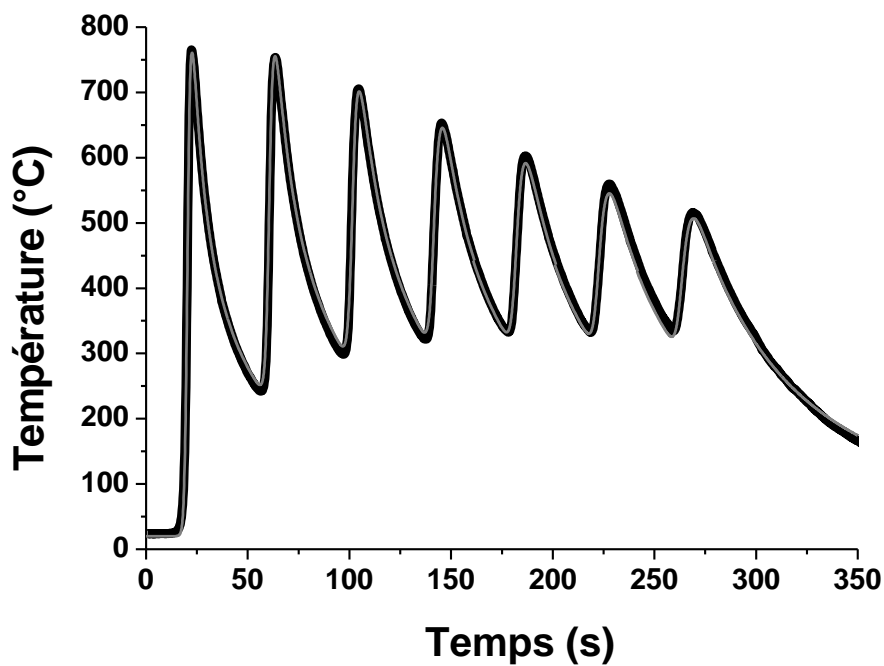


Figure 68 : Évolution de la température en fonction du temps pour la voie 3. En noir, courbe expérimentale. En gris, courbe simulée.

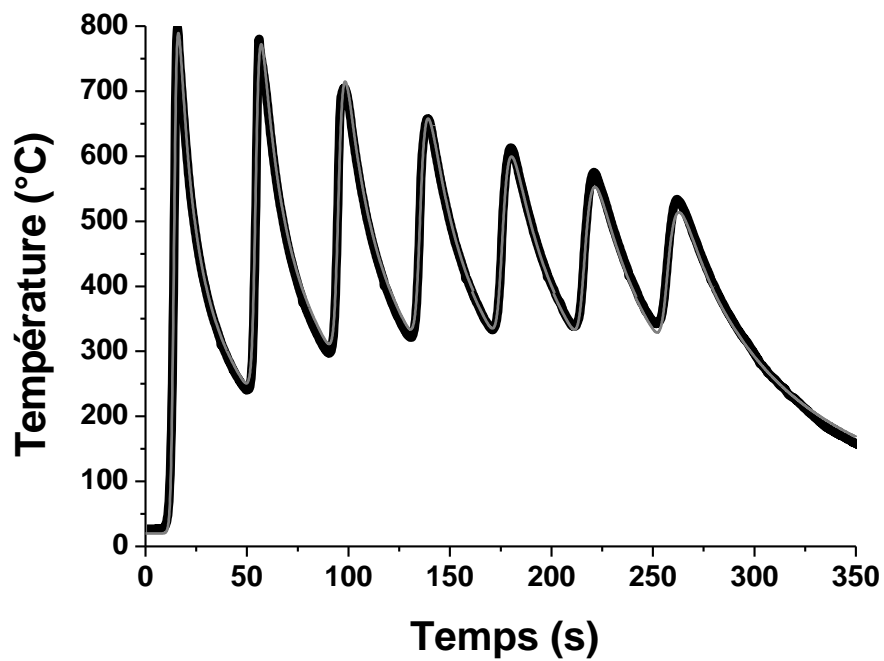


Figure 69 : Évolution de la température en fonction du temps pour la voie 4. En noir, courbe expérimentale. En gris, courbe simulée.

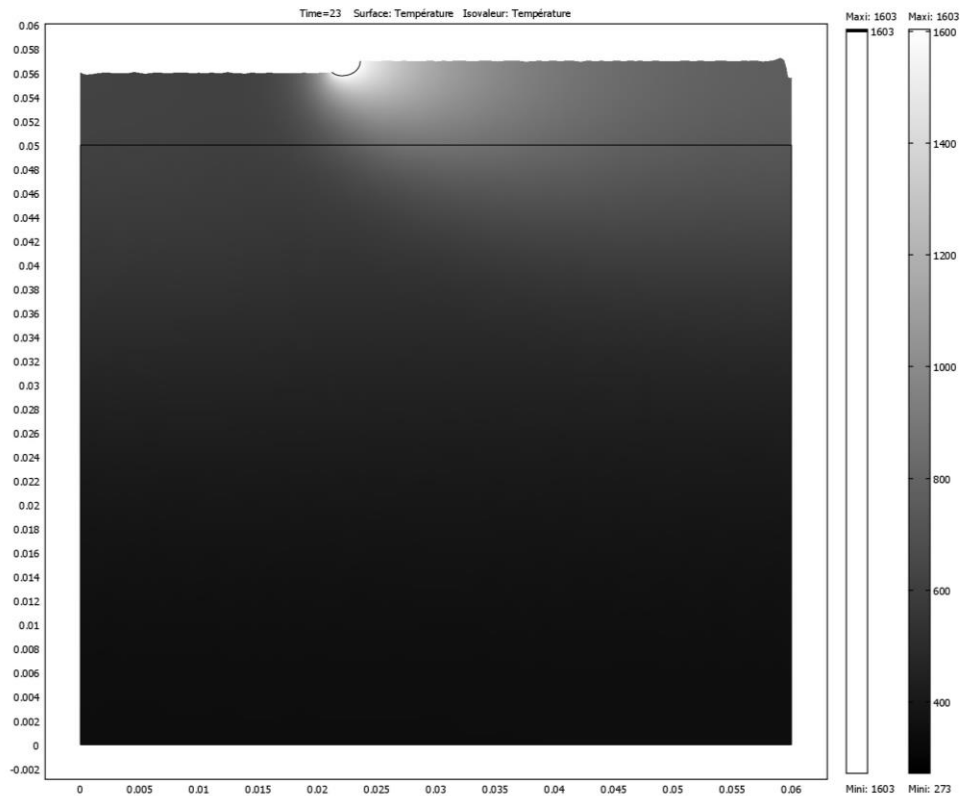


Figure 70 : Simulation du procédé de rechargement laser. Rendement ajusté pour obtenir une taille de bain fondu de $1200\ \mu\text{m}$.

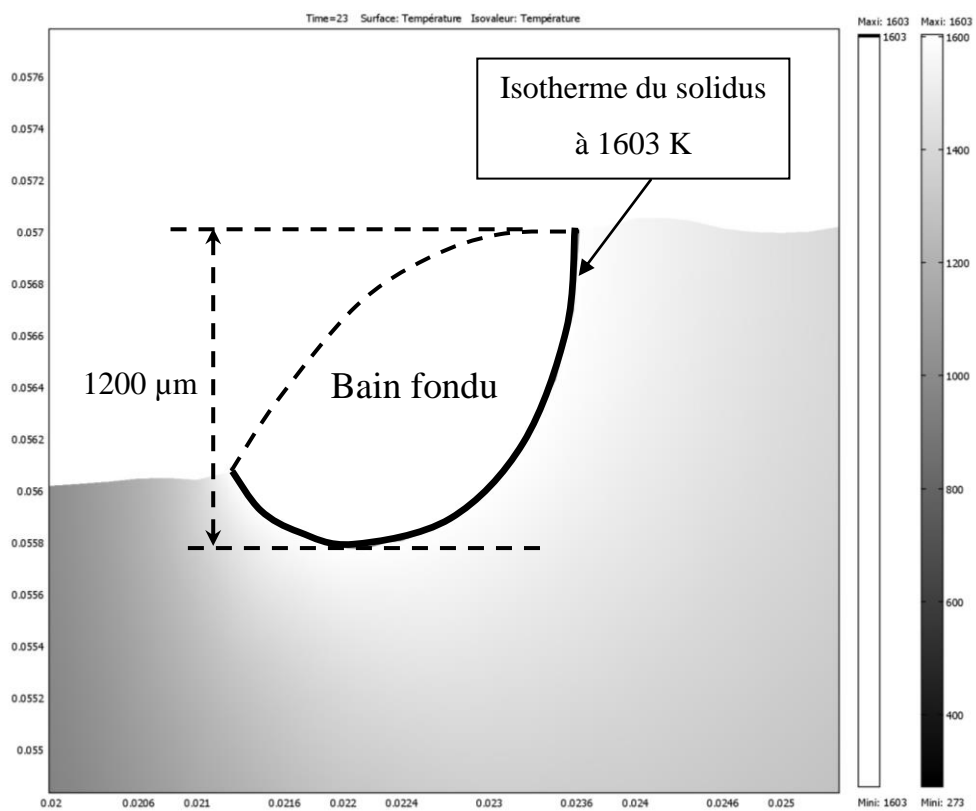


Figure 71 : Zoom de la zone au voisinage du bain fondu de la Figure 70.

Il ressort pour les différents essais instrumentés réalisés que l'ajustement du rendement du procédé laser permet un accord systématique à la fois des évolutions des champs de températures mesurés par les thermocouples et simulés et des tailles de zone fondue mesurées *a posteriori* et simulées. De nouveau, l'ajustement du rendement du procédé pour obtenir une taille de bain fondu simulée, au niveau de la dernière passe de rechargement, de l'ordre de la taille de zone fondue mesurée *a posteriori*, semble suffire pour caler le modèle thermique. En conclusion, le modèle thermique développé avec Comsol™ a été calé sur le superalliage René 142, en configuration rechargement, avec apport de matière en continu. Plusieurs essais instrumentés ont permis de s'assurer de la robustesse du modèle qui permet de simuler avec une bonne précision l'évolution du champ de température dans la pièce au cours du procédé de rechargement laser. En outre, la physique du modèle est validée par le réel sens physique des grandeurs utilisées pour le calage, à savoir le coefficient de convection ($10 \text{ W}/(\text{m}^2\text{K})$), l'émissivité (0,5) et le rendement η . En configuration rechargement, des valeurs de rendement plus faibles sont observées, par rapport au cas traité précédemment en configuration ligne de fusion, qui peuvent s'expliquer par une influence de la poudre sur l'interaction faisceau laser/matière.

1.3.4. Simulation thermique et émission acoustique

Suite à la validation du modèle thermique, la technique de l'émission acoustique est couplée à la simulation numérique afin d'estimer la température de propagation des fissures. L'essai réalisé à $P = 350 \text{ W}$ et $V = 300 \text{ mm/min}$ est traité ci-dessous. La Figure 72 présente, dans la partie supérieure, la photographie inversée du rechargement (déplacement du laser de la gauche vers la droite). Les différentes fissures détectées *a posteriori* sont représentées. Il est rappelé que le premier graphique présente la somme des énergies des événements acoustiques intervenus au cours d'une passe du laser, en fonction de leur position dans la plaque et que le second graphique présente l'énergie absolue des salves en fonction du temps pendant la passe considérée.

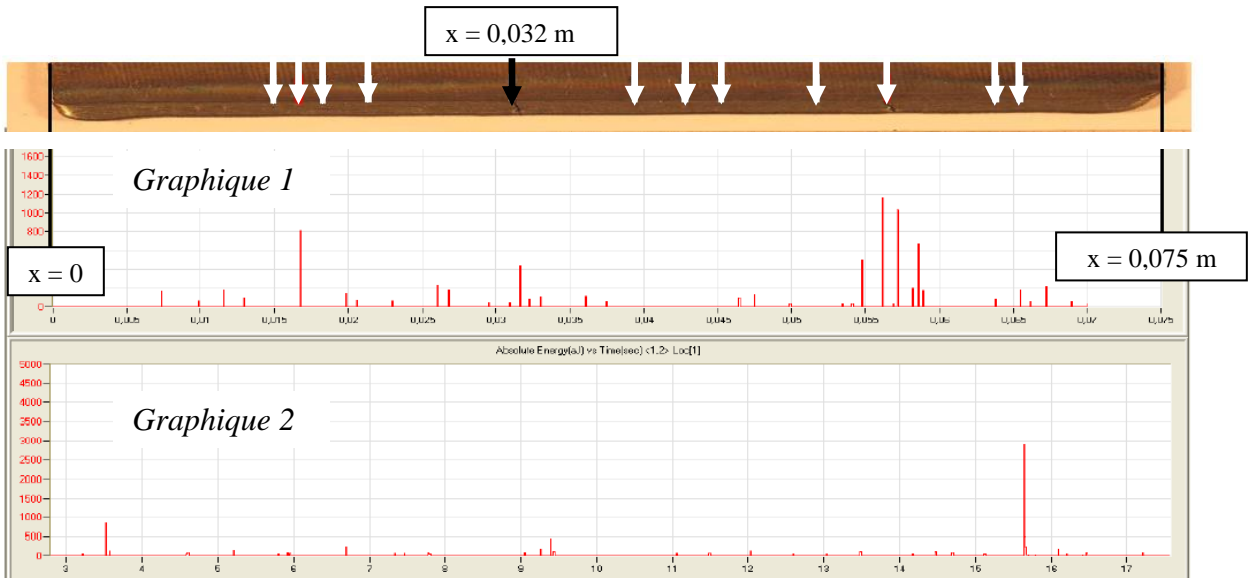


Figure 72 : Détection spatio-temporelle de l'ensemble des évènements acoustiques au cours d'une passe.

Seule la fissure repérée par la flèche noire, au voisinage de l'abscisse $x = 0,032$ m, est désormais considérée (Figure 72). L'évolution des amplitudes des salves au voisinage de la fissure est suivie au cours du temps. Il apparaît à la septième passe une première salve d'énergie importante qui est attribuée au mécanisme de fissuration comme nous l'avons vu précédemment (Figure 73).

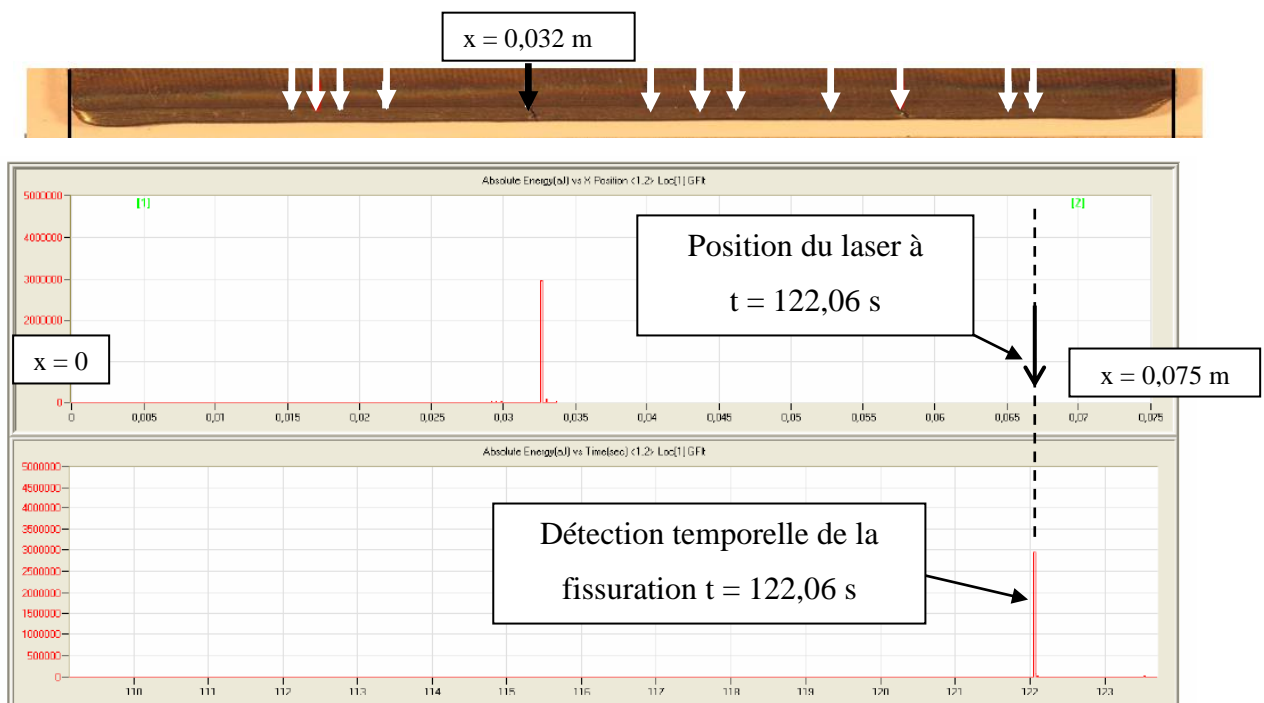


Figure 73 : Détection spatio-temporelle des évènements acoustiques intervenus au voisinage de l'abscisse $x = 0,032$, au cours de la passe 7.

Puis il se produit, pour chaque passe de rechargement suivante, une salve d'amplitude importante correspondant aussi au mécanisme de fissuration. Tous les graphiques concernant cette fissure, pour les neuf passes, sont présentés en Annexe 4. La superposition des échelles temporelle et spatiale permet de connaître, à tout instant, la position exacte du laser au moment de l'évènement acoustique et donc de connaître le champ de température en tous points de la pièce à l'aide de la simulation numérique de cet essai de rechargement.

Neuf passes de rechargement ont été réalisées. Lors du procédé de rechargement laser, la hauteur moyenne des couches déposées est de l'ordre de 310 μm (Figure 74). Pour les conditions opératoires, la dernière passe de rechargement révèle une taille de zone fondue de l'ordre de 900-1000 μm (Figure 74). L'ensemble des paramètres utilisés pour la modélisation thermique est résumé dans le Tableau 11.

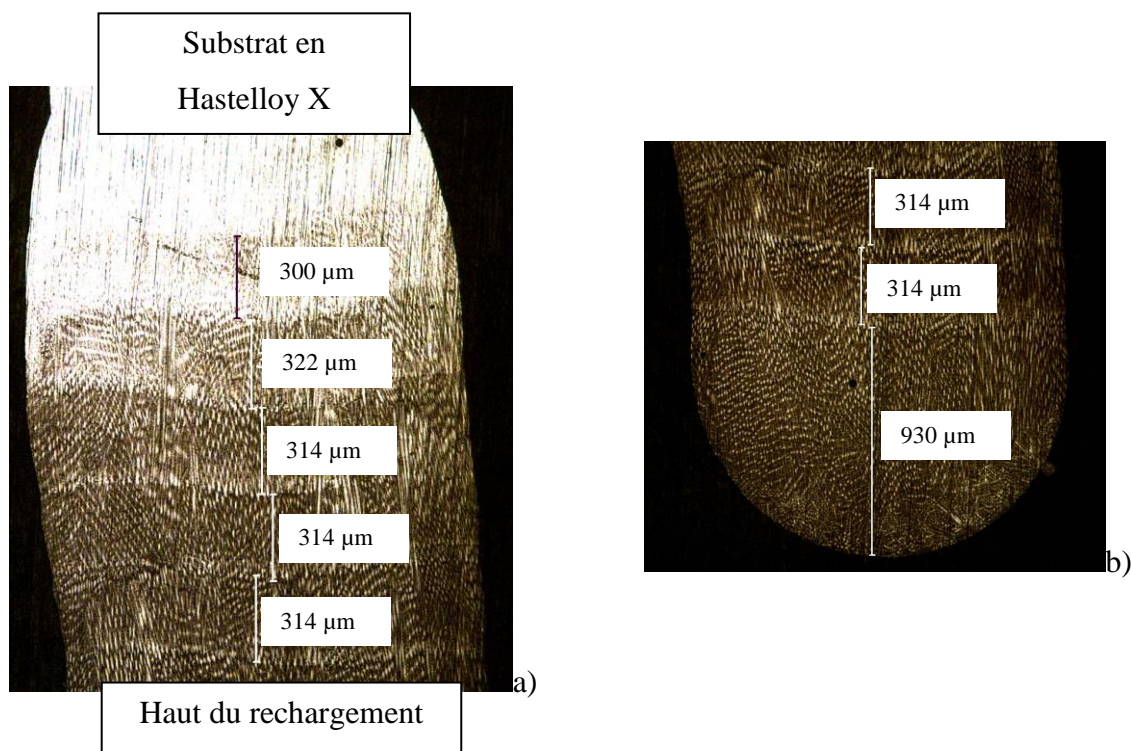


Figure 74 : a) Macrographie réalisée sur une coupe transverse du rechargement. b) Observation de la taille de zone fondue au niveau de la dernière passe de rechargement.

Tableau 11 : Paramètres utilisés pour la modélisation thermique.

Rendement η	0,14
Coefficient de convection h (W/m^2K)	10
Émissivité ε	0,5
Hauteur moyenne déposée par passe (μm)	310

L'évènement acoustique se produisant à la septième passe est traité pour illustrer la méthode. Sur la Figure 73, la salve générée par la fissure située à $x = 0,032$ m a eu lieu à $t = 122,06$ s. À cet instant précis, le laser était situé à $x = 0,067$ m, soit 35 mm après la fissure. La Figure 75 présente le résultat de la simulation thermique à l'instant $t = 122,06$ s, lors de la septième passe de rechargement.

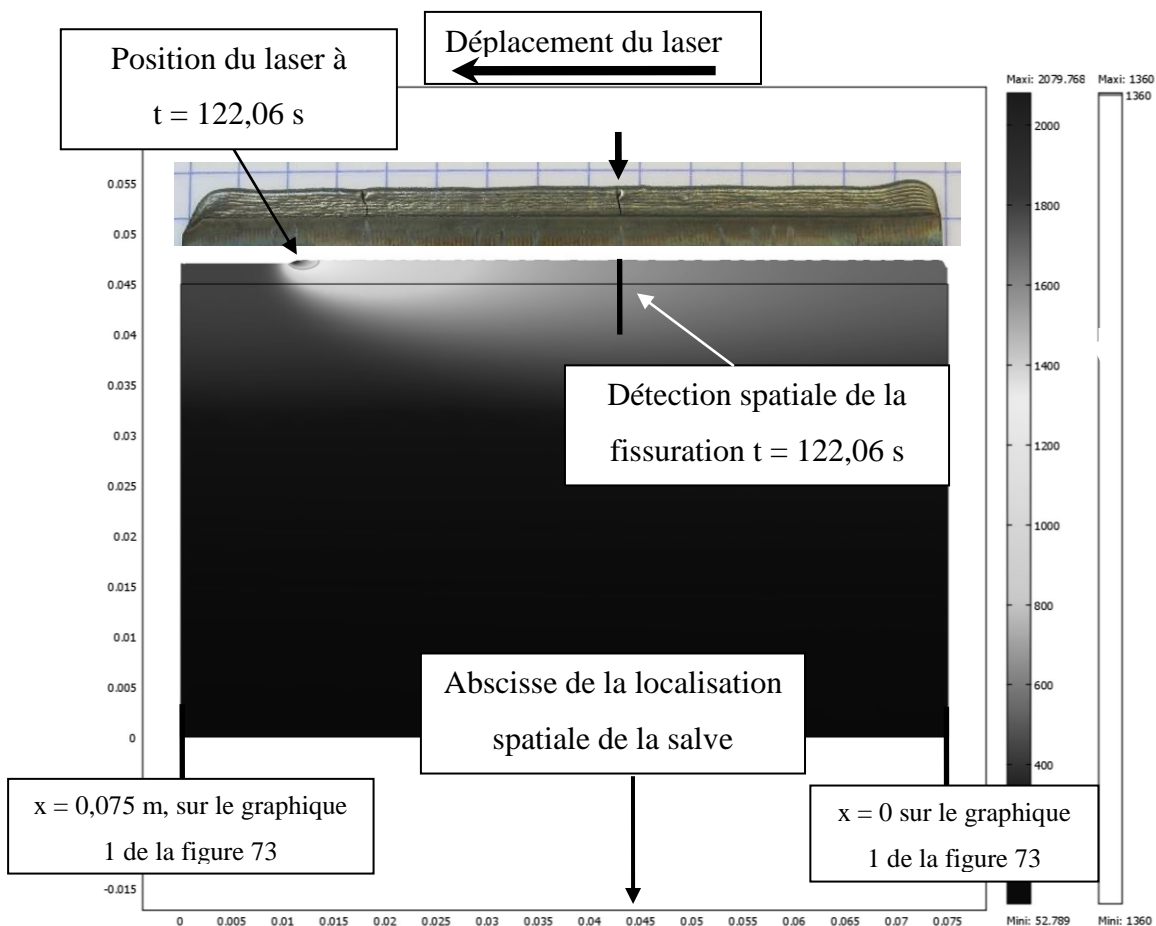


Figure 75 : Position du laser visualisée par le bain fondu au moment de l'évènement acoustique.

La position du laser est visualisée par le bain fondu. La localisation spatiale de l'évènement acoustique intervenu à $t = 122,06$ s est signalée par une flèche épaisse noire. L'évolution de la température, à l'abscisse de la localisation spatiale de la salve, le long d'une ligne dont l'ordonnée varie de $y = 0,04$ m jusqu'au sommet de la plaque, est représentée sur la Figure 76. Un post-traitement similaire permet d'extraire la température le long de cette même ligne pour les passes 8 et 9.

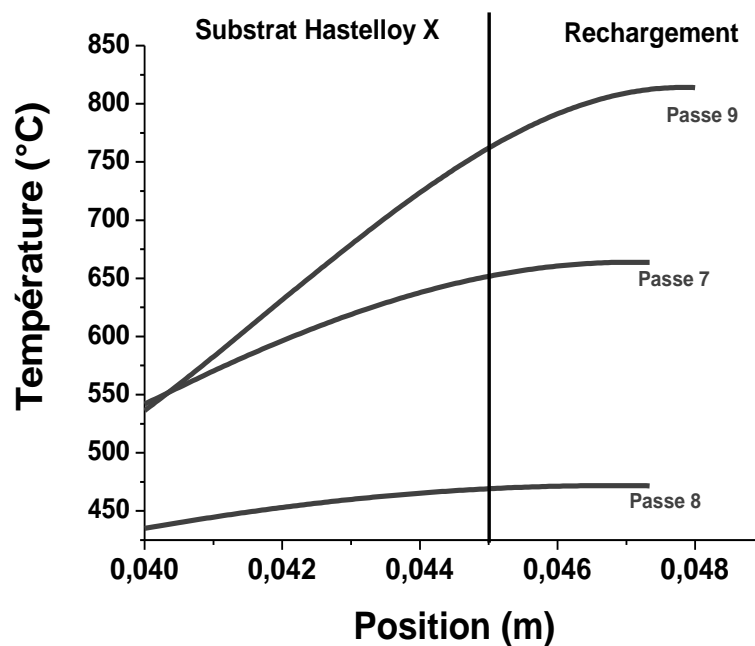


Figure 76 : Évolution de la température au moment où la fissure se propage, à l'abscisse de la localisation spatiale de la salve, le long d'une ligne dont l'ordonnée varie de $y = 0,04$ m jusqu'au sommet de la plaque (Ligne noire, Figure 75).

La partie rechargée commence à $y = 0,045$ m. À chaque passe, le mécanisme de fissuration se produit à des instants différents du procédé, pour une position du laser plus ou moins éloignée de la fissure. Cela explique les variations de température au niveau de la fissure, d'une passe à l'autre. Il apparaît clairement que le mécanisme de fissuration se produit pour des températures comprises entre 450°C et 850°C .

1.4. Conclusion

La propagation des fissures au cours du procédé de rechargement laser s'effectue au niveau des joints interdendritiques. Les ruptures observées sont de types interdendritiques fragiles sans aucun signe de ductilité. Un modèle thermique a été développé afin de simuler le procédé multi-passes de rechargement laser. Couplé à la technique de l'émission acoustique, les gammes de température de propagation des fissures ont pu être estimées. La technique de l'émission acoustique a permis d'étudier en cours de procédé l'évolution de l'énergie acoustique générée par le matériau. D'après l'ensemble des essais réalisés, il apparaît clairement que les salves de forte énergie systématiquement associées à des zones fissurées correspondent au mécanisme de fissuration. Elles peuvent se produire jusqu'à plusieurs secondes après le passage du laser au niveau de la zone fissurée. D'après la modélisation thermique, les températures associées sont relativement basses car inférieures à 850°C. Des salves de plus faibles amplitudes quant à elles n'ont pas pu être reliées au mécanisme de fissuration car interviennent aussi bien dans des zones non fissurées que fissurées. Une étude beaucoup plus approfondie pourrait éventuellement permettre de dépouiller plus en détail les signaux acoustiques de plus faibles amplitudes et de les relier de manière fiable au(x) mécanisme(s) d'endommagement. En effet, un des moyens d'étude serait de réaliser quelques passes de rechargement puis de s'arrêter dès la détection des premières salves d'émission acoustique et de réaliser une expertise métallurgique complète de la zone suspecte. En conclusion de l'étude, une fissuration de type interdendritique fragile des couches de rechargement, pour des températures inférieures à 850°C, a été mise en évidence au cours du procédé de rechargement laser.

2. ÉTUDE DE LA DUCTILITÉ DU RENÉ 142

La ductilité d'un matériau est un des facteurs influençant sa résistance à la propagation des fissures. C'est donc une propriété essentielle à connaître lorsque les problèmes de fissuration sont abordés. La fissuration des couches de rechargement intervenant « à chaud », l'évolution de la ductilité avec la température a été mesurée dans l'intervalle [600°C-1200°C], à l'aide d'essais de traction uniaxiale. Il a été montré au cours du paragraphe 1.1 du chapitre III que la rupture des couches de rechargement intervenait au niveau des joints interdendritiques du matériau. Les essais de traction ont été effectués sur des éprouvettes cylindriques brutes de

solidification en René 142 dont les joints interdendritiques sont perpendiculaires à l'axe de l'éprouvette. La direction d'application de la contrainte de traction uniaxiale est, de cette façon, normale aux joints interdendritiques ce qui permet d'étudier la cohésion de ces derniers lorsqu'ils sont soumis à une sollicitation mécanique à chaud. L'éprouvette à casser est placée dans une enceinte étanche où un flux d'argon-hydrogène (95%-5%) est imposé afin d'obtenir un environnement réducteur, empêchant ainsi l'oxydation de l'échantillon. Le chauffage est assuré par un four à images comprenant huit lampes de 1000 W chacune. La température est contrôlée par un thermocouple placé dans la tête de l'éprouvette. L'ensemble de ce système est monté sur une machine de traction. Les essais de traction uniaxiale ont été réalisés à vitesse de traction constante correspondant à une vitesse de déformation initiale $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$. La ductilité est évaluée par la variation relative de section au niveau de la section rompue de l'éprouvette :

$$(23) \quad Striction = \frac{S_{ini} - S_{rupt}}{S_{ini}} \times 100$$

avec la *Striction* en %, S_{ini} la section initiale de l'éprouvette et S_{rupt} la section mesurée après rupture. Le faciès de rupture est d'abord photographié au MEB puis sa surface projetée est mesurée grâce à un logiciel d'analyse d'image (Image Tool). Les résultats sont présentés sur la Figure 77.

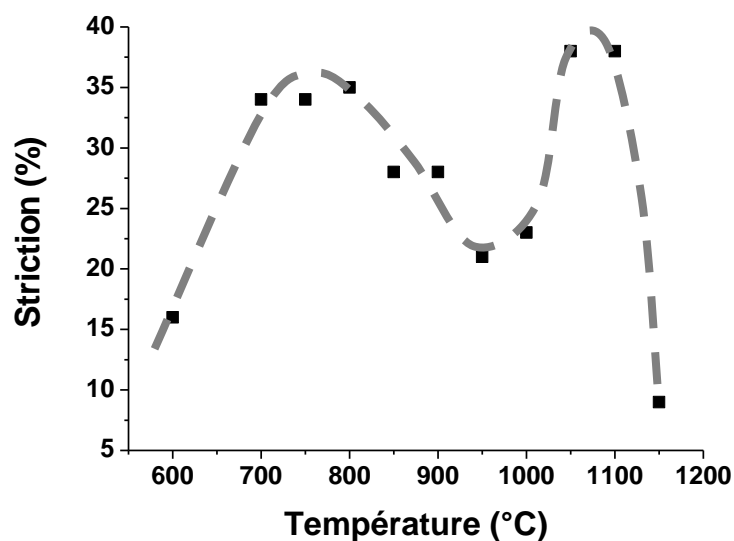


Figure 77 : Évolution de la ductilité du René 142 en fonction de la température.

De façon générale, la capacité des alliages à se déformer plastiquement augmente avec la température pour ensuite chuter à haute température. Pour les températures inférieures à 700°C, une augmentation de la ductilité du René 142 avec la température est effectivement observée. Les ruptures associées sont de type ductile avec présence de cupules (Figure 78).

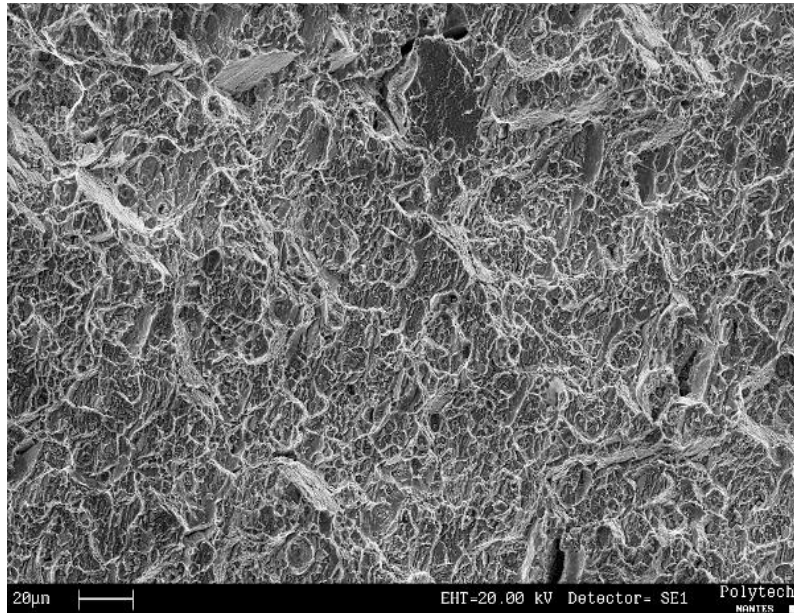


Figure 78 : *Faciès de rupture de type ductile avec présence de cupules sur la surface de rupture après essai de traction à 700°C.*

Au-delà de 800°C, une importante diminution de la ductilité du René 142, de l'ordre de 40%, se produit dans l'intervalle [800°C-1000°C], accompagnée d'un changement de mode de propagation des fissures. En effet, au-delà de 900°C, les faciès de rupture sont tous de type interdendritique fragile ce qui signifie que la fissuration intervient par décohésion au niveau des joints interdendritiques, sans présence de signe de ductilité aussi bien macroscopiquement que microscopiquement (Figures 79 et 80).



Figure 79 : *Faciès de rupture de type interdendritique fragile sans présence de signes de ductilité sur la surface de rupture après essai de traction à 900°C.*

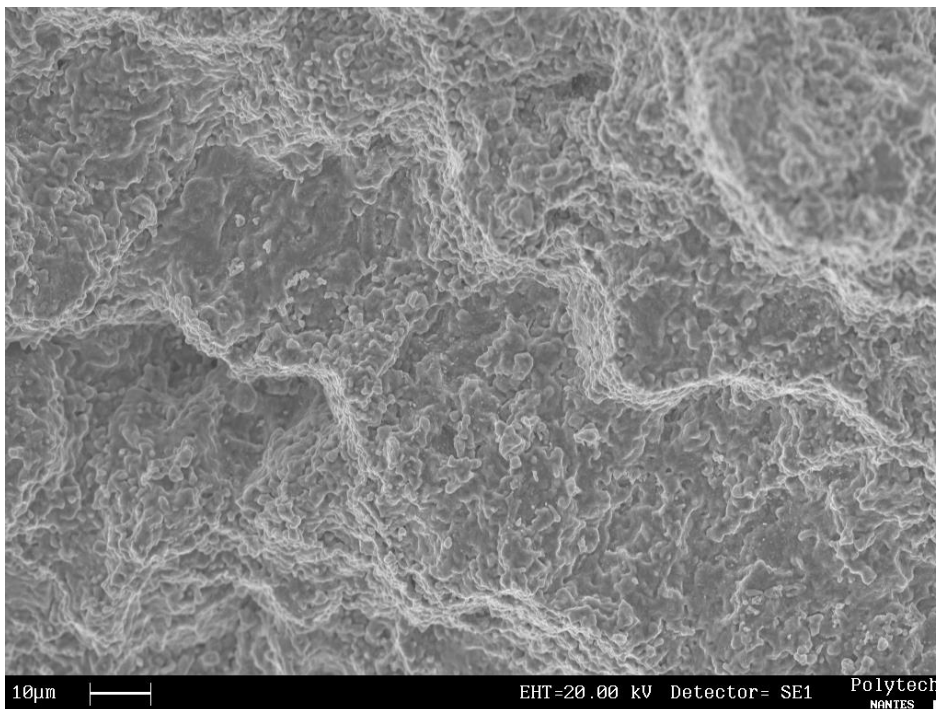


Figure 80 : *Faciès de rupture de type interdendritique fragile sans présence de signes de ductilité sur la surface de rupture après essai de traction à 900°C.*

D'après la bibliographie, la perte de ductilité observée sur la Figure 77, associée à des faciès de rupture de type fragile, trouverait son origine dans la ségrégation interfaciale d'une

impureté telle que le soufre (Chapitre I paragraphe 2.4.5). La teneur nominale en soufre de l'alliage brut de solidification est de 4 ppm massique. Il est important de préciser que la teneur en soufre de la poudre qui sert à réaliser les rechargements est de 10 ppm massique. La perte de ductilité observée sur la Figure 77 ne pourra s'en trouver que plus accentuée dans le cas des rechargements. En effet, il a été montré au cours du premier chapitre que la teneur initiale en impureté influe directement sur le taux de ségrégation d'équilibre (4). Notamment, une élévation de la teneur nominale en impureté entraîne une augmentation du taux de ségrégation d'équilibre. Au-delà de 1000°C, le René 142 recouvre de la ductilité. Cela peut s'expliquer par le fait que, thermodynamiquement, le taux de ségrégation baisse avec l'augmentation de la température (Figure 18) ; la quantité maximale admissible d'impureté est donc plus faible que pour les températures inférieures. La diminution de la concentration en impuretés dans les interfaces se traduit par une augmentation de la cohésion des joints interdendritiques et donc par une augmentation de la ductilité. Dans le cas présent, ce recouvrement de la ductilité est néanmoins toujours associé à des faciès de rupture ne présentant pas de signes microscopiques de ductilité. À haute température, une chute de la ductilité du René 142 s'opère au-delà de 1150°C. Bien que la température de traction soit inférieure au solidus de l'alliage (1330°C), la présence de phases ayant fondu sur les faciès de rupture a été observée après l'essai de traction réalisé à 1200°C (Figure 81).



Figure 81 : *Observation de phases ayant fondu lors de l'essai de traction à 1200°C.*

Les éprouvettes de traction étant brutes de solidification, il semblerait, d'après la bibliographie, qu'une ségrégation de solidification pourrait être responsable de la liquation de l'alliage au réchauffage. La rupture de l'éprouvette intervient donc par décohésion au niveau

des interfaces du matériau à cause de la présence de films liquides. En résumé, les éprouvettes de René 142 présentent une perte importante de ductilité dans l'intervalle de température [800°C-1000°C] associée à des faciès de rupture de type fragile qui, d'après la bibliographie, pourrait s'expliquer par une ségrégation d'impuretés au niveau des joints interdendritiques. Par ailleurs, à haute température, le René 142 retrouve un comportement classique avec une chute importante de la ductilité. Toutefois, cette perte de ductilité semble intervenir à des températures environ 200°C plus basses que le solidus de l'alliage (1330°C). L'essai de traction à 1200°C a révélé la présence de phases liquides sur les faciès de rupture. Les éprouvettes de traction étant brutes de solidification, une ségrégation de solidification semblerait être à l'origine de ce phénomène de liquation de l'alliage. En conclusion, l'étude de la ductilité du René a permis de mettre en évidence au moins deux causes possibles de fragilisation des joints interdendritiques qui pourraient expliquer la rupture des couches de rechargement au cours du procédé de rechargement laser : la ségrégation interfaciale d'impuretés et la liquation de phases à bas point de fusion.

3. ÉTUDE MÉTALLURGIQUE DES CAUSES DE LA FISSURATION DES COUCHES DE RECHARGEMENT

Les essais d'émission acoustique ont révélé une fissuration interdendritique des couches de rechargement, intervenant parfois jusqu'à plusieurs secondes après le passage du laser au niveau de la fissure. Le mécanisme de propagation semble donc se produire pour des gammes de températures plutôt basses (<850°C). En outre, le paragraphe précédent a permis de mettre en évidence l'existence de deux pertes de ductilité de l'alliage brut de solidification dont une dans la gamme de température [800°C-1000°C] conduisant à des ruptures de type interdendritique fragile. La présence d'un trou de ductilité pour les alliages de nickel est très souvent la conséquence d'une forte tendance du matériau à la ségrégation interfaciale d'impuretés telles que le soufre. L'hypothèse d'une ségrégation interfaciale de soufre comme cause possible de la fissuration des couches de rechargement est donc émise. Ce paragraphe est totalement dédié à l'étude métallurgique des causes de la rupture des rechargements et, en particulier, à l'étude des ségrégations interfaciales.

3.1. Mise en évidence de la ségrégation interfaciale du soufre

Deux techniques différentes ont été utilisées pour étudier la ségrégation d'impuretés au niveau des joints interdendritiques rompus : la spectroscopie des électrons Auger et la microsonde de Castaing.

3.1.1. Spectroscopie des électrons Auger

La spectroscopie des électrons Auger est une technique directe d'analyse chimique de surface. Toutefois, elle nécessite l'obtention de ruptures de type interdendritique fragile, *in situ*, dans le spectromètre d'électrons Auger. Il n'est donc pas possible d'analyser directement les surfaces de rupture des rechargements fissurés lors du procédé, une couche d'oxyde empêchant la sortie des électrons Auger de l'échantillon. Néanmoins, il a été observé qu'il était possible de propager manuellement, à froid, de manière interdendritique sur quelques centaines de microns, une fissure amorcée au cours du procédé de rechargement laser. Sur la Figure 82, la partie supérieure de la surface de rupture correspond à la zone fissurée au cours du procédé. Les différentes passes de rechargement sont visibles. Au niveau de la partie inférieure de la fissure, une surface de rupture de type interdendritique fragile est observable. Elle correspond à la propagation de la fissure existante, faite manuellement à froid jusqu'au substrat en Hastelloy X.

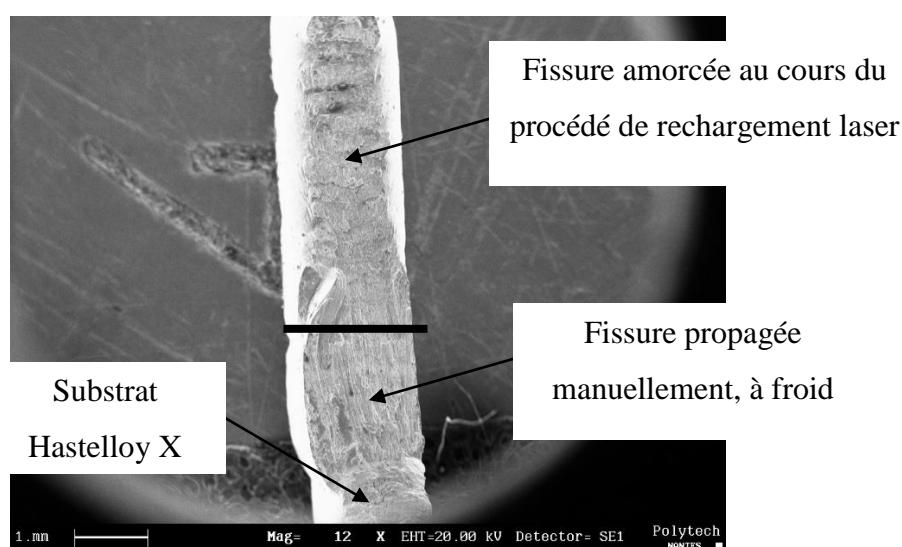


Figure 82 : Propagation manuelle, à froid, d'une fissure existante jusqu'au substrat en Hastelloy X.

L'expérience a été reproduite, sur un deuxième échantillon, *in-situ*, dans le spectromètre d'électrons Auger. La Figure 83 présente la surface de rupture obtenue. De nouveau, une propagation interdendritique, à froid, de la fissure amorcée au cours du procédé de rechargement est observée.

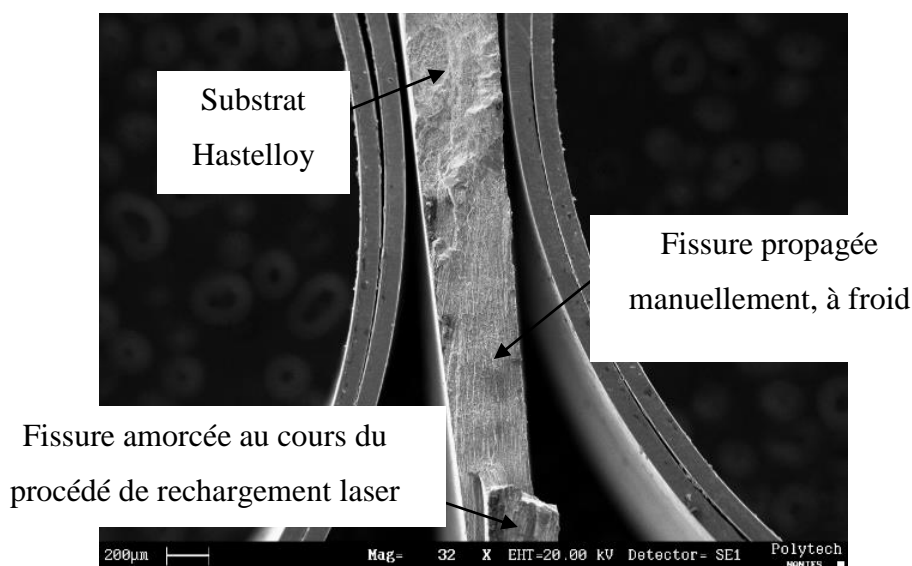


Figure 83 : *Propagation à froid, in situ, dans le spectromètre d'électrons Auger, d'une fissure existante jusqu'au substrat en Hastelloy X.*

Sur un spectre Auger, est traditionnellement représentée l'évolution du nombre d'électrons Auger reçus par le détecteur $N(E)$ en fonction de leur énergie E . Il est toutefois possible de tracer, en fonction de l'énergie E , la dérivée du produit du nombre d'électrons Auger reçus par leur énergie $N(E) \times E$. Dans bien des cas, le spectre Auger dérivé est préféré car certains pics apparaissent alors plus clairement. L'analyse chimique de la surface de rupture fraîchement créée, de type interdendritique fragile, révèle la présence d'une très forte ségrégation interfaciale du soufre, comme le montre le pic important de soufre observé sur le spectre Auger dérivé de la Figure 84. En conclusion, la spectroscopie des électrons Auger a permis de mettre en évidence la présence de quantités importantes de soufre sur des surfaces de ruptures obtenues *in situ*. Néanmoins, il est important de souligner que ces surfaces de ruptures fraîchement créées résultent de l'ouverture de joints interdendritiques existants, fissurés au cours du procédé. En d'autres termes, les quantités de soufre importantes observées sur les surfaces de rupture étaient donc initialement présentes dans le joint

interdendritique avant ouverture. L'hypothèse de la fragilisation par le soufre des couches de rechargement semble donc se confirmer grâce à la spectroscopie des électrons Auger.

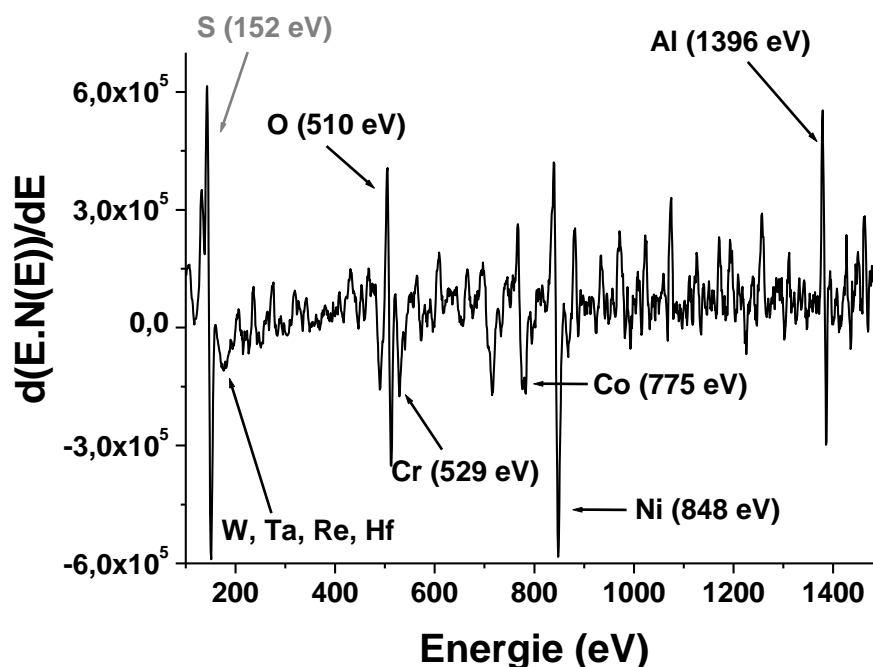


Figure 84 : Spectre Auger dérivé de la surface de rupture.

Une autre technique d'analyse (la microsonde de Castaing) va donc être utilisée maintenant pour analyser directement les surfaces de rupture, ce qui est impossible en spectroscopie des électrons Auger.

3.1.2. Analyses chimiques de surfaces de rupture en microsonde de Castaing

Comme cela a été expliqué au cours du chapitre II, en microsonde de Castaing, deux méthodes ont été utilisées pour étudier la ségrégation interfaciale de soufre. L'analyse chimique de surfaces de rupture est présentée dans ce paragraphe. La raie K_{α} du soufre est choisie. Cette dernière est détectée à l'aide du cristal PET. Pour chaque tension d'accélération utilisée, un courant de 450 nA est fixé de façon à obtenir un nombre non négligeable de photons X (ou nombre de coups) émis par le matériau. Dans ces conditions, le diamètre du faisceau mesuré par fluorescence sur le diamant est de l'ordre de 40 μm . La position spectrale du soufre ainsi que la hauteur du pic de soufre sont, tout d'abord, déterminées sur un

échantillon standard FeS_2 pour chaque tension d'accélération. Le René 142 est un alliage multicomposants et sous l'action du faisceau électronique d'autres éléments émettent des photons X à la position spectrale du soufre. Afin de ne pas surestimer la quantité de soufre dans l'échantillon il est nécessaire d'éliminer la contribution de ces éléments. Il s'avère que deux éléments possèdent des raies au voisinage de la position spectrale du soufre :

- ✓ le molybdène avec la raie L_α du premier ordre
- ✓ le cobalt avec les raies $K_{\alpha 1}$ et $K_{\alpha 2}$ du troisième ordre

La Figure 85 présente les raies des éléments soufre, molybdène et cobalt normalisées à la valeur maximale pour une question d'échelle. Les pics ont été obtenus à 15 kV sur les échantillons standards. Pour le cobalt et le molybdène, les standards sont les éléments purs. Les spectres sont représentés en fonction de $\sin(\theta)$ qui fait référence à la loi de Bragg et qui est donc proportionnel à la longueur d'onde des RX émis, caractéristiques des éléments en présence.

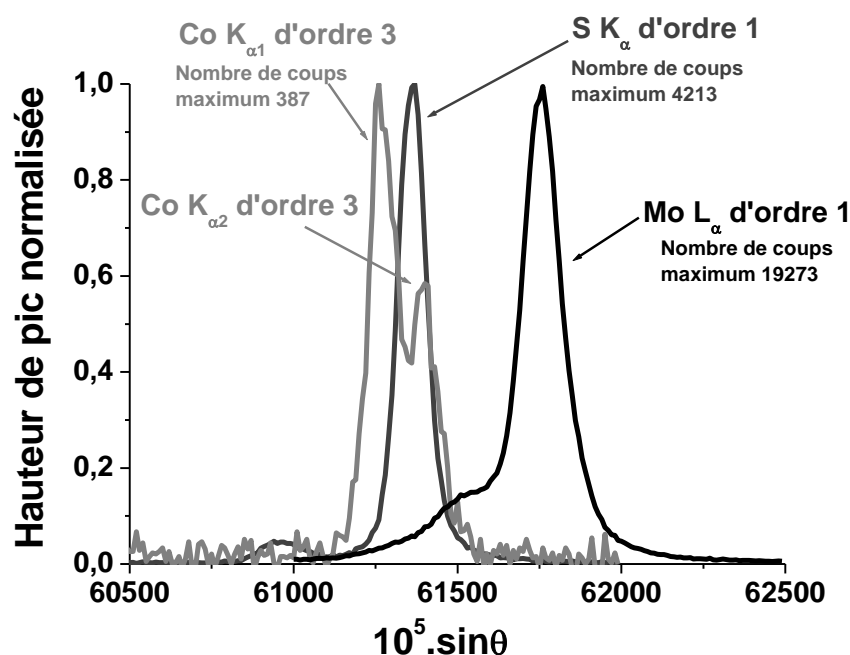


Figure 85 : Raies des éléments soufre, molybdène et cobalt mesurées sur les échantillons standards et normalisées à la valeur maximale.

En jouant sur les paramètres dits « Pulse Height Analyser » (PHA) [Ruste'78] des spectromètres, il est possible de rejeter les raies d'ordres supérieurs à un. En effet, bien que les positions spectrales puissent être voisines des raies du premier ordre, leurs énergies diffèrent d'un facteur k , ce dernier intervenant dans la loi de Bragg de l'équation (5). Une

discrimination en énergie permet alors de rejeter les photons X correspondants. La Figure 86 présente les pics du cobalt avant et après rejet.

