



HAL
open science

Effet de l'état métallurgique sur les propriétés mécaniques d'éprouvettes amincies

Damien Texier, Daniel Monceau, Eric Andrieu, Georges Cailletaud

► **To cite this version:**

Damien Texier, Daniel Monceau, Eric Andrieu, Georges Cailletaud. Effet de l'état métallurgique sur les propriétés mécaniques d'éprouvettes amincies. Matériaux 2010, Oct 2010, Nantes, France. 9 p. hal-00572488

HAL Id: hal-00572488

<https://minesparis-psl.hal.science/hal-00572488v1>

Submitted on 1 Mar 2011

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

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

Effet de l'état métallurgique sur les propriétés mécaniques d'éprouvettes amincies:

D. Texier^a, D. Monceau^a, E. Andrieu^a, G. Cailletaud^b

*^a Institut Carnot CIRIMAT, ENSIACET, 4 allée Emile Monso, 31432 Toulouse Cedex4,
damien.texier@ensiacet.fr*

^b MINES ParisTech, Centre des Matériaux, CNRS UMR 7633, BP 87, 91003 Evry

RESUME:

L'affinement des échelles de modélisation numérique s'accompagne du développement d'outils de caractérisation appropriés. La fabrication et la réponse mécanique d'éprouvettes de traction d'épaisseurs micrométriques constituées d'alliage 718 font l'objet de la présente étude. A partir d'une même coulée, différents états métallurgiques sont étudiés. L'alliage hypereffé (solution solide), l'alliage vieilli (durcissement structural) avec ou sans phase delta aux joints de grains ainsi que l'effet de la taille de grain sont explorés. Les objectifs visés sont d'une part, la validation d'une méthode de prélèvement et de test d'éprouvettes minces permettant d'accéder à la description de gradients de propriétés dans des matériaux massifs et d'autre part, d'évaluer pour différents états métallurgiques de l'alliage 718, les épaisseurs seuils en dessous desquelles la limite d'élasticité dépend de l'épaisseur de l'éprouvette. Les essais qui ont été réalisés montrent que la préparation des éprouvettes ne semble pas altérer les mécanismes de déformation spécifiques des microstructures étudiées. Un effet d'épaisseur conduisant à la définition d'un seuil a été constaté aussi bien sur la limite d'élasticité que sur la contrainte à rupture pour les microstructures présentant un durcissement structural.

MOTS-CLES : effet d'échelle, amincissement, éprouvettes minces, traction, alliage 718.

I. INTRODUCTION

Le développement des outils numériques encourage les mécaniciens du comportement des matériaux à intégrer dans les modèles, une image de la microstructure de plus en plus représentative du matériau réel. A titre d'exemple, les modèles prédictifs de durée de vie d'éléments de structure tentent d'intégrer les hétérogénéités microstructurales (phases précipitées, joints de grains etc..) en s'appuyant sur des descriptions numériques de ces hétérogénéités allant du polycristal numérique à la méthode des champs de phases [1-4].

Pour valider ces approches et leur donner un caractère applicatif, la mesure des propriétés locales des systèmes étudiés incite à la conception d'outils de prélèvement et de caractérisation adéquats. La sollicitation mécanique de volumes de matière micrométriques a stimulé l'imagination des mécaniciens. Ainsi, des essais de traction [5-10], de déflexion forcée [11] ou de flexion sous poids propre [12], de micro et nanodureté instrumentée [12, 13], de compression sur pions [14], des essais vibratoires [15], par microscopie acoustique [16] ont été développés afin d'accéder à la mesure de certaines caractéristiques mécaniques (module d'Young, limite d'élasticité, contrainte maximale, loi de comportement), les autres grandeurs ayant très peu de signification dans le cas d'éprouvettes minces du fait de leur trop grande dispersion.

Dans la présente étude, nous nous sommes intéressés à la réponse mécanique d'éprouvettes amincies sollicitées en traction uniaxiale à la température ambiante. Les éprouvettes ont été amincies par abrasion mécanique, jusqu'à des épaisseurs de zone utile de quelques dizaines de micromètres. Cette épaisseur doit être mise en regard des échelles de microstructure afin d'estimer l'épaisseur seuil en dessous de laquelle l'effet « produit mince » l'emporte sur l'effet de volume lors des premières stades du comportement mécanique. Les effets de surface, inhérents à la préparation des éprouvettes (écrouissage ou oxydation) peuvent alors conditionner le comportement plastique ou viscoplastique du polycristal.