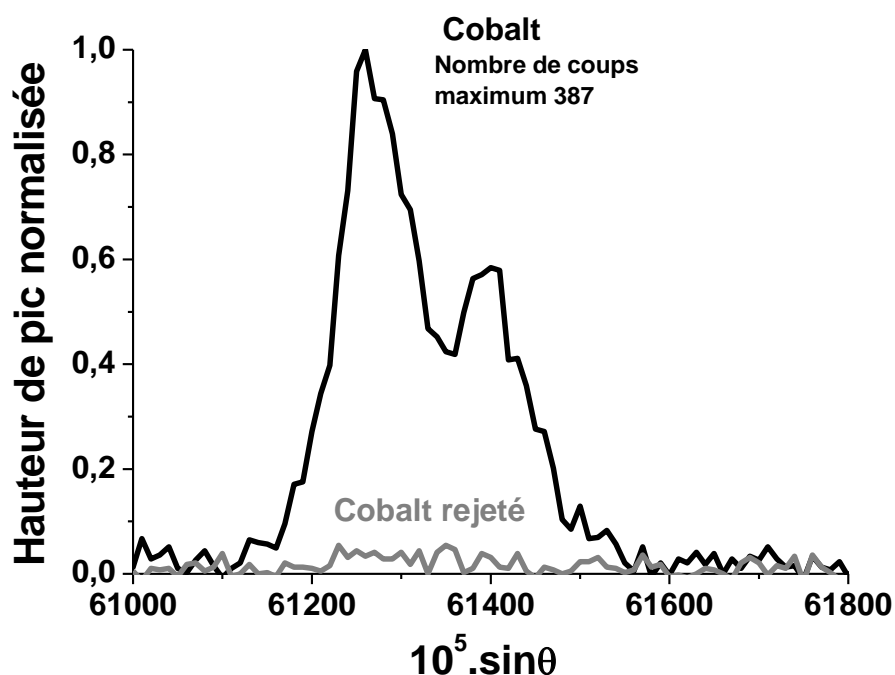


Figure 86 : Raies K_{α} et K_{β} du troisième ordre du cobalt avant et après modification des paramètres PHA.

Pour le molybdène, il est important de remarquer que la raie L_{α} possède un épaulement au voisinage de la raie K_{α} du soufre qui peut donc induire une surestimation non négligeable de la quantification de la teneur en soufre [Cameca²]. La méthode pour éliminer la contribution de l'épaulement de la raie L_{α} du molybdène est plus compliquée puisque c'est une raie du premier ordre. Dans la suite de l'exposé, la notation I est assimilée à une hauteur de pic puisque c'est la différence entre le nombre de coups mesuré à une position spectrale donnée et le fond continu à cette même position spectrale. Sur l'échantillon de superalliage, la contribution de l'épaulement de la raie L_{α} du molybdène doit donc être retirée de la hauteur de pic mesurée à la position spectrale du soufre (Figure 85). Deux positions spectrales (ps) sont considérées : la position spectrale du soufre (psS) et la position spectrale de la raie L_{α} du molybdène (ps L_{α}). Pour les deux éléments soufre et molybdène, le fond continu est mesuré à la même position : 61000 et 62500 (Figure 85). Les valeurs du fond continu aux positions spectrales du soufre et de la raie L_{α} du molybdène sont déduites par interpolation linéaire. Sur l'échantillon standard de molybdène, pour chaque tension d'accélération, le rapport ξ entre la

hauteur de pic à la position spectrale du soufre et la hauteur de pic à la position spectrale de la raie L_{α} du molybdène est mesuré :

$$(24) \quad \xi = \frac{I(psS)}{I(psL_{\alpha})}$$

La Figure 87 présente l'évolution du rapport ξ en fonction de la tension d'accélération. Ce rapport diminue quand la tension d'accélération diminue. Ainsi, la contribution de l'épaule de la raie L_{α} par rapport à la raie L_{α} est de plus en plus faible quand la tension d'accélération du faisceau incident diminue.

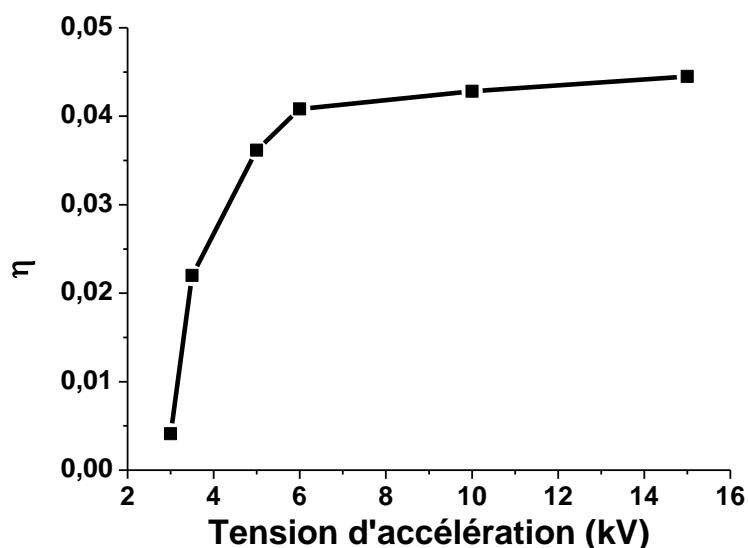


Figure 87 : Évolution du rapport ξ entre la hauteur de pic à la position spectrale du soufre et la hauteur de pic à la position spectrale de la raie L_{α} du molybdène en fonction de la tension d'accélération.

Sur le superalliage, la contribution de l'épaule de la raie L_{α} du molybdène est inconnue. Elle est, par conséquent, déduite de la raie L_{α} à l'aide du rapport ξ mesuré sur l'échantillon standard. Finalement, pour chaque tension d'accélération, la hauteur réelle du pic de soufre I est déduite de la hauteur de pic mesuré à la position spectrale du soufre à laquelle la contribution de l'épaule de la raie L_{α} du molybdène est soustraite suivant la formule :

$$(25) \quad I = I(psS) - \xi \times I(psL_{\alpha})$$

Rappelons que cette technique d'analyse chimique d'une surface provient du domaine des couches minces. Elle est basée sur le principe suivant : la baisse de la tension d'accélération du faisceau électronique incident permet une plus grande contribution de la surface de l'échantillon au détriment du volume. L'essai de rechargement laser réalisé à $P = 350 \text{ W}$ et $V = 300 \text{ mm.min}^{-1}$, contenant la fissure étudiée en émission acoustique, est considéré. L'évolution du nombre de coups en fonction de la position spectrale dans l'intervalle [61000, 62400] est présentée sur la Figure 88 pour deux tensions d'accélération différentes : 15 kV et 5 kV. Cet intervalle contient les pics du soufre et du molybdène. Par souci de lisibilité, la hauteur est normalisée au nombre maximal de photons X reçus par le détecteur.

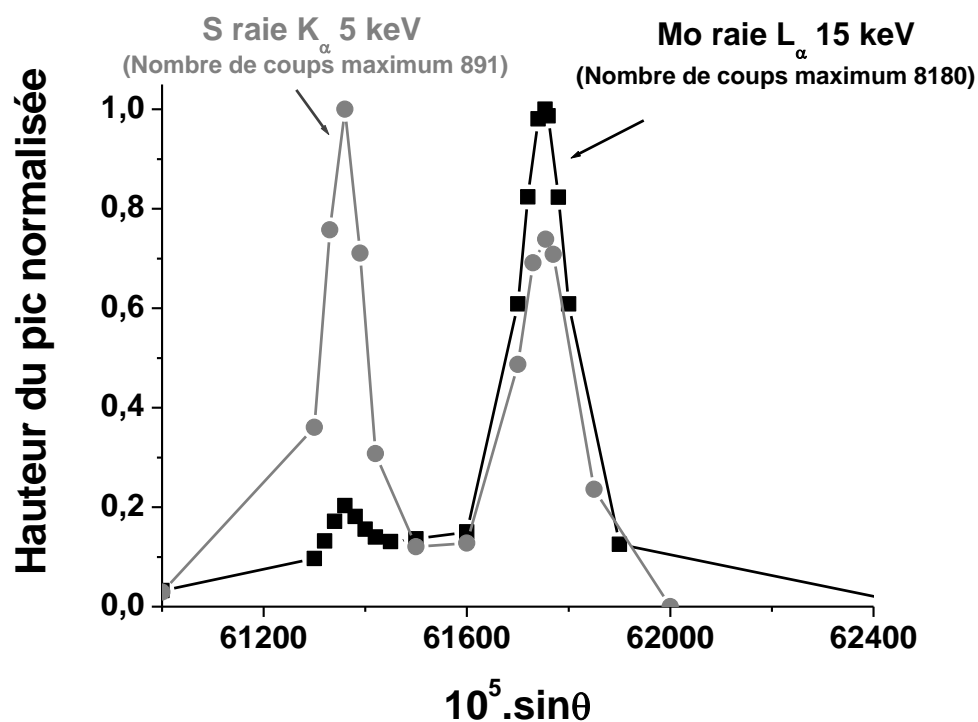


Figure 88 : Raies des éléments soufre et molybdène normalisées à la valeur maximale pour deux tensions d'accélération différentes.

La raie L_{α} du molybdène apparaît clairement à 15 kV et 5 kV, sur la Figure 88. En outre, à 15 kV, la présence de soufre semble déjà être observée avec un pic de faible taille. En abaissant la tension d'accélération à 5 kV, il se produit une augmentation de la taille du pic de soufre par rapport à celui de la raie L_{α} du molybdène. Abaisser la tension d'accélération permet d'augmenter la contribution de la surface au détriment du volume. Il est rappelé que la contribution de l'épaule de la raie L_{α} du molybdène par rapport à la raie L_{α} est de plus en

plus faible quand la tension d'accélération du faisceau incident diminue (Figure 87). En d'autres termes, pour les basses tensions, l'influence du molybdène sur la quantification du soufre est négligeable. L'évolution du nombre de coups mesuré pour le soufre est, par conséquent, uniquement due à la présence de ce dernier. La très forte augmentation du pic de soufre est donc la preuve d'un fort enrichissement en soufre au niveau de la surface de l'échantillon et donc d'une ségrégation interfaciale de soufre sur la surface de rupture. En résumé, la microsonde de Castaing permet la détection des ségrégations interfaciales tout en s'affranchissant des problèmes de pollution. En effet, l'enrichissement en soluté est observé sur une surface rompue au cours du procédé de rechargement laser, qui s'est oxydée par la suite. L'objectif est désormais de quantifier cette ségrégation interfaciale d'impureté. Pour cela, l'évolution du rapport $R = I/I_{std}$ pour l'élément soufre est mesurée en fonction de la tension d'accélération. Une augmentation du rapport R quand la tension d'accélération diminue est observée (Figure 89).

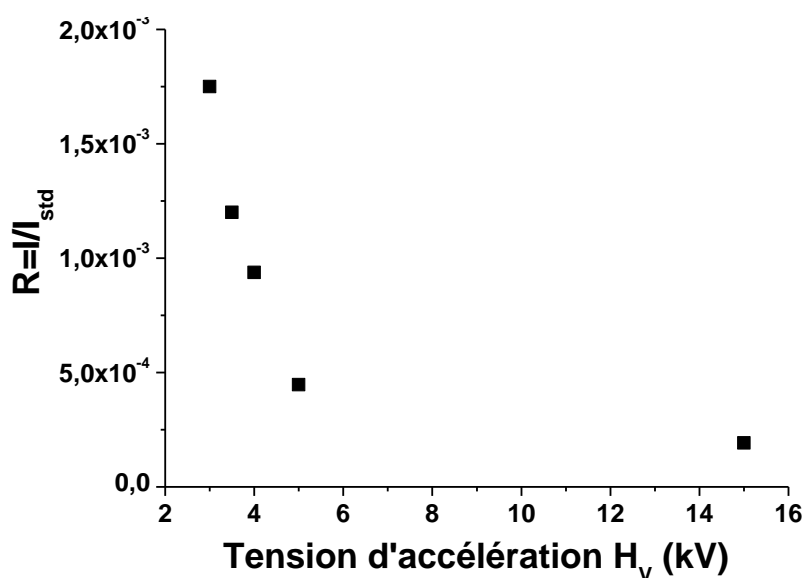


Figure 89 : Évolution du rapport $R = I/I_{std}$ pour l'élément soufre en fonction de la tension d'accélération.

La quantification de la ségrégation interfaciale de soufre à partir des courbes $R = f(H_V)$ n'est pas immédiate comme cela a été expliqué au cours du chapitre II. Elle nécessite une modélisation fine de l'émission X dans une structure stratifiée. Rappelons que cette dernière décrit l'épaisseur, la composition chimique et la densité de chacune des couches constituant l'échantillon. La quantification intervient en comparant l'évolution des courbes $R = f(H_V)$ pour l'élément soufre avec celle simulée à l'aide du logiciel StratagemTM. Ce dernier permet

de calculer les évolutions théoriques du rapport R avec la tension d'accélération pour tous les éléments d'un échantillon dans le cas de superpositions de couches. Cette technique d'étude est appliquée à la ségrégation interfaciale du soufre qui peut être considérée comme un cas particulier de matériau bicouche avec une couche de soufre sur un substrat qui est l'alliage. La modélisation de la structure stratifiée de l'échantillon est un des points clé de la quantification. Pour le cas présent un modèle à trois couches est envisagé : le superalliage René 142, la couche de soufre ségrégée et une couche d'oxyde. Cette dernière est justifiée par l'ouverture des fissures à chaud, entraînant une oxydation plus ou moins importante des surfaces de rupture mises à nues. Trois éléments ont été analysés pour cette étude : le soufre, l'aluminium pour la couche d'oxyde et le nickel pour le superalliage. La raie K_{α} de l'aluminium est choisie. Elle est détectée à l'aide d'un spectromètre TAP. La raie L_{α} du nickel est choisie car pour les faibles tensions d'accélération des électrons, il n'est pas possible d'exciter la raie K_{α} . Elle est détectée à l'aide d'un spectromètre TAP. En premier lieu, la couche de soufre n'est pas considérée. L'épaisseur de cette dernière étant très faible, son influence sur les courbes simulées du nickel et de l'aluminium est supposée négligeable. Avant de présenter la quantification du soufre, le choix du modèle stratifié utilisé est justifié ci-après à l'aide des résultats expérimentaux obtenus sur l'aluminium et le nickel. Considérons un empilement de deux couches : une couche d'oxyde et une couche constituant le substrat en René 142 (Figure 90).

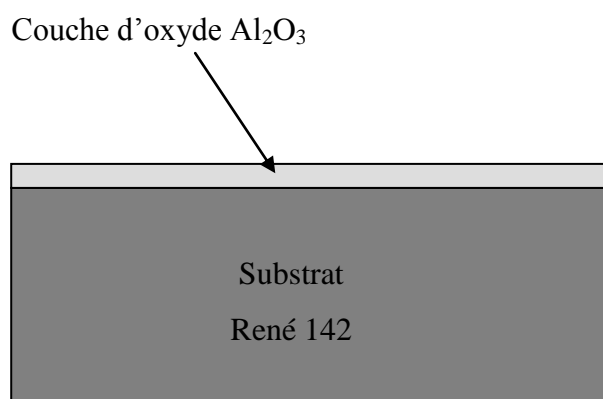


Figure 90 : Structure stratifiée de l'échantillon utilisée dans StratagemTM.

Ne connaissant pas la composition exacte de l'oxyde à la surface de l'échantillon, l'alumine hexagonale se formant à une température supérieure à $350^{\circ}C$, de masse volumique $3,9 \text{ g.cm}^{-3}$, est choisie par défaut. L'épaisseur de la couche d'alumine est ajustée à 15 nm pour approcher au mieux les points expérimentaux de l'aluminium. La courbe simulée $R = f(H_V)$ est présentée

sur la Figure 91 avec les points expérimentaux. Pour les basses tensions d'accélération, la courbe simulée passe exactement par les points expérimentaux. Par contre, une surestimation du rapport R pour l'élément aluminium est observée pour les fortes tensions d'accélération. Il semblerait que pour les tensions d'accélération élevées, une contribution trop importante du volume du matériau et donc de la composition nominale du substrat en René 142 (Figure 90) soit responsable de cette surestimation.

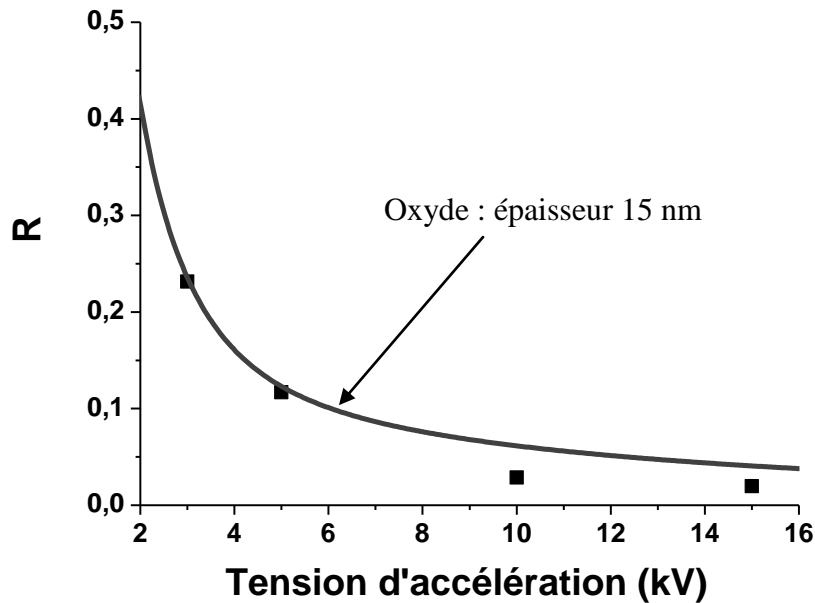


Figure 91 : En gris : évolution simulée du rapport $R = I/I_{std}$ pour l'élément aluminium en fonction de la tension d'accélération. En noir, résultats expérimentaux.

En d'autres termes, il existerait un appauvrissement en aluminium sous la couche d'oxyde. Cet appauvrissement en aluminium pourrait s'expliquer par la croissance de la couche d'oxyde qui consomme une partie des atomes d'aluminium du substrat et entraîne une diminution de la concentration en aluminium au voisinage de la couche d'oxyde. Une troisième couche appauvrie en aluminium est donc ajoutée au modèle précédent, entre la couche d'oxyde et le substrat (Figure 92). Pour des soucis de simplification du modèle, la quantité d'aluminium est fixée à zéro dans la couche appauvrie.

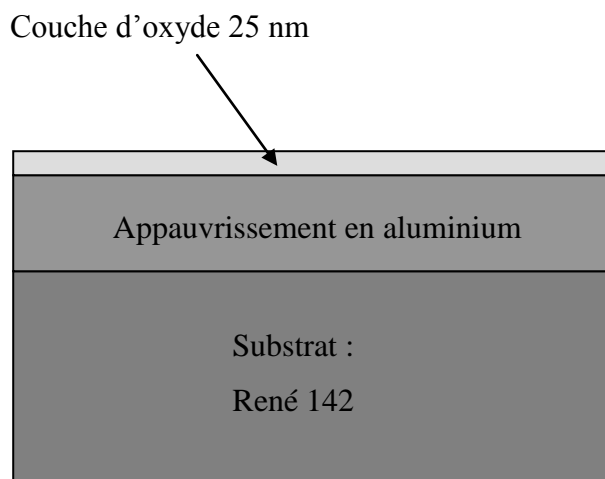


Figure 92 : *Structure stratifiée de l'échantillon utilisée dans Stratagem™.*

L'épaisseur de la couche d'oxyde et la taille de la zone appauvrie en aluminium sont ajustées pour reproduire au mieux les points expérimentaux. Une épaisseur de la couche d'oxyde de 25 nm associée à un appauvrissement en aluminium d'au moins 200 nm permet d'obtenir un très bon accord entre points expérimentaux et simulation (Figure 93).

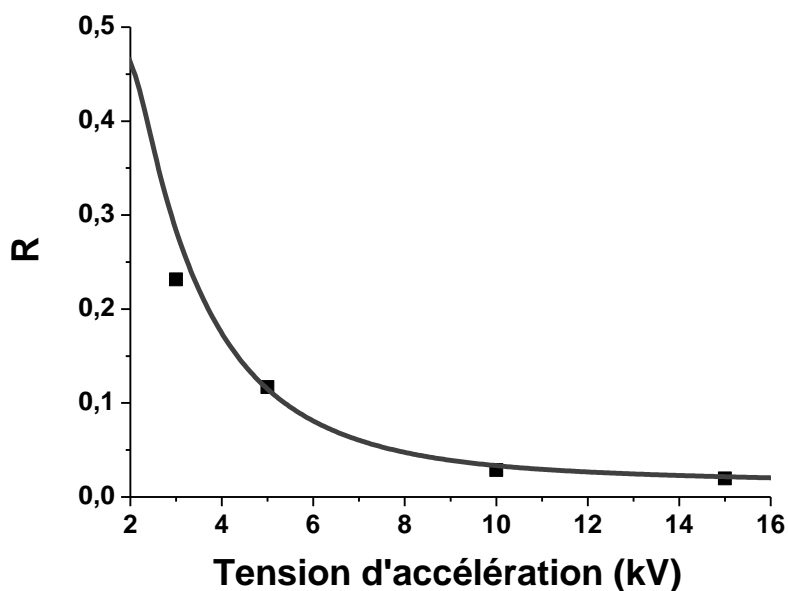


Figure 93 : *En gris : évolution simulée du rapport $R = I/I_{std}$ pour l'élément aluminium en fonction de la tension d'accélération. En noir, résultats expérimentaux.*

Il n'est cependant pas possible, dans cette configuration d'analyse chimique de surface, de caractériser précisément la taille de la zone appauvrie en aluminium. Pour des tensions

d'accélération inférieures à 15 kV et pour un appauvrissement en aluminium supérieur à 200 nm, la poire d'interaction des électrons n'interagit plus ou peu avec le substrat. La contribution de la teneur nominale en aluminium du substrat en René 142 (6%) sur l'allure de la courbe simulée de l'aluminium est alors négligeable. Il est cependant important de remarquer que la quantité d'aluminium absente dans la couche appauvrie ne correspond pas à la quantité d'aluminium présente dans la couche d'oxyde. Dans le cas présent, si une couche appauvrie en aluminium de 200 nm est considérée, ainsi qu'une couche d'oxyde de 25 nm, cela signifie qu'il y a trois fois moins d'aluminium présent dans la couche d'oxyde que d'aluminium absent dans la couche appauvrie. Une possible ségrégation de solidification lors du procédé de rechargement pourrait expliquer ce manque d'aluminium dans la couche appauvrie. Dans la littérature, il apparaît que, pour certains alliages, la ségrégation de solidification de l'élément aluminium entraîne plutôt un enrichissement de l'espace interdendritique par rapport au volume de la dendrite [Thirumalai'06]. Pour d'autres alliages, l'inverse a été observé. Dans le cas de notre superalliage, la modélisation de l'émission X dans la structure stratifiée révèle une tendance à l'appauvrissement de l'aluminium sous la couche d'oxyde qui ne peut pas seulement s'expliquer par la croissance de la couche d'oxyde. Une étude de microanalyse poussée permettrait peut-être de confirmer cette observation expérimentale.

La Figure 94 présente les résultats du nickel. La courbe noire de la Figure 94, représente la simulation réalisée à partir de l'empilement de trois couches détaillé sur la Figure 92. Il apparaît une surestimation importante de la quantité de nickel. Un traitement similaire au cas de l'aluminium est proposé. Une partie de la couche appauvrie en aluminium, sous la couche d'oxyde, correspondrait donc aussi à un appauvrissement en nickel. L'épaisseur de l'appauvrissement en nickel, correspondant à une concentration nulle en nickel, est ajustée à 40 nm afin de reproduire au mieux les points expérimentaux (Figure 94).

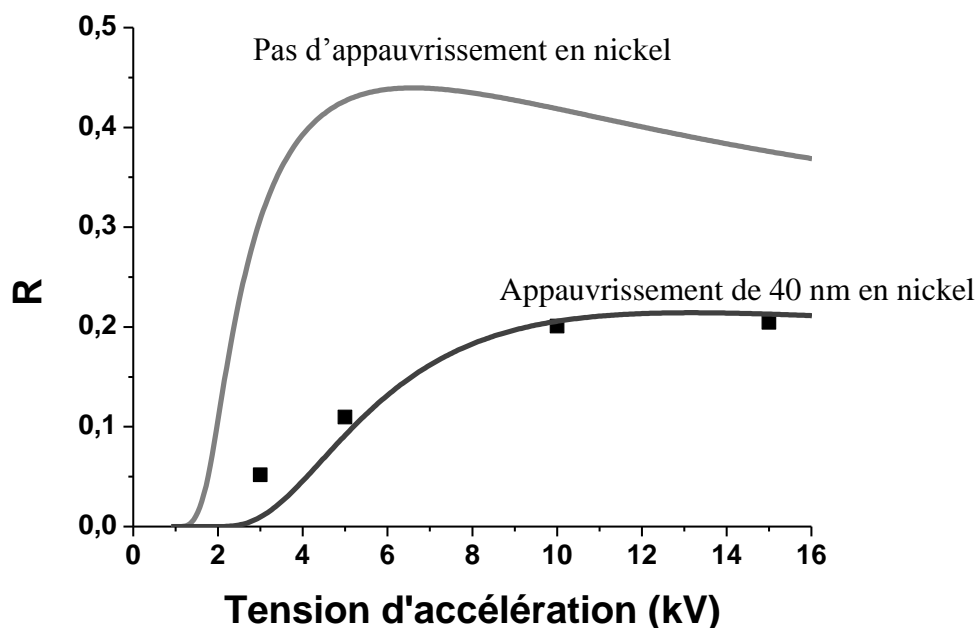


Figure 94 : En gris clair et gris foncé : évolution simulée du rapport $R = I/I_{std}$ pour l'élément nickel en fonction de la tension d'accélération. En noir, résultats expérimentaux.

De nouveau, dans le cas de notre superalliage, la modélisation de l'émission X dans la structure stratifiée avec Stratagem™ révèle une tendance à l'appauvrissement du nickel sous la couche d'oxyde. La justification n'est pour l'heure pas claire. La structure brute de solidification du rechargement conduisant à un appauvrissement en nickel au voisinage de l'interface entre dendrites pourrait en être à l'origine. Une étude de microanalyse poussée permettrait peut-être de confirmer cette observation expérimentale. En résumé, l'échantillon étudié doit être modélisé dans Stratagem™ en quatre couches distinctes afin de reproduire les évolutions expérimentales du rapport R pour les éléments aluminium et nickel en fonction de la tension d'accélération des électrons. L'empilement de couches est donné sur la Figure 95.

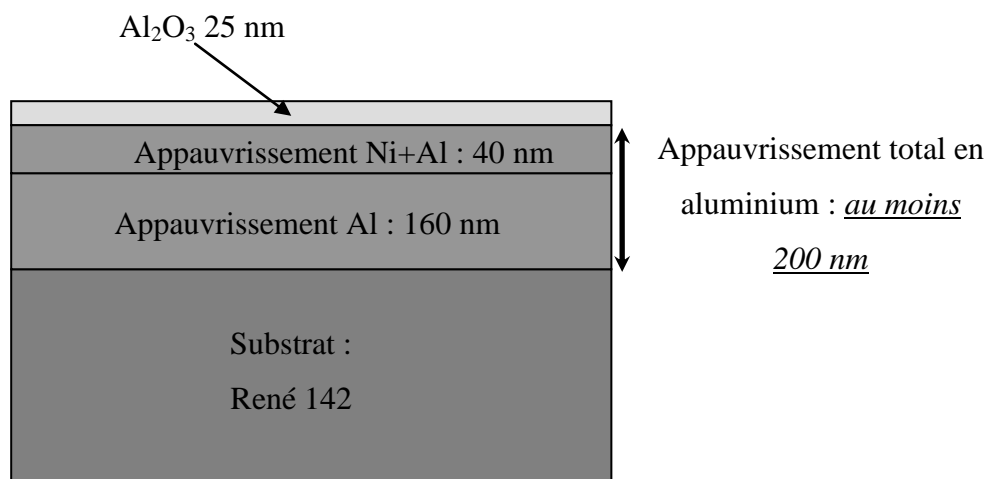


Figure 95 : Structure stratifiée de l'échantillon utilisée dans Stratagem™.

La ségrégation interfaciale du soufre correspond à un enrichissement important en soluté au niveau des interfaces du matériau. Lors de l'ouverture du joint interdendritique à chaud, au cours du procédé de rechargement, une oxydation de la surface se produit. Les mécanismes de croissance de la couche d'oxyde sont compliqués. Deux mécanismes de croissance peuvent être envisagés. Le premier correspond à une croissance de la couche d'oxyde sur la couche de soufre ségrégée. Dans ce cas, les atomes d'aluminium de l'alliage diffusent à travers la couche ségrégée, pour s'associer à la surface de l'échantillon avec les atomes d'oxygène et former la couche d'alumine (Figure 96).

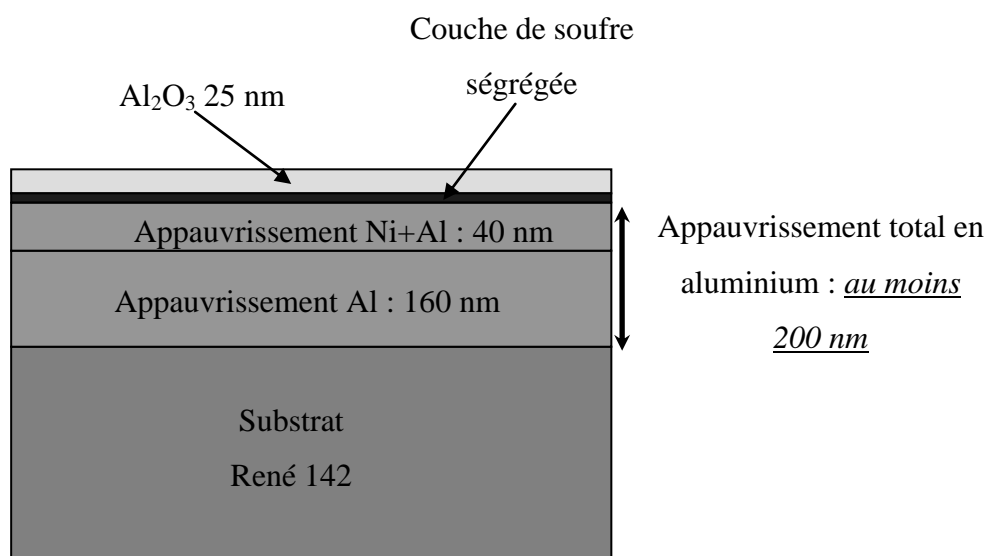


Figure 96 : Structure stratifiée de l'échantillon utilisée dans Stratagem™ : cas de la croissance de la couche d'oxyde sur la couche de soufre ségrégée.

Le deuxième mécanisme correspond à une croissance de la couche d'oxyde sous la couche ségréguée, à l'interface entre la couche ségréguée et le superalliage. Dans ce cas, ce sont les atomes d'oxygène qui diffusent à travers la couche de soufre ségréguée pour s'associer aux atomes d'aluminium de l'alliage et former la couche d'alumine (Figure 97).

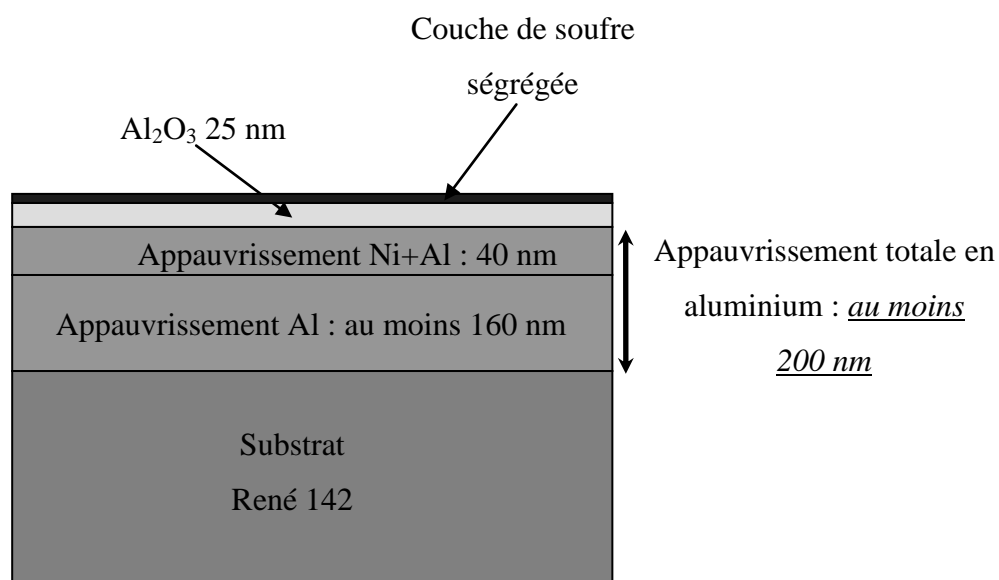


Figure 97 : Structure stratifiée de l'échantillon utilisée dans StratagemTM : cas de la croissance de la couche d'oxyde à l'interface entre la couche ségréguée et le superalliage.

Les résultats concernant les deux simulations sont présentés sur la Figure 98. Une ségrégation sur un plan atomique (100) est choisie. La quantité de soufre par unité de surface est ajustée pour reproduire au mieux les points expérimentaux. Le cas de la ségrégation interfaciale de soufre sous la couche d'oxyde est représenté par les deux courbes en gris clair. Deux concentrations surfaciques ont été testées : $3,1 \cdot 10^{-6}$ mole.m⁻² et $9,4 \cdot 10^{-6}$ mole.m⁻². Il n'est pas possible de reproduire les points expérimentaux lorsque la couche de soufre ségréguée est située sous la couche d'oxyde. La courbe gris foncé correspond au cas où la couche de soufre ségréguée est située sur la couche d'oxyde avec une concentration surfacique de $3,1 \cdot 10^{-6}$ mol.m⁻². Un très bon accord entre la courbe simulée et les points expérimentaux est observé. Cette configuration de la couche ségréguée a aussi été mise en évidence dans le cas d'une ségrégation de soufre sur une surface de rupture d'un échantillon Fe- 42 % Ni cassé au cours d'essais de traction à chaud [Christien'07]. Cette méthode d'analyse permet de mettre en évidence que, dans les conditions de rechargement laser, la couche d'oxyde croît à

l'interface entre la couche ségréguée et le superalliage à base de nickel. Il est rappelé que la notion de taux de recouvrement θ est définie comme le rapport entre la concentration atomique surfacique en soluté et la concentration atomique maximale de sites admissible pour la ségrégation de l'impureté dans l'interface ($\theta = C^\phi / C_{\max}^\phi$). Un plan (100) et un paramètre de maille $a = 3,52 \text{ \AA}$ sont choisis. Cette configuration correspond à une densité atomique surfacique de $2,68 \cdot 10^{-5} \text{ mol/m}^2$. Dans le nickel, il est communément admis que la ségrégation interfaciale n'est pas totalement substitutionnelle. Seule la moitié des atomes de la surface peuvent être occupés par les atomes d'impureté [Larere'82]. Une valeur de $1,34 \cdot 10^{-5} \text{ mol/m}^2$ pour C_{\max}^ϕ est donc choisie. Selon ces hypothèses, le taux de recouvrement de la surface mesuré est alors de 23%. En résumé, le modèle à cinq couches présenté sur la Figure 97 permet de reproduire les résultats expérimentaux et de quantifier la ségrégation interfaciale de soufre.

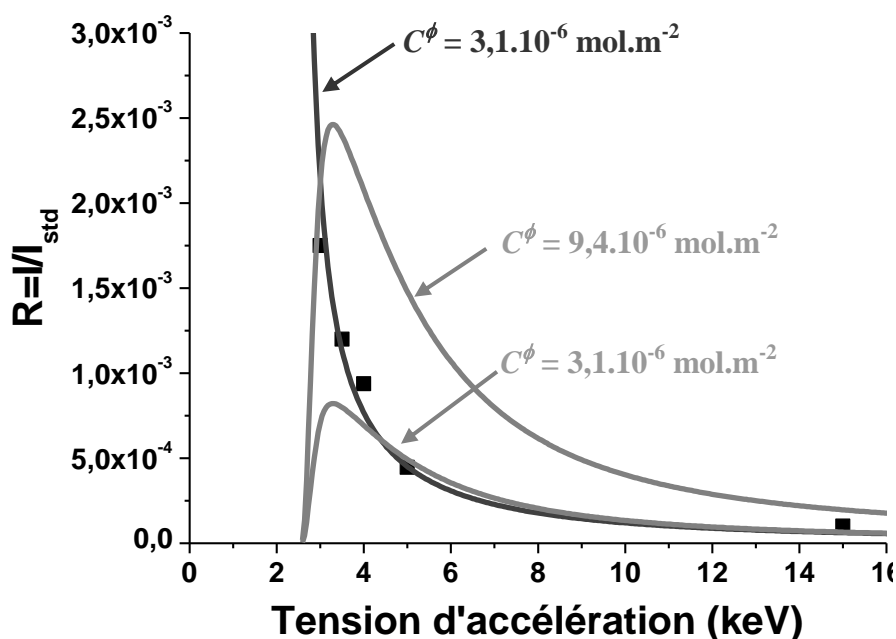


Figure 98 : Comparaison des évolutions simulées et expérimentale du rapport $R = I/I_{std}$ pour l'élément soufre en fonction de la tension d'accélération : (en noir) mesures, (en gris foncé) cas de la ségrégation interfaciale de soufre sur la couche d'oxyde, (en gris clair) cas de la ségrégation interfaciale de soufre sous la couche d'oxyde.

La Figure 99 montre que la position de la couche de soufre en surface de l'échantillon permet de minimiser l'effet des différents empilements sous-jacents sur la forme de la courbe simulée

du soufre et donc sur la quantification. La courbe gris foncé correspond au résultat obtenu avec le modèle à cinq couches. Deux empilements bi-couches sont simulés avec d'une part la couche de soufre sur un substrat d'alumine (courbe grise) et d'autre part la couche de soufre sur un substrat en René 142 (courbe gris clair). Pour les trois simulations les résultats sont proches et tout à fait acceptables.

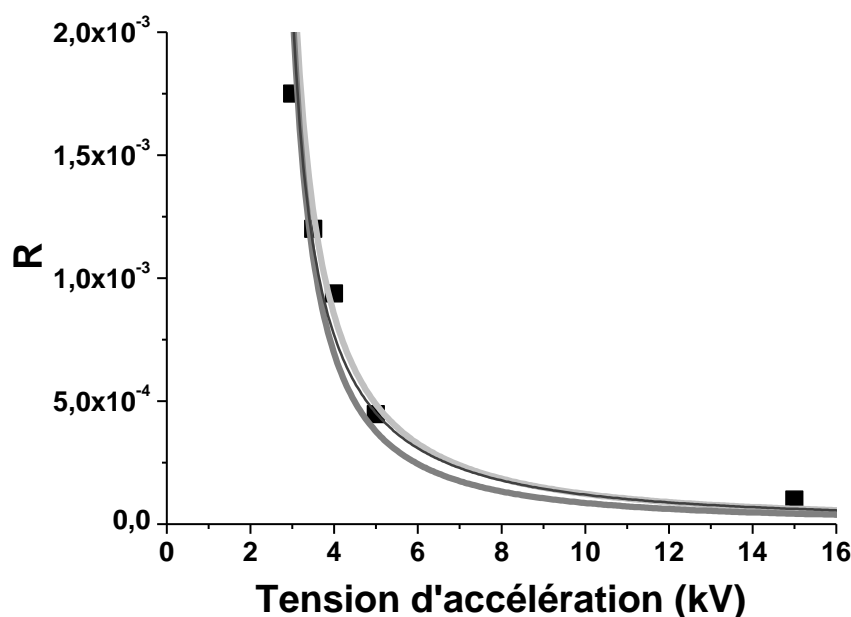


Figure 99 : *Effet de divers substrats sur l'évolution simulée du rapport $R = I/I_{std}$ pour l'élément soufre en fonction de la tension d'accélération : (en noir) mesures, (en gris foncé) modèle à cinq couches, (en gris) cas de la ségrégation interfaciale de soufre sur un substrat d'alumine, (en gris clair) cas de la ségrégation interfaciale de soufre sur un substrat en René 142.*

En conclusion, l'empilement des différentes couches ne modifie pas ou peu la quantification de la couche de soufre ségrégée dans le cas où cette dernière se situe à la surface de l'échantillon. Toutefois, il est important de souligner l'importance de la démarche scientifique présentée précédemment pour mettre en évidence la position de la couche de soufre ségrégée en surface de l'échantillon sur la couche d'oxyde. Le rôle peu important du substrat sur la quantification s'explique très bien par la position de la couche de soufre en surface de l'échantillon. Les rayons X émis par la couche de soufre ne subissent aucune absorption sur leur trajectoire vers le détecteur. À l'inverse, dans le cas où la couche de soufre serait située sous la couche d'oxyde, il y aurait alors un effet très important de la couche d'oxyde qui

absorberait les rayons X émis par la couche de soufre et ainsi modifierait de façon importante la quantification de la ségrégation. La modélisation la plus précise que possible de l'échantillon sous forme de superposition de couches dans Stratagem™ est donc primordiale pour obtenir une quantification fine de la ségrégation, même si dans certains cas une modélisation simplifiée peut donner des résultats corrects.

D'autres essais de quantification ont été réalisés sur d'autres échantillons fissurés au cours du procédé de rechargement laser. La même structure stratifiée, c'est-à-dire à cinq couches, est utilisée pour la modélisation avec Stratagem™. Les différents paramètres sont ajustés pour reproduire les résultats expérimentaux. Les résultats en termes de concentrations surfaciques et de taux de recouvrement pour une ségrégation sur un plan atomique sont donnés dans le Tableau 12. Les paramètres du procédé, à savoir la vitesse et la puissance du laser, sont donnés à titre indicatif. Il apparaît dans le Tableau 12 que certains taux de recouvrement dépassent les 100%. Il semblerait donc que les taux de ségrégation atteints au cours du procédé de rechargement excèdent ce qu'il est d'usage de considérer comme le taux de ségrégation « à saturation » sur une surface de nickel ou d'alliage de nickel, c'est-à-dire la moitié des sites atomiques d'un plan (100). Des taux de recouvrement mesurés supérieurs à 100% laissent penser que le soufre est ségrégué, non pas sur un, mais sur plusieurs plans atomiques.

Tableau 12 : Résultats de quantification avec Statagem™ pour l'ensemble des mesures.

	P=350 W, V = 300 mm/min			P=400 W V = 400 mm/min	P=250 W V = 600 mm/min
	Zone 1	Zone 2	Zone 3	Zone 1	Zone 1
Concentration surfacique en soufre (mol/m²)	3,1.10 ⁻⁶	2,5.10 ⁻⁶	3,75.10 ⁻⁶	1,25.10 ⁻⁵	1,56.10 ⁻⁵
Taux de recouvrement	23%	19%	28%	93%	116%

En conclusion, il a été démontré que la microsonde de Castaing est une technique tout à fait pertinente pour la mesure de taux de ségrégation, notamment dans le cas de surfaces oxydées. Il convient de noter que cette utilisation de la microsonde est originale si l'on se réfère à la littérature scientifique publiée. Toutes les surfaces de rupture analysées ont confirmé la

présence systématique de soufre. Pour la quantification, la modélisation à l'aide du logiciel Stratagem™ permet de reproduire tout à fait correctement les résultats expérimentaux en utilisant un modèle à cinq couches. Suivant les essais, une ségrégation importante de soufre sur un ou plusieurs plans atomiques a été mise en évidence.

3.1.3. Profils de concentration à travers des fissures en microsonde de Castaing

La ségrégation interfaciale du soufre a aussi été étudiée à l'aide de profils de concentration de l'élément soufre à travers une fissure amorcée et propagée au cours du procédé de rechargement laser. La raie K_{α} du soufre est choisie. Cette dernière est détectée à l'aide du cristal PET. Pour cette méthode, une seule tension d'accélération du faisceau électronique est utilisée (15 kV). La position spectrale du soufre ainsi que la hauteur du pic de soufre sont, tout d'abord, déterminées sur un échantillon standard FeS_2 à 15 kV. Le René 142 est un alliage multicomposants et sous l'action du faisceau électronique, il est rappelé que les éléments molybdène et cobalt émettent des photons X au voisinage de la position spectrale du soufre. La méthode de rejet des photons X caractéristiques de ces deux éléments est la même que celle détaillée précédemment. L'essai de rechargement laser réalisé à $P = 250 \text{ W}$ et $V = 600 \text{ mm.min}^{-1}$ est considéré. L'évolution du rapport $R = I/I_{std}$ pour l'élément soufre est suivie à travers la fissure. Une seule des deux surfaces libres est analysée. Les résultats sont présentés sur la Figure 100, superposés à une image MEB de la fissure en question. Lors du déplacement du faisceau électronique, au voisinage du bord de la fissure, un enrichissement important en soufre est observé, validant la technique pour la détection d'une ségrégation interfaciale de soufre sur la surface de rupture.

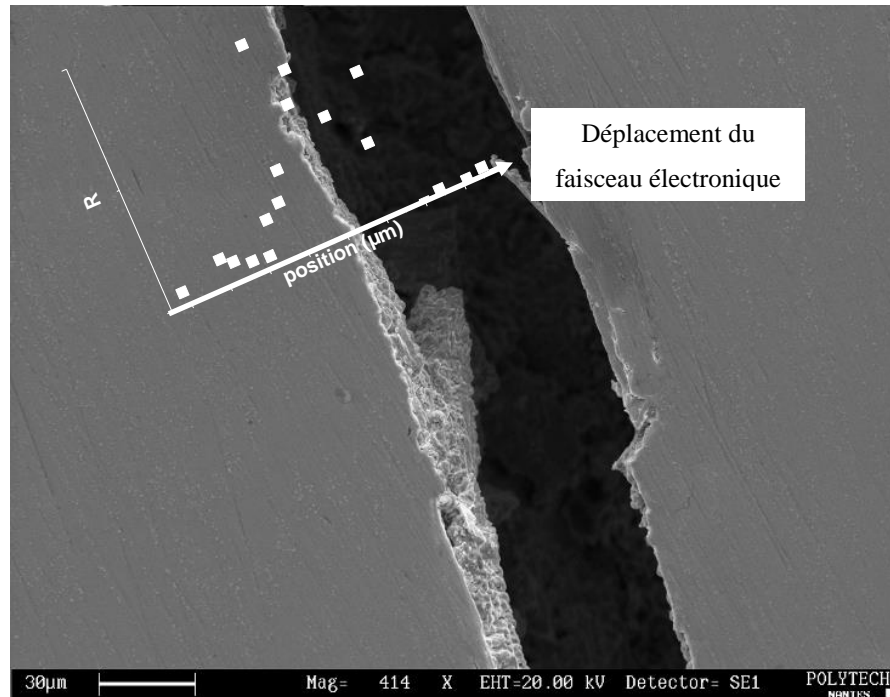


Figure 100 : Évolution du rapport $R = I/I_{std}$ pour l'élément soufre à travers une fissure. Superposition des données expérimentales à une image MEB de la fissure en question.

Comme dans le paragraphe précédent, la quantification de la ségrégation n'est pas immédiate. Elle nécessite, de nouveau, une modélisation fine de l'émission X au cours du déplacement d'un faisceau électronique sur un échantillon, à l'aide du logiciel de simulation Monte Carlo : CasinoTM. Dans cette configuration d'étude, la taille du faisceau électronique est primordiale pour la modélisation du rayonnement X. Un faisceau électronique de $7\ \mu\text{m}$ a été mesuré expérimentalement. L'échantillon est modélisé sous la forme d'une succession de couches balayées par un faisceau électronique. La quantification intervient en comparant le profil du rapport $R = I/I_{std}$ mesuré pour le soufre avec celui simulé à l'aide du logiciel CasinoTM. L'analyse chimique de surfaces de rupture réalisée en microsonde de Castaing a mis en évidence la présence de la couche de soufre ségrégée sur la couche d'oxyde. Cette configuration est donc choisie pour la simulation CasinoTM. Le modèle à 5 couches déterminé au cours de l'étude précédente est utilisé. Il est représenté sur la Figure 101 adapté à la nouvelle configuration d'étude.

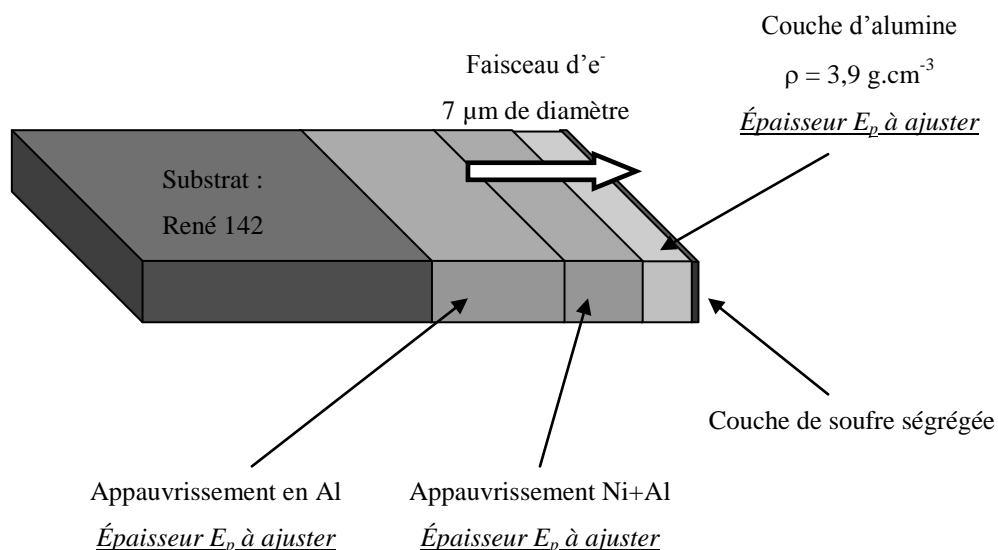


Figure 101 : Géométrie utilisée dans les simulations Monte Carlo (Casino™) pour quantifier la ségrégation du soufre.

Trois éléments sont de nouveau analysés : le soufre, l'aluminium pour la couche d'oxyde et le nickel pour le superalliage. La raie K_{α} de l'aluminium est détectée à l'aide du spectromètre TAP et, la raie K_{α} du nickel est détectée à l'aide du spectromètre LIF. Comme précédemment, la concentration surfacique en soufre, les épaisseurs d'appauvrissement en nickel et en aluminium ainsi que l'épaisseur de la couche d'alumine sont ajustées pour reproduire au mieux les points expérimentaux. Les appauvrissements correspondent toujours, pour la simulation, à des concentrations nulles en l'élément considéré. Pour cette nouvelle configuration d'étude, afin de simuler correctement l'émission X dans Casino™, la position des détecteurs par rapport à la fissure, ainsi que l'angle d'émergence, doivent être connus. La position des détecteurs dans le plan de l'échantillon est donnée sur la Figure 102. L'axe normal à la fissure correspond au déplacement du faisceau électronique. L'angle α entre l'horizontale et l'axe normal à la fissure est mesuré pour chaque échantillon analysé. Les valeurs sont comprises entre 35 et 55°. L'angle β entre l'axe normal à la fissure et les spectromètres 1 et 3 vaut $\alpha - 30^\circ$. L'angle γ entre le plan de la fissure et les spectromètres 2 et 4 varie entre 5 et 25° suivant les échantillons.

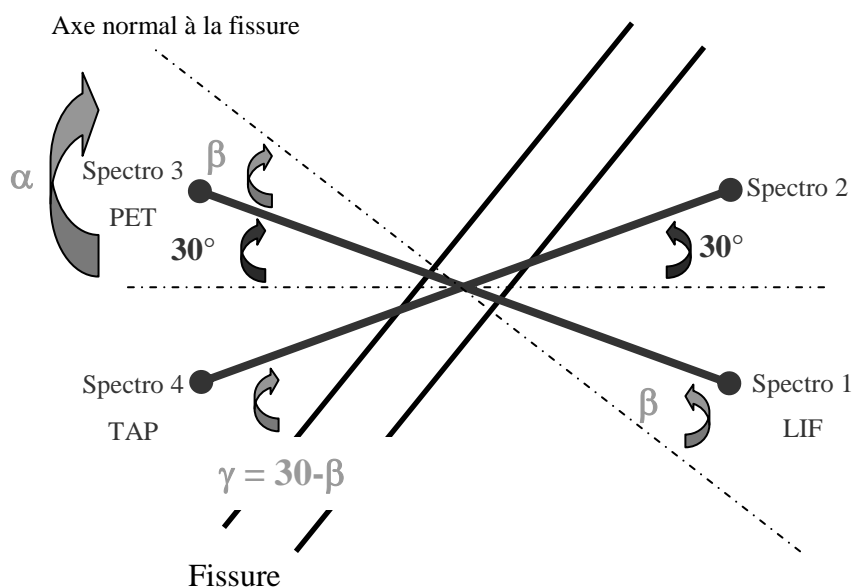


Figure 102 : *Position des détecteurs par rapport à la fissure étudiée. Visualisation en deux dimensions.*

L'angle d'émergence entre le plan de l'échantillon et les quatre spectromètres vaut 40° . Il est représenté en trois dimensions sur la Figure 103 pour le spectromètre 3.

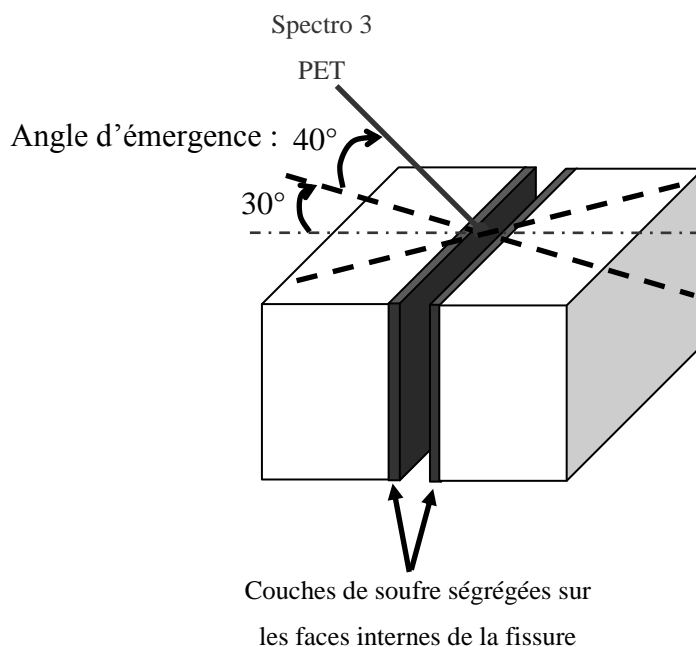


Figure 103 : *Visualisation en trois dimensions de l'angle d'émergence entre le plan de l'échantillon et le spectromètre 3.*

Il convient de préciser également que le logiciel Casino™ ne permet pas de prendre en compte des géométries complexes en particulier les bords de la fissure sont forcément verticaux (Figure 103). Expérimentalement, on s'efforce donc de faire en sorte que le faisceau électronique intersecte la fissure à un endroit où celle-ci présente un bord aussi vertical que possible. Le soufre est dosé à l'aide du spectromètre 3. Le nickel est dosé à l'aide du spectromètre 1 et l'aluminium est dosé à l'aide du spectromètre 4.

Les résultats concernant l'aluminium sont présentés sur la Figure 104. Le modèle à cinq couches avec une épaisseur de couche d'oxyde de 100 nm et un appauvrissement en aluminium de 1700 nm permet d'obtenir un très bon accord entre valeurs expérimentales et courbe simulée.

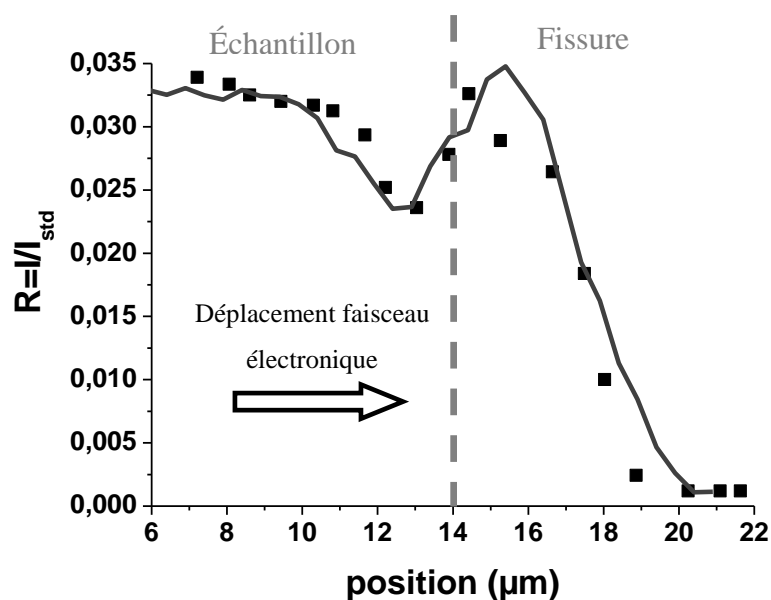


Figure 104 : Évolution du rapport $R = I/I_{std}$ pour l'élément aluminium en fonction de la position. En noir, points expérimentaux. En gris foncé, courbe simulée.

Comme dans l'étude présentée au paragraphe précédent, un appauvrissement en aluminium est observé sous la couche d'oxyde. La taille de la couche appauvrie en aluminium a, dans cette nouvelle configuration d'étude, un effet très prononcé sur la forme de la courbe d'aluminium simulée. Cela permet d'ajuster la taille de la couche appauvrie en aluminium (1700 nm). Cette dernière concorde avec les résultats obtenus au chapitre III paragraphe 3.1.2 qui mettent en évidence un appauvrissement en aluminium supérieur à 200 nm. Toutefois, la

quantité d'aluminium absente dans la couche appauvrie ne correspond toujours pas à la quantité d'aluminium présente dans la couche d'oxyde. De nouveau, la quantité d'aluminium présente dans la couche d'oxyde est beaucoup moins importante que celle absente dans la couche appauvrie. L'hypothèse permettant de justifier cette observation expérimentale est identique à celle faite précédemment à savoir que la croissance de la couche d'oxyde peut expliquer une partie de l'appauvrissement en aluminium sous la couche d'oxyde. Cependant, la simulation Monte Carlo révèle un appauvrissement beaucoup plus important au voisinage des joints interdendritiques qui pourrait s'expliquer par une forte ségrégation de solidification. De nouveau, une étude de microanalyse poussée permettrait, peut être de confirmer, de façon plus précise cette observation expérimentale.

En ce qui concerne le nickel, un bon accord entre valeurs expérimentales et courbe simulée est obtenu sans prise en compte d'une couche appauvrie de nickel (Figure 105).

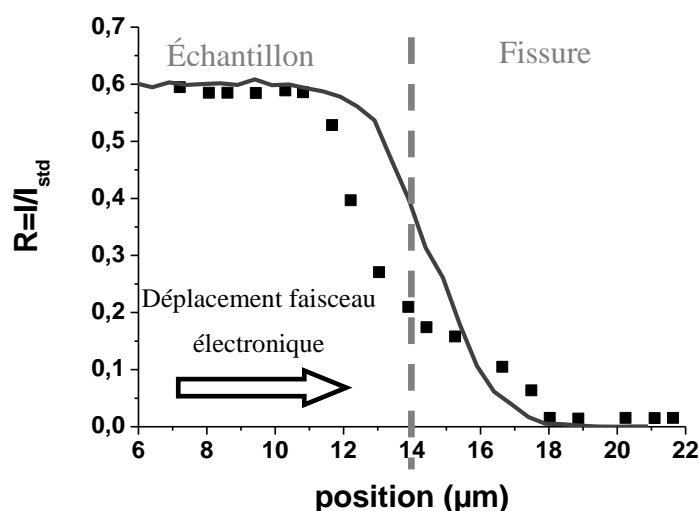


Figure 105 : Évolution du rapport $R = I/I_{std}$ pour l'élément nickel en fonction de la position.

Au chapitre III, paragraphe 3.1.2, la couche appauvrie en nickel semblait n'être de l'ordre que de quelques dizaines de nanomètres. Or la taille du faisceau électronique se situe autour de 7 μm . La taille du faisceau électronique dilue donc totalement l'effet de l'appauvrissement en nickel qui n'est donc pas observable dans cette configuration d'étude. La couche appauvrie en nickel est négligée pour la suite pour se ramener à un modèle à quatre couches. Pour l'échantillon étudié ($P = 250 \text{ W}$, $V = 600 \text{ mm.min}^{-1}$), le modèle utilisé est présenté sur la Figure 106.

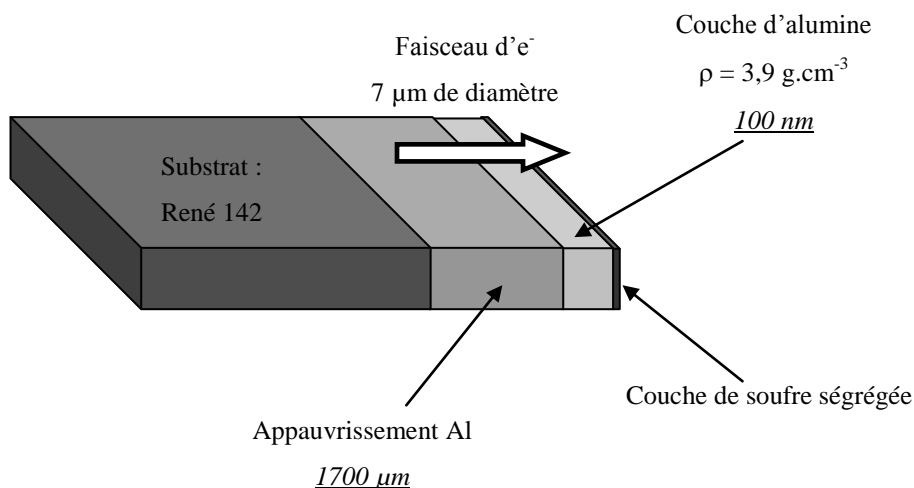


Figure 106 : Géométrie utilisée dans la simulation Monte Carlo (Casino™) pour quantifier la ségrégation du soufre.

Les résultats obtenus pour la quantification de la ségrégation du soufre à l'aide du modèle à quatre couches sont présentés sur la Figure 107. La quantité surfacique de soufre est ajustée pour reproduire au mieux les points expérimentaux. Un bon accord est observé entre la courbe simulée et les points expérimentaux. La quantité de soufre correspond à une concentration surfacique en soufre de $1,4 \times 10^{-5}$ mole.m⁻². Comme cela a été expliqué à plusieurs reprises, seule la moitié des atomes du plan atomique (100) peuvent être occupés par les atomes d'impureté. Le taux de recouvrement de la surface est alors de 104%. En résumé, le modèle à quatre couches présenté sur la Figure 106 permet de reproduire les résultats expérimentaux et de quantifier la ségrégation interfaciale de soufre.

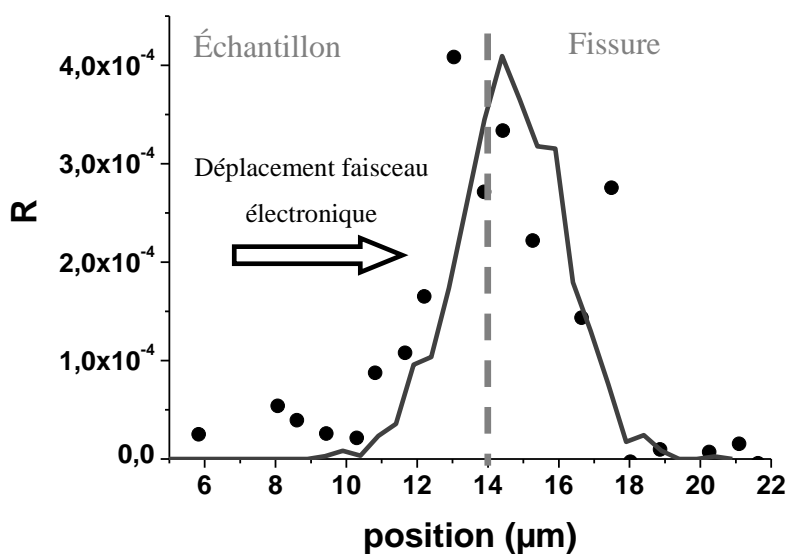


Figure 107 : Évolution du rapport $R = I/I_{std}$ pour l'élément soufre en fonction de la position.

Dans notre configuration d'étude avec la couche de soufre ségréguée en surface, l'effet du substrat sur la forme de la courbe simulée du soufre et sur la quantification est présenté sur la Figure 108.

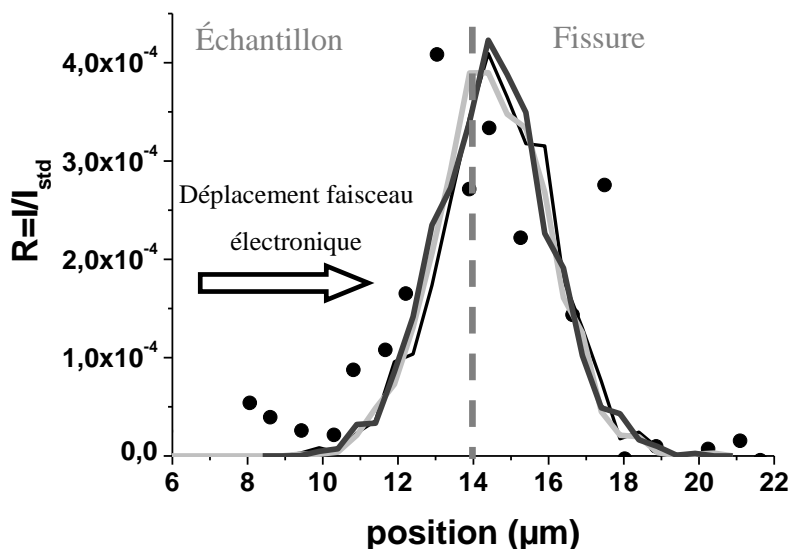


Figure 108 : *Effet de divers substrats sur l'évolution simulée du rapport $R = I/I_{std}$ pour l'élément soufre en fonction de la position : (ronds noirs) mesures expérimentales, (courbe noire) modèle à quatre couches, (courbe gris foncé) cas de la ségrégation interfaciale de soufre sur un substrat d'alumine, (en gris clair) cas de la ségrégation interfaciale de soufre sur un substrat en René 142.*

La courbe noire correspond au résultat précédent avec le modèle à quatre couches. La courbe gris foncé a été obtenue à l'aide d'un modèle bicouche où la couche de soufre est située sur un substrat d'alumine. La courbe gris clair correspond à un modèle bicouche où la couche de soufre est située sur un substrat en René 142. De nouveau, l'effet de la position de la couche ségréguée en surface de l'échantillon minimise l'effet des différents empilements sous jacents sur la forme de la courbe simulée du soufre et donc sur la quantification. Des remarques identiques à celles faites au paragraphe précédent permettent d'expliquer cela. Les rayons X émis par la couche de soufre ne subissent aucune absorption sur leur trajectoire vers le détecteur. Toutefois, il est important de souligner l'importance d'une bonne modélisation de l'échantillon pour obtenir une quantification aussi précise que possible de la ségrégation du soufre. Dans un premier temps, il est nécessaire de réaliser une simulation qui se rapproche le plus que possible de la réalité de l'échantillon. La mesure du rapport R pour des éléments du substrat et de la couche d'oxyde couplée à une simulation du rayonnement X pour ces mêmes

éléments est un gage de qualité de la quantification de la couche ségrégée. Toutefois, il est vrai que dans certaines configurations d'études, des simplifications peuvent être envisagées sans altérer la qualité des résultats recherchés.

D'autres essais de quantification ont été réalisés sur d'autres échantillons fissurés au cours du procédé de rechargement laser. La même modélisation à quatre couches est utilisée. Les différents paramètres sont ajustés pour reproduire les résultats expérimentaux. Les résultats en termes de concentrations surfaciques et de taux de recouvrement pour une ségrégation sur un plan atomique (100) dont seule la moitié des sites atomiques peuvent être occupés sont donnés dans le Tableau 13. Les paramètres du procédé, à savoir la vitesse et la puissance du laser sont donnés à titre indicatif. Comme dans le paragraphe précédent, il semble que le soufre puisse être ségrégué sur plusieurs plans atomiques.

Tableau 13 : Résultats de modélisation Monte Carlo (Casino™) obtenus pour reproduire les résultats expérimentaux.

	P=250 W, V = 600 mm/min		P=300 W, V = 800 mm/min		P=140 W V = 400 mm/min
	Zone 1	Zone 2	Zone 1	Zone 2	Zone 1
Concentration surfacique en soufre (mol/m²)	1,4.10 ⁻⁵	1,1.10 ⁻⁵	8,6.10 ⁻⁵	8,6.10 ⁻⁵	1,25.10 ⁻⁵
Taux de recouvrement	104%	82%	642%	642%	93%

En conclusion, une deuxième méthode a été testée pour détecter et quantifier la ségrégation interfaciale de soufre sur des surfaces de rupture. Elle consiste à réaliser un profil de concentration de l'élément soufre à travers une fissure. La validation de cette méthode a été démontrée dans ce paragraphe. Comme dans le cas de l'analyse chimique de surfaces de ruptures, toutes les fissures étudiées ont confirmé la présence systématique de soufre. Pour la quantification, la modélisation Monte Carlo à l'aide de Casino™ permet de reproduire tout à fait correctement les résultats expérimentaux en utilisant un modèle à quatre couches. Il est intéressant de souligner que ce modèle est en accord avec celui développé dans Stratagem™.

3.2. Conclusion de l'étude des ségrégations interfaciales

Cette étude a permis de mettre en évidence l'aptitude de la microsonde de Castaing à détecter et quantifier la ségrégation interfaciale du soufre sur des rechargements fissurés au cours du procédé de rechargement laser. L'utilisation croisée de deux géométries d'analyse, à savoir le faisceau d'électrons perpendiculaire et parallèle au plan de la surface de rupture, permet de décrire de manière très satisfaisante la chimie de la surface de la fissure. Il est important de souligner que les deux configurations d'analyse sont totalement cohérentes puisque en parfait accord en ce qui concerne la modélisation du matériau. L'avantage de la microsonde de Castaing est la possibilité de s'affranchir des problèmes de pollution de la surface de rupture et d'oxydation contrairement à la spectroscopie Auger qui nécessite l'obtention de surfaces de rupture, *in situ*, pour éviter toute contamination. Les analyses ont mis en évidence la présence systématique de soufre sur toutes les surfaces de rupture d'échantillons fissurés au cours du procédé de rechargement laser. L'hypothèse émise en début de paragraphe, à savoir que la cause probable de la fissuration interdendritique des couches de rechargement est la ségrégation de soufre, est donc bien vérifiée. En outre, il semble que la couche de soufre ségrégée soit située en surface du faciès de rupture sur la couche d'oxyde. De plus, les quantités de soufre mesurées relativement importantes laissent penser que la ségrégation interfaciale du soufre s'opère sur plusieurs plans atomiques. Enfin, il ne faut pas exclure l'hypothèse de la contribution d'une possible ségrégation en soufre de surface sur la quantité de soufre mesurée, une fois la fissure ouverte. En effet, les fissures peuvent subir, après ouverture, plusieurs cycles thermiques dus aux dépôts des passes suivantes contribuant à augmenter la quantité de soufre sur les surfaces libres.

4. SIMULATION DE LA SÉGRÉGATION INTERFACIALE

La ségrégation interfaciale du soufre est à l'origine de la fissuration interdendritique des couches de rechargement sous contrainte. Il a été montré au cours du premier chapitre que, dans les alliages à base de nickel, la ségrégation interfaciale d'impureté pouvait entraîner une diminution importante des propriétés mécaniques des alliages et notamment de leur capacité à se déformer plastiquement. La concentration en impureté au niveau de l'interface dépend bien évidemment du matériau mais surtout du cycle thermique subi par la pièce. Dans les procédés de type soudage, les cycles thermiques sont extrêmement complexes, rendant difficile

l'estimation de la quantité de soufre présente au niveau des joints de grains au cours du procédé. Un modèle thermique du procédé de rechargement laser a été développé afin de simuler l'évolution de la température au cours du procédé en tous points de la pièce. Il semblerait très intéressant de disposer d'un outil numérique permettant de connaître l'évolution de la ségrégation au sein des rechargements, à partir du champ thermique simulé numériquement par éléments finis. Pour ce faire, les équations régissant le phénomène de la ségrégation interfaciale sont implémentées dans le logiciel d'éléments finis Comsol™, la variable d'entrée du modèle étant l'évolution de la température au cours du temps, en un point donné du rechargement.

4.1. Description générale de la simulation numérique de la ségrégation interfaciale d'impuretés

Traiter le phénomène de la ségrégation interfaciale revient tout d'abord à traiter un couplage faible entre, d'une part, un modèle thermique permettant de connaître l'évolution de la température au cours du temps et, d'autre part, un modèle dit de ségrégation. Le modèle thermique a été détaillé et validé au cours des paragraphes précédents. La ségrégation traduit le fait que sous certaines conditions thermiques et thermodynamiques, une espèce chimique diffuse du volume d'un grain vers un joint de grain et enrichit une interface. La déségrégation traduit, elle, le fait que, sous certaines conditions thermiques et thermodynamiques, une interface s'appauvrit en impureté. Celle-ci diffuse alors de l'interface vers le volume du grain. Traiter un phénomène de ségrégation ou déségrégation revient à résoudre simultanément deux équations différentielles. Une première équation de diffusion en volume de l'espèce est résolue. Elle permet de calculer, en tous points de l'espace, l'évolution de la concentration atomique volumique C^v de l'impureté au cours du temps. Dans toute la suite de la thèse, l'exposant v fait référence au volume. L'équation différentielle est donnée par :

$$(26) \quad \frac{\partial C^v}{\partial t} + \nabla(-D\nabla C^v) = 0$$

avec C^v l'inconnue du problème représentant la concentration en volume de l'impureté, D le coefficient de diffusion de l'impureté donné par $D = D_0 \exp(-Q/(RT))$ avec D_0 un facteur pré-exponentiel, Q l'énergie d'activation pour la diffusion, T la température et R la constante

des gaz parfaits. Les données nécessaires à la résolution sont la concentration volumique initiale d'impureté C_0^V , en mol/m³, et le coefficient de diffusion de l'espèce D. Au niveau de l'interface, la condition aux limites s'écrit sous forme d'un flux de soluté J entre le voisinage immédiat de l'interface et l'interface. Le modèle de Darken-Du Plessis est choisi [Darken'49][Du Plessis'89]. Le flux J est alors donné par :

$$(27) \quad J = -\frac{D}{RT} C^V(\phi) \frac{\Delta\mu}{\delta}$$

avec $C^V(\phi)$ la concentration en impureté au voisinage immédiat de l'interface (dans toute la suite de la thèse, le symbole ϕ fait référence à l'interface) et δ la distance entre deux plans atomiques adjacents du matériau considéré. $\frac{\Delta\mu}{\delta}$ représente donc le gradient de potentiel chimique entre l'interface et le voisinage immédiat de l'interface. La différence de potentiel chimique $\Delta\mu$ est donné par :

$$(28) \quad \Delta\mu = (\mu_I^\phi - \mu_M^\phi) - (\mu_I^V(\phi) - \mu_M^V(\phi))$$

où μ_I^ϕ et μ_M^ϕ sont les potentiels chimiques respectivement de l'impureté et du métal dans l'interface, $\mu_I^V(\phi)$ et $\mu_M^V(\phi)$ sont les potentiels chimiques respectivement de l'impureté et du métal dans le volume au niveau de l'interface. L'objectif du modèle est de traiter un flux d'atomes entre le voisinage immédiat de l'interface et l'interface. Dans le modèle de Darken-Du Plessis [Darken'49][Du Plessis'89], la différence de potentiel chimique peut s'écrire sous la forme :

$$(29) \quad \Delta\mu = \Delta G^{seg} + RT \cdot \ln \left(\frac{\theta(1 - X^V(\phi))}{X^V(\phi)(1 - \theta)} \right)$$

avec ΔG^{seg} l'enthalpie libre de ségrégation de l'impureté et $X^V(\phi)$ la fraction atomique volumique d'impureté au voisinage de l'impureté. X^V et C^V sont reliées par la concentration atomique volumique qui dépend du matériau considéré. Le taux de recouvrement ou taux de

ségrégation (θ) a été défini au chapitre I. Finalement, en combinant les équations (27) et (29), le flux d'atomes s'écrit :

$$(30) \quad J = -\frac{D}{\delta} C^v(\phi) \left(\frac{\Delta G^{seg}}{RT} + \text{Ln} \left(\frac{\theta(1 - X^v(\phi))}{X^v(\phi)(1 - \theta)} \right) \right)$$

En condition isotherme, le flux d'échange atomique s'annule à l'équilibre thermodynamique pour :

$$(31) \quad \frac{\Delta G^{seg}}{RT} + \text{Ln} \left(\frac{\theta(1 - X^v(\phi))}{X^v(\phi)(1 - \theta)} \right) = 0 \Leftrightarrow \theta = \theta_{eq} = \left(\frac{X^v \exp \left(-\frac{\Delta G^{seg}}{RT} \right)}{1 + X^v \exp \left(-\frac{\Delta G^{seg}}{RT} \right)} \right)$$

La deuxième équation différentielle à résoudre permet de calculer l'évolution de la concentration atomique surfacique C^ϕ au niveau de l'interface, au cours du temps. Elle s'écrit :

$$(32) \quad \frac{\partial C^\phi}{\partial t} = -\alpha \cdot J$$

avec α un coefficient égal à 1 dans le cas de la ségrégation d'impureté sur une surface et égal à 2 dans le cas de la ségrégation dans un joint de grain. Il traduit le fait que dans ce dernier cas le flux d'échange atomique est double puisqu'il se produit de chaque côté de l'interface. Lorsque l'on parle de ségrégation interfaciale, la notion de taux de recouvrement est préférée à la concentration atomique surfacique C^ϕ . Rappelons qu'il est défini comme le rapport entre la concentration atomique surfacique en impureté C^ϕ , en mol/m², et la concentration atomique surfacique admissible pour la ségrégation C_{max}^ϕ , en mol/m², ou comme le rapport entre la fraction atomique surfacique en impureté X^ϕ et la fraction atomique surfacique admissible pour la ségrégation X_{max}^ϕ :

$$(33) \quad \theta = \frac{X^\phi}{X_{\max}^\phi} = \frac{C^\phi}{C_{\max}^\phi}$$

X^ϕ et C^ϕ sont reliées par la concentration atomique surfacique qui dépend du matériau considéré. Le couplage entre les deux équations différentielles est un couplage fort puisque chacune des variables C^V et C^ϕ dépend de l'autre.

4.2. Validation du modèle de ségrégation interfaciale d'impureté en conditions isothermes

La ségrégation d'une impureté sur une surface d'un matériau cubique à faces centrées (CFC), à 800 K, est considérée à titre d'exemple. La fraction atomique volumique initiale en soluté est $X_0^V = 20 \cdot 10^{-6} = 20$ ppm. Cela correspond à une concentration atomique volumique initiale d'impureté de $C_0^V = 3,045 \text{ mol/m}^3$ pour un paramètre de maille $a = 3,52 \text{ \AA}$. À $t = 0$ s, la ségrégation interfaciale d'impureté est considérée comme nulle. Pour la simulation, l'enthalpie libre de ségrégation et le coefficient de diffusion de l'impureté sont fixés respectivement à $\Delta G^{seg} = -80 \text{ kJ/mol}$ et $D = 3,25 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$. Un plan (100) est choisi pour la ségrégation. Il correspond à une densité atomique surfacique de $2,68 \cdot 10^5 \text{ mol/m}^2$. Dans le nickel, il est communément admis que la ségrégation interfaciale n'est pas totalement substitutionnelle. Seule la moitié des atomes de la surface peut être occupée par les atomes d'impureté [Larere'82]. Une valeur de $1,34 \cdot 10^5 \text{ mol/m}^2$ pour C_{\max}^ϕ est donc choisie. La valeur d'équilibre du taux de ségrégation prédite par la thermodynamique est donnée par l'équation (4) (à 800 K, $\theta_{eq} = 0,77$). L'évolution du taux de recouvrement en fonction de la racine carrée du temps est présentée sur la Figure 109. La valeur d'équilibre prédite par la thermodynamique est bien atteinte. Pour des cas aussi simples que celui présenté ci-dessus, McLean a proposé en 1957 une solution analytique au problème, permettant de connaître l'évolution du taux de recouvrement en fonction du temps [McLean'57]. Ce modèle analytique, valable uniquement aux temps courts, propose une évolution linéaire du taux de recouvrement avec la racine carrée du temps suivant la relation :

$$(34) \quad \theta = \frac{2\alpha C_0^V}{C_{\max}^\phi} \sqrt{\frac{D.t}{\pi}}$$

Un excellent accord est obtenu entre le modèle numérique et la « théorie ». Une pente de $0.146 \text{ s}^{-1/2}$ est obtenue dans les deux cas.

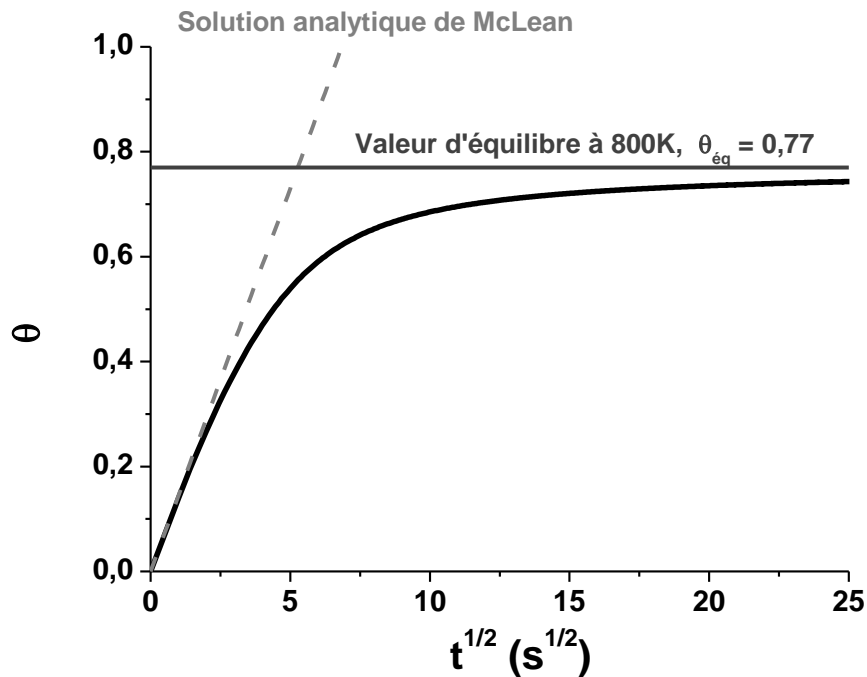


Figure 109 : Évolution du taux de recouvrement θ en fonction de la racine carrée du temps.

L'évolution de la fraction atomique volumique d'impureté au cours du temps, dans le volume du matériau, est présentée sur la Figure 110. Thermodynamiquement, la force motrice pour la ségrégation est très importante. La ségrégation interfaciale intervient, dans les premiers temps, par des sauts atomiques entre le voisinage de l'interface et l'interface. Aux temps courts, un appauvrissement important en soluté est donc observé près de l'interface. Au fur et à mesure que le voisinage de l'interface s'appauvrit en soluté, un gradient de concentration s'établit entre le voisinage immédiat et le volume du matériau. Il existe alors une diffusion en volume des atomes de soluté vers l'interface. Bien que la force motrice pour la ségrégation soit toujours forte, la ségrégation interfaciale d'impureté est cinétiquement limitée par la diffusion en volume des impuretés. Finalement, aux temps longs, les gradients de concentration en soluté s'aplanissent et il s'établit un équilibre chimique entre les concentrations atomiques surfacique et volumique. L'évolution de la fraction volumique

d'impureté au cours du temps, dans le volume du matériau, est donc cohérente avec les principes physiques énoncés au cours du chapitre 1 (Figure 20).

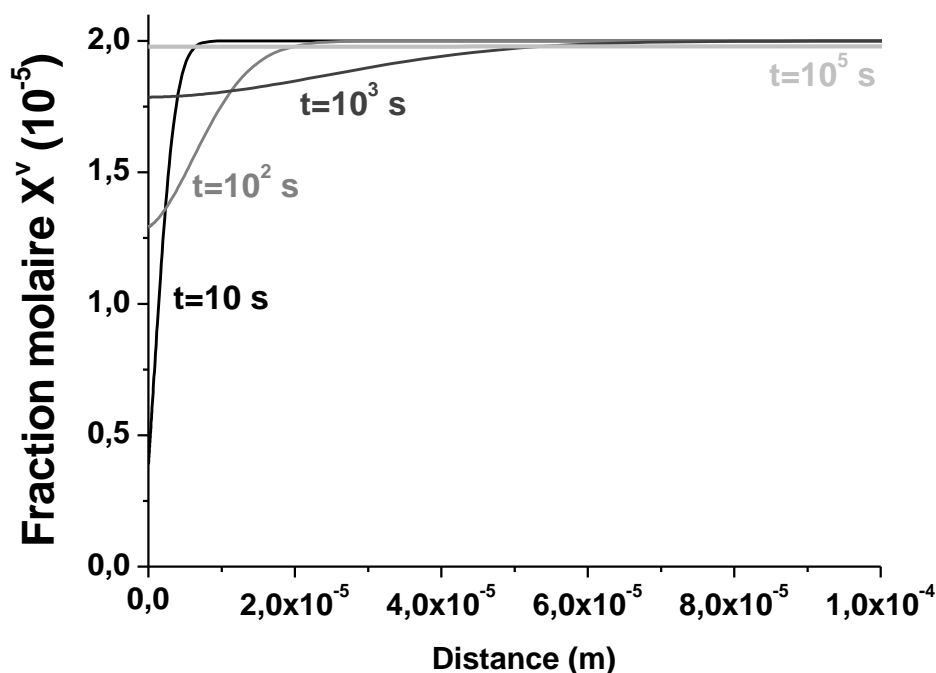


Figure 110 : Évolution de la fraction atomique volumique d'impureté, au cours du temps, dans le volume du matériau.

4.3. Validation du modèle de ségrégation interfaciale d'impureté en conditions anisothermes

4.3.1. Simulation de la ségrégation interfaciale au chauffage

La ségrégation d'une impureté sur une surface d'un matériau CFC, au cours d'un chauffage continu, est considérée. Les paramètres numériques sont les mêmes que ceux utilisés précédemment, à la différence que le coefficient de diffusion de l'espèce qui ségrège dépend fois-ci de la température, avec $D_0 = 10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ et $Q = 130 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$. L'évolution du taux de recouvrement θ , pour trois vitesses de chauffage différentes (0,15 K/s, 4 K/s and 100 K/s), est présentée sur la Figure 111.

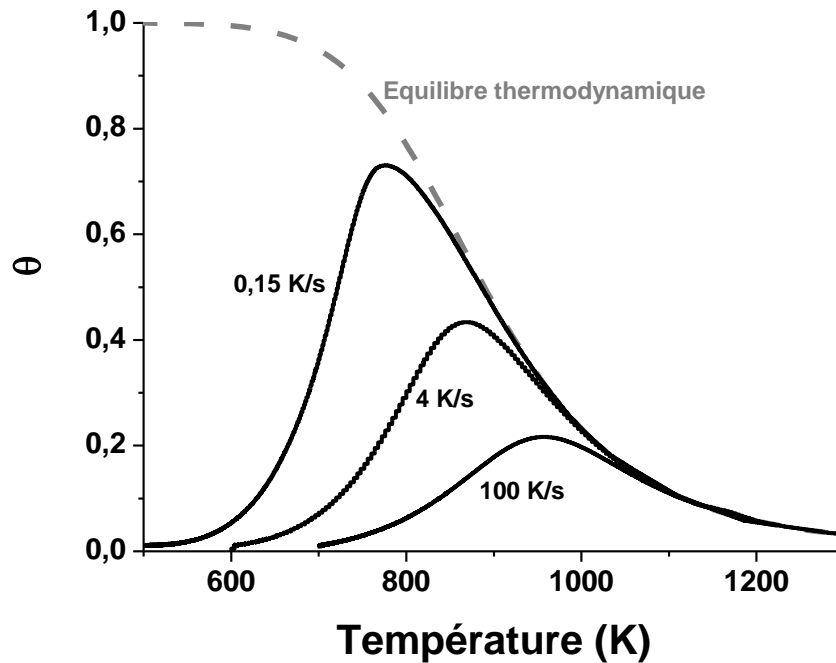


Figure 111 : Évolution du taux de recouvrement θ en fonction de la température pour trois vitesses de chauffage différentes (0,15 K/s, 4 K/s and 100 K/s).

En pointillés, est représentée la courbe d'équilibre thermodynamique. Initialement, la ségrégation interfaciale d'impureté est supposée nulle. Au début du chauffage, pour les basses températures, bien que la thermodynamique prédise une ségrégation interfaciale très importante d'impureté (θ proche de 1), le taux de ségrégation reste très bas à cause de la très faible cinétique de diffusion des atomes. Puis, au cours du chauffage, le taux de recouvrement augmente avec la température pour atteindre la valeur d'équilibre prédite par la thermodynamique. Si la température continue à s'élever, la déségrégation se manifeste et se traduit par un rejet des impuretés de l'interface vers le volume du matériau. Pour les températures élevées, la diffusion atomique étant très rapide, le taux de recouvrement suit alors la courbe d'équilibre thermodynamique. L'effet de la vitesse de chauffage est très important sur l'évolution du taux de ségrégation au cours du temps. En effet, plus la vitesse de chauffage diminue, plus la valeur maximale atteinte par le taux de recouvrement est forte. Les températures intermédiaires (600°C-1000°C) autorisent simultanément des taux de ségrégation et des cinétiques de diffusion atomiques non négligeables. Il en résulte donc que la quantité maximale d'impureté atteinte dans l'interface dépend directement du cycle thermique et donc du temps passé par le matériau dans ce domaine des températures intermédiaires. Ainsi, plus la vitesse de chauffage diminue, plus le taux de ségrégation a le temps d'atteindre des valeurs élevées.

4.3.2. Simulation de la ségrégation interfaciale au refroidissement

La ségrégation d'une impureté sur une surface d'un matériau CFC, au cours d'un refroidissement continu, est maintenant considérée. Les paramètres numériques sont, de nouveau, les mêmes que ceux utilisés précédemment. L'évolution du taux de recouvrement θ , pour trois vitesses de refroidissement différentes (0,15 K/s, 4 K/s and 100 K/s), est présentée sur la Figure 112.

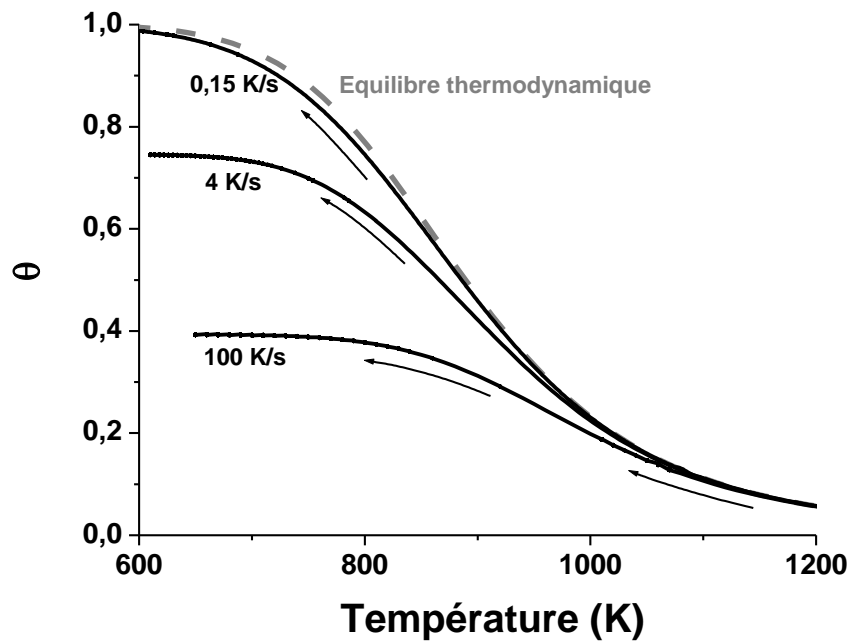


Figure 112 : Évolution du taux de recouvrement θ en fonction de la température pour trois vitesses de refroidissement différentes (0,15 K/s, 4 K/s and 100 K/s).

En pointillés, est représentée la courbe d'équilibre thermodynamique. Initialement, la ségrégation interfaciale d'impureté est supposée nulle. Pour les hautes températures, la thermodynamique prédit des valeurs de ségrégation interfaciale d'impureté très faibles (θ proche de 0). Au cours du refroidissement, pour les températures élevées, la diffusion est fortement activée et le taux de ségrégation augmente en suivant, en temps réel, la courbe d'équilibre prédite par la thermodynamique. La diminution de la température entraîne une baisse de la cinétique de diffusion atomique. Le taux de recouvrement s'écarte alors de la valeur d'équilibre pour finalement ne plus évoluer pour les très faibles températures. Comme le montre la Figure 112, l'effet de la vitesse de refroidissement sur l'évolution du taux de ségrégation au cours du temps est très marqué. En effet, plus la vitesse de refroidissement

diminue, plus la valeur maximale atteinte par le taux de recouvrement est élevée. Comme cela a été expliqué plus haut, les températures intermédiaires (600°C-1000°C) autorisent simultanément des taux de ségrégation et des cinétiques de diffusion atomiques significatives. La quantité maximale d'impureté atteinte dans l'interface dépend directement du cycle thermique et donc du temps passé par le matériau dans ce domaine des températures intermédiaires. Ainsi, la diminution de la vitesse de refroidissement entraîne une augmentation de la durée de traitement thermique, permettant d'atteindre des valeurs plus élevées du taux de ségrégation.

4.3.3. Simulation de la ségrégation interfaciale dans le cas d'un superalliage à base de nickel

Cette partie est également dédiée à la validation du modèle de ségrégation, dans le cas de la ségrégation de surface dans le superalliage à base de nickel AM1. Des résultats expérimentaux sur cet alliage ont été obtenus par spectroscopie des électrons Auger [Christien'00]. La composition chimique de l'alliage AM1 est donnée dans le Tableau 14.

Tableau 14 : Composition chimique indicative de l'alliage AM1 en pourcentage massique.

Al	Co	Cr	Ni	W
5,3	6,5	7,5	Bal	5,5
Ta	Mo	S		
8,5	2	0,85 ppm		

La ségrégation sur une surface (100) est considérée. La préparation des échantillons est détaillée dans la référence citée. La teneur initiale atomique en soufre est de 1,6 ppm. Trois cycles thermiques isothermes successifs ont été réalisés, *in situ*, dans le spectromètre d'électrons Auger (25,6 h à 700°C puis 100 h à 750°C et finalement 53,5 h à 800°C). Avant chaque traitement thermique, la surface de l'échantillon subit une érosion ionique. Ainsi, au début de chaque traitement thermique, le taux de ségrégation initial est nul. Toutefois, suite au premier traitement thermique, le profil de concentration du soufre dans le volume de l'échantillon sous la surface n'est plus plat. Il doit absolument être pris en compte comme condition initiale pour la ségrégation du soufre au cours du deuxième traitement thermique puis de même au cours du troisième. Pour la simulation, avant chaque nouveau traitement

thermique, le taux de ségrégation initial est remis à zéro et le profil de concentration volumique en soufre calculé après le recuit précédent pris en compte. Les paramètres importants qui régissent la ségrégation (ΔG^{seg} , D_0 et Q) sont ajustés pour reproduire les points expérimentaux ; on obtient le meilleur accord entre modèle et expérience avec : $\Delta G^{\text{seg}} = -137,6$ kJ/mol, $D_0 = 3,31$ m²/s et $Q = 274$ kJ/mol. Les évolutions du taux de ségrégation en fonction du temps pour les trois traitements thermiques sont données sur la Figure 113. Il est important de rappeler que la valeur maximale atteinte à une température fixée dépend uniquement de ΔG^{seg} . La cinétique de la courbe est quant à elle donnée par le coefficient de diffusion, à savoir D_0 et Q . En conclusion, un très bon accord est obtenu entre simulation et valeurs expérimentales avec des paramètres ΔG^{seg} , D_0 et Q proches de ceux donnés dans la publication ($\Delta G^{\text{seg}} = -137,6$ kJ/mol, $D_0 = 1,75$ m²/s et $Q = 270$ kJ/mol) [Christien'00]. Il existe une petite différence sur les valeurs de D_0 et Q mais les coefficients de diffusion sont toutefois extrêmement proches dans l'intervalle de température [700°C-800°C]. D'autres mesures expérimentales à des températures différentes permettraient d'affiner la valeur du coefficient de diffusion du soufre dans l'AM1.

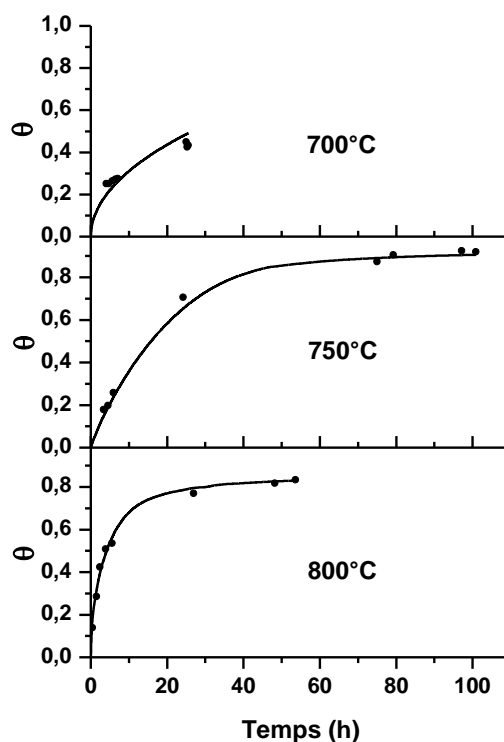


Figure 113 : Comparaison entre résultats expérimentaux et simulation numérique pour la ségrégation de surface dans le superalliage à base de nickel AM1.

4.4. Simulation de la ségrégation au cours du procédé de rechargement

Les gradients de température induits par le procédé de rechargement laser conduisent plus ou moins à une solidification de la matière suivant une des six directions (100) du cristal. La ségrégation interfaciale du soufre se produit à l'interface entre les dendrites. Du fait du caractère colonnaire des dendrites, la diffusion volumique du soufre est supposée unidirectionnelle, perpendiculairement aux joints interdendritiques, suivant la direction transverse à la direction de croissance préférentielle. Une simulation de la ségrégation en une dimension (1D) est donc choisie. La géométrie représente une demi-dendrite avec, à son extrémité, un joint interdendritique. La ségrégation d'une impureté sur un plan (100) d'un réseau CFC de paramètre de maille $a = 3,52 \text{ \AA}$ est considérée. L'équation différentielle permettant de calculer l'évolution de la concentration atomique surfacique C^ϕ au niveau de l'interface, au cours du temps, devient :

$$(35) \quad \frac{\partial C^\phi}{\partial t} = -2.J$$

La fraction massique volumique initiale en soluté est 10 ppm ce qui correspond à une fraction atomique volumique $X_0^V = 18,8 \times 10^{-6} = 18.8 \text{ ppm}$ ou à une concentration atomique volumique initiale d'impureté de $C_0^V = 2,8627 \text{ mol/m}^3$. Pour la simulation numérique, l'enthalpie libre de ségrégation du soufre sur un joint interdendritique de René 142 ainsi que le coefficient de diffusion du soufre dans le René 142 ne sont pas connus. L'enthalpie libre de ségrégation du soufre dans le nickel est donc choisie arbitrairement : $\Delta G^{seg} = -98 \text{ kJ.mol}^{-1}$ [Larere'82]. La Figure 114 présente l'évolution du taux de recouvrement à l'équilibre thermodynamique en fonction de la température pour une fraction atomique volumique initiale de $X_0^V = 18,8 \text{ ppm}$.

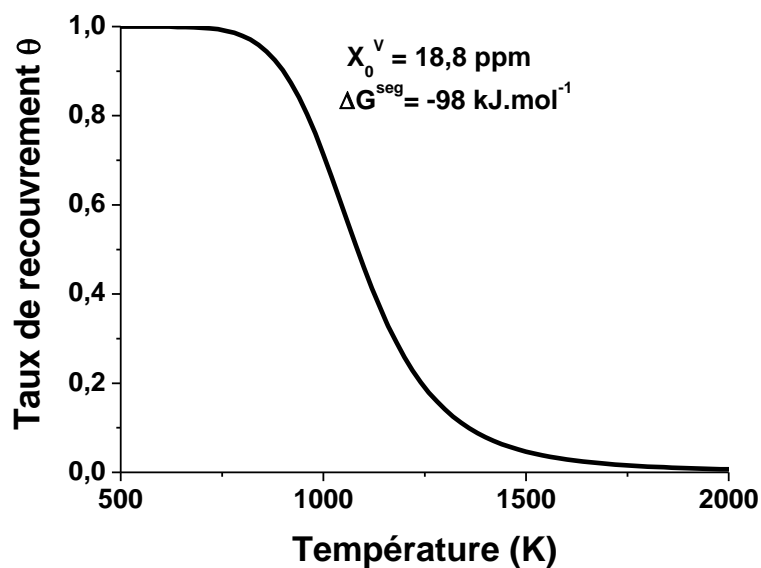


Figure 114 : Évolution du taux de recouvrement à l'équilibre thermodynamique en fonction de la température.

Un plan (100) est considéré pour la ségrégation. Il correspond à une densité atomique surfacique de $2,68 \times 10^{-5} \text{ mol/m}^2$. Dans les alliages de nickel, il est communément admis que la ségrégation interfaciale du soufre n'est pas totalement substitutionnelle. Seule la moitié des atomes de la surface peuvent être occupés par les atomes de soufre. Une valeur de $1,34 \times 10^{-5} \text{ mol/m}^2$ pour C_{max}^ϕ est donc choisie. Les coefficients de diffusion du soufre dans le nickel ($D_0 = 2.10^{-5} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$, $Q = 192 \text{ kJ.mol}^{-1}$ [Wang'70]) et du soufre dans l'AM1 ($D_0 = 3,31 \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$, $Q = 274 \text{ kJ.mol}^{-1}$, voir paragraphe précédent) sont utilisés pour comparaison. L'effet de la taille des dendrites est très important dans le cas de la ségrégation d'impureté sur des joints interdendritiques. La ségrégation du soufre sur un joint interdendritique de nickel, à 1073 K, est considérée. La Figure 115 présente l'évolution du taux de recouvrement au cours du temps pour trois tailles de demi-dendrites différentes : 1 μm , 10 μm et 50 μm .

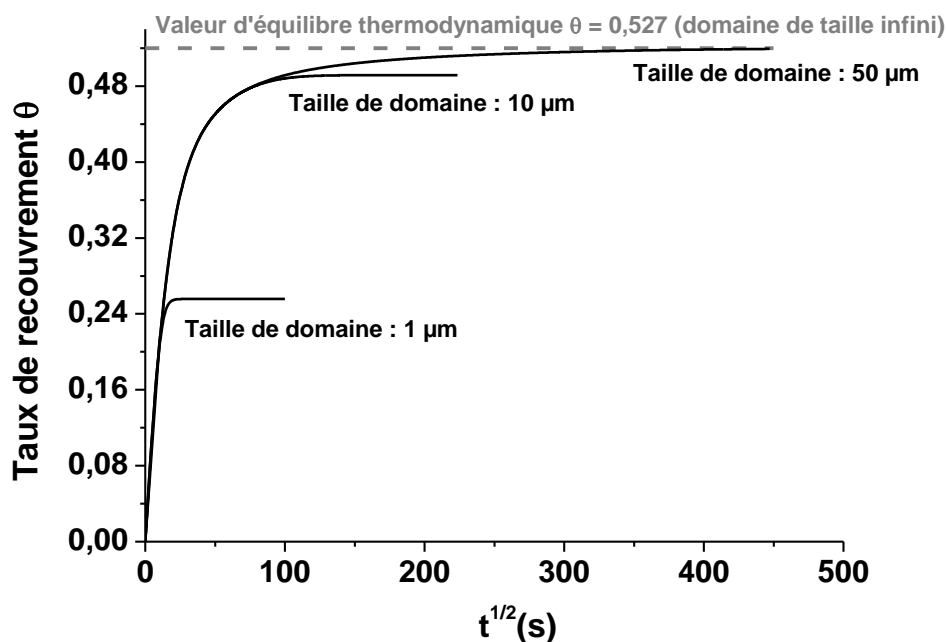


Figure 115 : Évolution du taux de recouvrement au cours du temps pour trois tailles de demi-dendrites différentes : 1 μm , 10 μm et 50 μm .

À 1073 K, la valeur du taux de ségrégation d'équilibre est 0,527. La simulation numérique est réalisée avec le coefficient de diffusion du soufre dans le nickel. Pour les trois courbes, les pentes à l'origine sont identiques. Il n'y a pas d'effet de la taille du domaine sur la cinétique initiale de la ségrégation. Dans le cas d'un domaine de 50 μm , la valeur du taux de recouvrement tend vers celle prédite par l'équilibre thermodynamique alors que pour une taille de domaine de 10 μm , une légère déviation de la courbe est observée à partir de 100 s. La valeur du taux de ségrégation atteinte reste tout de même proche de celle d'équilibre. Le cas d'une taille de domaine de 1 μm est très intéressant car il montre une très forte déviation de la courbe de ségrégation par rapport aux deux autres. La valeur maximale atteinte est alors deux fois plus faible que celle prédite par la thermodynamique. La taille du domaine a donc un impact très fort sur la thermodynamique de la ségrégation. Il apparaît que plus la taille de domaine est faible, plus la valeur maximale du taux de ségrégation atteinte est faible. En effet, lorsque la taille de domaine diminue, la ségrégation interfaciale entraîne un appauvrissement important du volume du matériau en soluté, ce qui modifie les conditions thermodynamiques de la ségrégation. On peut rappeler que la valeur d'équilibre du taux de ségrégation dépend de la concentration volumique en soufre. Ainsi, un appauvrissement en volume de la teneur en soluté modifie les conditions d'équilibre et donc la valeur du taux de ségrégation atteinte. La courbe d'équilibre thermodynamique est décalée vers les basses températures. La Figure 18 du chapitre I illustre le phénomène.

Expérimentalement, les cartographies EBSD ont révélé une grande disparité des tailles de paquets de dendrites. Elles peuvent atteindre plusieurs centaines de microns. Pour la modélisation, une taille de domaine de 50 microns pour la demi-dendrite est choisie. Ainsi, tout effet de la taille des dendrites sur les valeurs de taux de ségrégation simulées est évité.

Les essais de rechargement laser réalisés à $P = 120 \text{ W}$, $V = 100 \text{ mm/min}$ et $P = 140 \text{ W}$, $V = 250 \text{ mm/min}$ sont simulés. Pour la modélisation thermique, les paramètres utilisés ont été donnés à différentes reprises dans les paragraphes précédents. Les hauteurs de passes déposées sont respectivement de 1 mm et 320 μm . Le nombre de passes de rechargement diffère donc d'un essai à l'autre car une hauteur de rechargement minimum de 5 mm est, en principe, recherchée. Pour la vitesse de 100 mm/min, sept passes de rechargement ont été réalisées. Le deuxième essai présenté étant très fissuré, le procédé a été arrêté au bout de treize passes soit une hauteur de rechargement de 4 mm. La ségrégation du soufre en un point situé au milieu de la plaque, à la moitié de la hauteur de la première passe, est suivie pour les deux simulations. La ségrégation interfaciale est un phénomène qui se produit en phase solide donc l'évolution de la température en fonction du temps est considérée seulement à partir du moment où la température ne dépasse plus la température du solidus de l'alliage : $T = 1603 \text{ K}$. Pour les deux essais choisis, le point concerné ne subissant pas de refusion lors du dépôt des passes suivantes, la température est extraite dès la première passe lorsque celle-ci devient inférieure à 1603 K. La Figure 116 présente les cycles thermiques pour les deux essais. La courbe grise correspond à la vitesse de 250 mm/min. La courbe noire correspond à la vitesse de 100 mm/min.