Les essais ont été réalisés sur un feuillard en alliage 718. Cet alliage offre un ensemble très conséquent d'états métallurgiques et microstructuraux. Ainsi, il est possible de modifier la taille de grain, de travailler sur la solution solide ou la solution solide durcie par précipitation. Ces différents états métallurgiques ont été investigués dans le cadre de cette étude afin de déterminer, à la température

ambiante, l'effet de l'état métallurgique sur l'épaisseur critique mentionnée plus haut qui est, dans une certaine mesure, associée au volume élémentaire représentatif.

II. PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE

II.1. Le matériau

L'étude a porté sur un superalliage polycristallin à base de nickel : l'alliage 718. La matière se présente sous forme d'un feuillard de 270 μ m d'épaisseur, préalablement laminé et recuit en vue d'une recristallisation. La composition chimique de cet alliage est présentée dans le Tableau 1. L'ensemble des éprouvettes de cette étude a été prélevé dans la direction de laminage d'un même feuillard de manière à travailler à composition chimique constante. A l'état de réception, la microstructure de ces feuillards est constituée d'une solution solide polycristalline présentant une taille moyenne de grains de 15 μ m (Figure 1).

Tableau 1 : Composition de l'alliage 718 étudié (% pds)

C	Ni	B	Mn	Mg	Fe	Al	Co	Ti	Cr	Nb+Ta	Si
0,034	53,69	0,0014	0,046	0,0055	3,04	0,48	0,022	1,05	18,3	5,17	0,031

Les éprouvettes ont été prélevées dans ce feuillard par découpe laser. Suite à l'usinage, les tranches et faces des éprouvettes sont polies jusqu'au papier SiC 4000. Différents états métallurgiques sont ensuite obtenus par traitements thermomécaniques dédiés aux microstructures souhaitées. Les paramètres microstructuraux étudiés sont la taille des grains, la présence de la phase stable δ -Ni₃Nb aux joints de grains, une solution solide ou une solution durcie par précipitation de phase γ' -Ni₃(Ti, Al) et γ'' -Ni₃Nb. Six lots d'éprouvettes différents correspondent aux différentes microstructures.

- **Lot 1** : Solution solide à grains fins.
- **Lot 2** : Solution durcie par précipités γ' et γ'' à grains fins.
- **Lot 3** : Solution solide à grains fins avec de la phase δ aux joints de grains.
- **Lot 4** : Solution durcie par précipités γ' et γ'' à grains fins avec de la phase δ aux joints de grains.
- **Lot 5** : Solution solide à grains grossiers.
- **Lot 6** : Solution durcie par précipités γ' à grains grossiers.