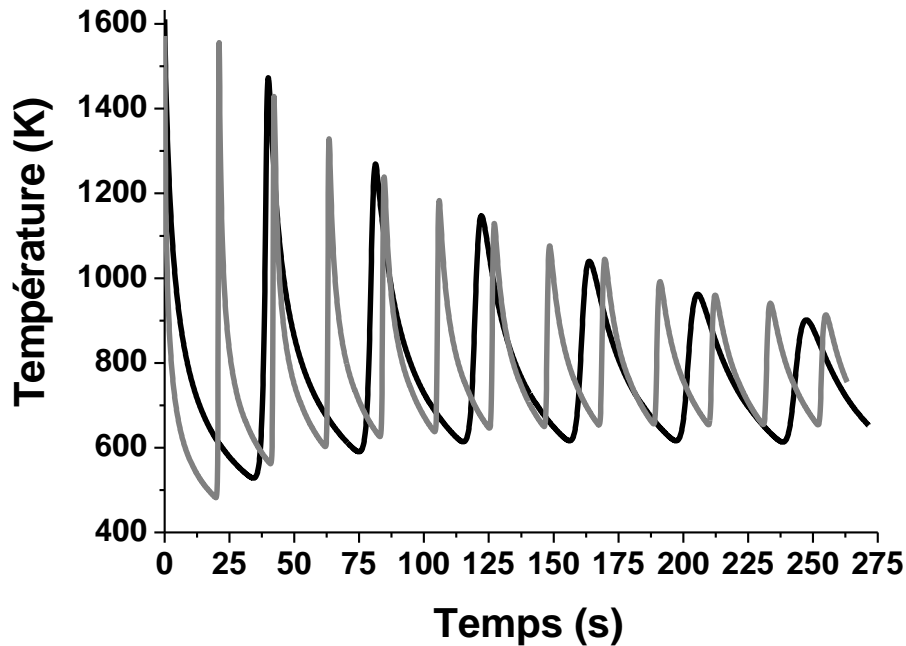


Figure 116 : *Évolution de la température au cours du temps au point où la ségrégation interfaciale souhaite être simulée.*

L'évolution de la température en fonction du temps sert de variable d'entrée au modèle de ségrégation. Le cas du coefficient de diffusion du soufre dans le nickel ($D_0 = 2.10^{-5} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$, $Q = 192 \text{ kJ.mol}^{-1}$ [Wang'70]) est traité en premier. Pour, l'essai réalisé à $P = 120 \text{ W}$, $V = 100 \text{ mm/min}$, l'évolution du taux de recouvrement est simulée en fonction du temps. La Figure 117 représente l'évolution du taux de ségrégation en fonction du cycle thermique subi par la première passe. En gris foncé, apparaît la courbe d'équilibre thermodynamique. Lors du premier cycle, la diffusion du soufre dans le nickel est activée à haute température ; le taux de recouvrement augmente lors du premier refroidissement pour se rapprocher de la valeur d'équilibre. Le taux de ségrégation suit ensuite la courbe d'équilibre jusqu'à ce que la cinétique de diffusion de l'impureté ne permette plus un apport suffisant de soufre au niveau de l'interface. Le taux de recouvrement dévie progressivement de la courbe d'équilibre pour finalement se stabiliser à une valeur constante (θ_{Heq1}) à basse température. La valeur atteinte est qualifiée hors d'équilibre puisque très en-deçà des valeurs d'équilibre prédites aux basses températures. Elle est totalement liée à la vitesse de refroidissement comme cela a été montré sur la Figure 112.

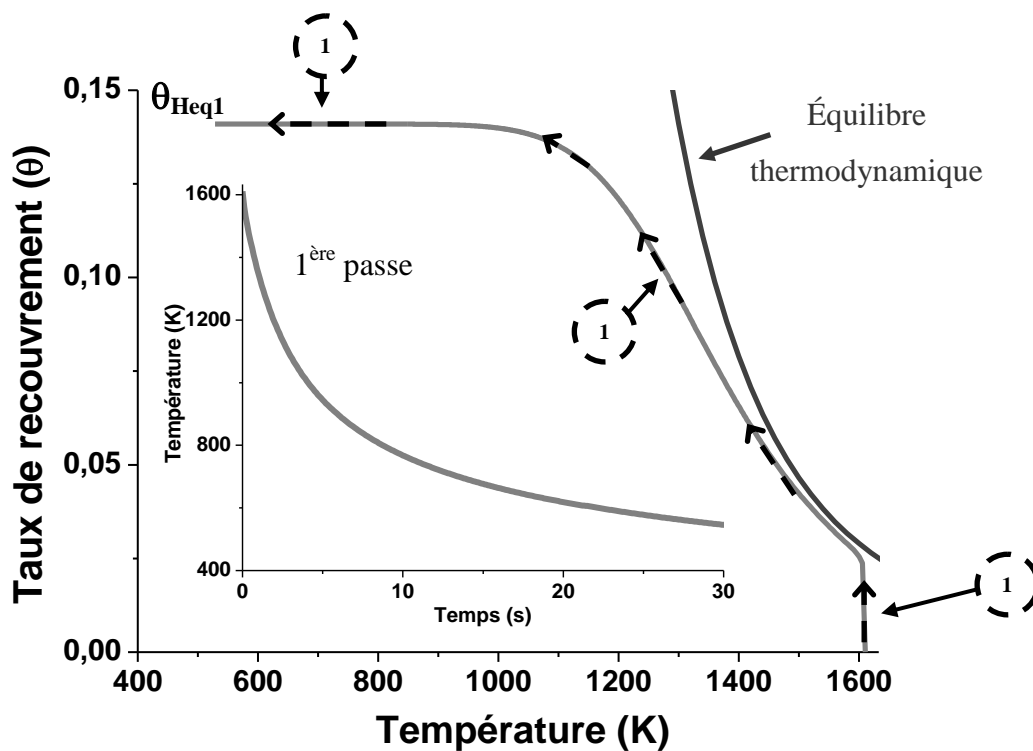


Figure 117 : Évolution de la ségrégation interfaciale en fonction de la température avec, en gris foncé, la courbe d'équilibre thermodynamique.

La deuxième passe entraîne un réchauffage du joint interdendritique.

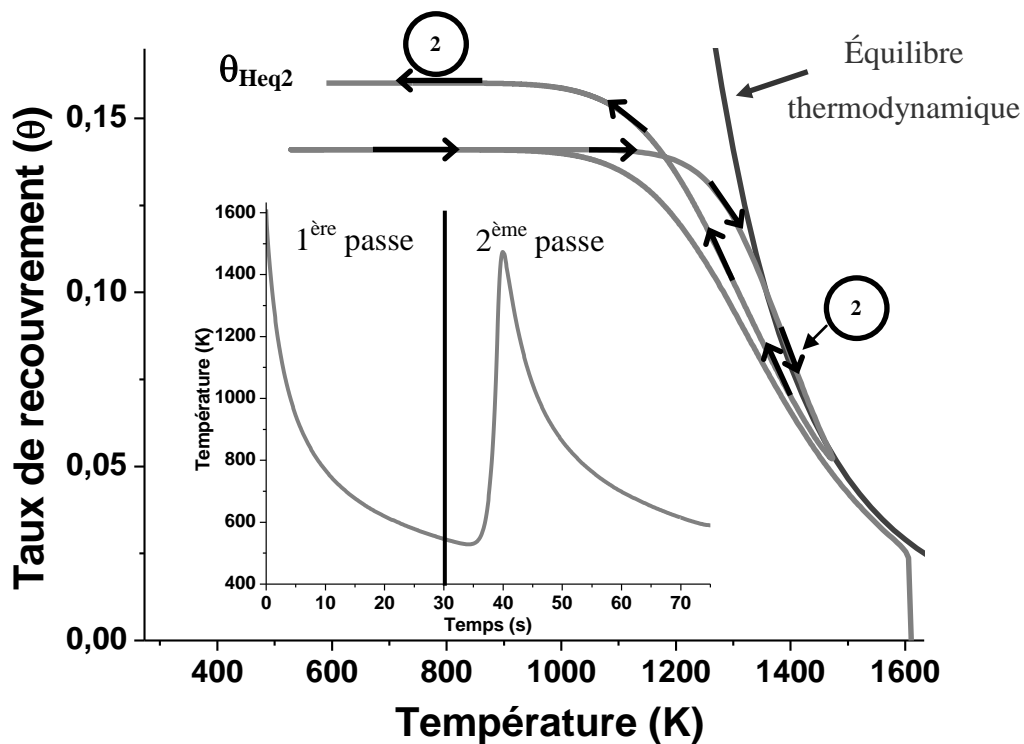


Figure 118 : Évolution de la ségrégation interfaciale en fonction de la température avec, en gris foncé, la courbe d'équilibre thermodynamique.

L'élévation de la température est telle que, de nouveau, le taux de recouvrement s'approche de la courbe d'équilibre. Une déségrégation est observée le long de la courbe d'équilibre jusqu'à ce que le pic de température soit atteint. Une deuxième étape de refroidissement se produit alors, conduisant à un taux de ségrégation supérieur au premier refroidissement ($\theta_{\text{Heq}2}$) (Figure 118). Chaque passe de rechargement conduit au final à ce mécanisme de chauffage-refroidissement. Néanmoins, au fur et à mesure du dépôt des couches de rechargement, le point considéré se retrouve de plus en plus éloigné de la source de chaleur. Le maximum de température atteint décroît (Figure 116) et ne permet plus au taux de recouvrement d'approcher la courbe d'équilibre. Il ne se produit alors plus de déségrégation au chauffage comme le montrent les passes 4 et 5 de la Figure 119. Toutefois, au refroidissement, la température autorise une légère augmentation du taux de recouvrement avant que celui-ci ne se stabilise aux basses températures. Finalement pour les passes 6 et 7, les températures atteintes au niveau du joint interdendritique ne permettent quasiment plus d'évolution du taux de ségrégation. En résumé, une augmentation du taux de ségrégation est observée au cours du procédé de rechargement laser jusqu'à ce que la température atteinte ne soit plus suffisamment élevée pour que le soufre puisse diffuser. La Figure 120 présente l'évolution complète de la ségrégation interfaciale de soufre au niveau du joint interdendritique en fonction de la température pour le cycle thermique donné sur la Figure 116. En gris foncé, apparaît la courbe d'équilibre thermodynamique.

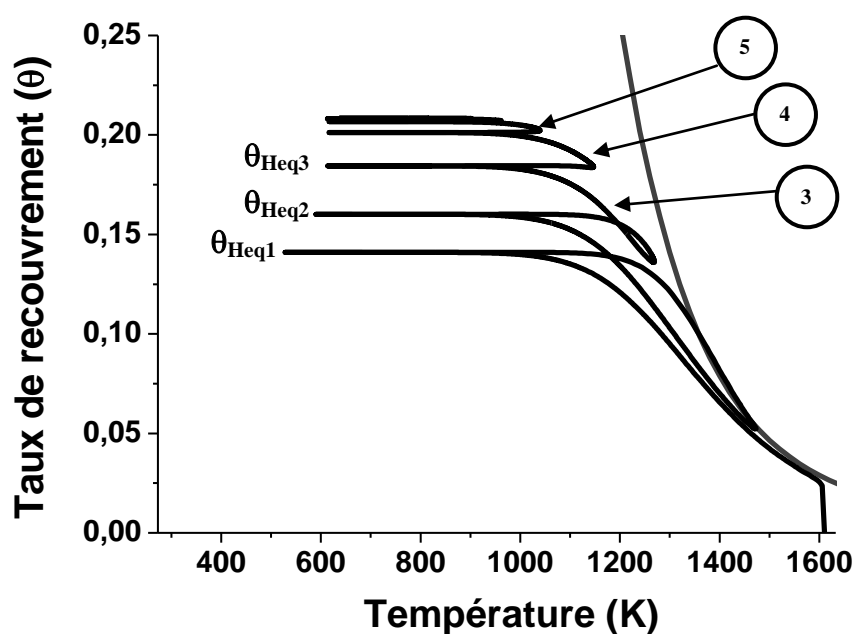


Figure 119 : Évolution de la ségrégation interfaciale en fonction de la température avec, en gris foncé, la courbe d'équilibre thermodynamique.

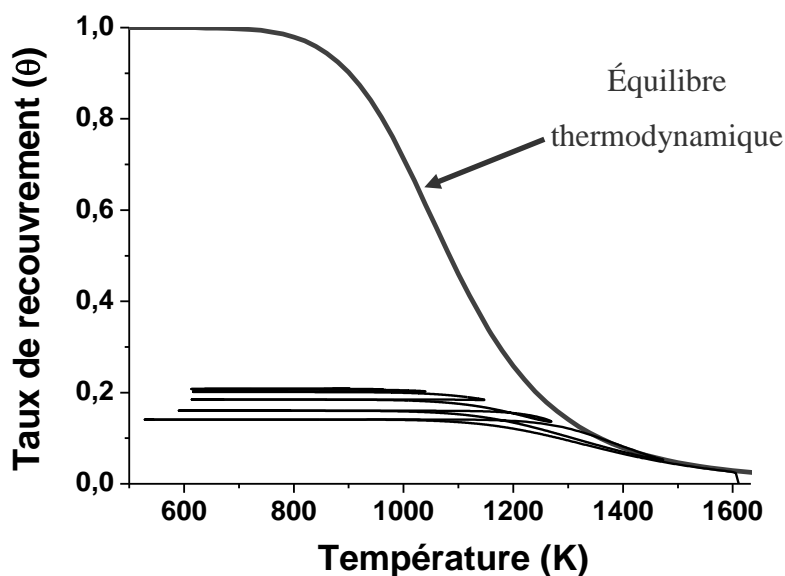


Figure 120 : Évolution de la ségrégation interfaciale en fonction de la température avec, en gris foncé, la courbe d'équilibre thermodynamique.

La Figure 121 compare l'essai traité précédemment à celui réalisé avec les conditions opératoires : $P = 140 \text{ W}$, $V = 250 \text{ mm/min}$.

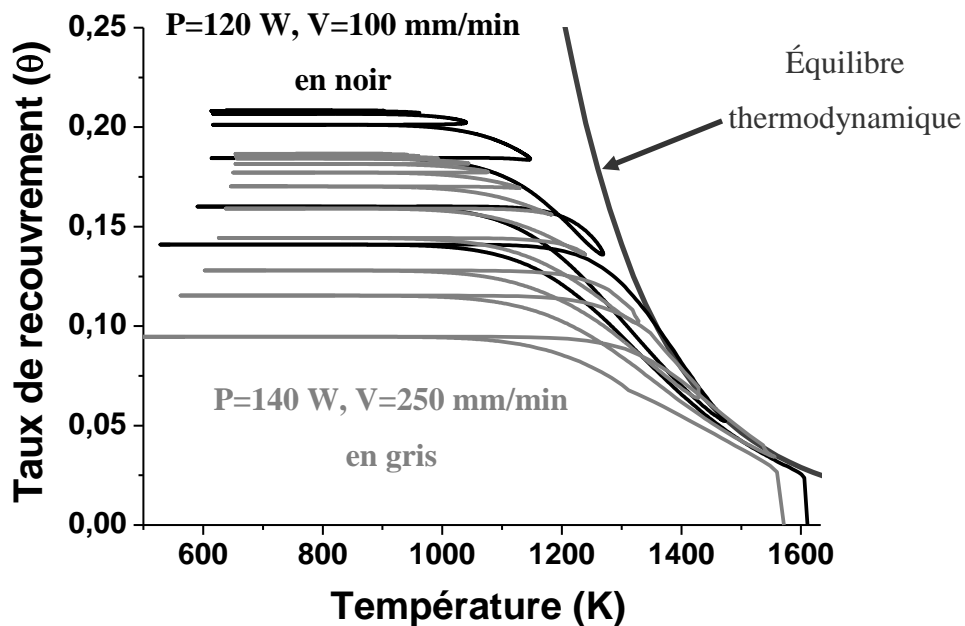


Figure 121 : Comparaison des évolutions de la ségrégation interfaciale en fonction de la température pour les deux essais de rechargement avec, en gris foncé, la courbe d'équilibre thermodynamique.

Le même type de résultat est obtenu. La vitesse de refroidissement plus grande dans le cas de la vitesse du laser de 250 mm/min entraîne dès le premier refroidissement une valeur de taux de ségrégation plus faible. Le soufre a moins de temps pour ségréger sur l'interface. Les hauteurs de passe étant plus faibles, le joint interdendritique subit des cycles thermiques plus nombreux. L'élévation du taux de recouvrement se produit sur un plus grand nombre de passes. Les gradients thermiques plus forts dans le cas des fortes vitesses du laser semblent entraîner une valeur de ségrégation légèrement plus basse puisqu'un taux de ségrégation de 0,18 est atteint en sept passes contre 0,21 au bout de sept passes dans l'autre cas. Au final, au bout des 13 passes de rechargement le taux de ségrégation est de 0,19. L'écart entre les taux de ségrégation en soufre est donc *a priori* peu dépendant de la vitesse du laser.

Le cas du coefficient de diffusion du soufre dans un superalliage de composition voisine au René 142 (AM1 : $D_0 = 3,31 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ et $Q = 274 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$) est traité ci-après. Les cycles thermiques sont les mêmes que ceux présentés sur la Figure 116 pour les deux essais de rechargement laser réalisés. Les Figures 122 et 123 représentent l'évolution du taux de ségrégation en fonction du cycle thermique pour l'essai effectué avec les paramètres $P = 120 \text{ W}$ et $V = 100 \text{ mm/min}$. En gris foncé, apparaît la courbe d'équilibre thermodynamique.

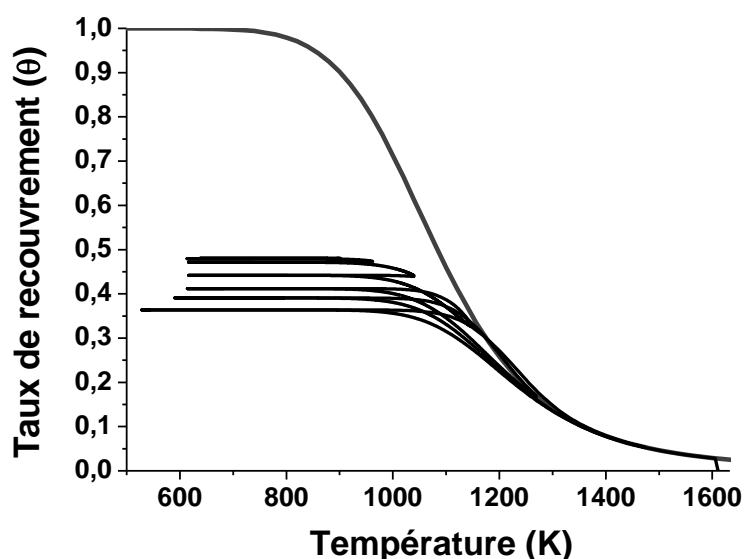


Figure 122 : Évolution de la ségrégation interfaciale en fonction de la température avec, en gris foncé, la courbe d'équilibre thermodynamique.

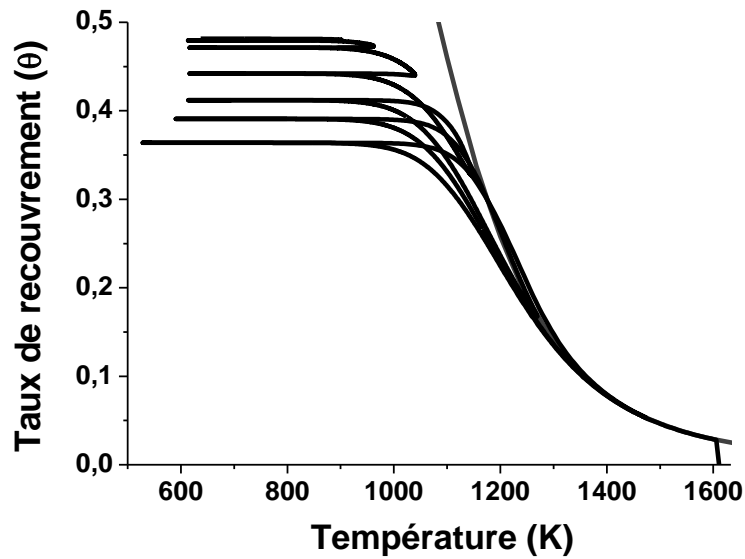


Figure 123 : Évolution de la ségrégation interfaciale en fonction de la température avec, en gris foncé, la courbe d'équilibre thermodynamique.

Le coefficient de diffusion étant plus élevé que précédemment, une valeur de taux de recouvrement plus importante est atteinte dès le premier refroidissement. Des résultats similaires à ceux présentés ci-dessus sont obtenus. Le procédé multi-passes entraîne une augmentation du taux de ségrégation à chaque passe de rechargement déposée jusqu'à ce que la température ne soit plus suffisamment élevée pour permettre au soufre d'atteindre les interfaces. Un taux de ségrégation final de 0,48 est atteint. Sur la Figure 124 est ajouté l'essai réalisé avec les conditions opératoires : $P = 140 \text{ W}$, $V = 250 \text{ mm/min}$. Comme cela a été expliqué précédemment, la vitesse de refroidissement plus grande dans le cas des vitesses élevées du laser a pour conséquence une diminution du temps pendant lequel la diffusion est thermiquement activée. Une valeur du taux de ségrégation plus faible est donc atteinte après le premier refroidissement. En outre, il a été observé que les hauteurs de passes diminuaient avec la vitesse du laser. Au cours du procédé de rechargement laser, le joint interdendritique subit alors des cycles thermiques plus nombreux entraînant, comme précédemment, une augmentation du taux de recouvrement sur un plus grand nombre de passes. Au final, après treize passes de rechargement le taux de ségrégation est de 0,45 contre 0,48 après les sept passes réalisées à faible vitesse du laser. Là encore, le taux de ségrégation semble peu dépendant des conditions opératoires.

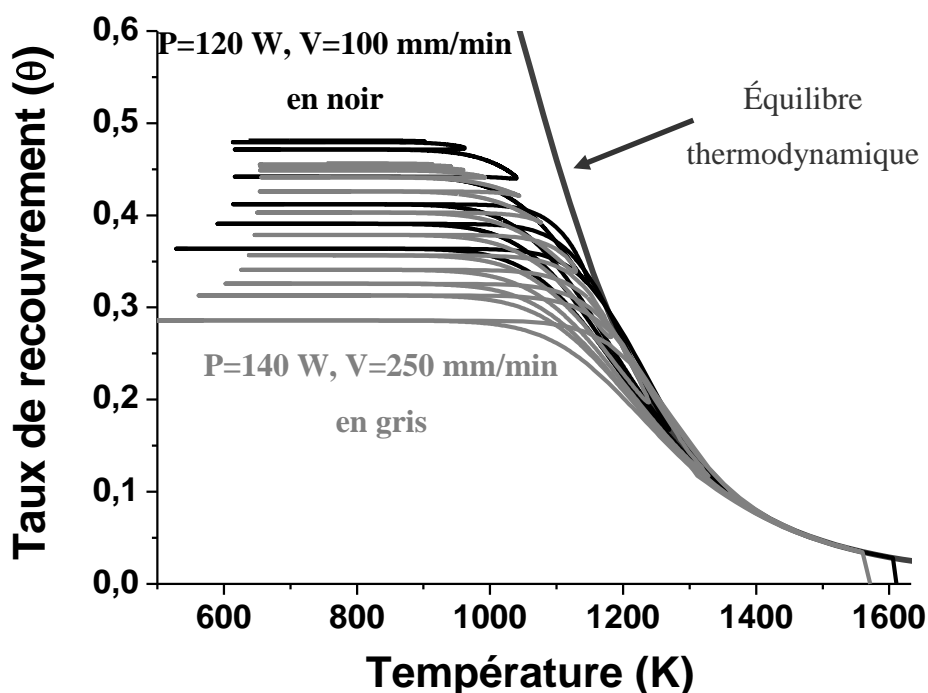


Figure 124 : Comparaison des évolutions de la ségrégation interfaciale en fonction de la température pour les deux essais de rechargement avec, en gris foncé, la courbe d'équilibre thermodynamique.

En résumé, il apparaît que le coefficient de diffusion choisi pour la simulation joue un rôle important sur la quantité de soufre présente sur les interfaces. Dans notre cas, la composition chimique de l'alliage René 142 est très proche de celle de l'AM1 qui est aussi un superalliage à base de nickel à forte teneur en γ' utilisé dans l'aéronautique. Le coefficient de diffusion du soufre dans l'AM1 est donc probablement proche de la réalité de notre étude. Il ressort clairement de la simulation numérique que les paramètres du procédé puissance et vitesse influent peu sur la ségrégation interfaciale de soufre. En conclusion, il semblerait que le phénomène de ségrégation interfaciale de soufre ne puisse pas être contrôlé par une modification du procédé. Cette étude numérique de la ségrégation semble montrer que quels que soient les paramètres puissance et vitesse utilisés, les joints interdendritiques vont être ségrégés en soufre. Ce résultat est très intéressant puisque peut être rapproché de l'étude expérimentale menée en microsonde de Castaing qui a mis en évidence une présence systématique de soufre sur les surfaces de ruptures formées au cours du procédé de rechargement laser.

5. ROLE DE LA CHIMIE DE L'ALLIAGE SUR LA SÉGRÉGATION INTERFACIALE

La fissuration interdendritique des couches de rechargement est la conséquence d'une ségrégation de soufre au niveau des interfaces du matériau, au cours du procédé. Rappelons que la quantité maximale de soufre admissible à une température donnée, ou taux de ségrégation, dépend directement de la quantité de soufre libre disponible dans le volume du matériau (4). La Figure 125 présente l'évolution du taux de ségrégation en fonction de la température dans le cas de la ségrégation du soufre dans le nickel et ce, pour trois teneurs atomiques initiales : 18,8 ppm, 8 ppm et 1 ppm. Pour une température donnée, le taux de ségrégation diminue quand la teneur initiale en soufre diminue.

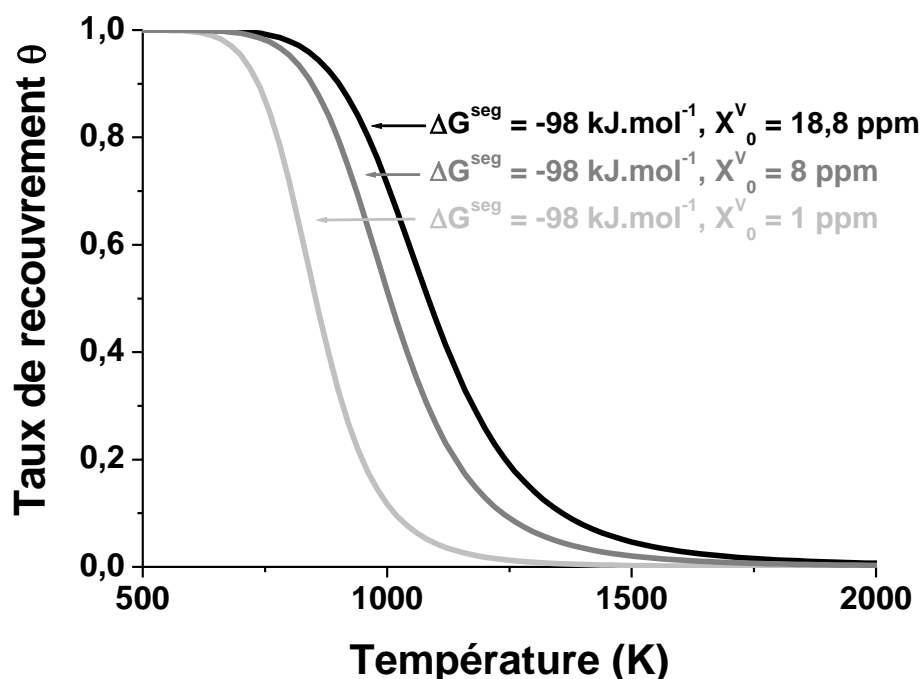


Figure 125 : Évolutions du taux de ségrégation en fonction de la température pour trois teneurs atomiques initiales : 18,8 ppm, 8 ppm et 1 ppm.

En abaissant la teneur en soufre de l'alliage, on devrait donc arriver à limiter la ségrégation du soufre et, *in fine*, peut être supprimer le phénomène de fragilisation. Par conséquent, plusieurs tentatives de désulfuration ont été réalisées, que ce soit en interne ou chez des spécialistes de la désulfuration. Les résultats ont montré qu'il était extrêmement difficile de désulfurer de façon notable la poudre de René 142. En effet, pour obtenir une désulfuration efficace, il est, d'une part, souhaitable de placer la poudre à relativement haute température de façon à

diminuer les temps de traitement thermique et donc les coûts de désulfuration. Or, cela entraîne un frittage de la poudre. D'autre part, il faut placer l'alliage dans un environnement exempt de toute trace d'impureté et notamment de traces de soufre pour éviter par exemple toute « resulfuration » de la poudre. Enfin, l'absence totale d'oxygène dans l'atmosphère utilisée est impérative pour ne pas oxyder la surface de la poudre et modifier son comportement lors du procédé. Ces différentes limitations ne nous ont pas permis de désulfurer la poudre en-dessous de 8 ppm atomique. L'utilisation d'une telle poudre n'a pas apporté d'amélioration au problème de la fissuration des couches de rechargement puisque des résultats identiques ont été obtenus avec l'utilisation de l'une ou l'autre des poudres. Cela peut s'expliquer, entre autres, par la thermodynamique de la ségrégation. Il apparaît que le fait de diminuer la teneur atomique de 18,8 ppm à 8 ppm décale peu la courbe du taux de ségrégation vers les basses températures. La baisse du taux de recouvrement ne semble donc pas suffisante pour améliorer de façon détectable la résistance à la fissuration des couches de rechargement. Une désulfuration beaucoup plus importante de l'alliage avec des teneurs de l'ordre de 1 ppm atomique aurait peut-être pu apporter de meilleurs résultats.

Il a, par ailleurs, été envisagé d'ajouter des éléments d'impuretés moins fragilisants au sein de la poudre de façon à ce qu'une compétition de site se produise entre le soufre et le soluté ajouté, diminuant alors la concentration de soufre au niveau de l'interface ségrégée. En effet, certaines impuretés ont tendance à diffuser plus rapidement que le soufre vers les interfaces du matériau. Le soluté occupe alors une partie des sites intergranulaires, diminuant ainsi la concentration de soufre dans l'interface. Une phosphoration a donc été réalisée en interne, augmentant la teneur en soluté de 5 ppm massique à 100 ppm massique. Comme précédemment, l'utilisation de cette nouvelle poudre à haute teneur en phosphore n'a pas apporté d'amélioration au problème de la fissuration des couches de rechargement puisque des résultats identiques à ceux obtenus avec la poudre standard ont été obtenus. Il a été vérifié au final que le phosphore ajouté à la poudre était bien présent au sein des rechargements.

6. BILAN DE L'ÉTUDE DES SÉGRÉGATIONS INTERFACIALES

L'étude métallurgique de l'endommagement a permis d'émettre l'hypothèse de la ségrégation interfaciale de soufre comme responsable de la fissuration des couches de rechargement au

cours du procédé. En effet, la présence systématique de quantités importantes de soufre au niveau des joints interdendritiques rompus a été mise en évidence, entre autres, à l'aide d'une méthode d'analyse nouvelle utilisant la microsonde de Castaing. Un modèle numérique de rechargement laser développé à l'aide du logiciel d'éléments finis Comsol™ a permis de simuler l'évolution du champ de température en tous points de la pièce, au cours du procédé. Les équations thermodynamiques et cinétiques régissant la ségrégation interfaciale ont, elles aussi, été implémentées dans le même logiciel Comsol™. La température simulée sert alors de variable d'entrée pour le calcul de la ségrégation interfaciale, le but étant de comprendre le rôle du procédé sur la ségrégation de soufre dans les joints interdendritiques. Il apparaît, d'une part, que quels que soient les paramètres puissance et vitesse du laser, les joints interdendritiques sont « chargés » en soufre et, d'autre part, que ces paramètres ont peu d'influence sur la quantité de soufre simulée au niveau des joints interdendritiques. Il ne semble donc pas possible de contrôler la ségrégation interfaciale de soufre en modifiant le procédé. Cette remarque est à corrélérer avec l'observation systématique de soufre sur les surfaces rompus au cours du procédé de rechargement laser, ainsi que sur les surfaces de rupture, *in situ*, dans le spectromètre d'électrons Auger, par propagation à froid de fissures existantes, amorcées au cours du procédé de rechargement laser. Que ce soit expérimentalement ou numériquement, la présence de soufre au niveau des joints interdendritiques est donc mise en évidence. Toutefois, la simulation numérique de la ségrégation d'équilibre du soufre ne permet pas de justifier qu'expérimentalement de telles quantités de soufre soient observées (plusieurs plans atomiques (100)). Un mécanisme de ségrégation hors d'équilibre est peut-être à envisager. Afin de proposer une solution au problème de fissuration des couches de rechargement, plusieurs hypothèses ont été envisagées pour limiter ou diminuer l'effet néfaste du soufre. Une modification de la chimie de l'alliage ne semble pas une solution efficace. En effet, il s'est avéré qu'elle était soit trop difficile voire impossible à obtenir pour la désulfuration, soit inefficace pour l'ajout d'une autre impureté moins fragilisante. D'après la bibliographie, la ségrégation interfaciale du soufre ne peut pas être seule responsable de la fissuration ; seule la mise en place de contraintes et/ou de déformations au niveau des joints fragilisés peut conduire à la fissuration. Le procédé de type soudage générant d'importantes contraintes et déformations résiduelles, le chapitre suivant est dédié à une étude plus mécanique du problème.

CHAPITRE 4 : ASPECTS THERMOMÉCANIQUES ET ÉTUDE PARAMÉTRIQUE DU PROCÉDÉ DE RECHARGEMENT LASER

L'étude métallurgique de l'endommagement présentée au cours du chapitre trois a révélé que le procédé de rechargement laser conduit systématiquement à une ségrégation importante de soufre au niveau des joints interdendritiques. En outre, la fissuration des couches de rechargement se produit, au cours du procédé, pour des gammes de températures inférieures à 850°C. Le soufre ne pouvant être seul responsable de la fissuration des couches de rechargement, les contraintes résiduelles s'établissant après le passage du laser pourraient jouer un rôle très important dans la fissuration. La solidification dirigée de l'alliage, conduit à une croissance plus ou moins verticale des dendrites (Figures 44, 46, 47). L'ouverture des joints interdendritiques s'expliquerait par la mise en place de contraintes dans la direction normale aux interfaces fragilisées. Un modèle thermomécanique est ici développé dans le but d'estimer l'influence des paramètres du procédé sur les contraintes résiduelles dans la direction horizontale, σ_x . Le modèle présenté ci-dessous n'a pas pour vocation de reproduire le procédé de rechargement laser comme l'avait le modèle thermique. Une configuration simplifiée est donc choisie. Dans un premier temps, la présence de contraintes résiduelles dans la direction horizontale, au sein des rechargements, est mise en évidence, puis le modèle thermomécanique est présenté et validé. Finalement, une étude paramétrique est menée, conduisant à une solution « procédé » envisageable pour le rechargement d'aubes de turbine.

1. LES CONTRAINTES RESIDUELLES

1.1. Mise en évidence de la présence de contraintes résiduelles au sein des rechargements

La présence de contraintes résiduelles dans la direction horizontale, σ_x , au sein des rechargements, est mise en évidence à l'aide de la méthode de la complaisance. Elle consiste à entailler progressivement un échantillon et à mesurer, au cours du temps, la déformation de la pièce, à la suite de la relaxation des contraintes résiduelles. Il est alors possible de remonter à

la répartition spatiale des contraintes résiduelles dans la pièce (Chapitre II paragraphe 5.1). L'avantage de la technique est la très bonne résolution spatiale pour la détection des contraintes. Une plaque de dimensions $75 \text{ mm} \times 45 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ est rechargée avec les conditions opératoires suivantes : $P = 175 \text{ W}$ et $V = 175 \text{ mm/min}$. Une hauteur de 6 mm est déposée. Une jauge de déformation est collée sur l'arête inférieure de la plaque. La découpe de la plaque, effectuée à l'aide d'une tronçonneuse, démarre au sommet supérieur du rechargement (Figure 126). La direction y est la direction de croissance des dendrites. La direction x est la direction horizontale normale aux joints interdendritiques.

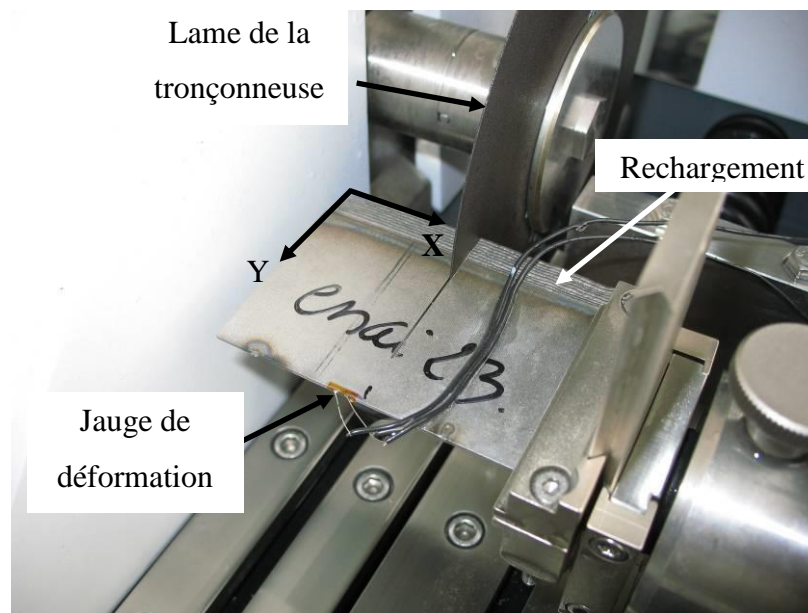


Figure 126 : *Dispositif expérimental pour la méthode de la complaisance sur plaquette rechargée.*

L'évolution de la déformation est enregistrée en fonction du temps. La vitesse d'avance de la lame étant fixée, l'évolution de la déformation dans la direction horizontale x , ϵ_x , en fonction de la profondeur de découpe, à partir du sommet du rechargement, est présentée sur la Figure 127.

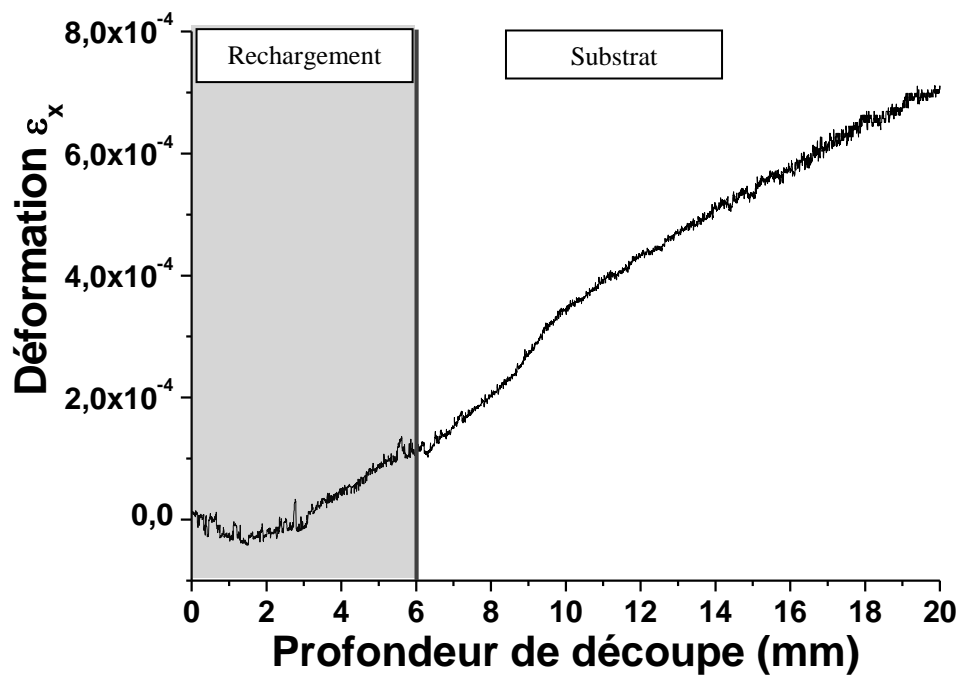


Figure 127 : Évolution de la déformation ε_x enregistrée sur l'arête inférieure de la plaque en fonction de la profondeur de découpe.

L'état de contrainte σ_x au sein de la pièce, déduit de la courbe précédente grâce à la méthode présentée au chapitre II paragraphe 5.1, est donné sur la Figure 128.

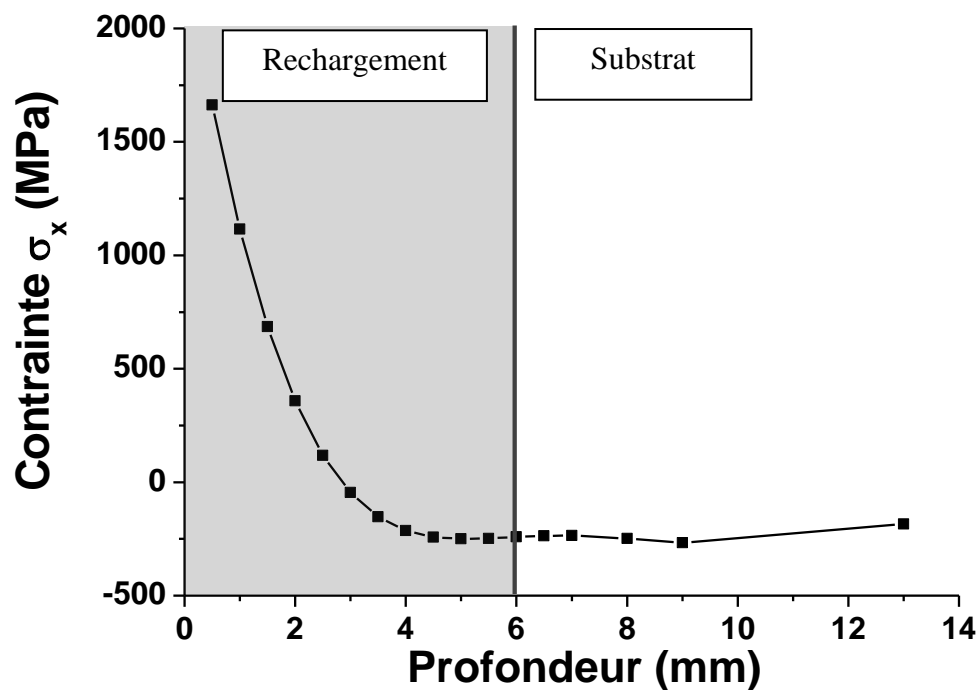


Figure 128 : Évolution de la contrainte horizontale σ_x en fonction de la profondeur, à partir du sommet du rechargement.

À la suite du procédé de rechargement laser, le sommet de la pièce est soumis à d'importantes contraintes résiduelles de traction, σ_x , dans la direction horizontale. En sommet de plaque, les contraintes dépassent la limite d'élasticité du matériau (750 MPa). Toutefois, la valeur du premier point semble élever. Une erreur de mesure due au fait que la découpe de la plaque est alors extrêmement faible (< 0,5 mm) pourrait en être à l'origine. Les contraintes de traction décroissent en fonction de la profondeur. Elles chutent assez rapidement pour s'annuler à la moitié de la hauteur du rechargement, la base du rechargement étant en état de compression. Les contraintes de compression sont plus faibles en valeur absolue puisque n'excèdent pas les 300 MPa. En résumé, dans la direction horizontale normale à la direction de croissance des dendrites, il existe un gradient très fort de contraintes au sein du rechargement puisque ces dernières dépassent la limite d'élasticité en sommet de plaque, puis chutent en quelques millimètres pour atteindre -300 MPa à la base du rechargement. La fissuration des couches de rechargement s'explique donc par l'existence de contraintes résiduelles de traction normales aux joints interdendritiques fragilisés par la ségrégation du soufre. Les essais de traction uniaxiale présentés au cours du chapitre III ont été réalisés dans cette configuration avec une direction d'application de la sollicitation mécanique normale aux joints interdendritiques. L'alliage brut de solidification présentait alors une très forte perte de ductilité dans l'intervalle [800-1000°C] reliée à la ségrégation interfaciale de soufre. Les rechargements ont une teneur nominale en soufre de 10 ppm atomique contre 4 ppm atomique dans le cas de l'alliage utilisé pour les essais de traction. Une fragilisation par le soufre plus importante des joints interdendritiques est donc fortement probable dans le cas des rechargements.

1.2. Modélisation des contraintes résiduelles

Un modèle thermomécanique simplifié est développé afin de simuler l'évolution des contraintes résiduelles au cours du temps. La prise en compte d'un maillage mobile pour la simulation thermomécanique du procédé de rechargement engendre, dans certains cas, des problèmes numériques entre les déformations imposées au maillage (« non physiques ») et les déformations « physiques » générées par le procédé laser. Une configuration ligne de fusion est donc choisie. Ce modèle de ligne de fusion ne prenant pas en compte la déformation du maillage mobile, le nombre de degrés de liberté aux nœuds du maillage est moins élevé, diminuant de façon très importante les temps de calcul. Ce gain de temps est précieux puisqu'il permet la réalisation d'une étude paramétrique complète pour l'étude de l'influence

du procédé sur les contraintes résiduelles. L'objectif de la simulation thermomécanique est de dégager des tendances afin de proposer une éventuelle solution au problème de la fissuration des couches de rechargement. L'évolution de la température au cours du procédé est donnée à l'aide du modèle thermique détaillé au chapitre III, paragraphe 1.3.2, en configuration ligne de fusion. Il est utile de souligner l'importance cruciale du modèle thermique pour l'estimation des contraintes résiduelles, puisque c'est l'évolution du champ thermique au cours du procédé qui est à l'origine des contraintes thermomécaniques. Soulignons qu'une attention toute particulière a été portée à la validation du modèle thermique au cours du chapitre précédent puisque, sans modèle thermique fiable, une bonne prédiction des contraintes résiduelles est illusoire. Du fait de la faible épaisseur de la peau des aubes de turbine, un modèle 2D élastoplastique en état de contraintes planes est choisi. La définition des propriétés mécaniques du matériau en fonction de la température constitue un point clé de la simulation [Lindgren'01a]. Il est bien souvent difficile de connaître précisément la dépendance en température des paramètres thermophysiques. En outre, d'un point de vue numérique, la dépendance en température de certains paramètres thermophysiques peut entraîner des problèmes de convergence de la solution calculée. De nombreuses études traitent donc de l'influence de la dépendance en température des propriétés du matériau sur les résultats numériques et notamment sur les déformations et contraintes résiduelles [Lindgren'02a][Lindgren'01b][Zhu'02]. D'après l'étude réalisée par Bru *et al.* [Bru'97], les contraintes résiduelles dépendraient essentiellement des propriétés mécaniques à basse température. Il ressort, en outre, clairement que lorsque l'on s'intéresse aux contraintes résiduelles, la chute de la limite d'élasticité avec la température doit être impérativement prise en compte, même grossièrement, pour une simulation un tant soit peu réaliste. Un modèle élastoplastique avec une limite d'élasticité qui dépend de la température est donc considéré. Les paramètres thermophysiques intervenant dans le calcul mécanique sont : la limite d'élasticité R_e , le module d'Young E , le coefficient de dilatation α et le coefficient de poisson ν . Le module d'Young a été mesuré dans l'intervalle de température [293 K-1200 K] par Takagi *et al.* sur un alliage de composition voisine, le CMSX-4, (Figure 129) [Takagi'04]. La composition chimique de l'alliage est donnée dans le Tableau 5 pour indication (Chapitre III, paragraphe 1.3.1). Une extrapolation linéaire des valeurs est choisie pour les hautes températures.

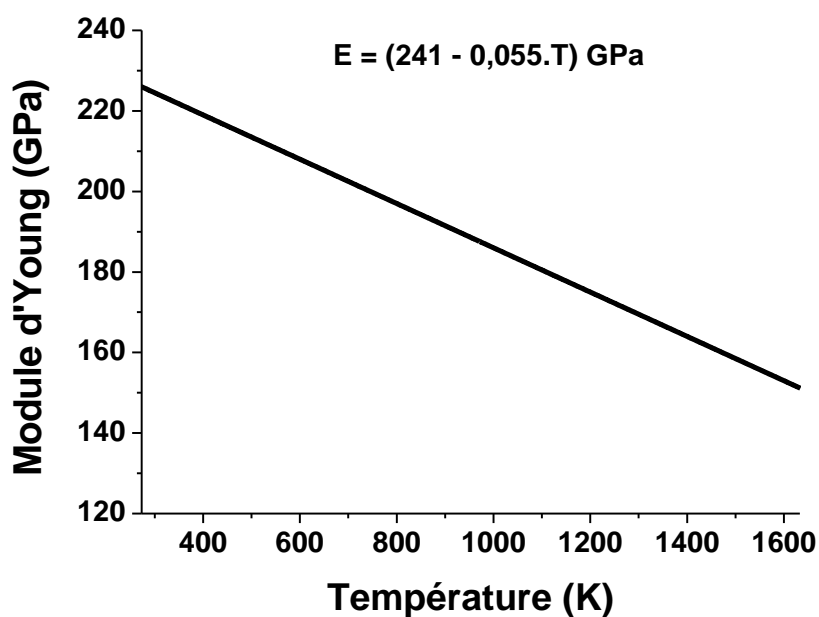


Figure 129 : Évolution du module d'Young avec la température choisie pour la simulation numérique.

Le coefficient de dilatation a été mesuré sur le René 142 dans l'intervalle de température [293 K-1273 K]. Une extrapolation linéaire des valeurs jusqu'à 1633 K, puis une valeur constante du coefficient de dilataion pour les températures supérieures sont choisies (Figure 130).

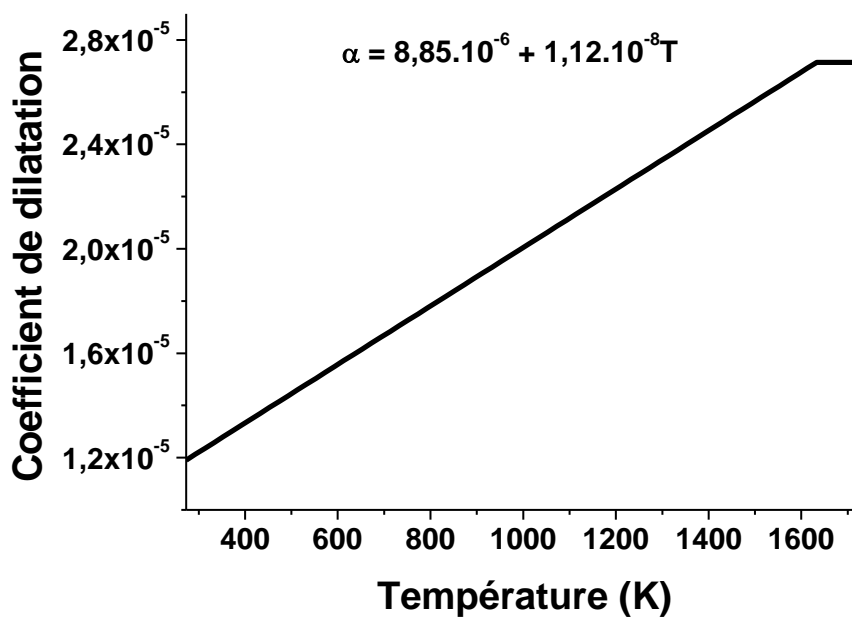


Figure 130 : Évolution du coefficient de dilatation avec la température choisie pour la simulation numérique.

Le coefficient de poisson ν est fixé à 0,3. Il est pris constant car d'après l'étude de Tekriwal *et al.*, ce dernier a peu d'influence sur les résultats numériques [Tekriwal'91]. L'évolution de la limite d'élasticité avec la température a été déterminée à l'aide d'essais de traction uniaxiale à chaud dans la gamme de température [273 K-1423 K]. Les essais de traction ont été réalisés à vitesse de traction constante correspondant à une vitesse de déformation initiale $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} s^{-1}$. Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 131. Pour la simulation numérique, la limite d'élasticité est choisie constante (de l'ordre de 700 MPa) en dessous de 1100 K. La décroissance de la limite d'élasticité s'opère entre 1100 K et 1300 K. Pour les températures supérieures à 1300 K, une limite d'élasticité de 50 MPa est fixée afin d'éviter les problèmes numériques engendrés par des valeurs trop basses.

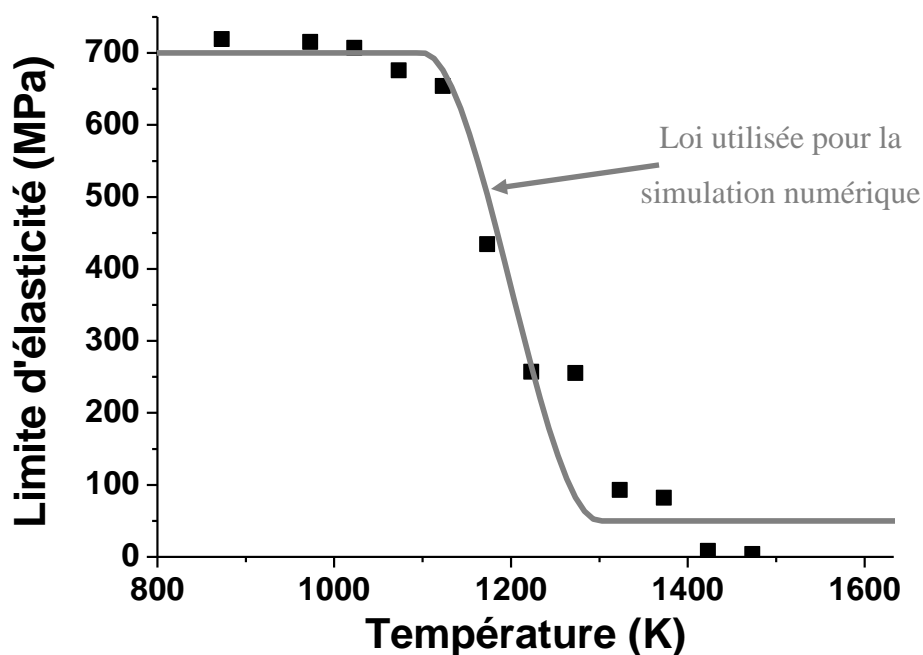


Figure 131 : Évolution de la limite d'élasticité avec la température.

Les contraintes résiduelles dépendent principalement des propriétés mécaniques à basse température [Bru'97] ; l'écrouissage a donc été caractérisé. Pour la simulation, il semblerait que dans la littérature, le meilleur choix pour le modèle d'écrouissage (isotrope, cinématique) ne soit pas clairement défini [Lindgren'01b] [Bru'97]. Peu d'études systématiques ont été réalisées afin de mettre en évidence l'influence de la nature de l'écrouissage sur les résultats. En première approche, un écrouissage isotrope est choisi pour la simulation thermomécanique. Une loi de type $\sigma_{ecr} = Re + a \times \varepsilon_p^b$, avec σ_{ecr} la contrainte d'écrouissage ou

contrainte d'écoulement, Re la limite d'élasticité, ε_p la déformation plastique généralisée, a et b des paramètres à ajuster, est utilisée. D'après les essais de traction uniaxiale, il ressort, d'une part, que l'érouissage doit être pris en compte pour les températures inférieures à 1173 K et, d'autre part, que les paramètres a et b peuvent être choisis identiques pour toutes les températures inférieures à 1173 K. La loi d'érouissage est donc la suivante :

$$(36) \quad \sigma_{ecr} = Re(T) + 2,45 \cdot 10^9 \times \varepsilon_p^{0.65}$$

Il est important de rappeler que l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température est considérée. La Figure 132 présente l'évolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie à $T = 973$ K.

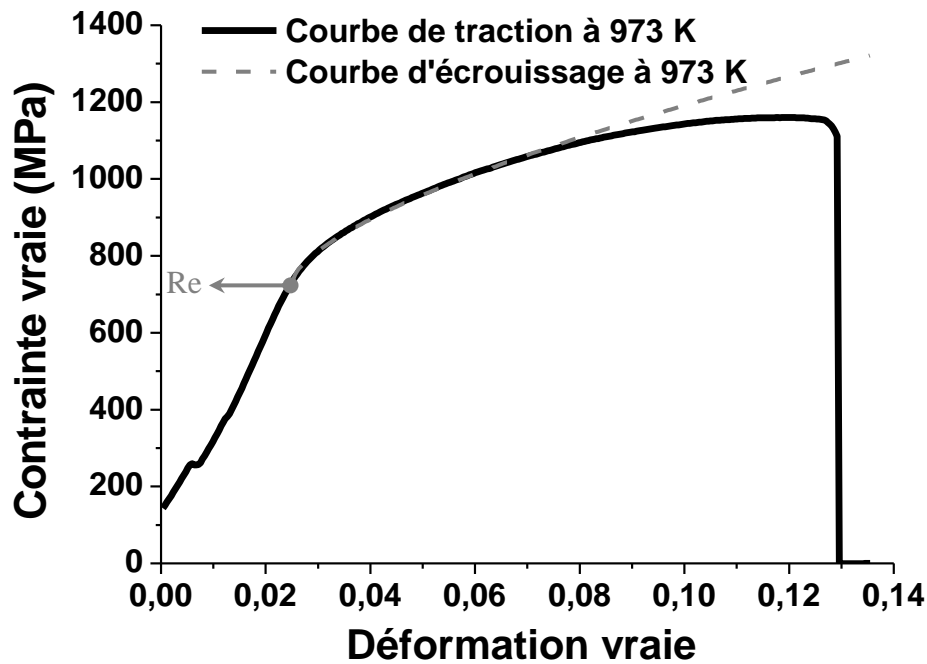


Figure 132 : Évolution de la contrainte vraie mesurée en fonction de la déformation vraie, à $T=973$ K. En gris, a été rajoutée la loi d'érouissage.

Pour les températures supérieures, l'érouissage est négligé. Un modèle élastique parfaitement plastique est choisi. En d'autres termes, au-delà de la limite d'élasticité, on considère que le matériau peut se déformer plastiquement sans évolution de la contrainte d'écoulement, ce qui constitue une approximation raisonnable au vu de la courbe de traction de la Figure 133.

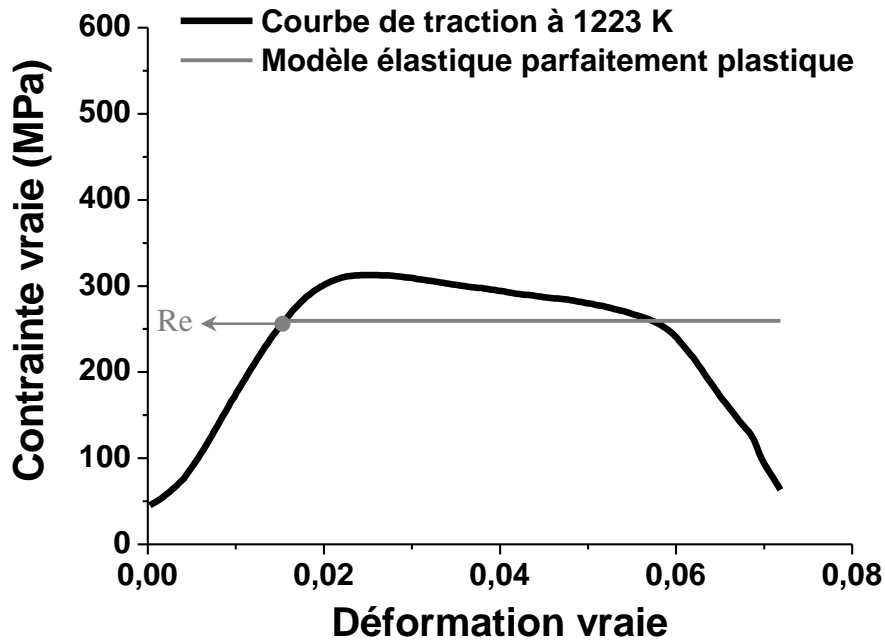


Figure 133 : Évolution de la contrainte vraie mesurée en fonction de la déformation vraie, à $T = 1223\text{ K}$. En gris, a été rajoutée la loi de comportement choisie.

1.3. Validation du modèle mécanique

Les lignes de fusion présentées au cours de la validation du modèle thermique sont considérées de nouveau. Les paramètres du procédé utilisés sont donnés dans le Tableau 8 (Chapitre III, paragraphe 1.3.2). Pour la simulation thermique, une dépendance du rendement en fonction de la vitesse et de la puissance nominale initiale avait été observée, permettant d'obtenir une taille de bain fondue simulée identique à celle mesurée (Figures 64 et 65). L'exemple de la ligne de fusion réalisée à $P=350\text{ W}$ et $V=400\text{ mm/min}$ est présenté sur la Figure 134. Après retour à température ambiante de la plaque, le sommet est tronçonné. La présence d'un gradient de contraintes résiduelles, au sein de l'échantillon, entraîne une relaxation de la partie découpée se traduisant par une courbure de cette dernière. La flèche est mesurée au centre de la partie découpée, à l'aide d'un logiciel d'analyse d'image (Image Tool).

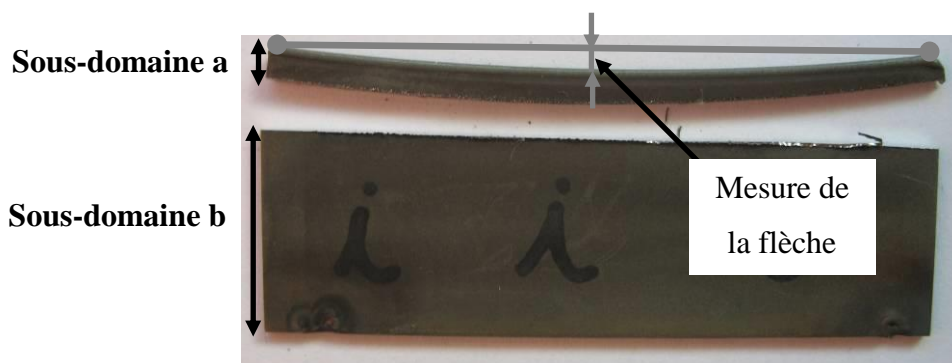


Figure 134 : *Exemple de courbure du sommet d'une plaque soumise à une ligne de fusion après retour à température ambiante et tronçonnage du sommet*
($P = 350 \text{ W}$, $V = 400 \text{ mm/min}$).

Pour la simulation thermomécanique, la géométrie de la plaque de dimensions $60 \text{ mm} \times 20 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ est divisée en deux sous-domaines « a » et « b » (Figure 135) correspondant aux deux sous-domaines de la Figure 134.

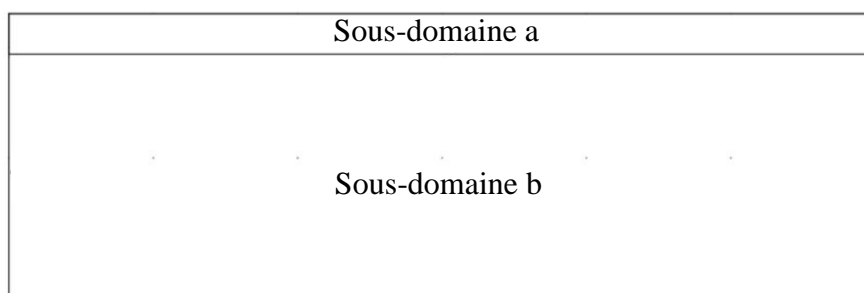


Figure 135 : *Géométrie pour la simulation thermomécanique de la ligne de fusion. Les sous-domaines « a » et « b » correspondent à ceux de la photographie de la Figure 134.*

La simulation thermomécanique de la ligne de fusion est présentée sur la Figure 136. Une plastification de la matière est observée avec apparition de contraintes résiduelles internes au refroidissement. Le sommet de la plaque est en état de contraintes résiduelles horizontales de traction (code couleur blanc). Un très fort gradient de contraintes est observé sur quelques millimètres lorsque l'on s'éloigne du sommet de la plaque. Sur la figure 136, les contraintes de traction observées en sommet de plaque (code couleur blanc), de l'ordre de 1,1 GPa, chutent à -650 MPa (code couleur noir) quatre millimètres sous la surface. Ce résultat numérique est à rapprocher du résultat expérimental présenté sur la Figure 128 où un très fort gradient de contraintes a été observé au sein du rechargement avec des contraintes résiduelles

de traction très supérieures à la limite d'élasticité en sommet de plaque qui chutent, en quelques millimètres, pour atteindre des valeurs de contraintes de compression de l'ordre de -300 MPa sous la zone en traction.

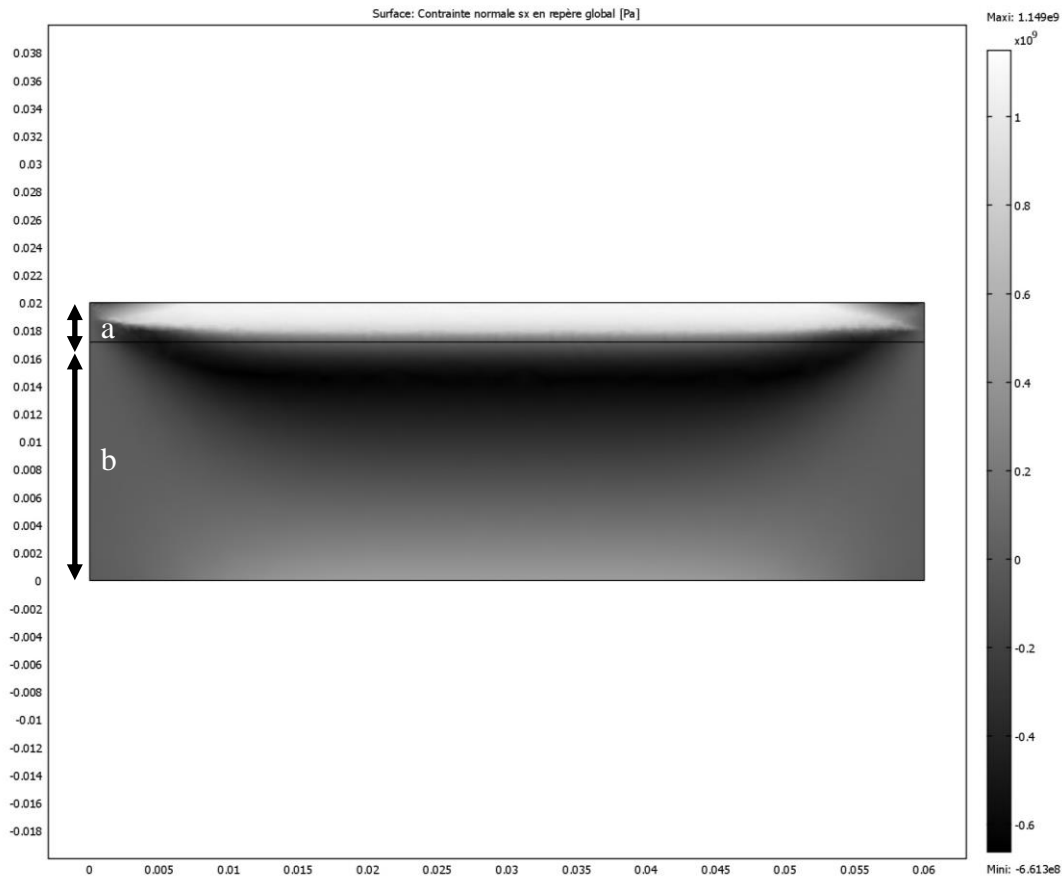


Figure 136 : Exemple de résultat de la simulation thermomécanique en configuration ligne de fusion.

La relaxation élastique du sous-domaine « a » lors du tronçonnage ultérieur est simulée en « annulant » le module d'Young de la partie basse de la plaque (« b »). Il n'y a alors plus de résistance de la partie basse de la plaque, ce qui autorise le sommet à se déformer sous l'effet du gradient de contraintes. Sur la Figure 137, les frontières de la géométrie initiale de la plaque sont affichées avec la déformée du sommet de la plaque.

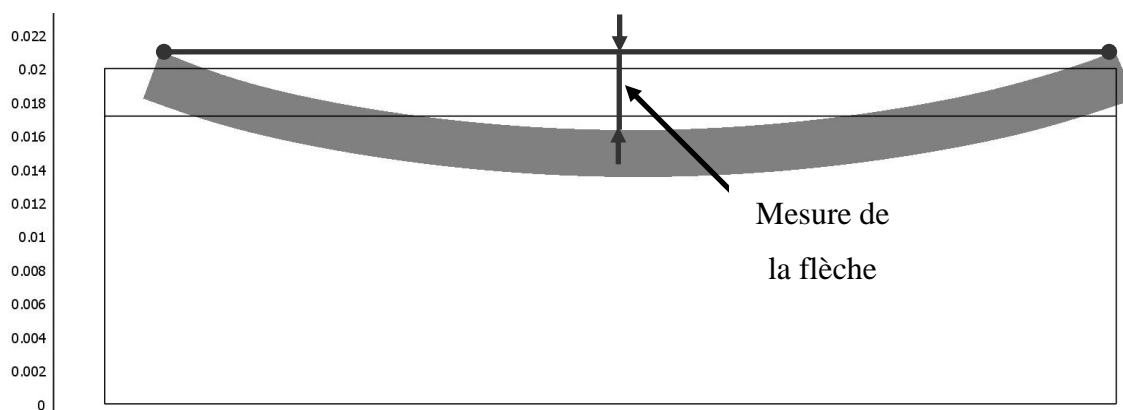


Figure 137 : Visualisation de la relaxation du sous-domaine « a » au sommet de la plaque (facteur d'échelle : 5).

Une validation indirecte du modèle thermomécanique a été choisie. En effet, elle ne porte pas sur les valeurs numériques calculées puisque ces dernières sont très difficiles à déterminer expérimentalement, même si plusieurs techniques de quantification des contraintes résiduelles existent : méthode de la complaisance précédemment détaillée ou méthode des rayons X. Quelques remarques peuvent être faites sur ces deux techniques. La première donne des valeurs trop élevées en sommet de plaque. Par contre, elle semble fournir une très bonne résolution spatiale puisque qu'un gradient de contrainte est clairement mis en évidence. La deuxième technique possède le gros désavantage d'avoir une mauvaise résolution spatiale puisque très peu de mesures peuvent être réalisées sur une hauteur de 5 mm. Dans notre cas, nous avons décidé d'étudier la capacité du modèle à reproduire les flèches mesurées après tronçonnage du sommet des plaques ayant subi une ligne de fusion. Rappelons que la fissuration des couches de rechargement intervient en sommet de plaque, là où l'essentiel de l'état de contraintes résiduelles est observé expérimentalement et numériquement. Ainsi, si le modèle de simulation thermomécanique est capable de reproduire la flèche mesurée, alors l'état de contrainte au sein du matériau, en sommet de plaque, a une forte probabilité d'être correct. Pour tous les essais de lignes de fusion du Tableau 8 (Chapitre III, paragraphe 1.3.2), la hauteur découpée est mesurée puis la courbure du sommet est simulée à l'aide de Comsol™. La flèche mesurée est tracée en fonction de la flèche simulée. Les résultats sont donnés sur la Figure 138.

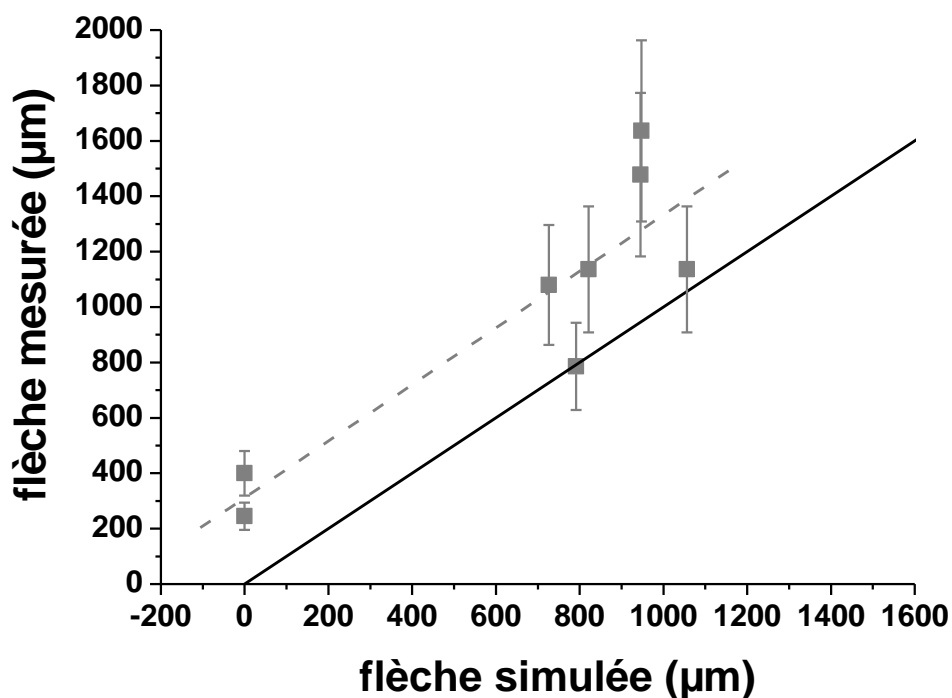


Figure 138 : Représentation de la flèche mesurée en fonction de la flèche simulée pour tous les essais de lignes de fusion

Une bonne concordance est obtenue entre mesures et simulations, avec toutefois un décalage qui peut s'expliquer de la façon suivante. Une erreur est faite sur la forme du cordon. En effet, il a été observé que suivant les paramètres puissance et vitesse du procédé, l'épaisseur du cordon variait. Le rapport P/V est relié à l'énergie déposée par unité de longueur. Pour les fortes vitesses et les faibles puissances, les énergies déposées sont faibles, entraînant des épaisseurs de cordons inférieures au millimètre. Le cas extrême est la non-fusion du substrat. Pour les faibles vitesses et les fortes puissances du laser, les énergies déposées sont grandes, entraînant des épaisseurs de cordons dépassant le millimètre. Suivant les paramètres P et V utilisés, il peut alors exister une différence d'épaisseur assez importante (50-100%) entre le cordon et la plaque, modifiant la mise en place des contraintes résiduelles au refroidissement. La simplification conduisant à considérer une épaisseur de cordon constante voisine de l'épaisseur de la plaque (1 mm), quels que soient les paramètres P et V , entraîne probablement un écart entre simulations et mesures de la flèche.

En conclusion, une validation indirecte du modèle thermomécanique a été choisie au travers de la simulation de la relaxation, après découpe, du sommet d'une plaque soumise à une ligne de fusion. Il apparaît, d'après les résultats obtenus, que le modèle thermo-mécanique permet

de simuler de façon correcte le champ de contraintes résiduelles au sein du sommet de la plaque puisque un bon accord est observé entre flèches mesurées et flèches simulées.

Nous avons expliqué, précédemment, que la méthode de la complaisance est une méthode de mesure des contraintes résiduelles possédant une très bonne résolution spatiale. Le cas de la plaque de dimensions $75 \text{ mm} \times 45 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$, rechargée avec les conditions opératoires $P = 175 \text{ W}$, $V = 175 \text{ mm/min}$, qui a été présenté au cours du chapitre IV, paragraphe 1.1, est considéré. Une simulation thermomécanique en configuration ligne de fusion est réalisée. L'évolution des contraintes résiduelles en fonction de la position à partir du sommet de la plaque est tracée en noir sur la Figure 139. En gris, est ajoutée la courbe expérimentale mesurée. Il est important de préciser que la courbe expérimentale correspond au procédé multi-passes (rechargement de 6 mm). Il existe une différence sur la valeur de contrainte de traction atteinte en sommet de plaque qui peut s'expliquer soit par une erreur de mesure pour les très faibles découpes ($< 0,5 \text{ mm}$) soit par un effet multi-passes du procédé. Par contre, un très bon accord, en ce qui concerne les valeurs et les gradients de contraintes résiduelles, est obtenu entre courbe expérimentale et simulation au-delà du premier millimètre. En résumé, le modèle thermomécanique prédit une répartition spatiale des contraintes ainsi que des valeurs de contraintes qui sont en très bon accord avec celles mesurées expérimentalement. En conclusion, considérer le cas de lignes de fusion pour évaluer les contraintes résiduelles au sein d'une plaque soumise au procédé de rechargement laser ne semble pas être une simplification abusive.

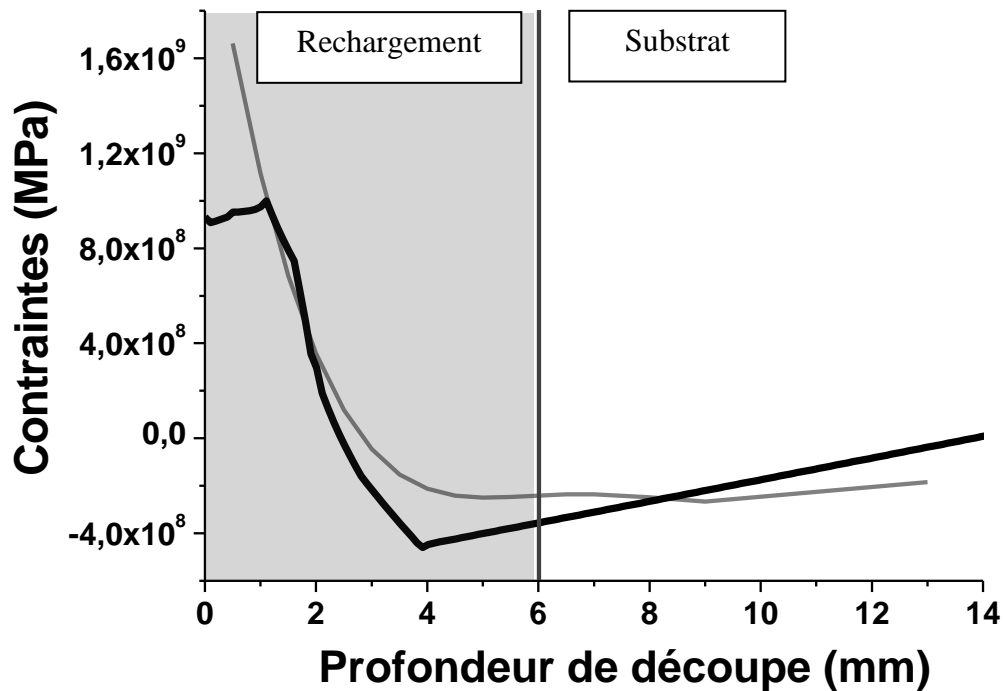


Figure 139 : Comparaison des évolutions de la contrainte horizontale σ_x mesurée (en gris) et simulée (en noir) en fonction de la profondeur, à partir du sommet du rechargement.

2. ÉTUDE PARAMÉTRIQUE DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES

L'objectif de la modélisation thermomécanique, en configuration lignes de fusion, est de dégager des tendances claires afin de proposer une éventuelle solution au problème de la fissuration des couches de rechargement. La validation du modèle thermomécanique étant effectuée, une étude paramétrique de la puissance et de la vitesse du laser est donc réalisée dans le but d'observer leurs influences respectives sur le calcul des contraintes et des déformations générées par le procédé de rechargement laser.

L'effet de la puissance du laser pour une vitesse constante ($V = 400$ mm/min) est étudié dans un premier temps. Deux puissances de laser, de 150 W et 400 W, conduisant à deux tailles de bain fondu différentes, respectivement de 324 μm et 950 μm , sont fixées. L'évolution des contraintes résiduelles dans la direction horizontale, σ_x , est suivie au milieu de la plaque à partir du sommet, sur une profondeur de 5 mm (Figure 140).

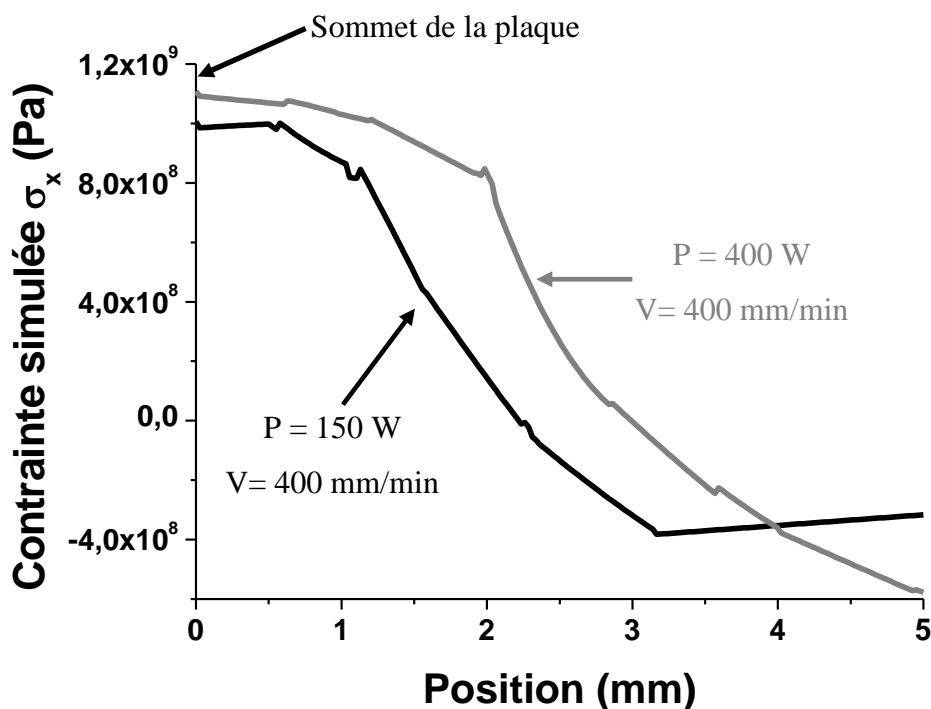


Figure 140 : Évolution des contraintes résiduelles pour deux puissances du laser, à vitesse constante. Résultats extraits au milieu de la plaque et tracés sur une distance de 5 mm à partir du sommet.

Comme cela a été montré au cours du paragraphe précédent, le procédé de rechargement laser conduit à un état de contraintes résiduelles de traction dans la direction x , σ_x , en sommet de plaque. Le gradient de contraintes est fort puisqu'elles s'annulent quelques millimètres sous la surface (Figure 140). À vitesse du laser constante, augmenter la puissance du laser entraîne une augmentation de l'énergie déposée par unité de longueur et donc une augmentation de la taille du bain fondu. Il apparaît que plus la puissance du laser augmente, plus la zone de contraintes résiduelles de traction est profonde. De plus, une valeur des contraintes résiduelles de traction plus élevée est observée, au sommet de la plaque, quand la puissance du laser augmente. La déformation plastique dans la direction horizontale, ε_{px} , générée par le procédé de rechargement laser, est quant à elle tracée sur la Figure 141 en fonction de la distance au sommet, sur les trois premiers millimètres sous la surface.

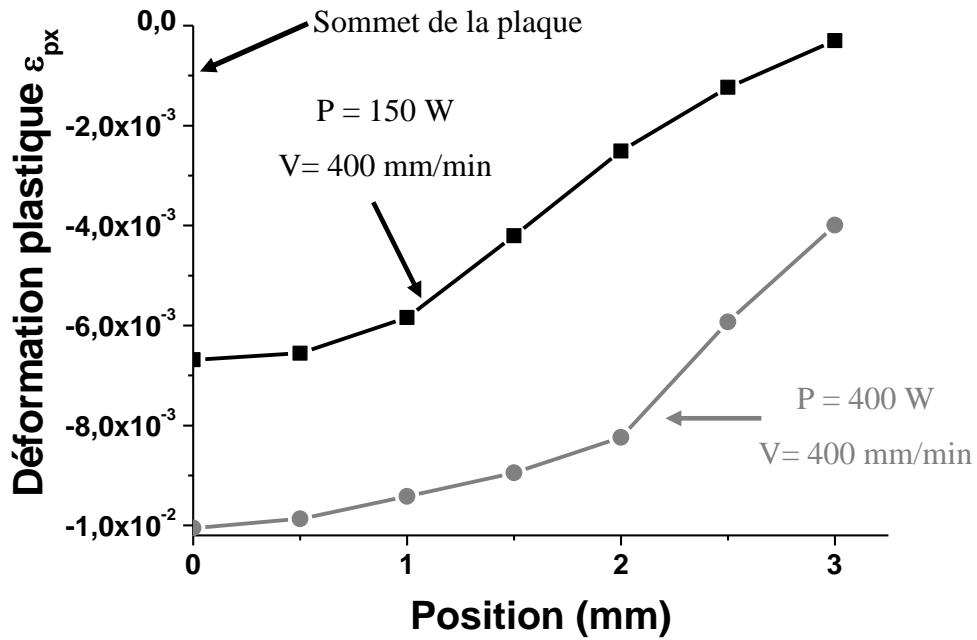


Figure 141 : Évolution de la déformation plastique générée par le procédé de rechargement pour deux puissances du laser, à vitesse constante. Résultats extraits au milieu de la plaque et tracés sur une distance de 3 mm à partir du sommet.

En sommet de plaque, des déformations plastiques ϵ_{px} négatives sont présentes. Les valeurs absolues de la déformation plastique augmentent avec la puissance du laser. Il est aussi intéressant de tracer l'évolution de la déformation plastique généralisée ϵ_p en fonction de la distance au sommet. Cette grandeur physique représente la quantité de déformation plastique générée. Elle est reliée à la quantité de dislocations créée ainsi qu'à leurs déplacements.

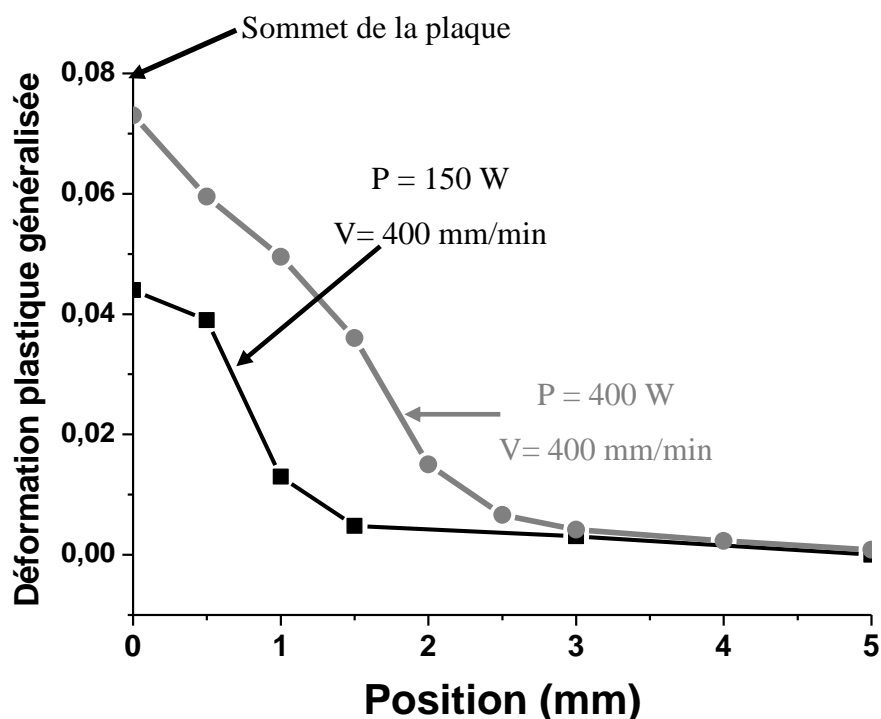


Figure 142 : Évolution de la déformation plastique généralisée générée par le procédé de rechargement pour deux puissances du laser, à vitesse constante. Résultats extraits au milieu de la plaque et tracés sur une distance de 5 mm à partir du sommet.

Comme dans le cas des contraintes résiduelles et de la déformation plastique ε_{px} , une augmentation de la déformation plastique généralisée ε_p est observée, à vitesse constante, avec l'élévation de la puissance du laser. En résumé, le modèle thermomécanique prédit, à vitesse constante, une augmentation des contraintes résiduelles de traction, une augmentation de la déformation plastique générée dans la direction horizontale ε_{px} et une augmentation de la déformation plastique généralisée ε_p quand la puissance du laser augmente.

L'effet de la vitesse du laser pour une puissance nominale du laser de 150 W est étudié ci-après. Deux simulations ont été réalisées avec des vitesses de 100 mm/min et 400 mm/min. Les résultats, en termes de contraintes résiduelles et de déformations plastiques dans la direction horizontale, sont présentés sur les Figures 143 et 144.

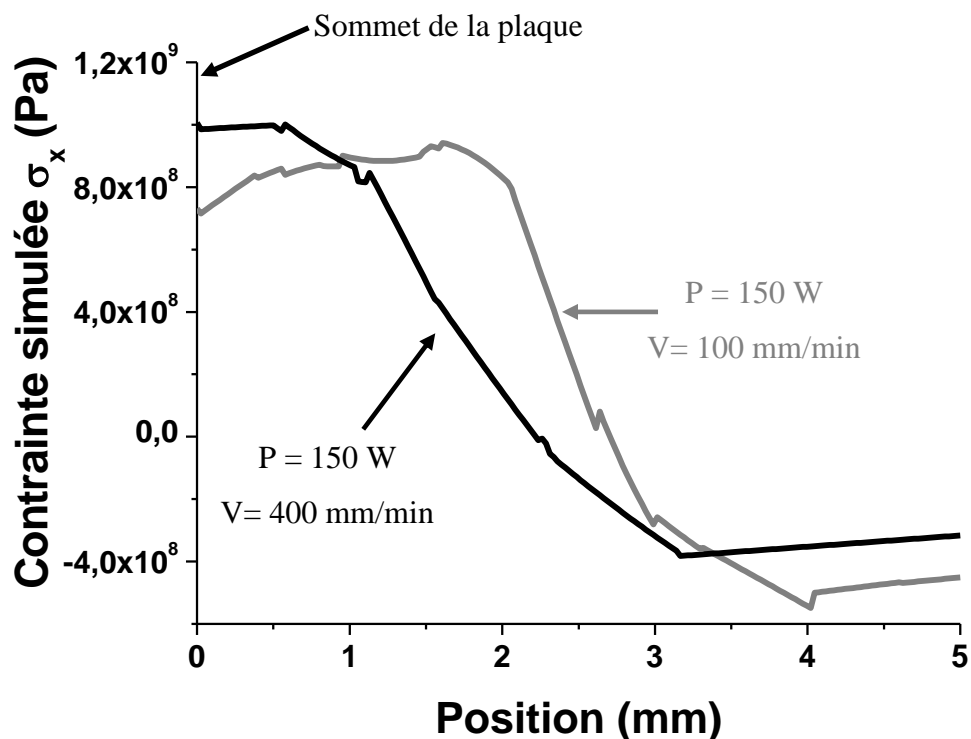


Figure 143 : Évolution des contraintes résiduelles pour deux couples (P, V) , à puissance constante. Résultats extraits au milieu de la plaque et tracés sur une distance de 5 mm à partir du sommet.

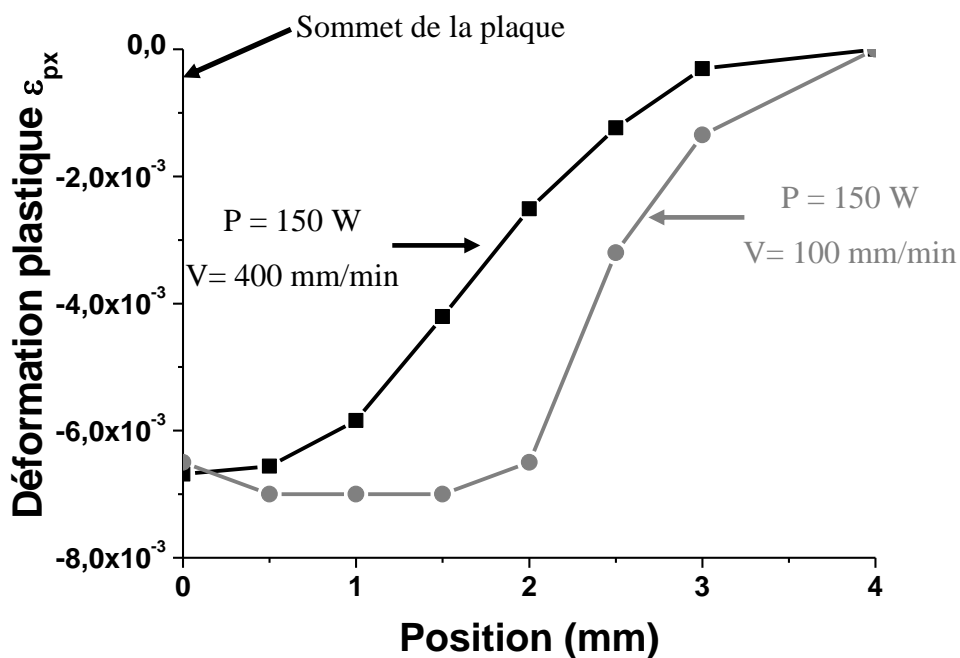


Figure 144 : Évolution de la déformation plastique horizontale, ϵ_{px} , générée par le procédé de rechargement pour deux vitesses du laser, à puissance constante. Résultats extraits au milieu de la plaque et tracés sur une distance de 4 mm à partir du sommet.

À puissance du laser constante, diminuer la vitesse du laser entraîne une augmentation de l'énergie déposée par unité de longueur et donc une augmentation de la taille du bain fondu. Comme cela a été observé précédemment, l'augmentation de la taille de bain fondu s'accompagne d'une zone de contraintes résiduelles de traction plus grande. De nouveau, un très fort gradient de contraintes résiduelles est prédit. Une augmentation de la valeur des contraintes résiduelles de l'ordre de 300 MPa est observée en sommet de plaque lorsque la vitesse est augmentée. Toutefois, en termes de valeurs maximales atteintes, l'augmentation n'est seulement que de 100 MPa (Figure 143). À puissance du laser constante, l'augmentation de la vitesse du laser semble entraîner une légère baisse de la valeur maximale atteinte de la déformation plastique dans la direction horizontale ε_{px} . L'augmentation de l'énergie déposée par unité de longueur de cordon, due à la diminution de la vitesse du laser, est associée à une augmentation de la taille de la zone où, en valeur absolue, les valeurs maximales de déformations plastiques ε_{px} sont prédites. L'évolution de la déformation plastique généralisée ε_p dépend quant à elle fortement de la vitesse du laser (Figure 145). Une forte augmentation de la déformation plastique généralisée est observée quand la vitesse du laser augmente.

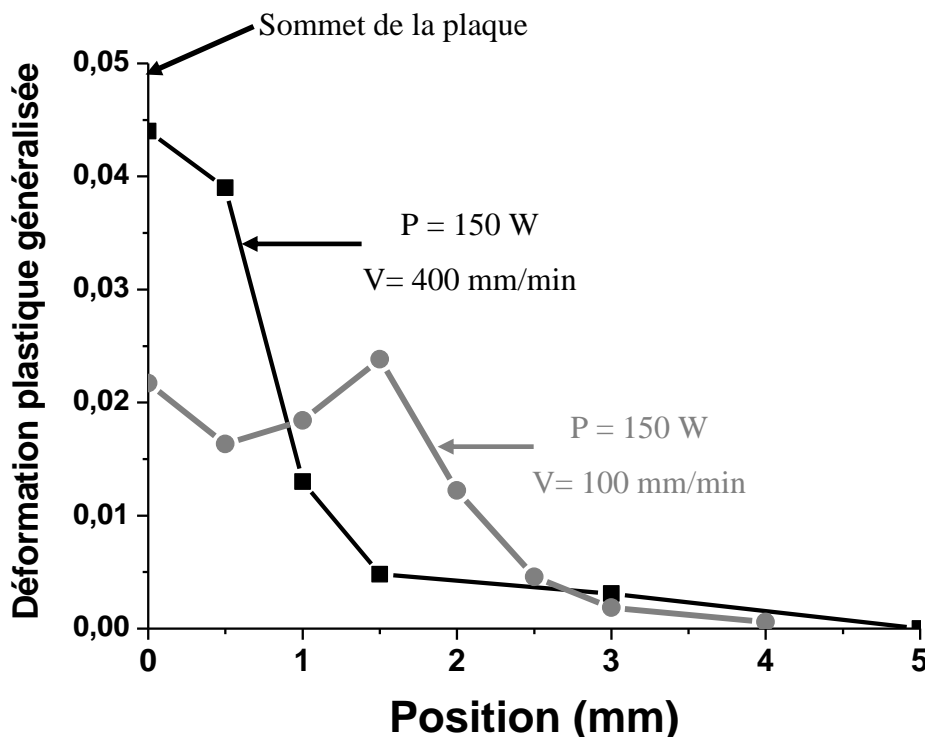


Figure 145 : Évolution de la déformation plastique généralisée ε_p générée par le procédé de rechargement pour deux vitesses du laser, à puissance constante. Résultats extraits au milieu de la plaque et tracés sur une distance de 5 mm à partir du sommet.

De manière générale, dans le cas des procédés de soudage, l'énergie déposée par unité de longueur de cordon (P/V) est un paramètre important. Dans notre cas, l'énergie apportée par le laser a deux fonctions principales : faire fondre la poudre et réaliser une légère fusion du substrat afin d'obtenir une bonne interpénétration des couches déposées et ainsi une bonne tenue mécanique de l'ensemble. La gamme de paramètres potentiellement exploitable pour la réparation est très grande puisque des énergies déposées similaires peuvent être obtenues avec des couples (P,V) très différents. Dans ce but, quatre couples puissance/vitesse ont été choisis afin de comparer des essais de ligne de fusion avec une taille de bain fondu constante de $900\ \mu\text{m}$: (185 W, 100 mm/min) (250 W, 200 mm/min) (400 W, 400 mm/min) (600 W, 800 mm/min). Toutefois, il est important de souligner que travailler à taille de bain fondu constante ne signifie pas travailler à P/V constant. Dans un premier temps, l'évolution des contraintes résiduelles dans la direction horizontale, σ_x , est suivie au milieu de la plaque à partir du sommet sur 5 mm (Figure 146).

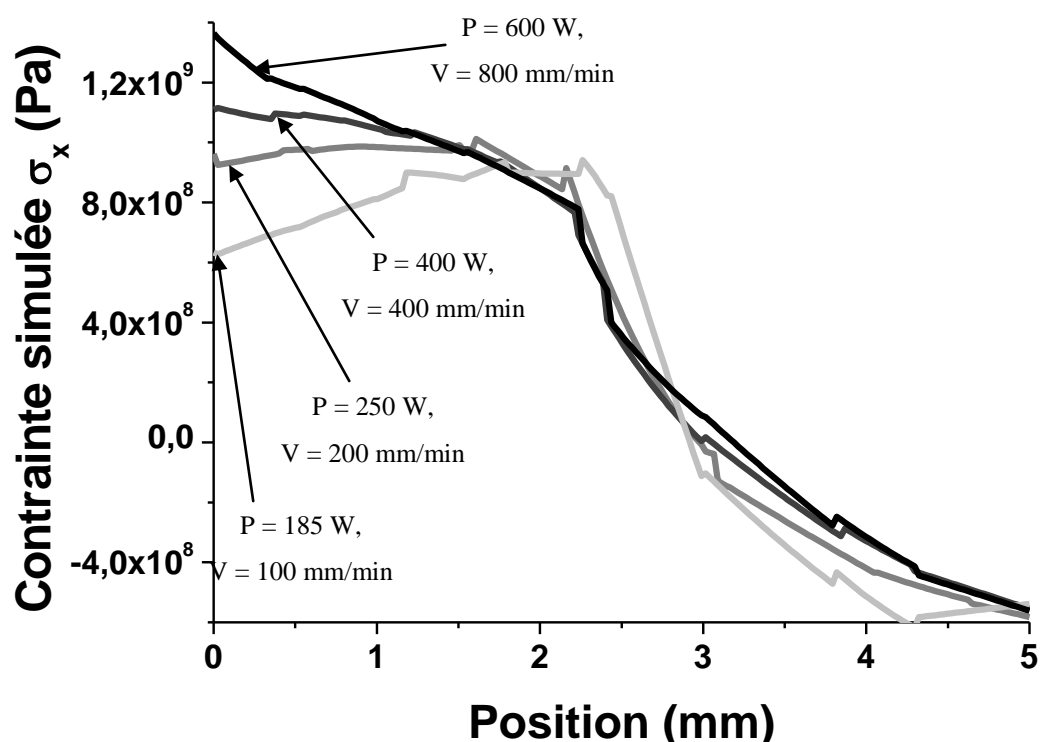


Figure 146 : Évolution des contraintes résiduelles pour quatre couples (P,V) à taille de bain fondu constante. Résultats extraits au milieu de la plaque et tracés sur une distance de 5 mm à partir du sommet.

Comme nous l'avons vu précédemment, la taille de la zone en traction dépend des paramètres puissance et vitesse utilisés. Il s'avère en fait d'après la Figure 146, qu'à taille de bain fondu

constante, la taille de la zone en traction est presque constante. En sommet de plaque, la valeur maximale de contrainte de traction atteinte dépend des couples (P,V) mis en jeu. La Figure 147 représente l'évolution de la contrainte de traction au sommet de la plaque en fonction de la vitesse du laser pour les simulations réalisées à taille de bain fondu constante.

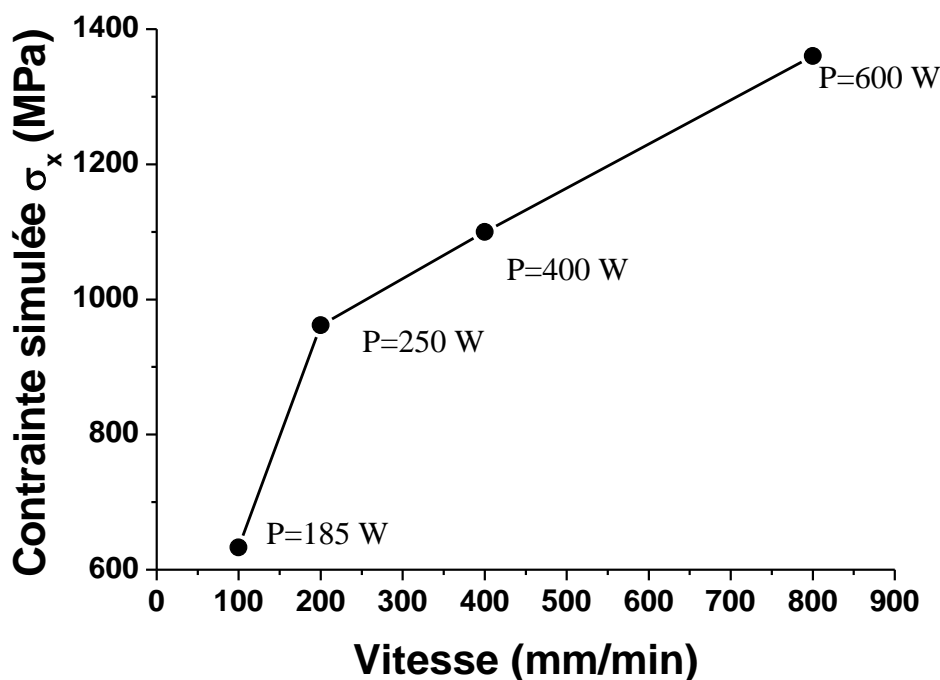


Figure 147 : Évolution de la contrainte résiduelle atteinte au sommet de la plaque en fonction de la vitesse du laser pour une taille de bain fondu constante.

La simulation thermomécanique du procédé en configuration ligne de fusion montre une augmentation importante des contraintes résiduelles de traction quand la vitesse et la puissance du laser augmentent simultanément. Pour les vitesses supérieures à 200 mm/min, des contraintes de traction supérieures voire très supérieures à la limite d'élasticité du matériau (750 MPa) sont prédites. Il existe donc une forte influence du procédé de rechargement sur l'état de contrainte au sein de la plaque. La déformation plastique dans la direction horizontale ϵ_{px} générée par le procédé de rechargement laser est représentée sur la Figure 148 pour les quatre couples (P,V) conduisant à une même taille de bain fondu. Les résultats sont extraits au milieu de la plaque et tracés à partir du sommet de la plaque. Comme précédemment, en sommet de plaque, des déformations plastiques négatives sont simulées. Les valeurs de déformation plastique augmentent fortement, en valeur absolue, avec la puissance et la vitesse du laser.

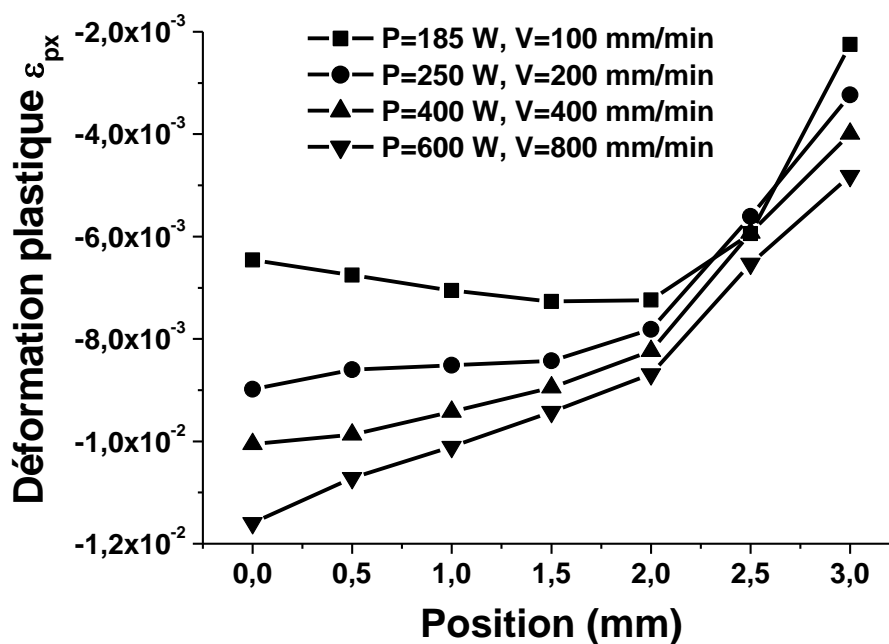


Figure 148 : Évolution de la déformation plastique horizontale générée par le procédé de rechargement pour quatre couples (P, V) , à taille de bain fondu constante. Résultats extraits au milieu de la plaque et tracés sur une distance de 3 mm à partir du sommet.

Enfin, l'évolution de la déformation plastique généralisée ε_p est tracée en fonction de la distance au sommet sur 5 mm (Figure 149). Comme dans le cas des contraintes résiduelles σ_x et de la déformation plastique ε_{px} , une augmentation de la déformation plastique généralisée ε_p est observée, à taille de bain fondu constante, quand les paramètres puissance et vitesse sont augmentés. En résumé, le modèle thermomécanique prédit, à taille de bain fondu constante, une augmentation très marquée des contraintes résiduelles de traction σ_x , de la déformation plastique générée dans la direction horizontale ε_{px} et de la déformation plastique généralisée ε_p .

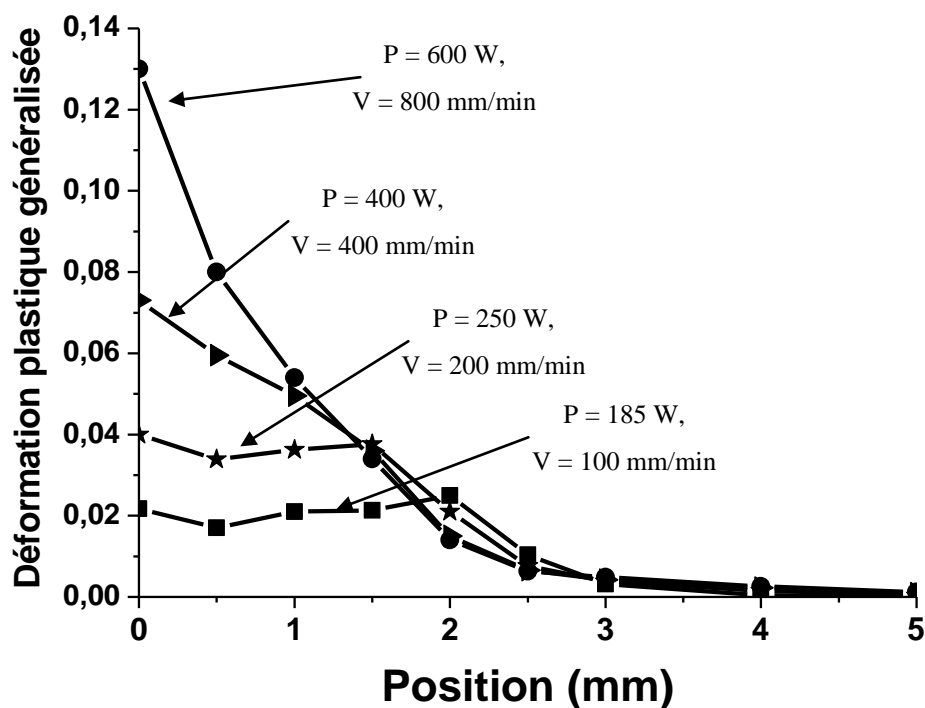


Figure 149 : Évolution de la déformation plastique généralisée générée par le procédé de rechargement pour quatre couples (P,V), à taille de bain fondu constante. Résultats extraits au milieu de la plaque et tracés sur une distance de 5 mm à partir du sommet.

3. SOLUTIONS ENVISAGÉES ET DOMAINE DE PARAMÈTRES EXPLOITABLES

L'étude paramétrique détaillée ci-dessus a permis de dégager des tendances quant à l'évolution des contraintes et déformations en fonction des paramètres du procédé. Ces résultats vont être mis à profit pour essayer de déterminer une plage de paramètres exploitables permettant la réparation des aubes de turbine sans fissure. L'ensemble des résultats des essais préliminaires de rechargement laser, effectués par SNECMA SERVICES, est présenté sur la Figure 150 dans un graphique vitesse/puissance. Une fissuration systématique des couches de rechargement laser, quels que soient les paramètres du procédé utilisés, est mise en évidence.

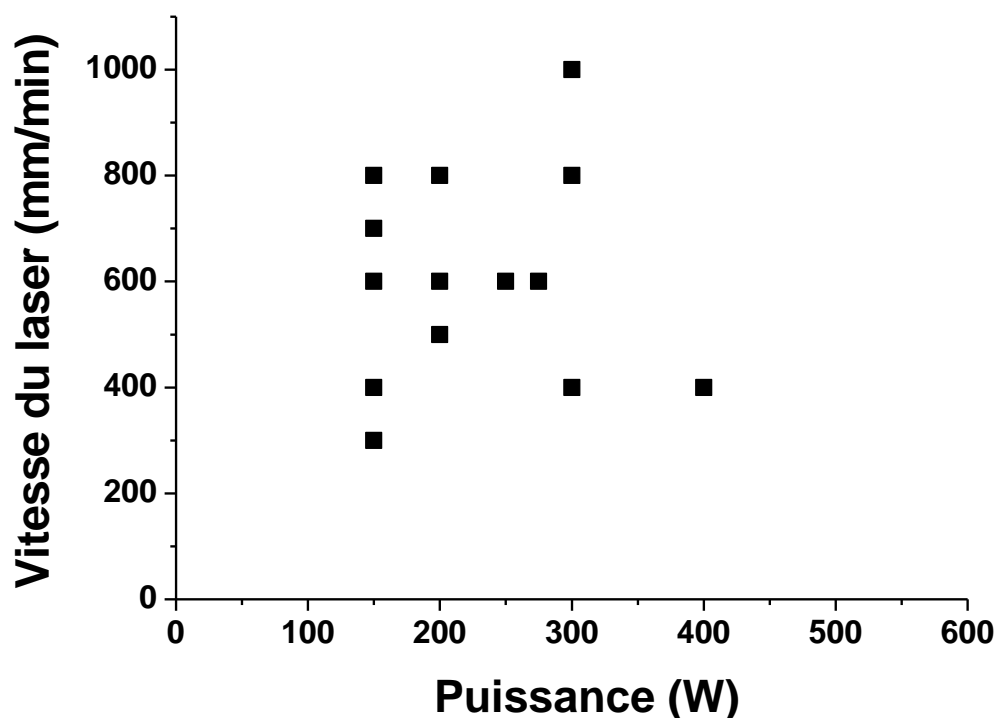


Figure 150 : *Présentation des résultats des essais préliminaires de rechargement laser effectués par SNECMA SERVICES.*

La notion d'énergie déposée, exposée au cours du paragraphe précédent, permet de définir deux zones inutilisables pour la réparation :

- les fortes valeurs de P/V correspondant à des vitesses du laser faibles et des puissances élevées : la pièce est détériorée car elle ne peut pas évacuer par conduction la quantité importante d'énergie apportée par la source de chaleur,
- les faibles valeurs de P/V correspondant à des vitesses élevées du laser et des puissances faibles : la quantité d'énergie apportée à la pièce n'est pas suffisante soit pour fondre la pièce soit pour fondre la poudre. On parle alors de collage.

Afin d'éviter les problèmes de collage ou de détérioration des plaquettes avec des valeurs d'énergie déposées trop fortes, initialement, le choix a été fait de travailler avec des valeurs d'énergie déposée P/V voisines de celles utilisées pour les essais préliminaires. Les tendances dégagées au cours de l'étude paramétrique ont conduit à se déplacer vers le domaine des faibles puissances et des faibles vitesses, respectivement inférieures à 200 W et 150 mm/min, c'est-à-dire à nous déplacer en biais dans un graphique vitesse/puissance. Le but était, tout d'abord, d'observer si des rechargements pouvaient être réalisés dans ces conditions. Une fois cette vérification faite, une partie importante du domaine en question a été exploré puis les

rechargements ont été étudiés afin d'observer une éventuelle fissuration des couches de rechargement. Les résultats sont présentés sur la Figure 151.

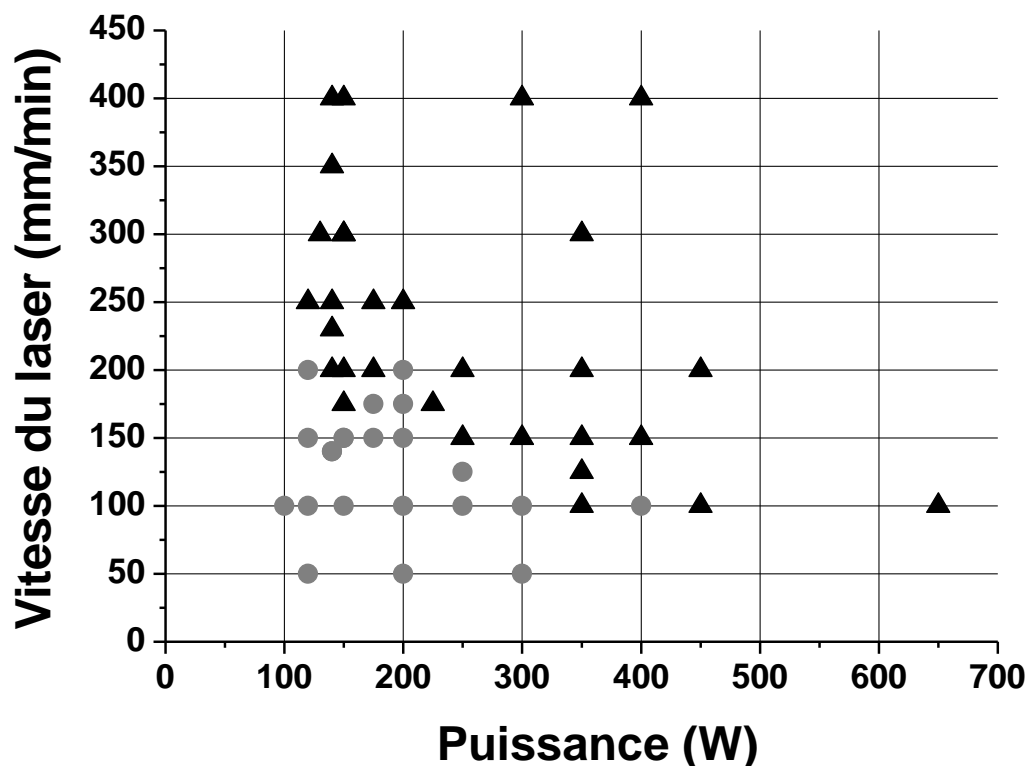


Figure 151 : Présentation de l'ensemble des essais de rechargement laser réalisés.

Représentation dans un diagramme vitesse du laser en fonction de la puissance. Ronds gris (●), essais non fissurés. Triangles noirs (▲), essais fissurés.

En noir sont représentés les essais fissurés et en gris les essais non fissurés. Il apparaît clairement que des essais de rechargement non fissurés possédant une hauteur supérieure à 5 mm peuvent être réalisés, à la condition d'opérer à des faibles vitesses et faibles puissances du laser. En résumé, les tendances dégagées dans le paragraphe précédent semblent être confirmées expérimentalement. Une diminution de l'état de contraintes résiduelles suivant x , ainsi qu'une diminution des déformations plastiques suivant x et des déformations plastiques généralisées, sont une explication probable à la non-fissuration des couches de rechargement pour ces conditions opératoires. Il est important de rappeler que bien que nous travaillions à des puissances faibles et des vitesses faibles, les énergies déposées restent similaires à celles utilisées initialement lors des essais préliminaires. Cela est un gage d'une bonne interpénétration des couches entre elles et donc d'une bonne tenue mécanique des couches déposées. Le fait de diminuer la puissance et la vitesse du laser n'altère en aucune manière la

qualité des rechargements. Il y a effectivement soudage des différentes couches entre elles et non collage comme on aurait pu le craindre en diminuant fortement la puissance du laser. Afin d'illustrer ce fait, des macrographies de l'essai réalisé dans les conditions opératoires $P=140\text{ W}$ et $V=140\text{ mm.min}^{-1}$ sont présentées sur la figure 152.

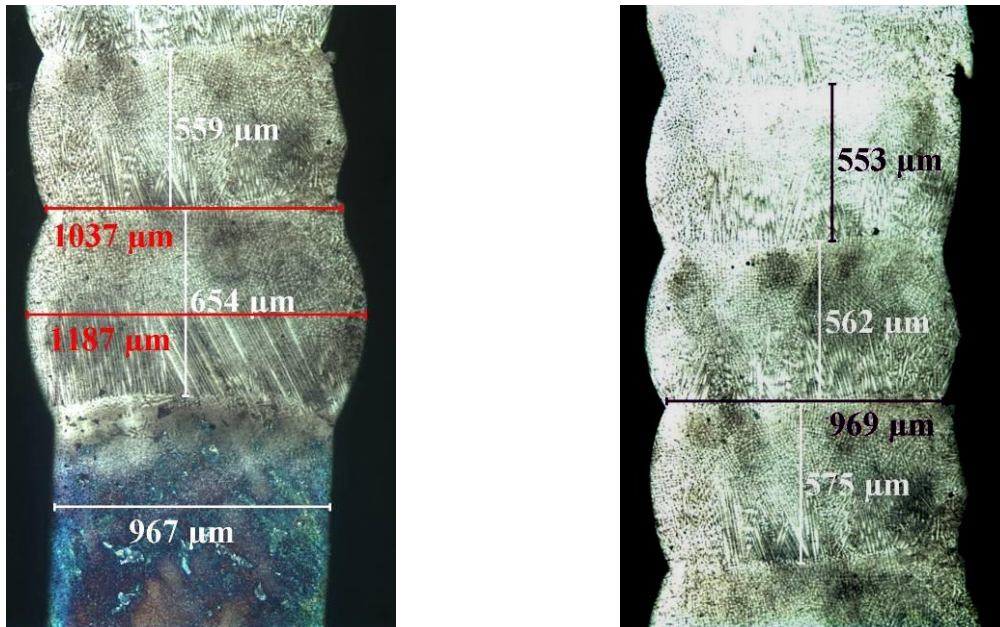


Figure 152 : Macrographies de l'essai réalisé dans les conditions opératoires $P=140\text{ W}$ et $V=140\text{ mm.min}^{-1}$.

L'observation de ces macrographies confirme bien le soudage des couches entre elles. Toutefois, le soudage des couches a tout de même été vérifié à l'aide d'essais de flexion trois points effectués sur des éprouvettes prélevées dans des rechargements réalisés avec les conditions opératoires suivantes : $P = 120\text{ W}$, $V = 150\text{ mm.min}^{-1}$. Le but est de tester la résistance à la rupture des couches soudées. Pour cela, les éprouvettes ont été prélevées verticalement dans le rechargement (Figure 153).

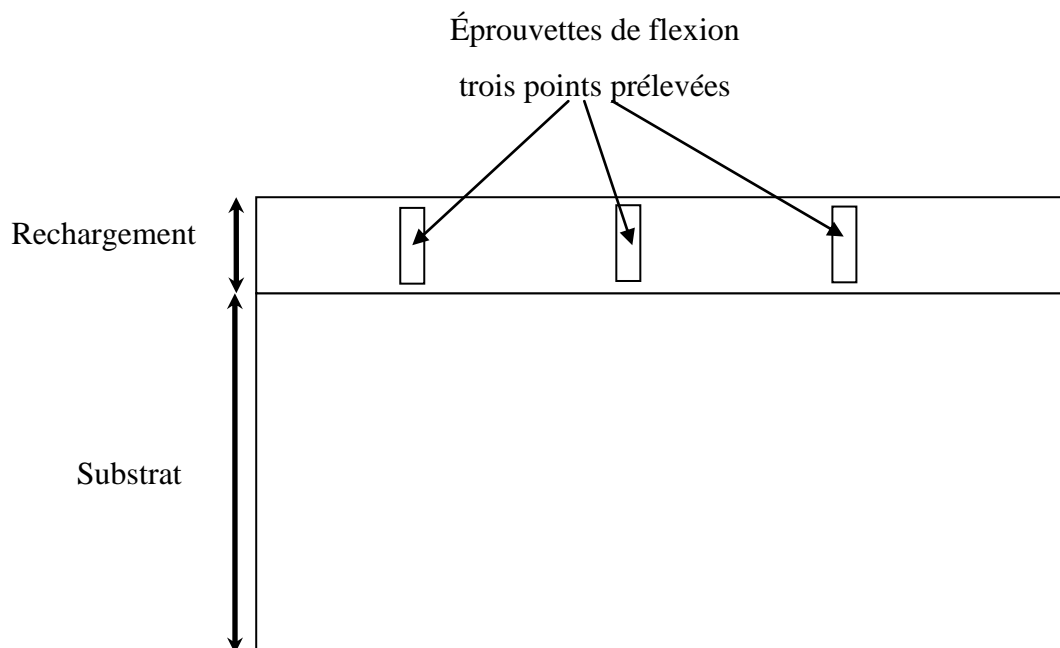
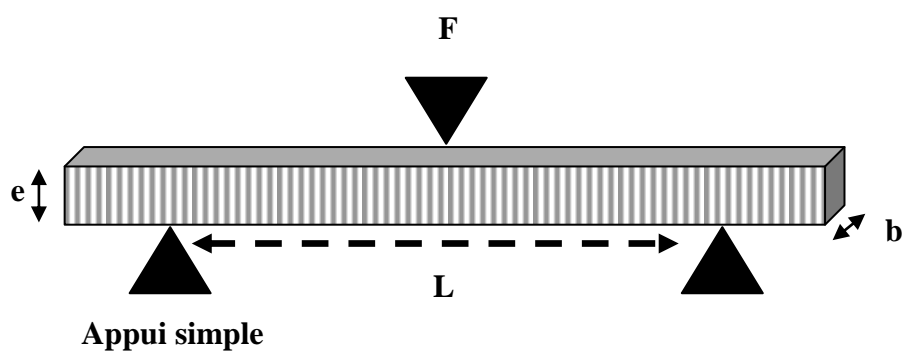


Figure 153 : Prélèvement des éprouvettes de flexion trois points au sein des rechargements.

La force appliquée pour le test de flexion trois points permet de tester la cohésion des couches entre elles.



$$\sigma_{\text{rupture}} = \frac{3FL}{2be^2}$$

Résultats	
Substrat	Rechargement
1,14 GPa	1,27 GPa

Figure 154 : Schéma de l'essai de flexion trois points avec les résultats de contrainte à la rupture pour le substrat et le rechargement.

Les résultats montrent que la contrainte à la rupture du rechargement est similaire à celle du substrat, mesurée dans les mêmes conditions (Figure 154).

Un ensemble de rechargements non fissurés a été obtenu, mais on voit sur la figure 151 que des essais fissurés et non-fissurés coexistent parfois pour des couples (P,V) semblables. La fissuration des couches de rechargement revêt donc vraisemblablement un caractère statistique qu'il conviendrait de quantifier. L'objectif serait alors de déterminer des courbes d'équiprobabilité de fissuration des couches de rechargement dans l'espace (P,V). Pour ce faire, les réseaux de neurones sont utilisés (Neuromat Model Manager™). Il s'agit d'un outil de régression non-linéaire à plusieurs variables basé sur des calculs mathématiques qui s'appuient sur l'étude de bases de données. Ce type d'outil mathématique a entre autres montré son efficacité en science des matériaux [Bhadeshia'99]. Dans notre cas, la base de données correspond à l'ensemble des essais de rechargement fissurés. Elle est entrée sous forme de trois colonnes : puissance, vitesse et caractère fissurant comme variable de sortie. Cette dernière se voit attribuer une valeur 1 en cas de fissuration et 0 en cas de non-fissuration. Ainsi pour toutes les puissances et vitesses comprises dans les valeurs limites de la base de données, le réseau de neurones retourne une valeur comprise entre 0 et 1 que l'on peut assimiler à une probabilité de fissuration [Ichikawa'96]. Elles apparaissent en traits pointillés sur la Figure 155. Une dépendance en puissance et en vitesse de la tendance à la fissuration est effectivement obtenue. Un domaine paramétrique à moins de 10% de probabilité de fissuration a été déterminé. De plus, l'exploration du domaine paramétrique des faibles puissances et des faibles vitesses a permis de délimiter les deux zones inutilisables pour la réparation définies précédemment (Figure 155).

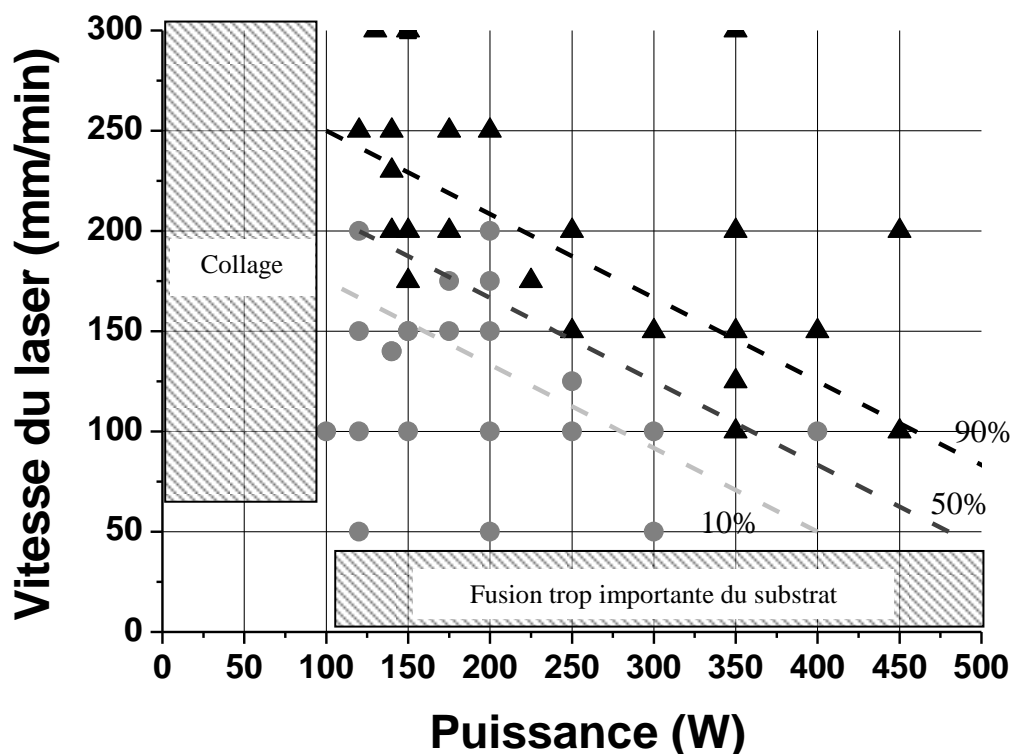


Figure 155 : Présentation de l'ensemble des essais de rechargement laser réalisés.

Représentation dans un diagramme vitesse du laser en fonction de la puissance. Ronds gris (●), essais non fissurés. Triangles noirs (▲), essais fissurés. En traits pointillés, équiprobabilités de fissuration des couches de rechargement.

Nous avons vu, au cours du premier chapitre, qu'une fois réparées les pièces subissaient une étape d'usinage afin d'obtenir les cotes spécifiées. Le même critère que celui demandé en SWET, à savoir une épaisseur de cordon de 1,5 mm avant usinage, est imposé. À vitesse constante, l'épaisseur des couches déposées dépend de la puissance du laser. Plus la puissance du laser est élevée, plus le cordon est épais. Les réseaux de neurones ont, de nouveau, été utilisés pour la prédiction des épaisseurs de cordon. La base de données était constituée, cette fois-ci, de la puissance du laser, de la vitesse du laser et de l'épaisseur mesurée des rechargements comme variable de sortie. Les réseaux de neurones sortent pour toutes les puissances et vitesses, comprises dans les valeurs limites de la base de données, une valeur d'épaisseur de rechargement. La courbe correspondant à une épaisseur de cordon de 1,5 mm est représentée en trait fin noir sur la Figure 156. Au final, un domaine paramétrique permettant la réalisation de rechargements non fissurés avec, d'une part, des cordons d'épaisseur supérieure à 1,5 mm et, d'autre part, une interpénétration correcte des couches déposées a été obtenue. Il est représenté sur la Figure 156.

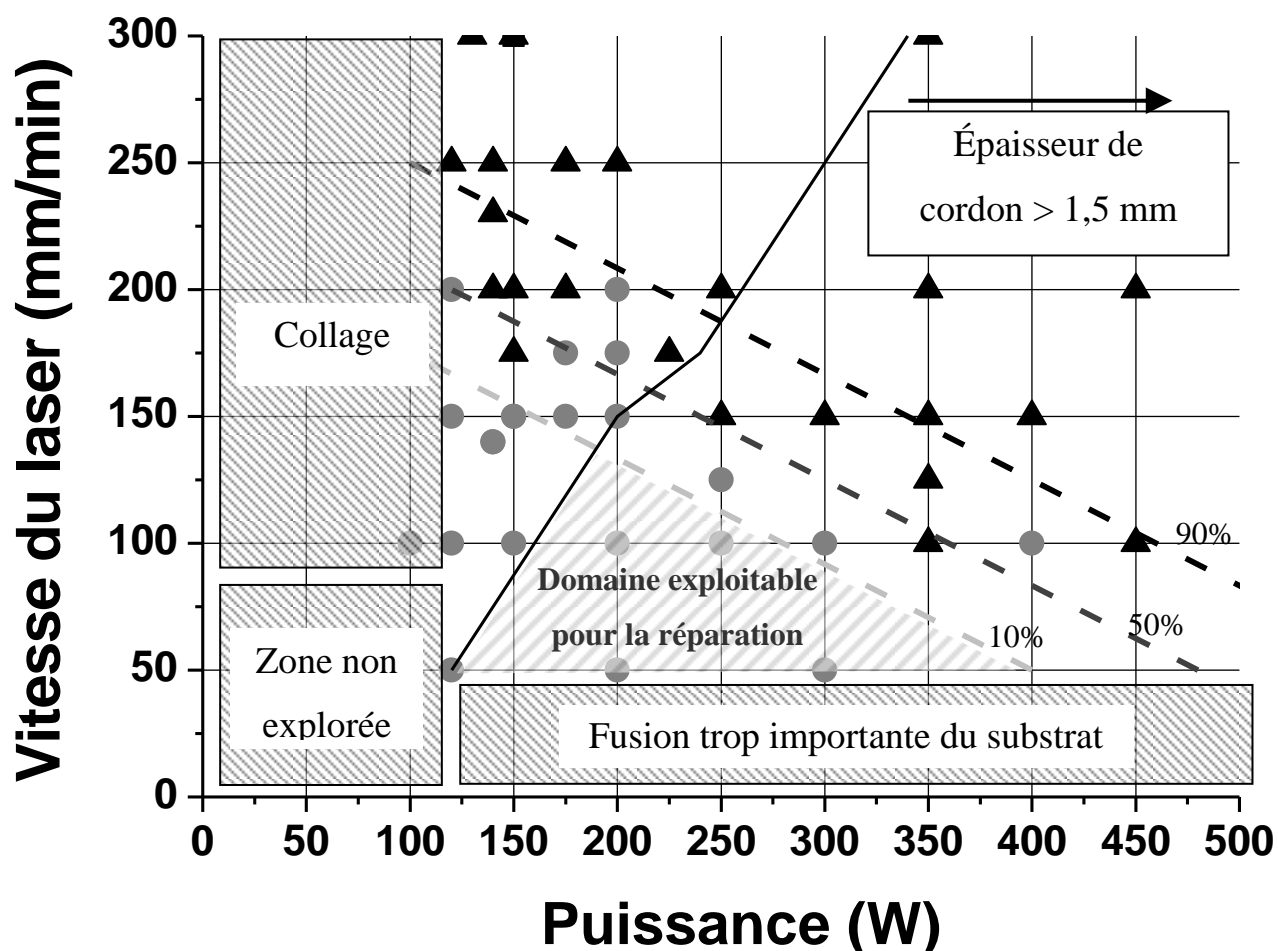


Figure 156 : Présentation de l'ensemble des essais de rechargement laser réalisés. Représentation dans un diagramme vitesse du laser en fonction de la puissance. Ronds gris (●), essais non fissurés. Triangles noirs (▲), essais fissurés. En traits pointillés, équiprobabilités de fissuration des couches de rechargement. En trait fin noir, courbe pour une épaisseur de cordon de 1,5 mm.

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Le procédé de rechargement laser est un procédé multi-passes utilisé pour la reconstruction de la géométrie de pièces métalliques coûteuses tels que les aubes de turbine en superalliage à base de nickel. Le procédé de type soudage conduit à une solidification dirigée de l'alliage avec une croissance plus ou moins verticale des dendrites. Au cours de la réparation, une fissuration de type interdendritique fragile des couches déposées est systématiquement observée. Une étude métallurgique et mécanique du procédé a été menée conjointement pour, d'une part, comprendre les origines de la fissuration et, d'autre part, proposer une solution au problème posé.

Tout d'abord, une modélisation thermique du procédé, couplée à une détection spatio-temporelle de la fissuration, à l'aide de la technique de l'émission acoustique, a permis d'estimer les gammes de température de propagation des fissures. Il semblerait que l'essentiel de la propagation intervienne pour des températures inférieures à 850°C. Cette observation est à corrélérer avec l'étude de la capacité de l'alliage René 142 à se déformer plastiquement, qui a révélé une perte importante de la ductilité pour des températures comprises entre 800 et 1000°C. Ce comportement, souvent observé dans les alliages à base de nickel, est généralement attribué à la ségrégation interfaciale du soufre. L'analyse chimique des surfaces de rupture a permis de confirmer la présence du soufre dans les interfaces du matériau et donc l'hypothèse d'un rôle du soufre dans le mécanisme de fissuration des couches de rechargement. Les techniques usuelles directes de mesure des ségrégations interfaciales montrent leurs limites lorsque l'on souhaite analyser des fissures intervenues en cours de procédé, à chaud. En effet, la spectroscopie d'électrons Auger, par exemple, nécessite des surfaces de ruptures propres, exemptes de toute pollution, généralement obtenues *in situ* au sein même du spectromètre. Une technique d'étude insensible à la contamination de surface (la microsonde de Castaing) a donc été utilisée pour la détection d'éventuelles ségrégations interfaciales de soluté(s). La technique étant traditionnellement dévolue à l'analyse quantitative volumique, elle a été adaptée afin d'analyser les surfaces de ruptures des échantillons fissurés au cours du procédé de rechargement. L'intérêt est de pouvoir s'affranchir totalement des problèmes de pollution et d'oxydation de la surface de rupture après ouverture de la fissure. La méthode de quantification est quant à elle indirecte puisque réside dans la comparaison entre mesures expérimentales effectuées et simulations de

l'interaction électrons/matière à l'aide de logiciels dédiés. Une ségrégation systématique de soufre a pu être mise en évidence quels que soient les paramètres du procédé (puissance et vitesse du laser) utilisés. Une simulation numérique de la ségrégation interfaciale de soufre par éléments finis, couplée au modèle thermique du rechargement laser, a été développée dans le but d'étudier le rôle des paramètres du procédé sur la quantité de soufre aux interfaces. Elle a permis de mettre en évidence que la ségrégation interfaciale du soufre ne pouvait pas être contrôlée à l'aide des paramètres du procédé. La simulation numérique révèle que les interfaces du matériau sont ségrégées pour toutes les conditions opératoires « classiques », c'est-à-dire les conditions opératoires pouvant être utilisées dans la pratique. En outre, la modification de la chimie de l'alliage n'a pas apporté de réponse au problème de la fissuration puisque les désulfurations entreprises au laboratoire ou auprès d'entreprises spécialisées ont échoué. De plus, l'ajout de phosphore pour empêcher la ségrégation du soufre en jouant sur une éventuelle compétition de sites de ségrégation entre les deux espèces n'a pas amélioré les conditions de rechargement. En résumé, une étude métallurgique complète de l'endommagement a montré que la fissuration des couches de rechargement trouvait son origine dans une ségrégation importante de soufre au niveau des interfaces.

Toutefois, la fissuration ne peut se produire que si les joints interdendritiques sont sollicités mécaniquement. Le chapitre IV traite donc des aspects mécaniques du rechargement laser. Un modèle numérique élastoplastique simple, de calcul de contraintes résiduelles, en configuration lignes de fusion, basé sur une simulation thermique validée par des mesures expérimentales a été développé. Il révèle, tout d'abord, la présence d'un état de contraintes résiduelles de traction en sommet de plaque, qui passe en compression quelques millimètres en-dessous. Un gradient très fort de contraintes résiduelles est donc simulé et confirmé expérimentalement à l'aide de la méthode de la complaisance. Il est important de préciser que la simulation thermomécanique est réalisée en configuration ligne de fusion alors que la mesure expérimentale du gradient de contrainte, à l'aide de la méthode de la complaisance, a été effectuée sur une plaque rechargée. Toutefois, pour un couple puissance/vitesse donné, la répartition spatiale simulée des contraintes résiduelles à partir du sommet de la plaque est en accord avec la mesure effectuée. La rupture interdendritique des couches de rechargement peut donc bien s'expliquer par la mise en place de contraintes résiduelles de traction perpendiculaires à des interfaces fragilisées par la ségrégation du soufre. En outre, la simulation numérique met en évidence un effet très marqué des paramètres puissance et vitesse du laser sur les contraintes résiduelles et la déformation plastique. Dans un graphique vitesse/puissance, à taille de bain fondu constante, le modèle de simulation numérique prédit

des contraintes et déformations plastiques plus faibles en valeurs absolues lorsque les paramètres puissance et vitesse sont diminués. Au final, les résultats de l'étude paramétrique ont conduit à explorer une fenêtre de paramètres P et V encore inusitée, aux basses puissances et basses vitesses du laser, permettant la réalisation de rechargements non fissurés.

Il est intéressant de revenir un instant sur l'aspect métallurgique du problème et notamment sur le modèle de ségrégation. En effet, ce dernier ne montre pas d'effet notable des paramètres du procédé sur la ségrégation interfaciale de soufre. Toutefois, l'évolution de la concentration surfacique en soufre en fonction de la vitesse du laser, tracée sur la Figure 157, à l'aide de l'ensemble des résultats obtenus en microsonde de Castaing (Tableaux 12 et 13, Chapitre III, paragraphes 3.1.2 et 3.1.3), donne un résultat surprenant. Une augmentation de la concentration surfacique en soufre est observée quand la vitesse du laser augmente. Cette relation ne se retrouve pas si on trace la concentration surfacique en fonction de la puissance.

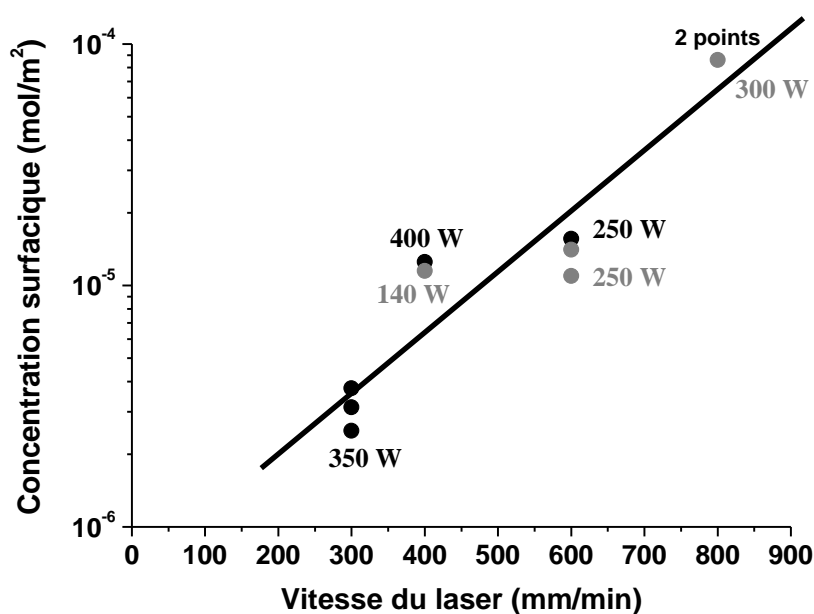


Figure 157 : Évolution de la concentration surfacique en soufre en fonction de la vitesse du laser. En gris, quantification réalisée à l'aide des profils de concentration à travers la fissure (*Casino*TM). En noir, quantification réalisée à l'aide de l'analyse chimique de surfaces de rupture (*Stratagem*TM).

La question que l'on peut alors se poser est la suivante : l'obtention de rechargements non fissurés, quand la vitesse et la puissance du laser diminuent, est-elle seulement due à la baisse des contraintes résiduelles de traction en surface ou y a-t-il un effet conjoint avec une baisse

de la ségrégation interfaciale de soufre ? Pour l'heure, il ne nous est pas possible d'affirmer ou d'infirmer l'effet du procédé sur la ségrégation interfaciale. Ce comportement semble être en désaccord avec la simulation numérique de la ségrégation interfaciale. Toutefois, le mécanisme de ségrégation interfaciale intervenant au cours du procédé de rechargement est vraisemblablement très complexe.

L'étude de Simonetta-Perrot *et al.* [Simonetta-Perrot'94] a mis en évidence le rôle de la déformation sur la perte de ductilité à chaud des alliages Fe – 36% Ni (Invar). Un des mécanismes d'endommagement d'un matériau soumis à une sollicitation mécanique est la germination et la croissance de microcavités au niveau des joints de grains. La ségrégation interfaciale est beaucoup plus stable à haute température sur une surface que dans un joint de grain, en raison d'une enthalpie libre de ségrégation plus élevée en surface que dans un joint de grain. La conséquence est une quantité de soufre admissible plus importante sur une surface que dans un joint de grain. La modélisation thermomécanique en configuration ligne de fusion a révélé que le fait d'augmenter la vitesse et la puissance du laser augmentait les contraintes résiduelles, la déformation plastique ε_{px} ainsi que la déformation plastique généralisée. On peut donc imaginer que l'augmentation des paramètres P et V puisse entraîner une germination et une croissance accrue de microcavités, au niveau des joints interdendritiques. Ces microcavités deviendraient alors autant de sites privilégiés de ségrégation surfacique pour le soufre, modifiant l'enthalpie libre de ségrégation apparente de l'interface, qui se rapprocherait alors de celle d'une surface. Cela entraînerait une augmentation de la quantité de soufre dans l'interface. Finalement, au-delà d'une certaine quantité de soufre qui dépendrait des paramètres P et V, la rupture par décohesion interdendritique se produirait sous l'action de contraintes résiduelles de traction qui augmentent dans le même temps. Néanmoins, les vitesses de sollicitation observées numériquement, dans le cas du procédé de rechargement laser, paraissent élevées pour ce type de mécanisme d'endommagement par germination croissance de microcavités.

La modélisation thermomécanique présentée au cours du chapitre IV a également mis en évidence une augmentation de la contrainte résiduelle de traction atteinte en sommet de plaque avec la vitesse du laser, en configuration ligne de fusion. Ce comportement est similaire à l'augmentation de la concentration surfacique en soufre mesurée en microsonde de Castaing en fonction de la vitesse du laser. Il est important de rappeler que les fissures analysées en microsonde de Castaing ont été prélevées au sein de rechargements (procédé multi-passes) alors que la simulation thermomécanique ne traite que de lignes de fusion. Toutefois, le tracé de la concentration surfacique en soufre mesurée en microsonde de

Castaing en fonction de la contrainte horizontale, σ_x , simulée en sommet de plaque, présente une évolution globalement croissante (Figure 158). Il semblerait donc que l'effet des paramètres du procédé sur les contraintes résiduelles en sommet de plaque pourrait avoir des conséquences sur la concentration surfacique en soufre mesurée au niveau des joints interdendritiques. Une augmentation de la concentration surfacique en soufre est, en effet, observée quand les contraintes résiduelles de traction augmentent. D'après la thermodynamique, deux paramètres majeurs influent sur la quantité de soufre dans une interface : la concentration nominale en impureté et l'enthalpie libre de ségrégation. En résumé, l'augmentation de la quantité interfaciale en soufre pourrait s'expliquer par une dépendance de l'enthalpie libre de ségrégation avec les contraintes résiduelles générées par le procédé [Christien'03]. Toutefois, cette hypothèse ne semble pas pouvoir expliquer les quantités importantes observées expérimentalement.

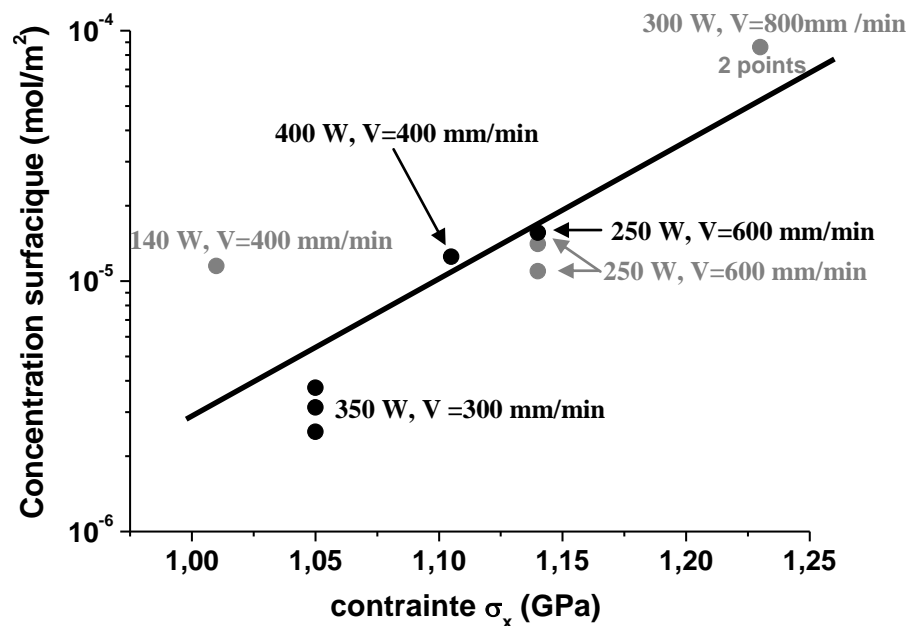


Figure 158 : Évolution la concentration surfacique en soufre en fonction de la contrainte horizontale σ_x . En gris, quantification réalisée à l'aide des profils de concentration à travers la fissure (Casino™). En noir, quantification réalisée à l'aide de l'analyse chimique de surfaces de rupture (Stratagem™).

L'hypothèse d'un phénomène de ségrégation hors d'équilibre permettrait peut-être d'expliquer le comportement observé, à savoir un taux de ségrégation qui augmente avec la vitesse du laser et des quantités très importantes de soufre au niveau des interfaces. En

configuration ligne de fusion, il apparaît clairement d'après la simulation thermo-mécanique que la déformation plastique généralisée, qui est liée à la quantité de dislocations créées et à leur déplacement, augmente fortement avec les paramètres puissance et vitesse. Il s'avère que si on trace ε_p en fonction de la vitesse du laser pour les cinq essais de rechargement laser analysés en microsonde, une relation croissante est obtenue (Figure 159).

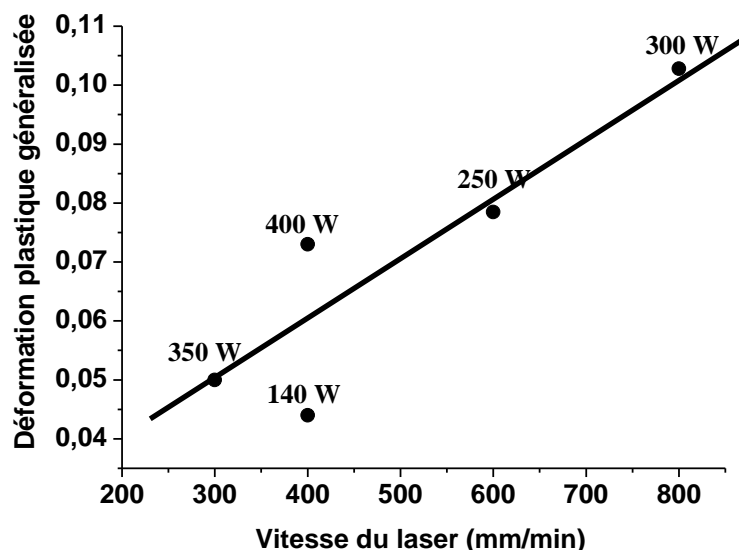


Figure 159 : Évolution de la déformation plastique généralisée en fonction de la vitesse du laser pour les cinq essais de rechargement laser analysés en microsonde.

Cette évolution ne se retrouve pas si on trace ε_p en fonction de la puissance du laser. En d'autres termes, pour les essais de rechargement laser analysés en microsonde de Castaing, un comportement similaire est observé pour les évolutions de la concentration surfacique en soufre en fonction de la vitesse du laser et de la déformation plastique généralisée en fonction de la vitesse du laser. L'évolution des grandeurs est croissante en fonction de la vitesse mais pas en fonction de la puissance pour les essais de rechargement laser analysés en microsonde de Castaing. Le tracé de la concentration surfacique en soufre en fonction de la déformation plastique généralisée donne aussi une évolution globalement croissante (Figure 160). Nous rappelons de nouveau que les fissures analysées en microsonde de Castaing correspondent à un procédé multi-passes alors que la simulation thermomécanique ne traite que de lignes de fusion.

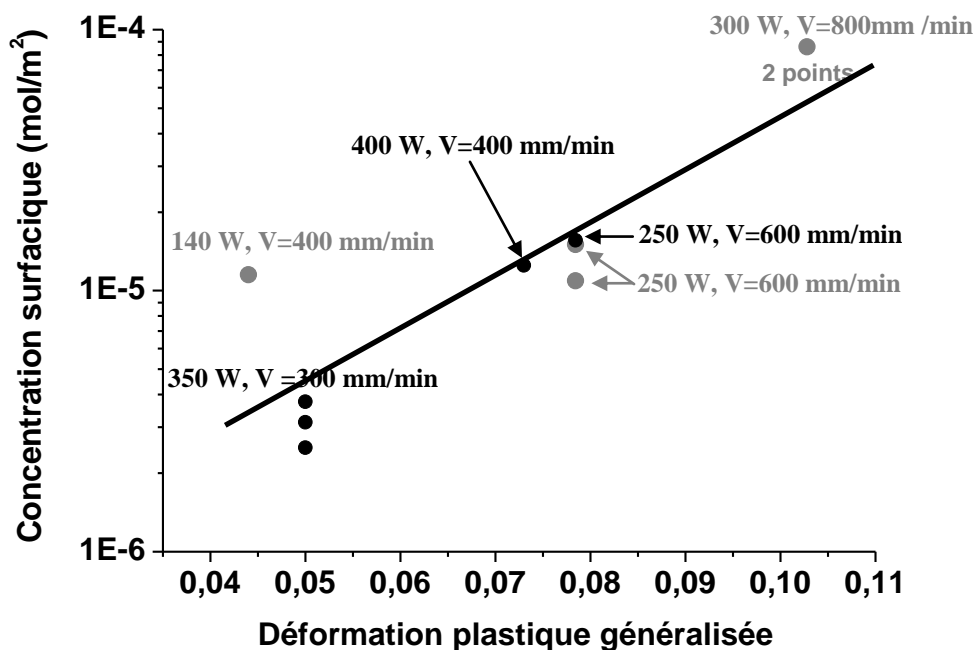


Figure 160 : Évolution la concentration surfacique en soufre en fonction de la déformation plastique généralisée. En gris, quantification réalisée à l'aide des profils de concentration à travers la fissure (Casino™). En noir, quantification réalisée à l'aide de l'analyse chimique de surfaces de rupture (Stratagem™).

En résumé, la déformation plastique généralisée aurait un effet sur la concentration surfacique en soufre au niveau des joints interdendritiques. Rappelons que la déformation plastique généralisée est liée à la quantité de déformation accumulée par le matériau et donc à la quantité de dislocations créées et à leur mouvement. Il a été montré dans la bibliographie que les dislocations pouvaient traîner les impuretés lors de leurs déplacements (atmosphères de Cottrell) [Cottrell'49]. Ainsi, les atomes de soluté se retrouveraient alors au niveau des joints interdendritiques lors de l'élimination des dislocations. On serait donc en présence d'un phénomène de ségrégation de soufre hors d'équilibre avec un transport du soufre non pas gouverné par la diffusion mais par le mouvement des dislocations au sein du matériau. Ainsi, plus la déformation plastique généralisée augmenterait sous l'action des paramètres du procédé, plus des quantités importantes de soufre se retrouveraient dans les interfaces. Ce mécanisme expliquerait en plus les valeurs de taux de ségrégation élevées observées qui laissent penser à une ségrégation sur plusieurs plans atomiques. Une ségrégation hors d'équilibre pourrait donc expliquer ces valeurs de taux de ségrégation supérieures à ce que prédit la thermodynamique. Les gradients thermiques au sein de la pièce dépendent des paramètres du procédé et notamment de la vitesse du laser. Quand celle-ci diminue les

gradients thermiques diminuent et le matériau refroidit plus lentement. Une ségrégation d'équilibre aurait donc tendance à augmenter la quantité de soufre au niveau des joints interdendritiques quand la vitesse du laser diminue. Dans l'hypothèse d'une ségrégation hors d'équilibre, le temps passé à plus haute température quand la vitesse du laser diminue entraînerait plutôt une déségrégation des joints interdendritiques. Cette déségrégation serait dictée par la thermodynamique puisque les quantités de soufre présentes dans les interfaces, suite au transport par les dislocations, seraient beaucoup plus élevées que les quantités admissibles d'équilibre. En résumé, l'hypothèse d'une ségrégation hors d'équilibre du soufre, gouvernée par le mouvement des dislocations générées par le procédé de rechargement laser, pourrait expliquer l'observation expérimentale d'une diminution de la quantité de soufre dans l'interface quand la vitesse du laser diminue.

En conclusion, il apparaît expérimentalement une augmentation de la concentration surfacique en soufre, mesurée au niveau des joints interdendritiques en microsonde de Castaing, avec la vitesse du laser. Ce comportement semble indiquer un rôle des paramètres du procédé sur la ségrégation interfaciale de soufre mais ne semble pas pouvoir s'expliquer par une ségrégation d'équilibre seulement due à la modification des gradients thermiques. La simulation thermomécanique en configuration ligne de fusion a mis en évidence un effet des paramètres du procédé sur les contraintes résiduelles et la déformation plastique. Il pourrait donc exister un effet de l'endommagement sur la concentration surfacique en soufre mesurée. Trois hypothèses ont donc été émises pour essayer d'expliquer ce comportement :

- une augmentation de la germination et de la croissance de microcavités, au niveau des joints interdendritiques, sous l'action des paramètres du procédé, qui modifierait l'enthalpie libre de ségrégation de l'interface,
- une augmentation des contraintes résiduelles de traction qui pourraient, elles aussi, modifier l'enthalpie libre de ségrégation de l'interface,
- une ségrégation hors d'équilibre qui serait gouvernée par le mouvement des dislocations.

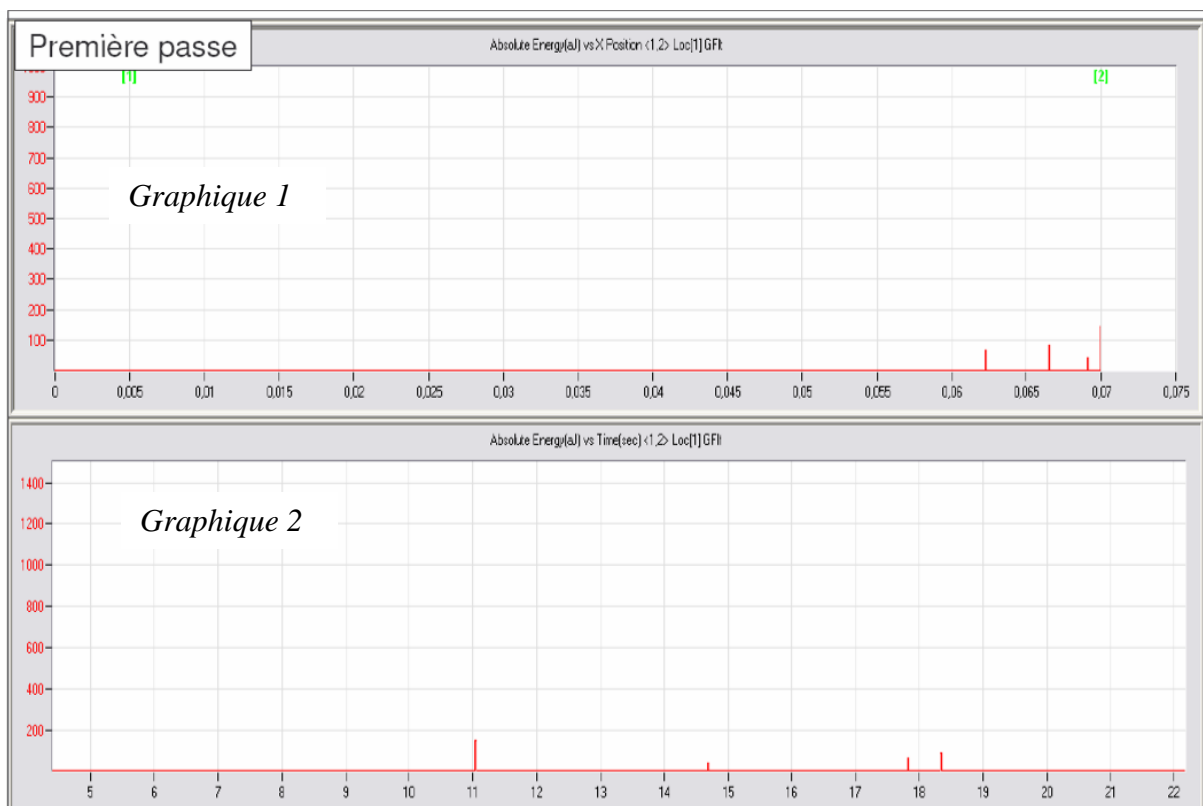
Il ne nous est pas possible à l'heure actuelle de confirmer ou d'infirmer l'une ou l'autre des hypothèses. Des zones d'ombre demeurent, notamment, sur le mécanisme de ségrégation interfaciale du soufre. Est-ce une ségrégation d'équilibre ou hors d'équilibre ? Les quantités de soufre mesurées en microsonde de Castaing semblent plutôt indiquer une ségrégation sur plusieurs plans atomiques privilégiant, peut être, l'hypothèse d'une ségrégation hors d'équilibre. Néanmoins, nous tenons à rester prudents sur la quantification effectuée en

microsonde de Castaing. La quantification doit être validée précisément sur un matériau modèle, nickel-soufre, par exemple. Une étude couplée par spectroscopie des électrons Auger et microsonde de Castaing sur des surfaces rompues permettrait de vérifier si des valeurs similaires sont bien obtenues. Les perspectives de cette étude s'orientent donc vers des aspects plus fondamentaux avec notamment le rôle de la mécanique sur la ségrégation interfaciale afin de préciser le mécanisme de ségrégation interfaciale de soufre. Un modèle thermomécanique de rechargement laser pourrait être développé pour observer l'effet d'un procédé multi-passe sur les contraintes et déformations plastiques simulées. Un modèle élasto-viscoplastique pourrait aussi être utilisé pour prendre en compte les effets des vitesses de déformations sur les contraintes résiduelles et les déformations plastiques. Une fois le mécanisme de ségrégation interfaciale précisé, le modèle numérique de ségrégation pourrait, quant à lui, évoluer pour s'approcher au plus près de la réalité avec, par exemple, prise en compte de l'effet des contraintes résiduelles sur l'enthalpie libre de ségrégation ou du transport du soufre par les dislocations...

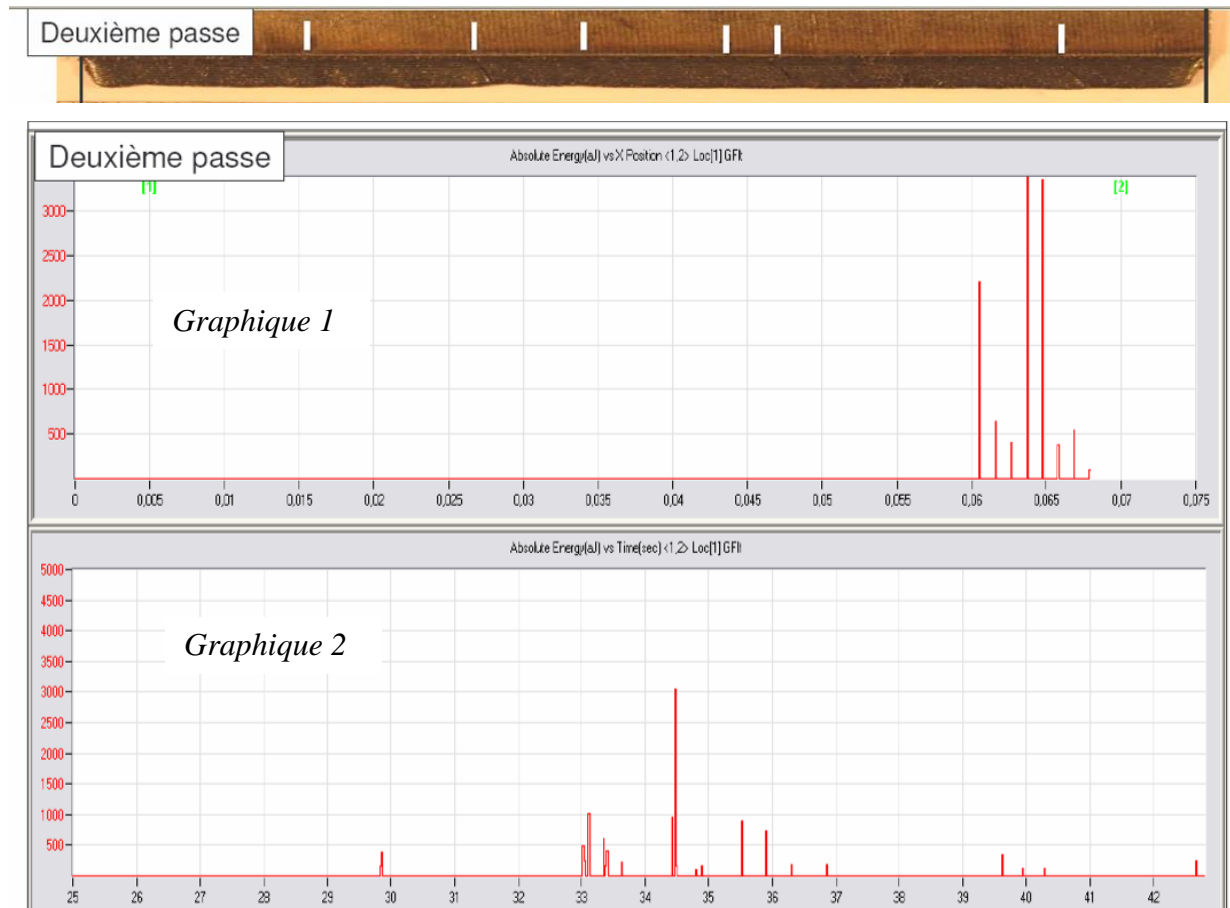
Des perspectives plus larges hors du contexte du rechargement laser porteraient sur un développement du modèle de ségrégation interfaciale qui pourrait s'avérer très intéressant dans de nombreux cas industriels. Le cas d'une ségrégation de plusieurs impuretés sur une même surface, par exemple, serait intéressant. La ségrégation du soufre et du phosphore dans les aciers avec compétition de sites est un exemple d'application. Une ségrégation d'un élément à l'interface entre plusieurs matériaux pourrait être développée. L'exemple de la ségrégation du soufre à l'interface entre un superalliage et la barrière thermique peut être cité...

Au final, il apparaît à la suite de cette étude que les objectifs industriels sont atteints avec, d'une part, la compréhension de l'origine de la fragilisation des couches de rechargement et, d'autre part, une solution au problème de la fissuration.

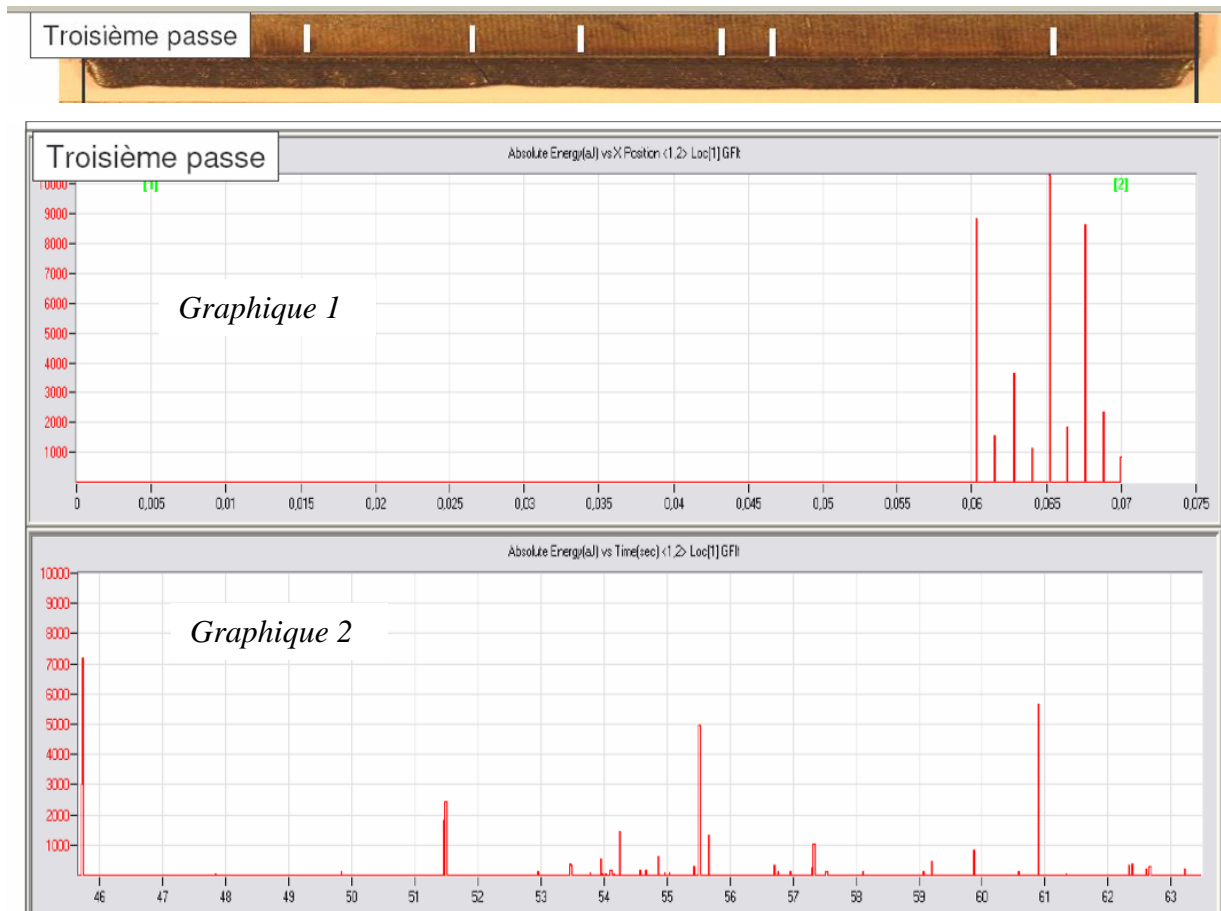
ANNEXE 1 : Essai P = 140 W, V = 250 mm.min⁻¹.



Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la première passe de rechargement, dans la fenêtre spatiale située entre l'abscisse $x = 0,06$ et $x = 0,07$ du premier graphique.

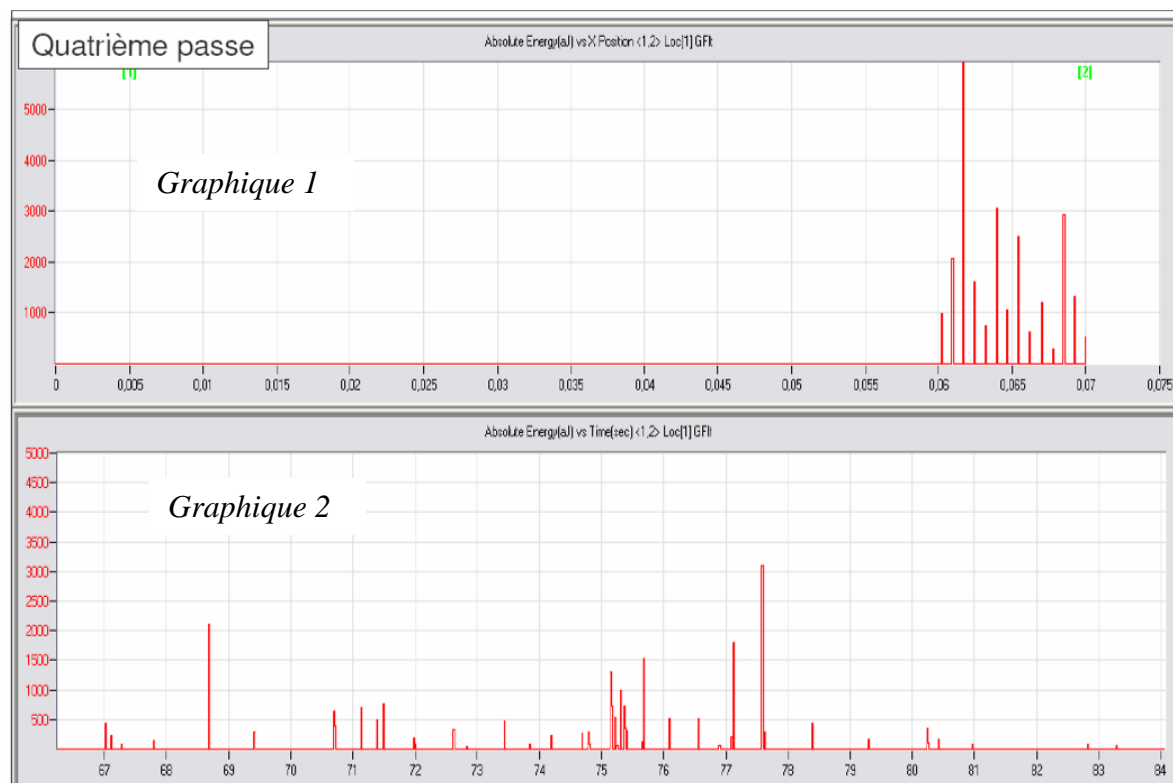


Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la deuxième passe de rechargement, dans la fenêtre spatiale située entre l'abscisse $x = 0,06$ et $x = 0,07$ du premier graphique.

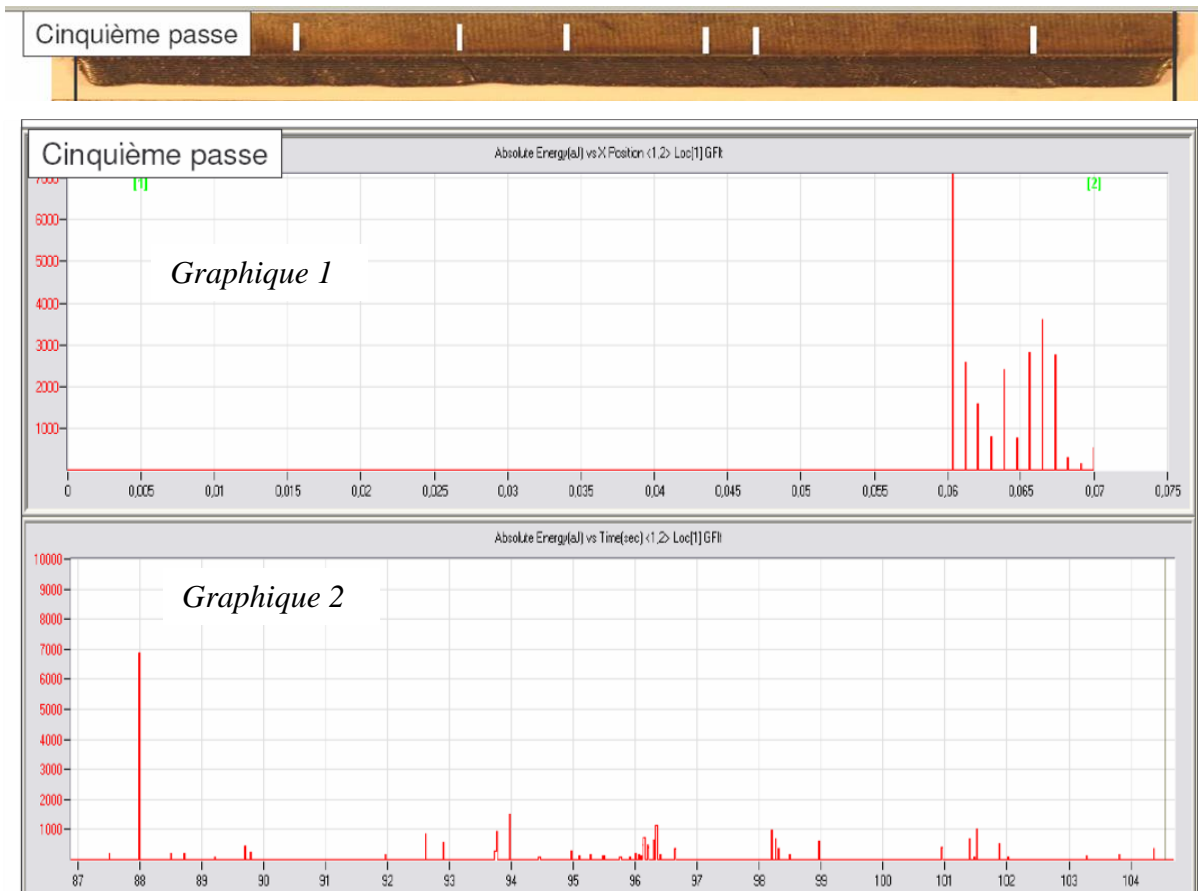


Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la troisième passe de rechargement, dans la fenêtre spatiale située entre l'abscisse $x = 0,06$ et $x = 0,07$ du premier graphique.

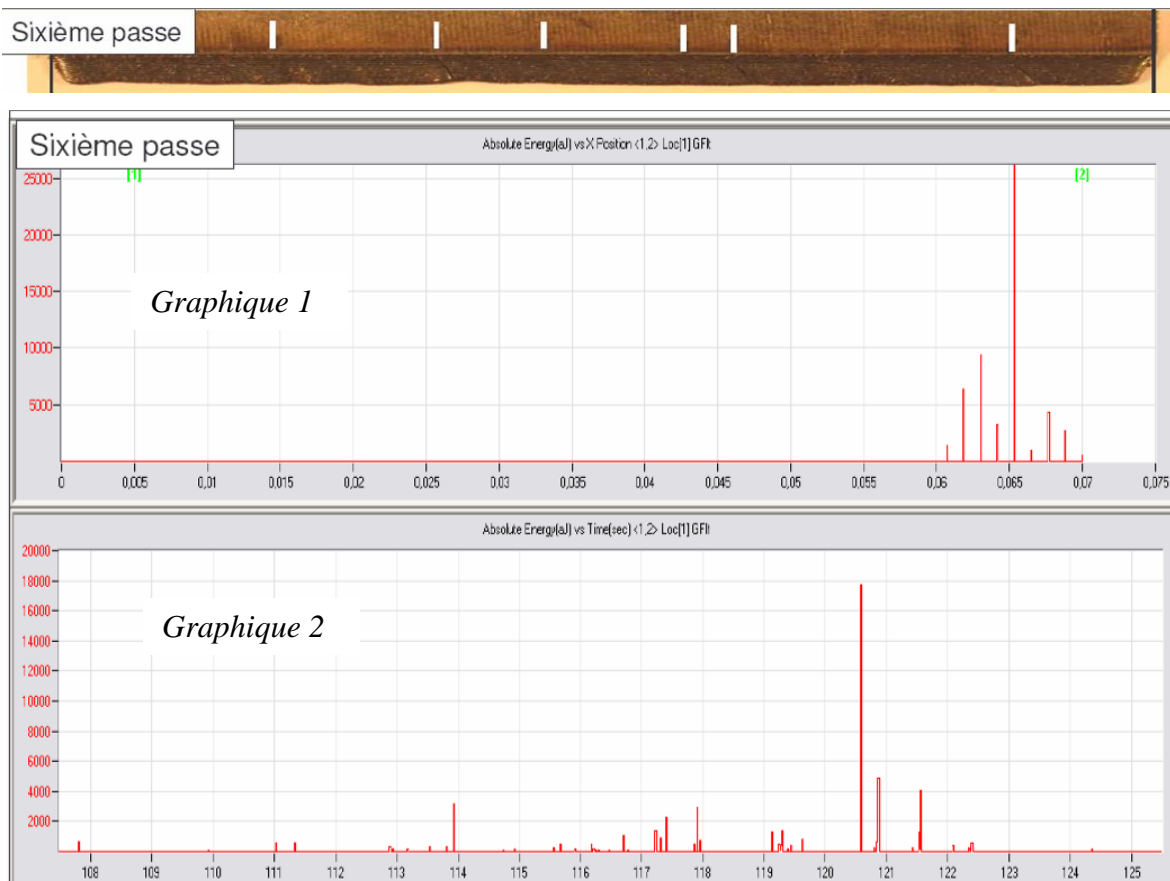
Quatrième passe



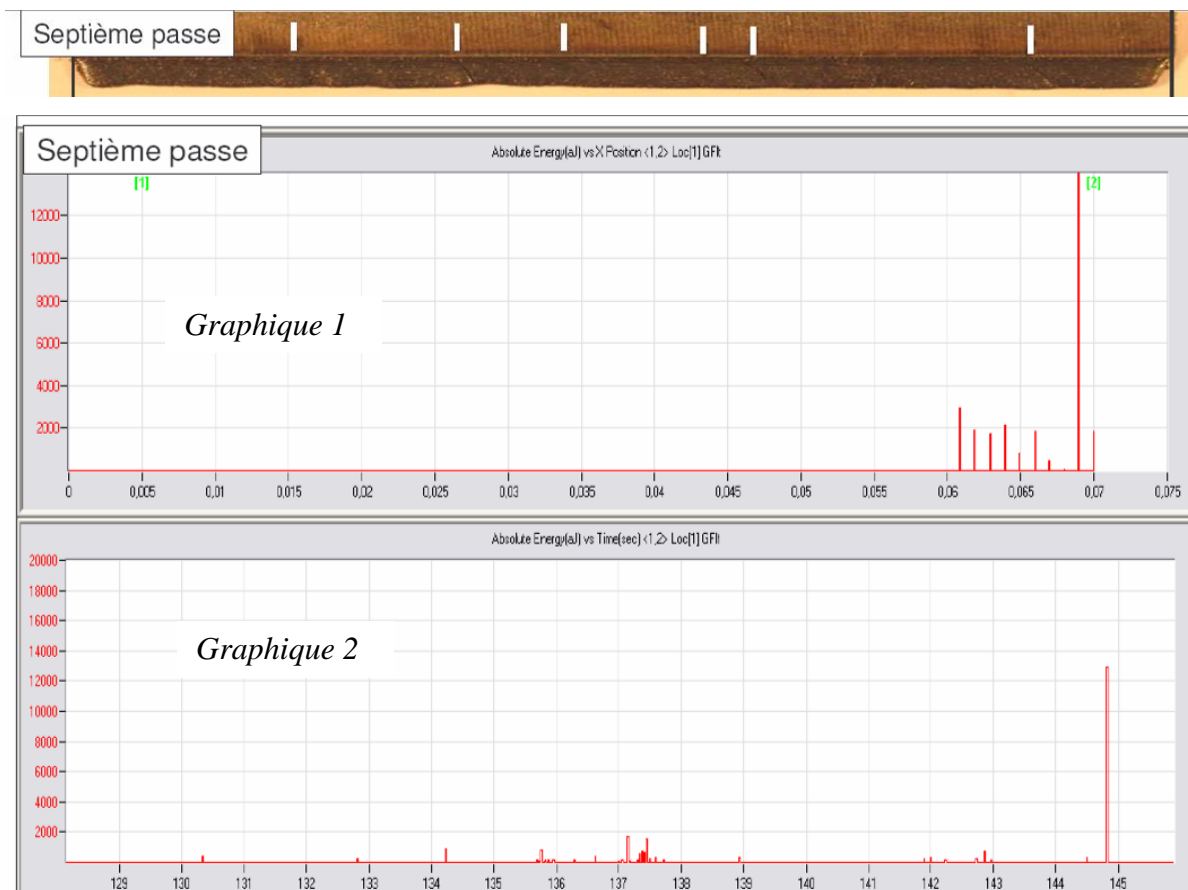
Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la quatrième passe de rechargement, dans la fenêtre spatiale située entre l'abscisse $x = 0,06$ et $x = 0,07$ du premier graphique.



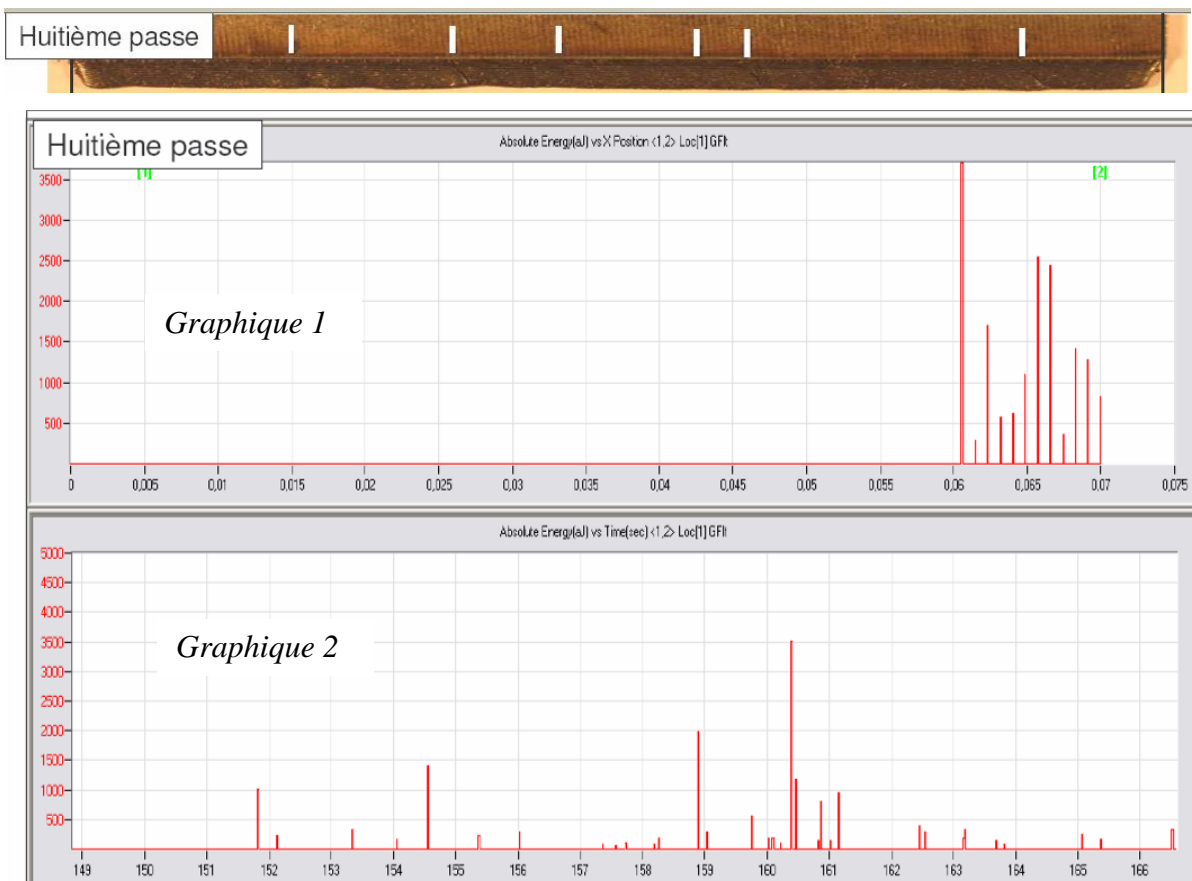
Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la cinquième passe de rechargement, dans la fenêtre spatiale située entre l'abscisse $x = 0,06$ et $x = 0,07$ du premier graphique.



Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la sixième passe de rechargement, dans la fenêtre spatiale située entre l'abscisse $x = 0,06$ et $x = 0,07$ du premier graphique.



Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la septième passe de rechargement, dans la fenêtre spatiale située entre l'abscisse $x = 0,06$ et $x = 0,07$ du premier graphique.

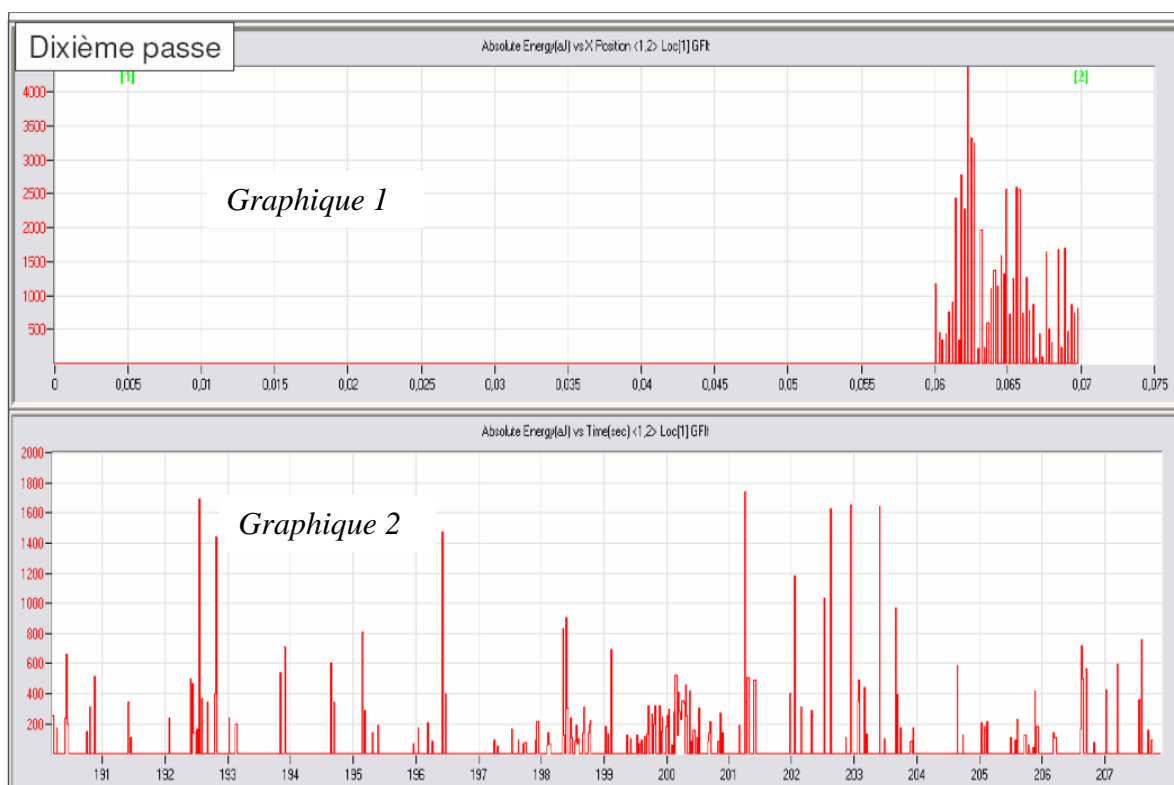


Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la huitième passe de rechargement, dans la fenêtre spatiale située entre l'abscisse $x = 0,06$ et $x = 0,07$ du premier graphique.

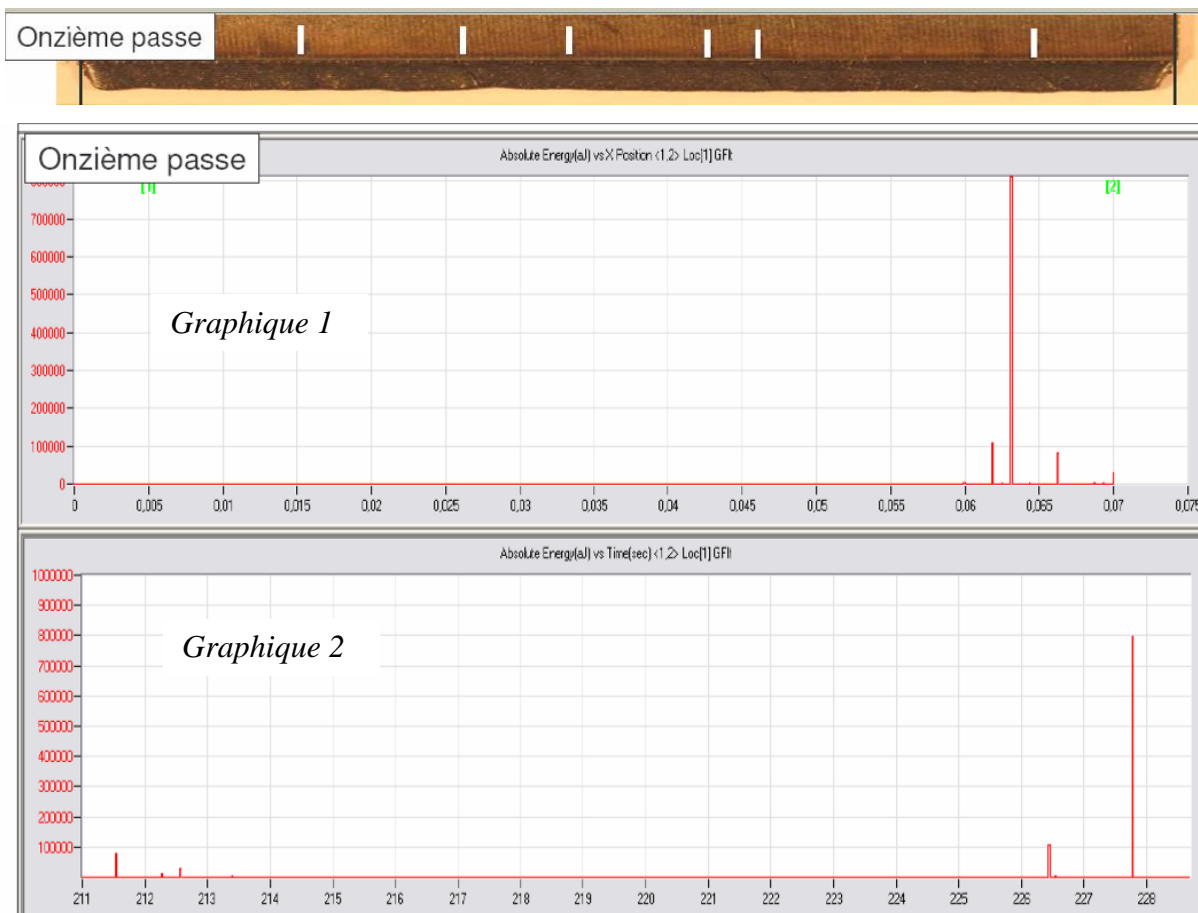


Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la neuvième passe de rechargement, dans la fenêtre spatiale située entre l'abscisse $x = 0,06$ et $x = 0,07$ du premier graphique.

Dixième passe

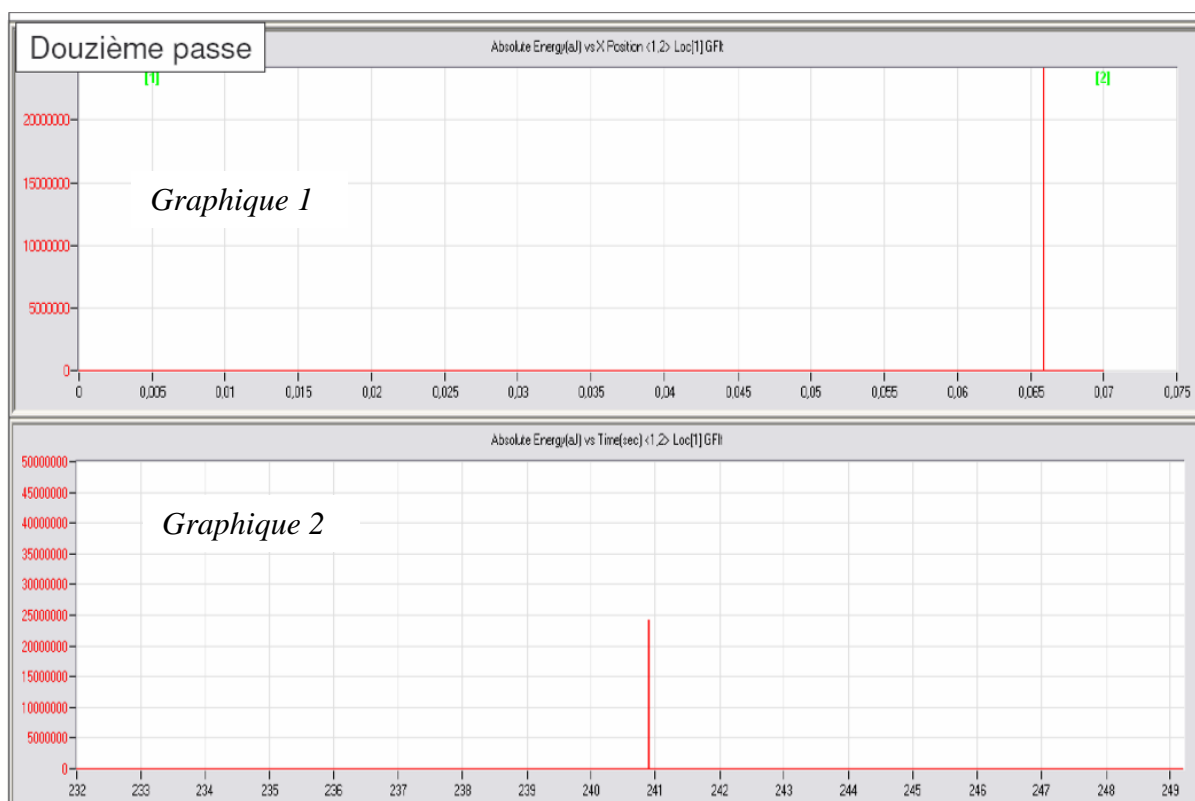


Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la dixième passe de rechargement, dans la fenêtre spatiale située entre l'abscisse $x = 0,06$ et $x = 0,07$ du premier graphique.

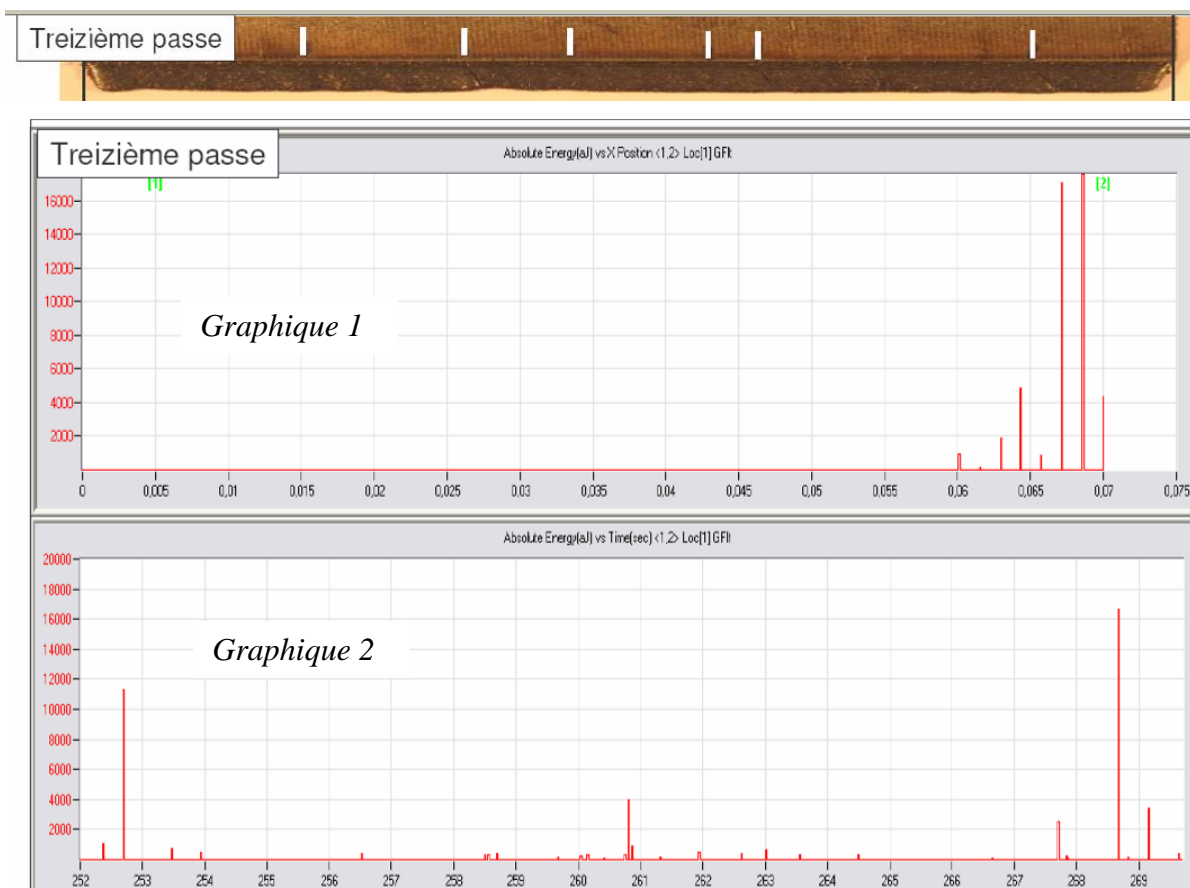


Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la onzième passe de rechargement, dans la fenêtre spatiale située entre l'abscisse $x = 0,06$ et $x = 0,07$ du premier graphique.

Douzième passe



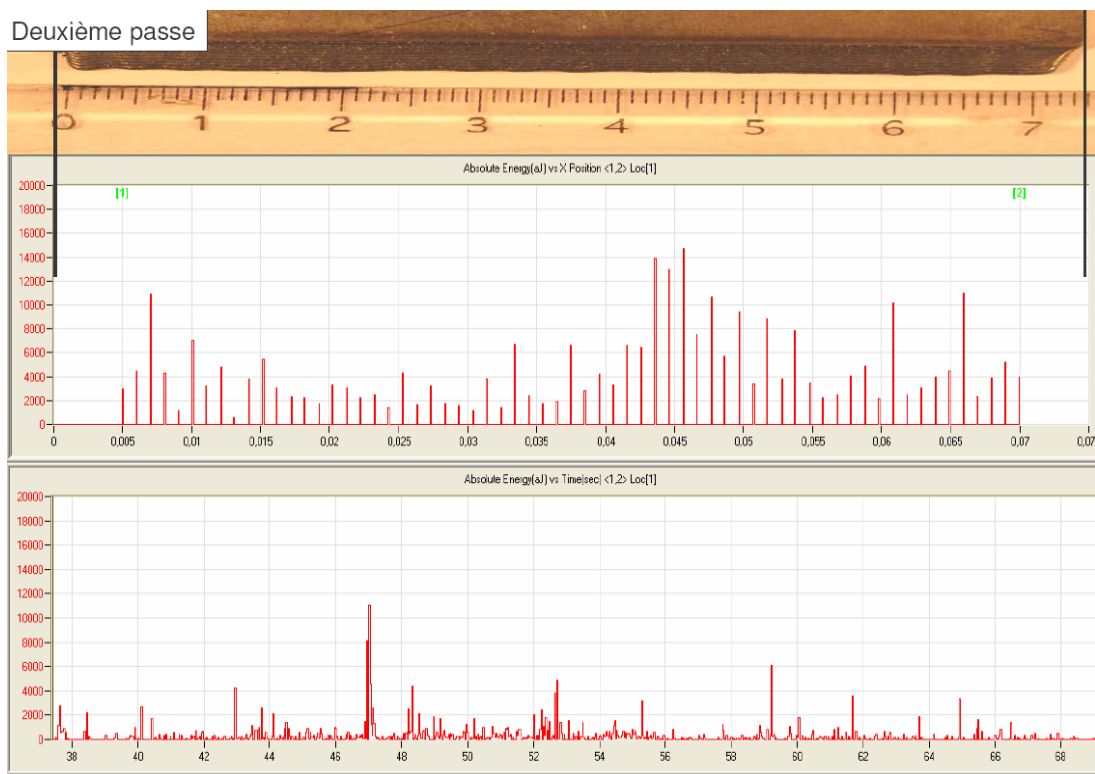
Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la douzième passe de rechargement, dans la fenêtre spatiale située entre l'abscisse $x = 0,06$ et $x = 0,07$ du premier graphique.



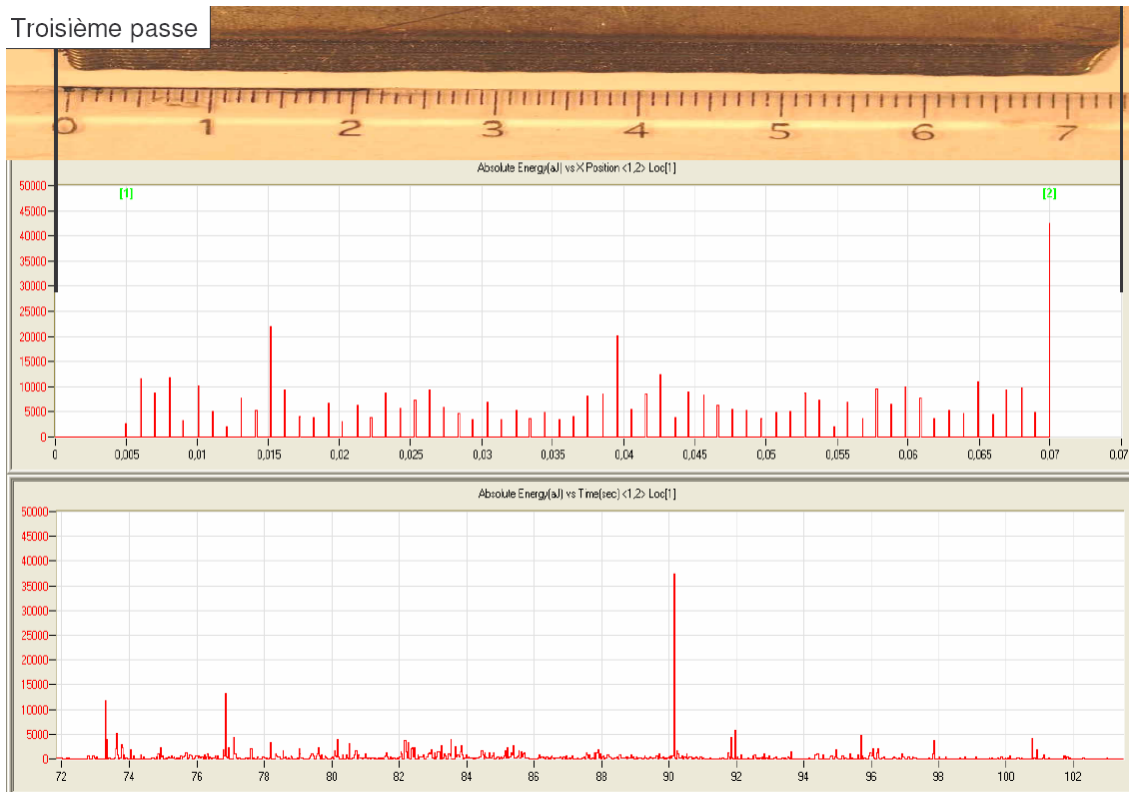
Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la treizième passe de rechargement, dans la fenêtre spatiale située entre l'abscisse $x = 0,06$ et $x = 0,07$ du premier graphique.

ANNEXE 2 : Essai P = 140 W, V = 140 mm.min⁻¹.

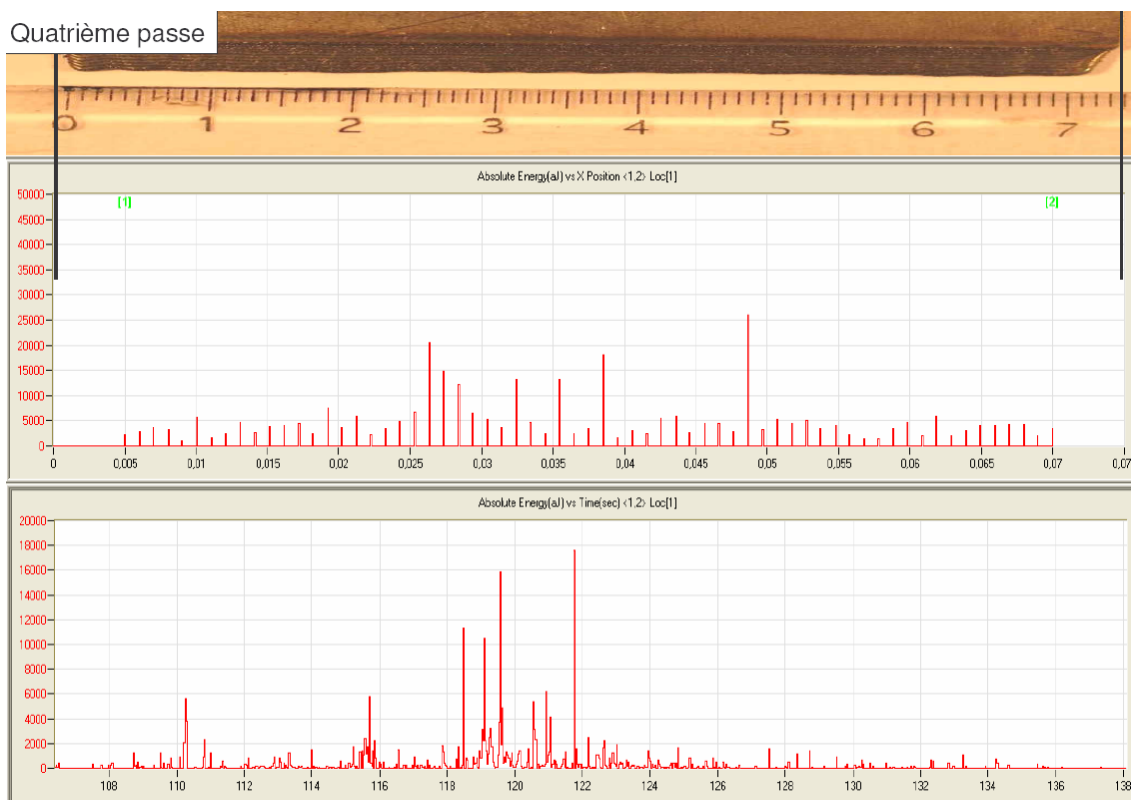
Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la première passe de rechargement.



Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la deuxième passe de rechargement.



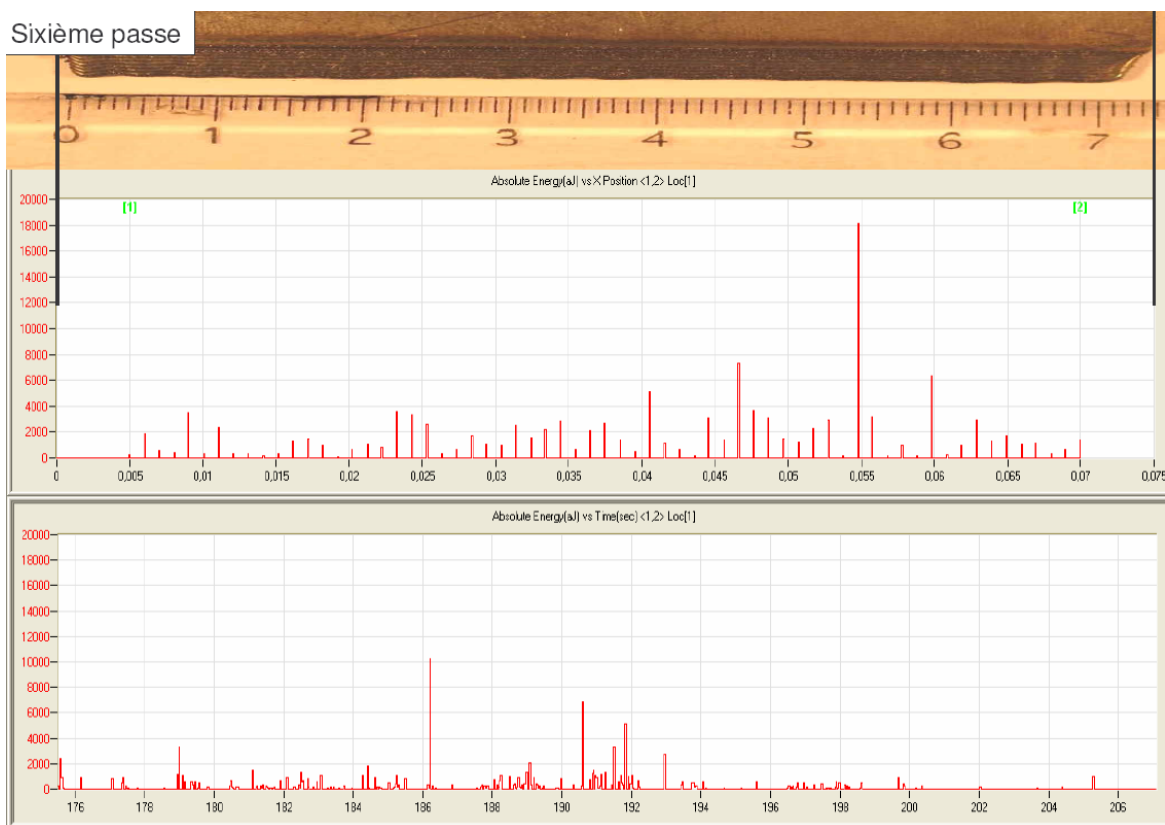
Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la troisième passe de rechargement.



Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la quatrième passe de rechargement.



Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la cinquième passe de rechargement.



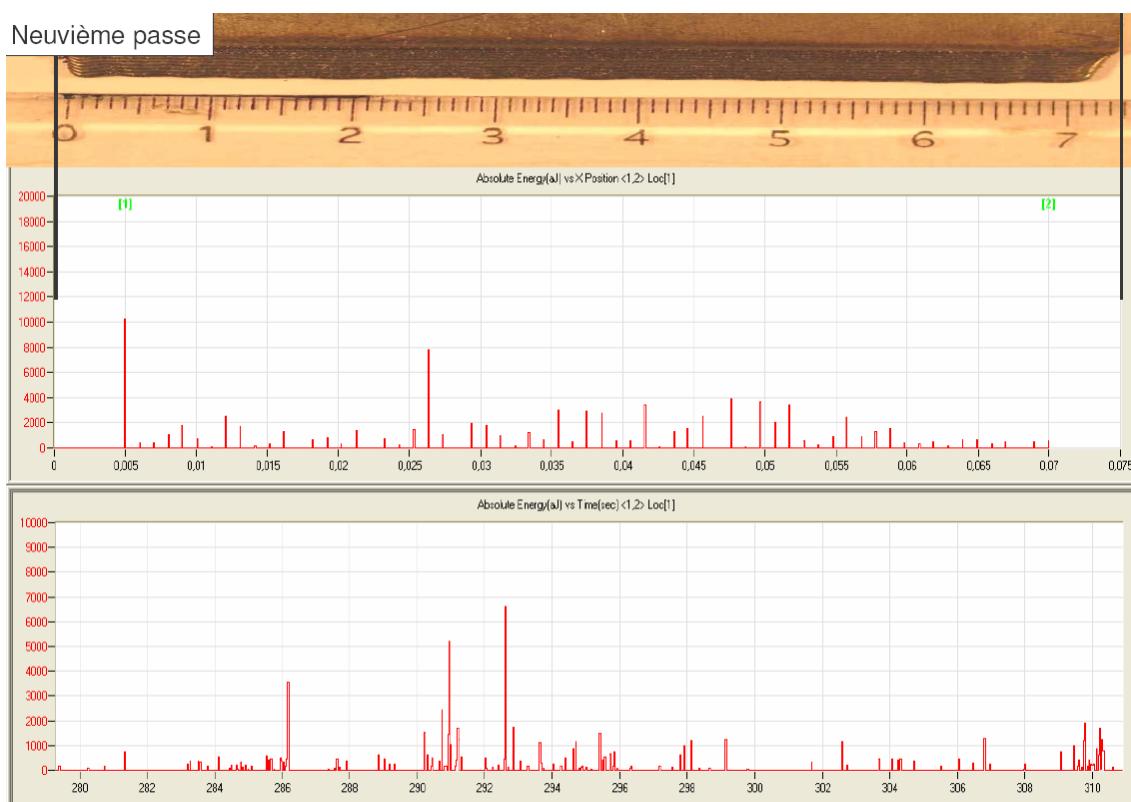
Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la sixième passe de rechargement.



Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la septième passe de rechargement.



Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la huitième passe de rechargement.



Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la neuvième passe de rechargement.



Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la dixième passe de rechargement.

ANNEXE 3 : Comparaison simulation 2D-3D

La validation du modèle thermique en 2D, sur des lignes de fusion, a été présentée au cours du chapitre III paragraphe 1.3.2 avec et sans prise en compte de la chaleur latente de transformation de phase. Un modèle en trois dimensions (3D) avec prise en compte de la chaleur latente de transformation de phase est présenté, ci-après, pour vérifier l'hypothèse de l'homogénéité de la température au sein de l'épaisseur de la plaque. Deux épaisseurs de plaques ont été testées : 1 mm et 2 mm. Les paramètres de convection et de rayonnement sont identiques à ceux utilisés en 2D. Le modèle source de chaleur est, cette fois ci, une double gaussienne d'équation :

$$(37) \quad Flux = P \times \exp\left(-2 \times \frac{(x - V \times t)^2}{L^2}\right) \times \exp\left(-2 \times \frac{(y - a)^2}{L^2}\right)$$

avec P la puissance totale par unité de surface reliée à la puissance du laser injectée et à son rendement ($W.m^{-2}$), t le temps (s), V la vitesse du laser ($m.s^{-1}$), $(x - V \times t)$ la distance au laser (m) et L un paramètre relié à la largeur de la gaussienne (6.10^{-4} m). Le paramètre $(y - a)$ permet de placer la source de chaleur au centre de l'arête supérieure de la plaque avec $a = 0,5$ mm pour une épaisseur de plaque de 1 mm et $a = 1$ mm pour une épaisseur de plaque de 2 mm. Le rendement du modèle injecté est de 0,28. La valeur est donc similaire à celle injectée dans le modèle 2D. En 3D, le bain fondu est représenté par une surface isotherme correspondant au solidus de l'alliage $1330^{\circ}C$ (1603 K). La Figure 161 présente plusieurs surfaces isothermes à un instant donné de la simulation d'une ligne de fusion, dans le cas d'une épaisseur de plaque de 1 mm. Le repère orthonormal (x,y,z) est représenté en bas à droite sur chaque image. L'axe z correspond à l'épaisseur de la plaque. Pour une épaisseur de plaque de 1 mm, les surfaces isothermes, en phase solide, révèlent une homogénéité de la température dans l'épaisseur. L'axe z est strictement perpendiculaire à la représentation des isosurfaces (Figure 161).

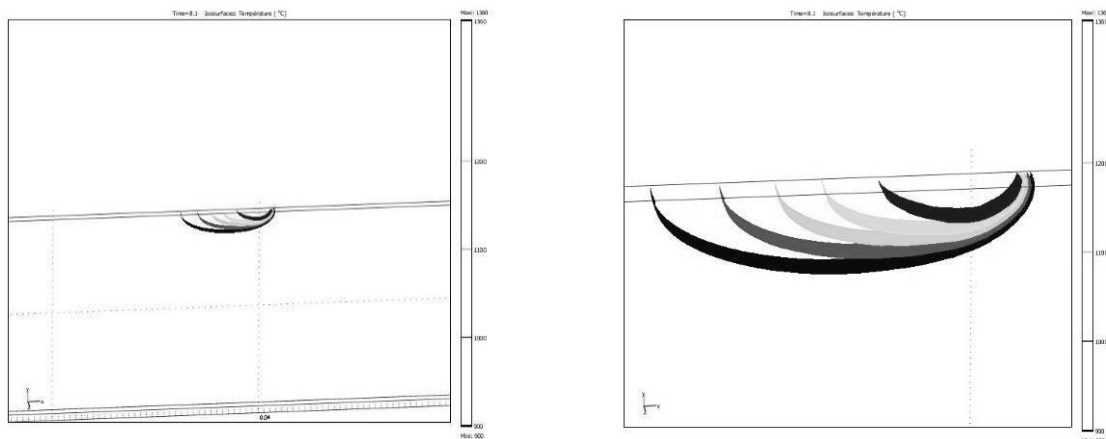


Figure 161 : Visualisation de plusieurs isothermes ($T = 1330^{\circ}\text{C}$, $T = 1200^{\circ}\text{C}$, $T = 1100^{\circ}\text{C}$, $T = 1000^{\circ}\text{C}$ et $T = 900^{\circ}\text{C}$) à $t = 8,1$ s, lors de la simulation d'une ligne de fusion dans le cas d'une épaisseur de plaque de 1 mm.

La Figure 162 présente plusieurs surfaces isothermes à un instant donné de la simulation d'une ligne de fusion dans le cas d'une épaisseur de plaque de 2 mm. La température n'est pas homogène, dans l'épaisseur, en phase solide comme le montrent les surfaces isothermes en forme de coques (Figure 162).

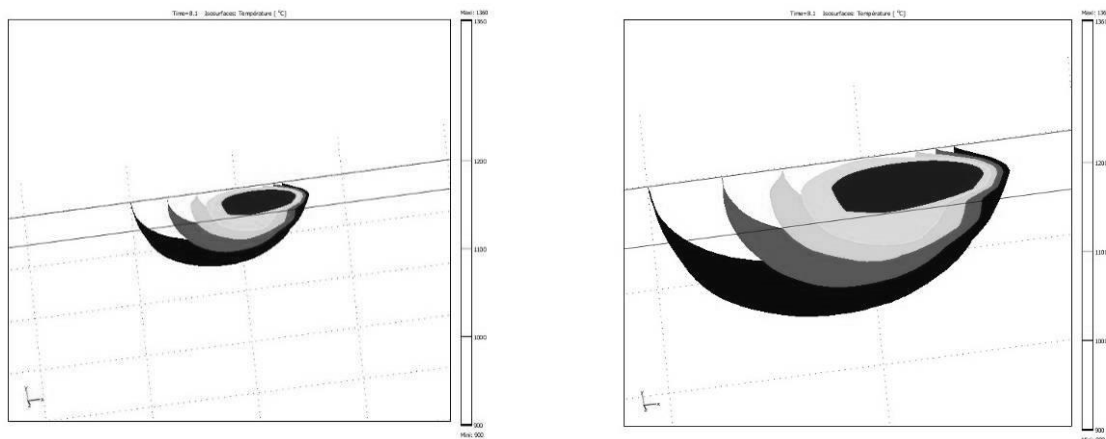


Figure 162 : Visualisation de plusieurs isothermes ($T = 1330^{\circ}\text{C}$, $T = 1200^{\circ}\text{C}$, $T = 1100^{\circ}\text{C}$, $T = 1000^{\circ}\text{C}$ et $T = 900^{\circ}\text{C}$) à $t = 8,1$ s, lors de la simulation d'une ligne de fusion dans le cas d'une épaisseur de plaque de 2 mm.

Dans le cas d'une épaisseur de plaque de 1 mm, les champs de températures, pour les deux modèles 2D et 3D, ont été comparés, au cours du temps. La Figure 163 présente les résultats concernant la voie 4. Dans le cas du modèle 3D, la température est extraite en surface de la plaque. En effet, comme le montre la plaquette instrumentée de la Figure 59, le soudage par

point des thermocouples s'effectue en surface des plaques. Une parfaite adéquation, en termes de montée en température, de pic de température atteint et de vitesse de refroidissement, est observée entre les deux modèles 2D et 3D. Cela est cohérent avec l'observation faite précédemment, à savoir que les surfaces isothermes sont normales aux deux grandes faces de la plaque. En outre, les tailles du bain fondu simulées sont strictement identiques pour les deux modèles 2D et 3D. En résumé, pour des épaisseurs de plaque voisines du millimètre, un modèle 2D suffit pour suivre les évolutions des champs de température en phase solide, puisque la température est homogène dans l'épaisseur de la plaque.

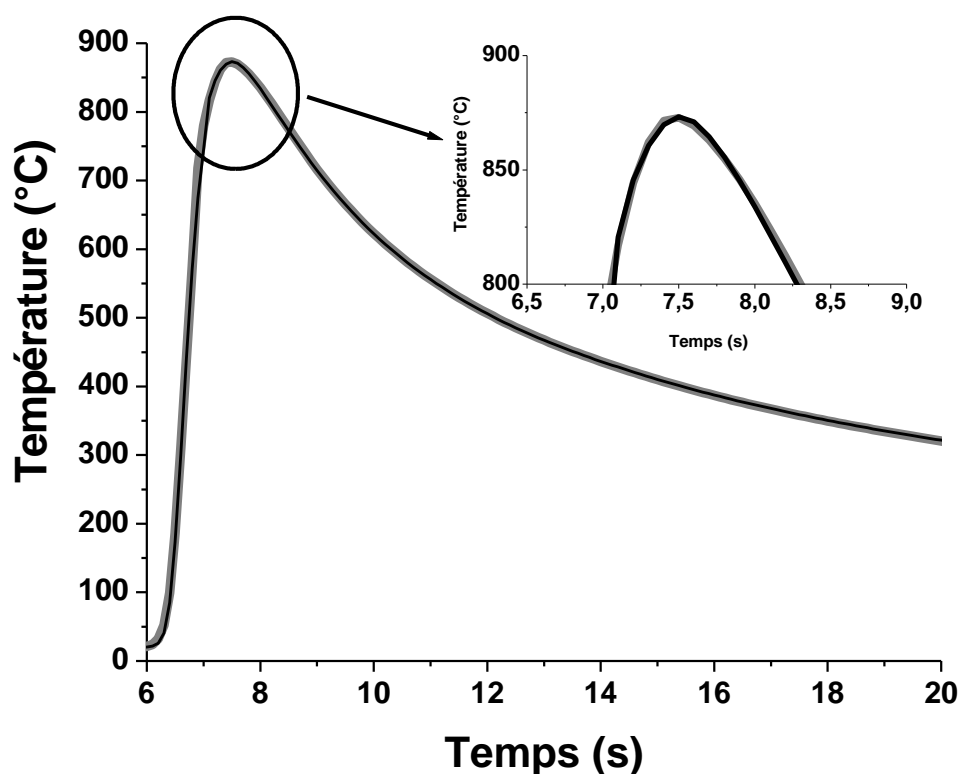
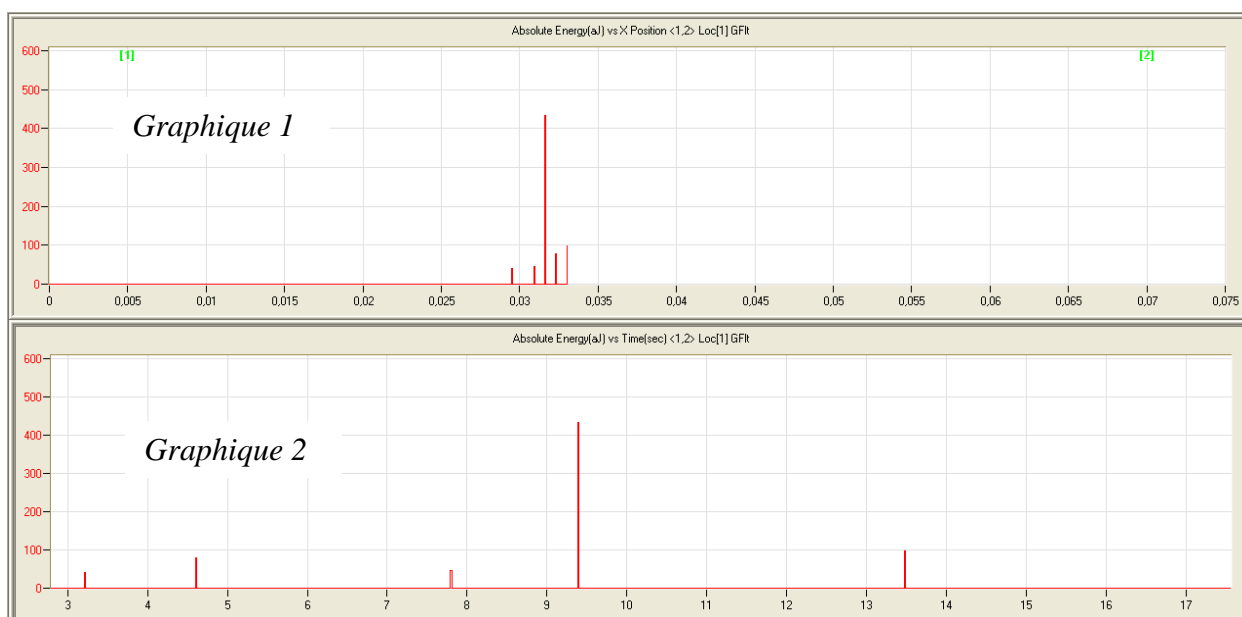
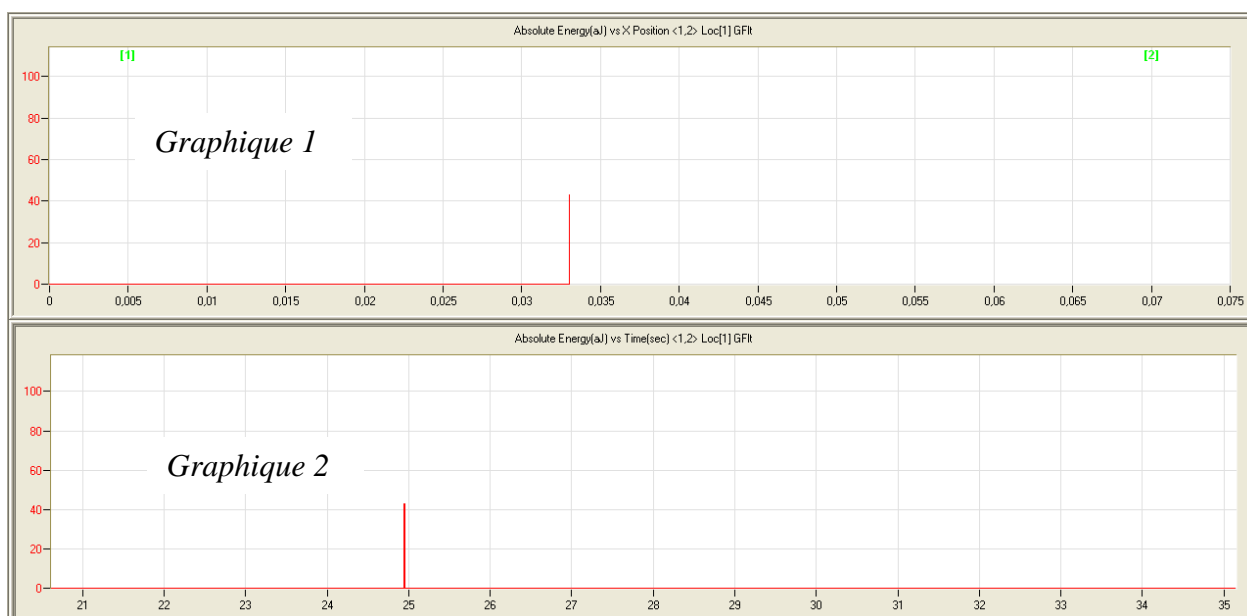


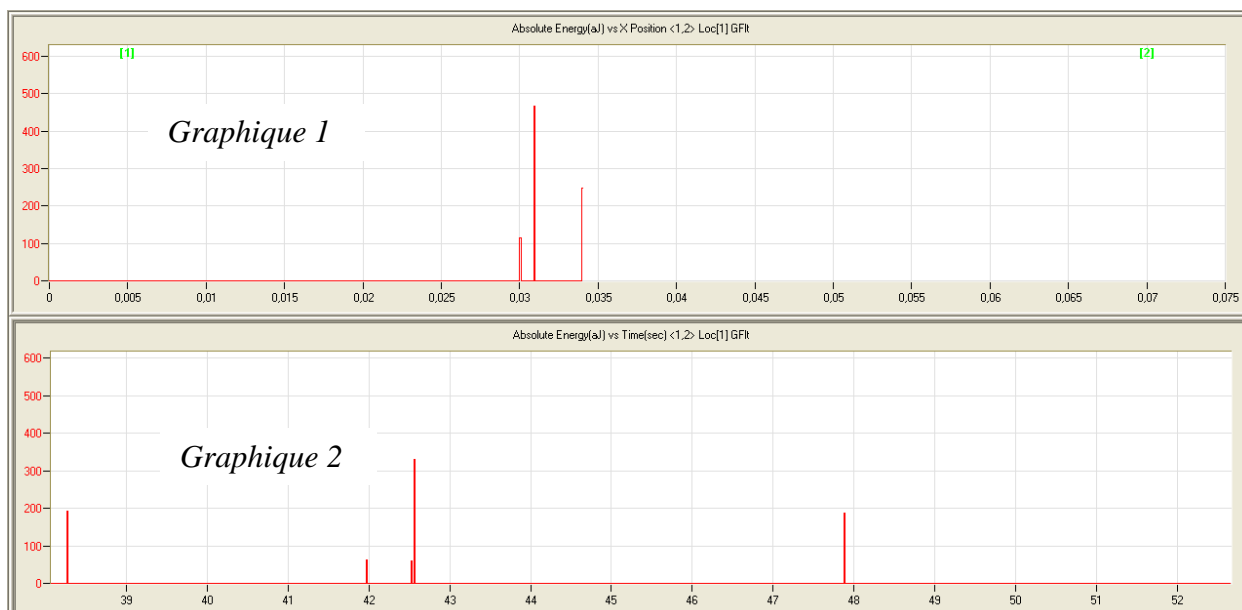
Figure 163 : Comparaison 2D/3D de l'évolution de la température au cours du temps, pour la voie 4 de la Figure 59.

ANNEXE 4 : Essai P = 350 W, V = 300 mm.min⁻¹

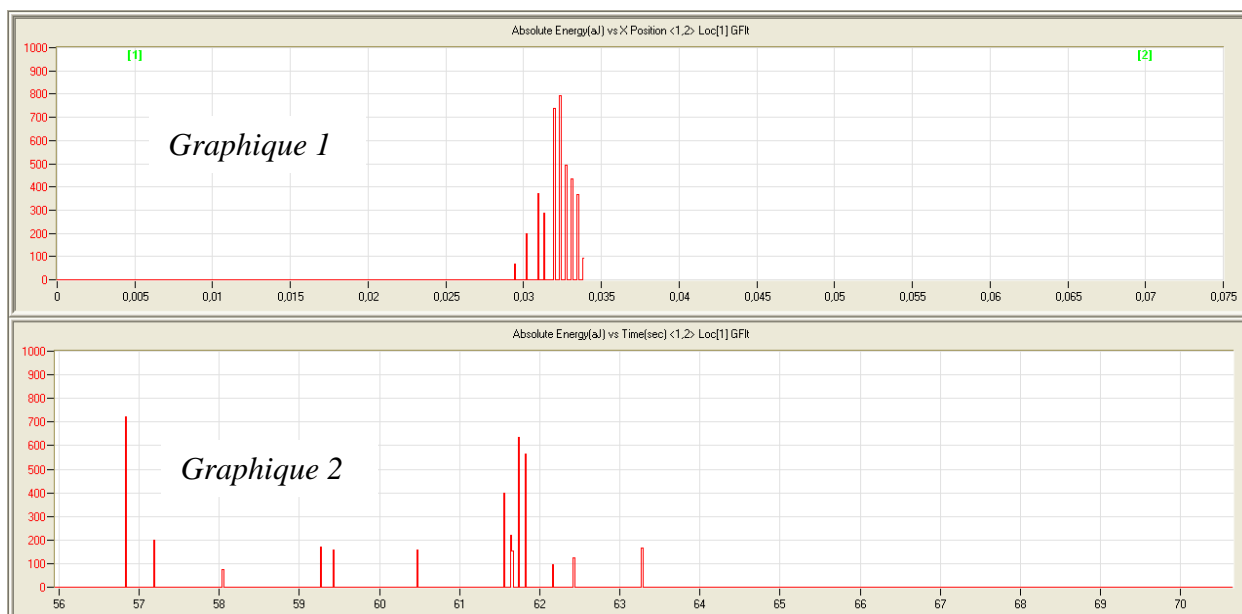
Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la première passe de rechargement du premier graphique.



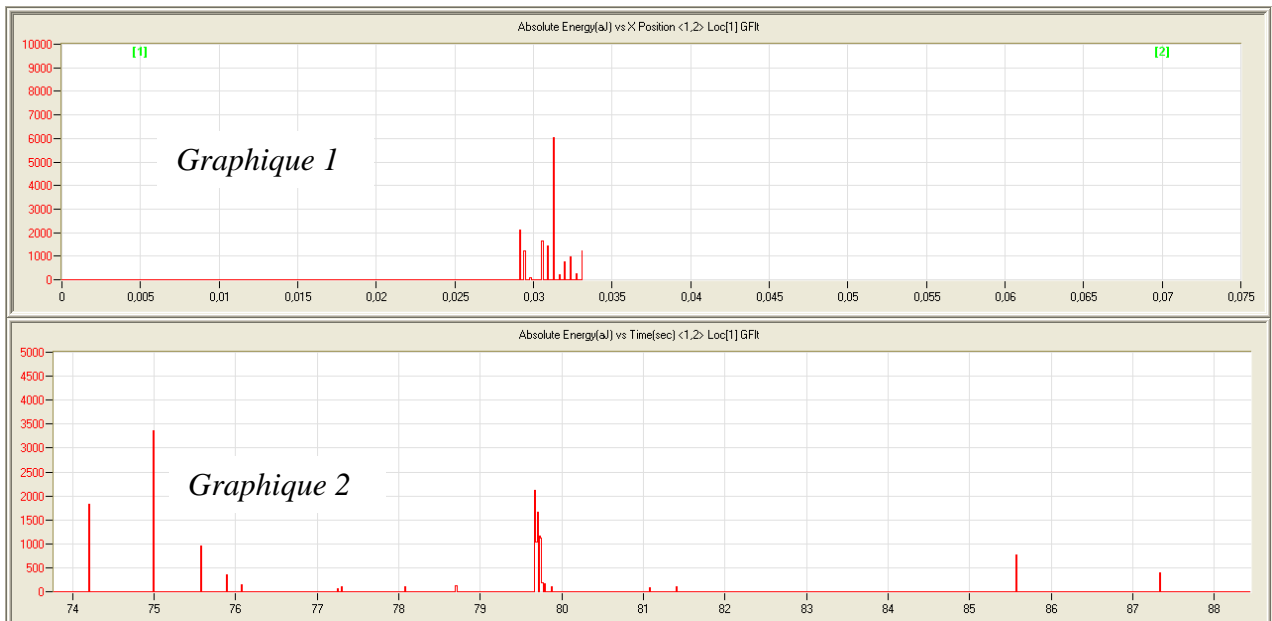
Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la deuxième passe de rechargement du premier graphique.



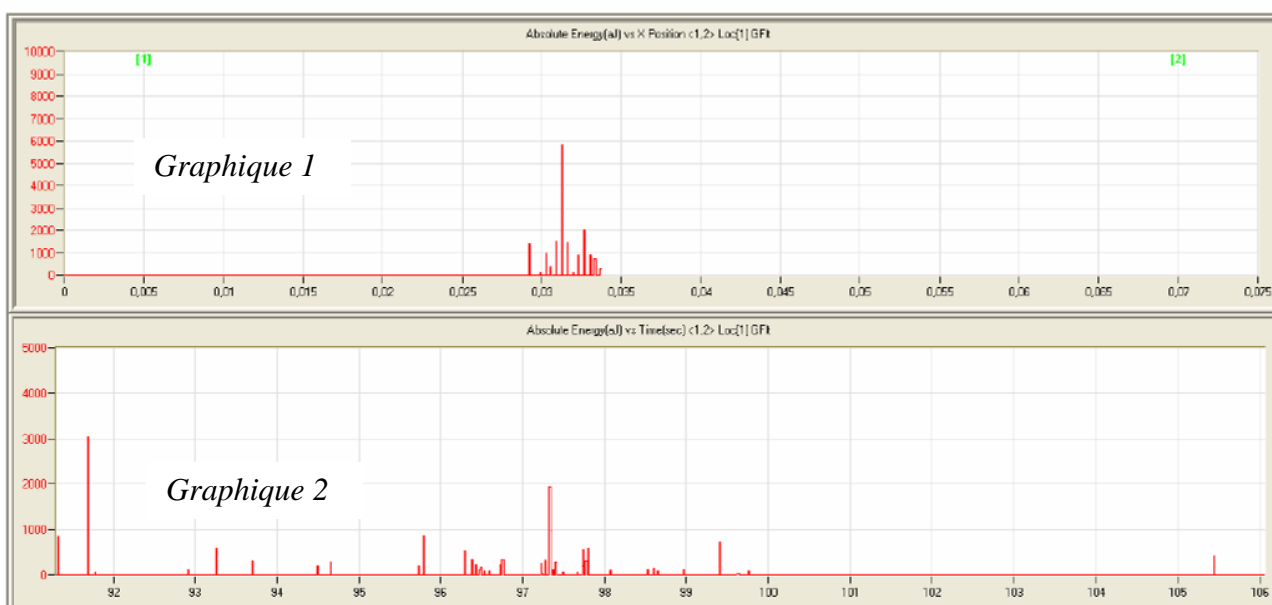
Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la troisième passe de rechargement du premier graphique.



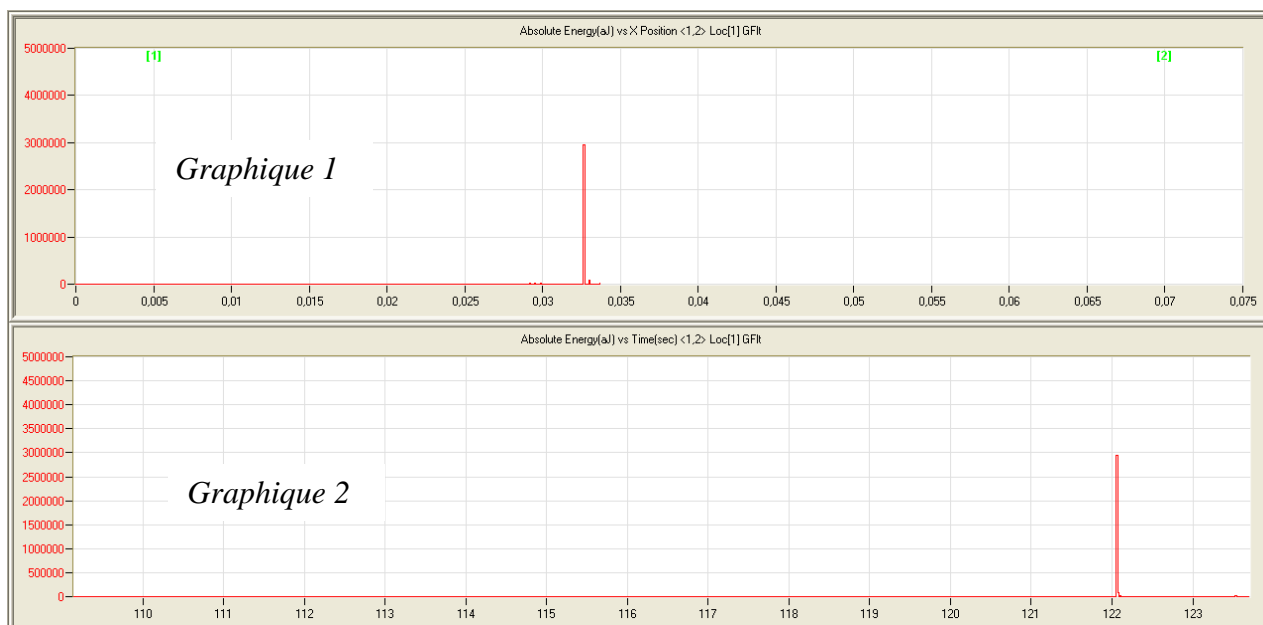
Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la quatrième passe de rechargement du premier graphique.



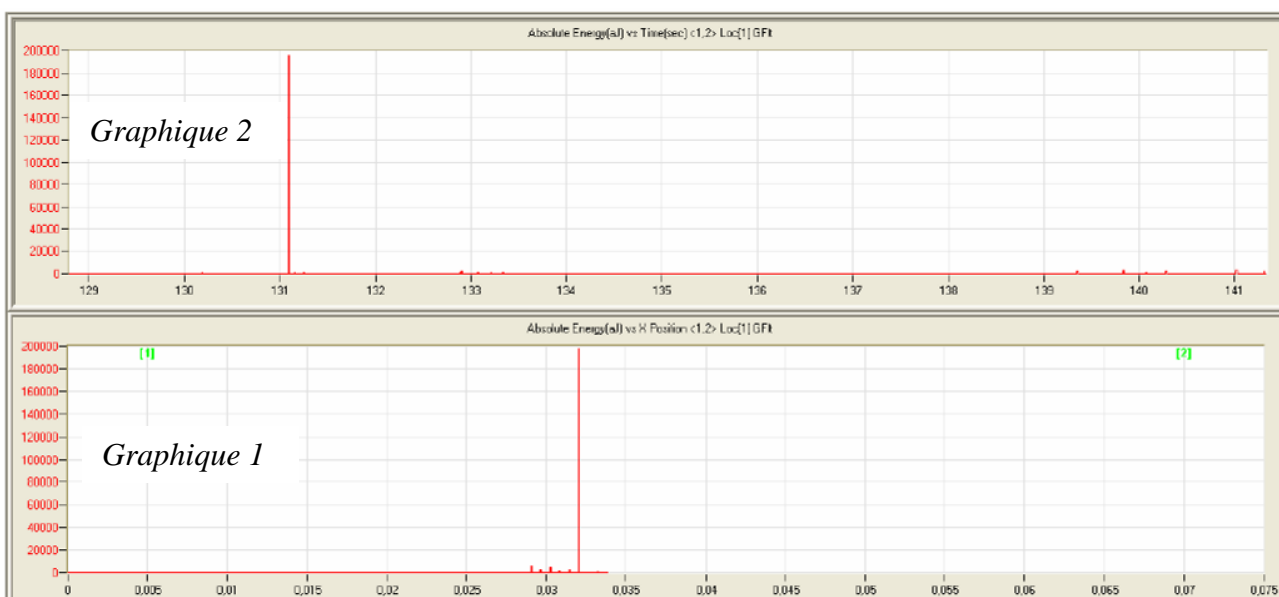
Détection temporelle des évènements acoustiques intervenus au cours de la cinquième passe de rechargement du premier graphique.



Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la sixième passe de rechargement du premier graphique.

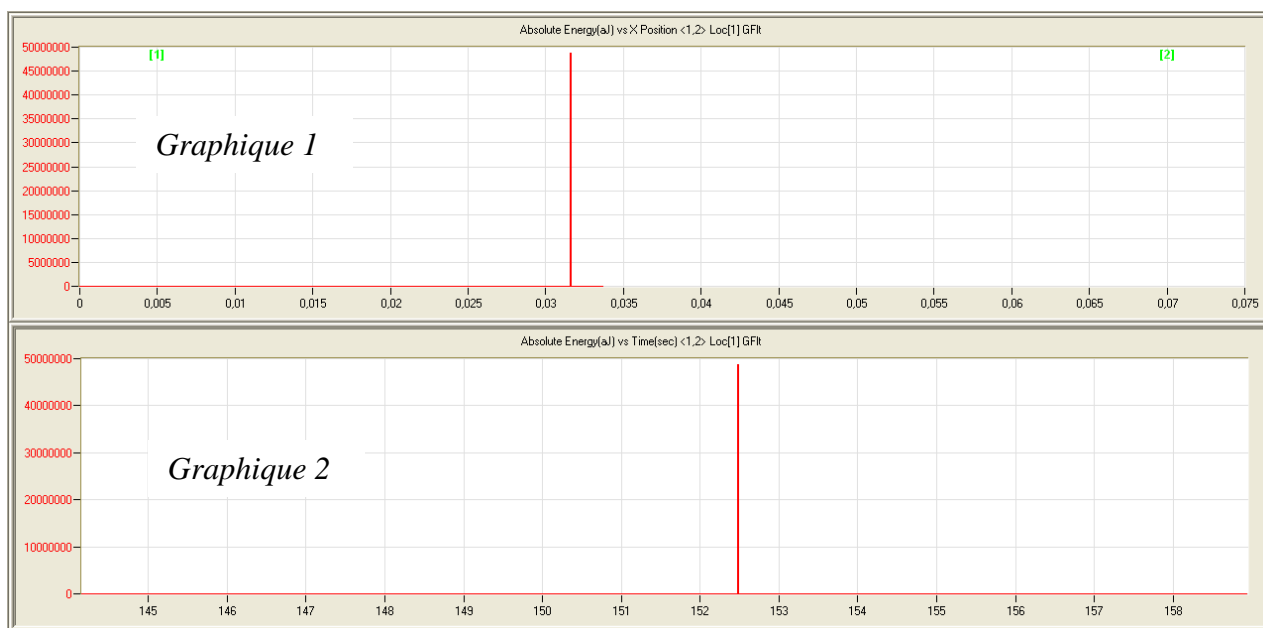


Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la septième passe de rechargement du premier graphique.



Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la huitième passe de rechargement du premier graphique.

Erratum : *Les deux graphiques sont inversés. Le graphique 2 est situé sous la photographie du sommet de la plaque dans cette figure.*



Détection temporelle des évènements acoustique intervenus au cours de la neuvième passe de rechargement du premier graphique.

PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS

I – PUBLICATIONS EN REVUES :

F. FOURNIER DIT CHABERT, F. TANCRET, F. CHRISTIEN, R. LE GALL, J.-F. CASTAGNÉ, “*Finite element simulation of interfacial segregation in dilute alloys*”, Journal of Materials Science, vol. 42, number 23, p. 9765-9774, (2007)

II – CONFERENCES ORALES AVEC COMITE DE LECTURE ET PUBLICATION DES ACTES :

F. FOURNIER DIT CHABERT, F. TANCRET, R. LE GALL, J.-F. CASTAGNÉ, “*Finite element prediction of the cracking tendency of a laser metal forming process for the repair of high temperature turbine blades*”, Third International Symposium on Aerospace Materials & Manufacturing: Emerging Materials, Manufacturing, and Repair Techniques, Montréal, Canada, 1 – 4 octobre 2006 Aerospace Materials and Manufacturing: Emerging Materials, Processes and Repair Techniques, Ed. M. Jahazi, M. Elboujdaïni & P. Patnaik (2006), ISBN 1-894475-68-2, p. 745-758

F. FOURNIER DIT CHABERT, F. TANCRET, R. LE GALL, J.-F. CASTAGNÉ, “*Utilisation de la méthode des éléments finis pour la prédiction de la tendance à la fissuration au cours du procédé de rechargement laser d’aubes de turbine en superalliage base nickel*”, Matériaux 2006, Dijon, France, 13 – 17 novembre 2006

III – POSTERS DANS DES CONGRES AVEC COMITE DE LECTURE ET PUBLICATION DES ACTES :

F. FOURNIER DIT CHABERT, F. TANCRET, R. LE GALL, J.-F. CASTAGNÉ, J. MENUÉY, “*Coupling of interfacial segregation and thermo-mechanical simulations in a finite element code during welding processes*”, Modeling of Casting, Welding and Advanced Solidification Processes XI (MCWASP Conference), Opio, France, 28 mai – 2 juin 2006 Modeling of Casting, Welding and Advanced Solidification Processes – XI, Ed. C.A. Gandin & M. Bellet (2006), ISBN 978-0-87339-629-5, pp. 895-902

F. FOURNIER DIT CHABERT, F. TANCRET, R. LE GALL, J. MENUÉY, "*Simulation of the γ' precipitation in Ni-base superalloys by the implementation of differential equations in a finite element code*", Solid to Solid Phase Transformations in Inorganic Materials 2005 (PTM2005), Phoenix, États-Unis, 29 mai – 3 juin 2005 ; Solid-Solid Phase Transformations in Inorganic Materials '05, Ed J.M. Howe, D.E. Laughlin, J.K. Lee, D.J. Srolovitz & U. Dahmen (2005) ISBN 0-87339-608-0, vol. 2, pp. 829-834

IV – CONFERENCES ORALES SANS PUBLICATION DES ACTES :

F. FOURNIER DIT CHABERT, F. TANCRET, R. LE GALL, J. MENUÉY, "*Understanding of cracking mechanism in a nickel base superalloy during rebuilding by welding*", Turbine Forum 2005, Effective Repair of Gas Turbine Components, Nice, France, 20 – 22 avril 2005

V – POSTERS DANS DES CONGRES SANS PUBLICATION DES ACTES :

F. FOURNIER DIT CHABERT, F. TANCRET, R. LE GALL, "*Étude de l'endommagement d'un superalliage au cours d'un procédé de rechargement laser*", Journées d'Étude de la Section Ouest de la Société Française de Métallurgie et de Matériaux, Angers, France, 16 mars 2005

F. FOURNIER DIT CHABERT, F. TANCRET, R. LE GALL, "*Modélisation de la précipitation de la phase γ' dans les superalliages à base de nickel par implémentation d'équations différentielles dans le code d'éléments finis FEMLAB*", Journées d'Automne 2005 de la Société Française de Métallurgie et de Matériaux, Paris, France, 25 - 26 octobre 2005

F. FOURNIER DIT CHABERT, F. TANCRET, R. LE GALL, "*Simulation de la ségrégation interfaciale du soufre à l'aide de la méthode des éléments finis ; Couplage avec un modèle thermomécanique*", Journées d'Étude de la Section Ouest de la Société Française de Métallurgie et de Matériaux, Nantes, France, 13 avril 2006

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[Aronson'63], A.H. ARONSON, "*Constitutional Liquation in the Iron-Iron Carbide System*", Masters Thesis, Rensselaer Polytechnic Institute, (May 1963)

[Bhadeshia'99], H. K. D. H. BHADESHIA, "*Neural Networks in Materials Science*", ISIJ International, Vol. 39, No. 10, p. 966-979, (1999)

[Ben Mostefa'88], L. BEN MOSTEFA, D. ROPTIN, G. SAINDRENAN, "*Diffusion constants of sulfur in the Fe-Ni 36 alloy determined by AES study of surface segregation*", Revue de Physique Appliquee, vol. 23, p. 1297-1304, (Juillet 1988)

[Ben Mostefa'90], L. BEN MOSTEFA, G. SAINDRENAN, N. BARBOUTH, A. M. BRASS, J. CHENE, "*Intergranular segregation of sulfur in the Fe-Ni 36 alloys*", Scripta Metallurgica et Materialia, vol. 24, p. 773-777, (1990)

[Ben Mostefa'91], L. BEN MOSTEFA, G. SAINDRENAN, M. P. SOLIGNAC, J.P. CLIN, "*Effect of interfacial sulfur segregation on the hot ductility drop of Fe-Ni36 alloys*", Acta Metallurgica et Materialia, vol.39, 12, p. 3111-3118, (1991)

[Bjorneklett'98], B. I. BJORNEKLETT, O. GRONG, O. R. MYHR, A. O. KLUKEN, "*Additivity and isokinetic behaviour in relation to particle dissolution*", Acta Mater., 46, p.6257 (1998)

[Boinet'07], M. BOINET, "*Détection et localisation de fissures lors d'un procédé de rechargement laser*", Rapport d'examen réalisé le 13 février 2007

[Bru'97], D. BRU, J. DEVAUX, J.M. BERGHEAU, D. PONT, "*Influence of material properties at high temperatures on the modelling of residual stress and deformation state*", Mathematical Modelling of weld phenomena 3, p. 456-463, (1997)

[Campbell'91], J. CAMPBELL, "*Castings*", Oxford : Butterworth-Heinemann, (1991)

[Cameca¹], <http://www.cameca.com/>

[Cameca²], http://www.cameca.com/html/application_note.html, Document : “*Quantitative Analysis in presence of peak interference*”

[Casino], <http://www.gel.usherbrooke.ca/casino/>

[Chapman'04], L.A. CHAPMAN, “*Application of high DSC technique to nickel based superalloys*”, *Journal of Materials Science*, 39, p. 7229-7236, (2004)

[Christien'00], F. CHRISTIEN, P. POUTEAU, R. LE GALL, G. SAINDRENAN, Y. JASLIER, “*Ségrégation du soufre à la surface d'un matériau multicouche. Rôle du platine dans l'écaillage des couches d'oxyde protectrices*”, *Journal de Physique IV*, 10, p.173, (2000)

[Christien'03], F. CHRISTIEN, R. LE GALL, G. SAINDRENAN, “*Influence of Stress on Intergranular Brittleness of a Martensitic Stainless Steel*”, *Defect and Diffusion Forum*, Vols. 216-217, p. 275-284, (2003)

[Christien'07], F. CHRISTIEN, Communication privée, (2007)

[Clyne'81], T.W. CLYNE, G.J. DAVIES, “*The Influence of Composition on Solidification Cracking Susceptibility in Binary Alloy Systems*”, *Brit. Foundry*, vol. 74, p. 65-73, (1981)

[Comsol], COMSOL est une marque déposée de COMSOL AB, <http://www.comsol.com>

[Cottrell'49], A.H. COTTRELL, B.A. BILBY, “*Dislocation theory of yielding and strain ageing of iron*”, *Proceedings of the Physical Society*, 62A, p.49, (1949)

[Cox'00], D.C. COX, C.M.F. RAE, R.C. REED, “*Life Assessment of Hot Section Gas Turbine Components*”, ed. R. Townsend. The Institute of Materials, London, UK, p.119, (2000)

[Darken'49], L.S. DARKEN, “*Diffusion of Carbon in Austenite with a Discontinuity of Composition*”, *Transactions of AIME*, vol.180, p.430-438, (1949)

- [Drouin'07], D. DROUIN, A. RÉAL COUTURE, D. JOLY, X. TASTET, V. AIMEZ, “CASINO V2.42-A Fast and Easy-to-use Modelling Tool for Scanning Electron Microscopy and Microanalysis Users”, SCANNING, 29, p.92-101, (2007)
- [Du Plessis'89], J. DU PLESSIS, G.N. VAN WYK, “A model for surface segregation in multicomponent alloys. part III. IV and V”, Journal of the Physics and Chemistry of Solids, vol. 50, p 237-257, (1989)
- [Eberhart'84], M. E. EBERHART, K. H. JOHNSON, R. M. LATANISION, “A molecular orbital model of intergranular embrittlement”, Acta Metall., 32, p.955-959, (1984)
- [Feurer'76], U. FEURER, “Mathematisches Modell der Warmrissneigung von binären Aluminiumlegierungen”, Giessereiforschung, 28, p.75-80, (1976)
- [Finnie'85], I. FINNIE, W. CHENG, “A Method for Measurement of Axisymmetric Residual stresses in Circumferentially welded Thin-Walled Cylinders”, ASME J. Eng. Mater. Technol., 106, p. 131-185, (1985)
- [Gandin'94], C.A. GANDIN, “Modélisation Stochastique de la Solidification : Formation de Structures de Grains Dendritiques”, Thèse École Polytechnique Fédérale de Lausanne, (1994)
- [Haafkens'82], M. HAAFKENS, G. MATTHEY, “A New Approach to the Weldability of Nickel-Base As-Cast and Powder Metallurgy Superalloys”, Welding Journal, 61, p.25-30, (1982)
- [Huang'97], X. HUANG, M.C. CHATURVEDI, N. L. RICHARDS, J. JACKMAN, “The effect of grain boundary segregation of Boron in cast Alloy 718 on HAZ microfissuring- a SIMS analysis”, Acta Materiala. 45, 8, p. 3095-3107, (1997)
- [Hovington'97a], P. HOVINGTON, D. DROUIN, R. GAUVIN, “CASINO : A New Monte Carlo Code in C Language for Electron Beam Interactions-Part I: Description of the Program”, Scanning, Vol. 19, p.1-14, (1997)

[Hovington'97b], P. HOVINGTON, D. DROUIN, R. GAUVIN, "*CASINO : A New Monte Carlo Code in C Language for Electron Beam Interactions-Part II: Tabulated Values of the Mott Cross Section*", Scanning, Vol. 19, p.20-28, (1997)

[Ichikawa'96], K. ICHIKAWA, H.K.D.H. BHADESHIA, D.J.C. MACKAY, "*Model for solidification cracking in low alloy steel weld metals*", Science and Technology of Welding and Joining, vol. 1, no. 1, p.43-50, (1996)

[Kou'03], S. KOU, "*Welding metallurgy*", 2nd Ed., New York: John Wiley & Sons; (2003)

[Ladna'88], B. LADNA, H.K. BIRNBAUM, "*Surface and grain boundary segregation of sulphur and boron in Nickel*", Acta Metall., 36, p. 745-755, (1988)

[Larere'82], A. LARERE, M. GUTTMANN, P. DUMOULIN, C. ROQUES-CARMES, "*Auger electron spectroscopy study of the kinetics of intergranular and surface segregations in nickel during annealing*", Acta Metall., 30, p.685-693, (1982)

[Leconte'06], S. LECONTE, P. PAILLARD, J. SAINDRENAN, "*Effect of fluxes containing oxides on tungsten inert gas welding process*", Science and Technology of Welding and Joining, 11, p.1-5, (2006)

[Le Gall'02], R. LE GALL, G. SAINDRENAN, F. CHRISTIEN, "*Endommagement interfacial des métaux, Ségrégation interfaciale et conséquences*", Ed. Ellipses, Technosup

[Le Gall'03], R. LE GALL, G. DAZELLE, O. DANYLOVA et S. WITZKE, "*Effect of Sulfur and Phosphorus on Ductility of As Cast Iron-Nickel-Chromium Alloys, Direct Observations on In-Situ Fractured Surface by AES And TEM*", Materials Science Forum, 426-432, p.1041-46, (2003)

[Lejcek'95], P. LEJCEK, S. HOFMANN, "*Thermodynamics and structural aspects of grain boundary segregation*", Crit. Rev in Solid State and Mat. Sci. 20, p.1-85, (1995)

[Lindgren'01a], L.E. LINDGREN, "*Finite element modelling and simulation of welding, Part 1 : increased complexity*", Journal of thermal stresses, 24, p.141-192, (2001)

[Lindgren'01b], L.E. LINDGREN, "*Finite element modelling and simulation of welding, Part 2 : improved material modelling*", Journal of thermal stresses, 24, p.195-231, (2001)

[Lindgren'02], L.E. LINDGREN, "*Modelling for residual stresses and deformations due to welding - Knowing what Isn't necessary to know*", Mathematical Modelling of Weld Phenomena 6, p.491-518, (2002)

[McLean'57], D. MCLEAN, "*Grain Boundaries in Metals*", Clarendon Press, Oxford, (1957)

[Messmer'82], R. P. MESSMER, C. L. BRIANT, "*The role of chemical bonding in grain boundary embrittlement*", Acta Metall. 30, p.457-467, (1982)

[Milhet Gayraud'94], N. MILHET GAYRAUD, "*Étude expérimentale et modélisation de la précipitation de la phase gamma prime dans le superalliage N18*", Thèse, INPG Grenoble, (1994), Num national de thèse : 1994INPG0035

[Nguyen'95], T.N. NGUYEN, M.A. WAHAB, "*The effect of residual stress and weld geometry on the fatigue life*", J. Mater. Proc. Techno., 48, p.581-588, (1995)

[Ojo'04], O. A. OJO, N. L. RICHARDS, M. C. CHATURVEDI, "*Contribution of constitutional liquation of gamma prime precipitate to weld HAZ cracking of cast Inconel 738 superalloy*", Scripta Materiala, 50, p. 641-646, (2004)

[Owczarski'66], W. A. OWCZARSKI, D. S. DUVALL, C. P. SULLIVAN, "*A Model for Heat-Affected Zone Cracking in Nickel-Base Superalloy*", Welding Journal, 45, p. 145-s, (1966)

[Pepe'67], J.J. PEPE, W.F. SAVAGE, "*Effect of Constitutional Liquation in 18-Ni Maraging Steel Weldments*", Welding Research Supplement, p.411-422, (Septembre 1967)

[Pessah'92], M. PESSAH, P. CARON, T. KHAN, "*Effect of μ phase on the mechanical properties of a nickel-base single crystal superalloy*", Superalloys 1992, Proceedings of the 7th International Symposium on Superalloys, ed. Antonlovitch. TMS, Warrendale, PA, p. 567-576, (1992)

[Pouchou'90a], J.L. POUCHOU, F. PICHOR, "*Surface film X-ray microanalysis*", Scanning, 12, p.212-224, (1990)

[Pouchou'90b], J.L. POUCHOU, F. PICHOR, D. BOIVIN, "*The XPP procedure applied to quantitative EDS X-ray analysis in the SEM*", Proceedings of the 12th International congress on Electron Microscopy (ICEM 12), Seattle 1990, San Francisco Press, p. 120, (1990)

[Pouchou'91], J.L. POUCHOU, F. PICHOR, "*Electron Probe Quantitation*", ed. Heinrich and New-bury, Plenum Press, New York, p.31, (1991)

[Pouchou'02], J.L. POUCHOU, "*X-Ray Microanalysis of Thin Surface Films and Coatings*", Mikrochim. Acta 138, p.133-152, (2002)

[Prime'06], M.B. PRIME, M.R. HILL, "*Uncertainty Analysis, Model Error, and Order Selection for Series-Expanded, Residual Stress Inverse Solution*", Journal of Engineering Materials and Technology, 128, 2, p.175-185, (2006)

[Radhakrishnan'91], B. RADHAKRISHNAN, R.G. THOMPSON, "*A Phase Diagram Approach to Study Liquation Cracking in Alloy 718*", Metallurgical and Materials Transactions A, 22, p.887-902, (1991)

[Rae'00], C.M.F. RAE, M.S.A. KARUNARATNE, C.J. SMALL, R.W. BROOMFIELD, C.N. JONES, R.C. REED, "*Topologically close packed phases in an experimental rhenium-containing single crystal superalloy*", Superalloys 2000, Proceedings of the Ninth International Symposium on Superalloys, ed. T.M. Pollock, R.D. Kissinger, R.R. Bowman, K.A. Green, M. McLean, M.L. Olson, J.J. Schirra, TMS, Warrendale, p 767-76, (2000)

[Rae'01], C.M.F. RAE, R.C. REED, "*The Precipitation of Topologically Close-Packed Phases in Rhenium-Containing Superalloys*", Acta mater. 49, 4113–4125, (2001)

[Rappaz'03], M. RAPPAZ, A. JACOT, and W.J. BOETTINGER, “*Last-Stage Solidification of Alloys : Theoretical Model of Dendrite-Arm and Grain Coalescence*”, Metallurgical And Materials Transaction A, 34, p.467, (2003)

[Rice'89], J. R. RICE, J.-S. WANG, “*Embrittlement of interfaces by solute segregation*”, Mater. Sci. Eng. A 107, p.23-40, (1989)

[Rosenthal'99], R. ROSENTHAL, D.R.F. WEST, “*Continuous γ' precipitation in directionally solidified IN738 LC alloy*”, Mater. Sci. Techn., 15, p.1387-1394, (1999)

[Royer'98], A. ROYER, P. BASTIE, M. VERAS, “*In situ determination of γ' phase volume fraction and of relations between lattice parameters and precipitate morphology in Ni-based single crystal superalloy*”, Acta Mater. 46(15), p.5357-5368, (1998)

[Ruste'78], J.RUSTE, In : F. MAURICE, L. MENY, R. TIXIER, editors. “*Microanalyse et Microscopie Électronique à Balayage*”, Les Ulis (France) : Les Éditions de Physique, p.219-272, (1978)

[Schajer'81], G.S. SCHAJER, “*Application of Finite Element Calculations to Residual Stress Measurements*”, J. of Eng. Mat. and Tech., 103, p.157-163, (1981)

[Schlachter'90], W. SCHLATER, G.H. GESSINGER, “*High Temperature Materials for Power Engineering*”, E. Bachelet et al. (eds), Kluwer Academic Publishers, (1990)

[Shahsavari'07], H.A. SHAHSAVARI, A.H. KOKABI, S. NATEGH, “*Effect of preweld microstructure on HAZ liquation cracking of Rene 80 superalloy*”, Materials Science and Technology, 23, 5, p.547, (2007)

[Silva'07], C.C. SILVA, J.P. FARIAS, “*Non-uniformity of residual stress profiles in butt-welded pipes in manual arc welding*”, Journal of Materials Processing Technology (2007)

[Simonetta-Perrot'94], M. T. SIMONETTA-PERROT, "*Étude de l'influence d'éléments traces (C, S, B, Al, N) sur la ductilité à chaud de l'alliage austénitique Fe-Ni 36 (Invar) de haute pureté*", Thèse, Institut National Polytechnique de Grenoble, École Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, (1994)

[Simonetti'98], M. SIMONETTI, P. CARON, "*Role and behaviour of μ phase during deformation of a nickel-based single crystal superalloy*", Materials Science and Engineering A, 254, p.1-12, (1998)

[Sinha'72], A. K. SINHA, "*Topologically close-packed structures of transition metal alloys*", Prog. Mater. Sci., p.81-185, (1972)

[Soucail'96], M. SOUCAIL, Y. BIENVENU, "*Dissolution of the γ' phase in a nickel base superalloy at equilibrium and under rapid heating*", Materials Science and Engineering A, 220, p. 215-222, (1996)

[Stepanova'99], N. STEPANOVA, V.A. SAZONOVA, D.P. RODIONOV, "*Influence of solidification conditions on γ' -phase thermal stability in $\langle 001 \rangle$ single crystals of Ni-based superalloys*", Scripta Mater. 40(5), p.581-585, (1999)

[Stratagem], STATAGEM est une marque déposée de SAMx, <http://www.samx.com/>

[Takagi'04], H. TAKAGI, M. FUJIWARA, K. KAKEHI, "*Measuring Young's modulus of Ni-based superalloy single crystals at elevated temperatures through microindentation*", Materials Science and Engineering A 387-389, p.348-351, (2004)

[Tekriwal'91], P. TEKRIWAL, J. MAZUMDER, "*Transient and residual thermal strain stress analysis of GMAW*", ASME J. Engineering Materials and Technology, 113, p.336-343, (1991)

[Thirumalai'06], A. THIRUMALAI, A. AKHTAR, R. C. REED, "*Extent of back diffusion during solidification of experimental nickel based single crystal superalloy*", Materials Science and Technology, 22, n°1, p. 1-13, (2006)

[Thompson'86], R.G. THOMPSON, J.R. DOBS, D.E. MAYO, "*The Effect of Heat Treatment on Microfissuring in Alloy 718*", *Welding Journal*, p. 299-304, (novembre 1986)

[Wagner'04], A. WAGNER, B.A. SHOLLOCK, M. MCLEAN, "*Grain structure development in directional solidification of nickel-base superalloys*", *Materials Science and Engineering A* 374, p.270–279, (2004)

[Wang'70], S.J. WANG, H.J. GRABKE, "*Investigation on the diffusion of sulfur in metals for the case of the reaction in H₂S-H₂ mixtures*", *Zeitschrift fur Metallkunde*, 61, p.597-603, (1970)

[Wang'04], N. WANG, S. MOKADEM, M. RAPPAZ, W. KURZ, "*Solidification cracking of superalloy single- and bi-crystals*", *Acta Materialia* 52, p.3173–318, (2004)

[Withers'01], P.J. WITHERS, H.K.D.H. BHADESHIA, "*Residual stress. Part 2 – Nature and origins*", *Mater. Sci. Techn.*, 17, p.366-375, (2001)

[Wu'94], R. WU, A. J. FREEMAN, G. B. OLSON, "*First principles determination of the effects of phosphorus and boron on iron grain boundary cohesion*", *Science* 265, p.376-380, (1994)

[Yamaguchi'05], M. YAMAGUCHI, M. SHIGA, H. KABURAKI, "*Grain Boundary Decohesion by Impurity Segregation in a Nickel-Sulfur System*", *Science* 307, (21 janvier 2005)

[Yu'06], Z. YU, K.P. DHARMASENA, D.D. HASS, H.N.G. WADLEY, "*Vapor deposition of platinum alloyed nickel aluminate coatings*", *Surface & Coatings Technology* 201, p.2326–2334, (2006)

[Zhang'03], J. ZHANG, "*Effect of Ti and Ta on hot cracking susceptibility of directionally solidified Ni-based superalloy IN-792*", *Scripta Materialia* 48, p.677–681, (2003)

[Zhu'02], ZHU, X.K., CHAO, Y.J., "*Effect of temperature-dependant material properties on welding simulation*", *Computers and Structures*, 80, p.967-976, (2002)

[Zhou'05], Y. ZHOU, A. VOLEK, R.F. SINGER, "*Influence of Solidification Conditions on the Castability of Nickel-Base Superalloy IN-792*", Metallurgical And Materials Transaction A, 36, p.651, (2005)

Résumé

Le rechargement laser est un procédé de type soudage utilisé notamment pour la reconstruction de la géométrie de pièces métalliques aéronautiques en superalliage à base de nickel. Une fissuration de type interdendritique fragile est systématiquement observée au niveau de la zone réparée. Après une étude métallurgique de l'endommagement, l'hypothèse d'une fragilisation par ségrégation interfaciale de soufre a pu être confirmée au moyen de deux techniques : la spectroscopie des électrons Auger et la microsonde de Castaing. L'aptitude de cette dernière à la détection et à la quantification des ségrégations interfaciales a été montrée au cours de ces travaux. Une modélisation fine de la thermique du procédé et de la ségrégation interfaciale à l'aide des éléments finis a permis de mettre en évidence le caractère inévitable de la ségrégation du soufre aux interfaces. Notamment, il a été montré grâce à la simulation numérique qu'il n'était pas possible de contrôler la ségrégation interfaciale en jouant sur les paramètres du procédé que sont la puissance et la vitesse du laser. En outre, les procédés de type soudage sont connus pour générer d'importantes contraintes et déformations résiduelles. Un état de contraintes résiduelles de traction dans la zone réparée, associé à des déformations plastiques importantes, a été simulé par éléments finis. Il est responsable de la rupture des joints interdendritiques fragilisés par la présence de quantités importantes de soufre. Au final, une étude paramétrique sur la puissance et la vitesse du procédé a été réalisée et a conduit à une solution au problème de fissuration.

Title and abstract

Laser metal cladding of a nickel based superalloy: Experimental study and simulation of damage mechanisms.

Laser metal cladding is a welding-like process, in particular used to rebuild the shape of aeronautical components made of nickel based superalloys. Interdendritic cracks are systematically observed inside the repaired zone. After a metallurgical study of the damage, the hypothesis of an embrittlement by interfacial sulphur segregation has been confirmed by two techniques: Auger electron spectroscopy and electron probe micro-analysis. The ability of the latter to detect and quantify interfacial segregations has been demonstrated in the study. A fine modelling of the thermal aspects of the process and of interfacial segregation, using finite elements, allowed to show that sulphur segregation could not be avoided. In particular, it has been shown, using numerical simulation, that is not possible to control interfacial segregation through the adjustment of process parameters (laser power and velocity). Furthermore, welding processes are known to generate important residual stresses and plastic strains. A tensile residual stress state in the repaired zone, associated to important plastic strains, has been simulated using finite elements. It is responsible of the cracking of interdendritic boundaries embrittled by important quantities of sulphur. Finally, a parametric study of the process parameters (laser power and velocity) has been performed and has led to a solution to the cracking problem.

Mots-clés : Superalliages, Nickel, Rechargement, Ségrégation, Soufre, Contraintes, Déformations

Discipline : Sciences Des Matériaux

N° :

(ne rien inscrire, attribué par la bibliothèque)