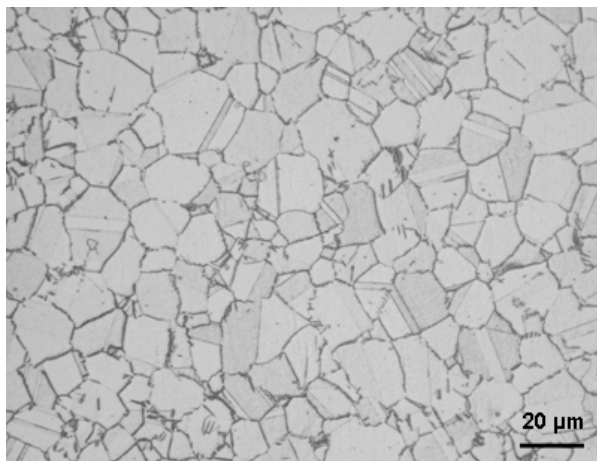


Figure 1 : Microstructure de l'alliage 718 à l'état de réception

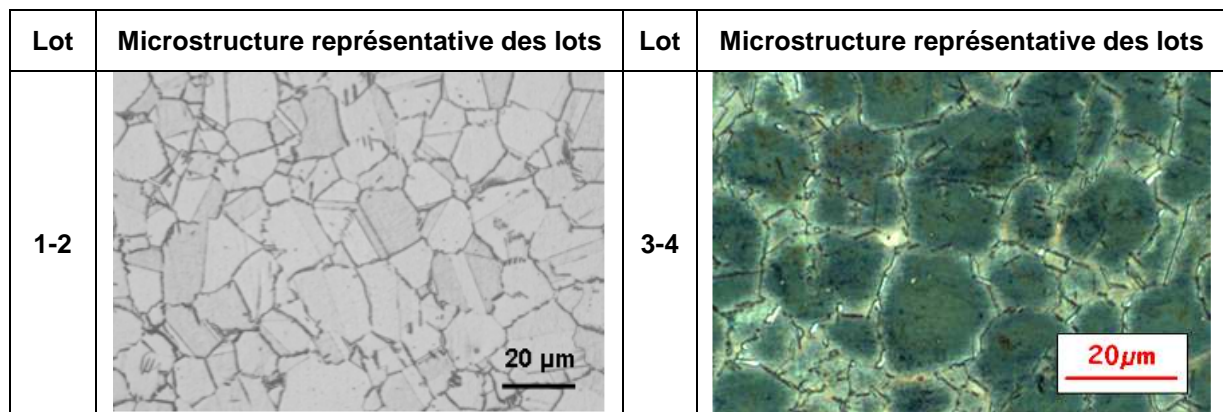
Les différents traitements thermiques propres à chaque lot sont décrits dans le Tableau 2. Ces traitements thermiques ont été réalisés par lot dans un four sous vide ($1-5 \cdot 10^{-5}$ mbar). Chaque lot est préalablement confiné dans une papillote en FeCrAlY de manière à limiter l'oxydation des éprouvettes.

Tableau 2 : Traitements thermomécaniques propres aux différents états métallurgiques

Lot	Référence	Traitement thermomécanique
1	ER SS	Etat de réception
2	ER DP	8h - 720°C (RC ¹) / 8h - 620°C (RF ²)
3	980°C SS	1h - 980°C (RF)
4	980°C DP	1h – 980°C (RF) / 8h - 720°C (RC) / 8h - 620°C (RF)
5	1065°C SS	Déf à froid ³ 1,5h - 1065°C (RF)
6	1065°C DP	Déf à froid 1,5h - 1065°C (RF) / 8h - 720°C (RC) / 8h - 620°C (RF)

Les différentes micrographies optiques des microstructures représentatives de 4 des 6 lots obtenues par microscopie optique sont présentées à la figure 2. L'attaque chimique utilisée dans cette étude pour révéler les microstructures de cet alliage est une attaque électrochimique à l'acide oxalique à 5% sous 5V à la température ambiante.

Figure 2 : Microstructure représentative des différents états métallurgiques étudiés



II.2. Le procédé d'obtention d'éprouvettes à épaisseur micrométrique

Les tranches des éprouvettes traitées sont polies graduellement jusqu'au papier SiC 4000 afin d'éliminer la zone affectée par le procédé de découpe et par l'éventuelle oxydation lors des traitements thermiques. Ce polissage permet également d'avoir un état de surface convenable pour les essais de traction. Une face des éprouvettes est ensuite polie jusqu'au papier SiC 4000. L'éprouvette est ensuite collée face polie sur un support en acier trempé à l'aide d'une résine thermoplastique. Une charge de compression est appliquée lors du collage pour limiter l'épaisseur de colle et assurer le parallélisme entre la face polie et celle amincie de l'éprouvette. Ce support a été préalablement usiné par le dispositif d'amincissement (Figure 3) de manière à assurer le parallélisme entre la meule et le support. Il est ensuite placé sur le socle dans le but d'amincir uniquement la zone utile de l'éprouvette.

Cette équipement, développé au sein du CIRIMAT par Salabura [17] dans le cadre de la thèse de Brucelle [5] est une meuleuse à broche sans jeu. Un diamant intégré à une glissière permet le dressage des meules. Ce dispositif d'abrasion est monté à côté d'une glissière automatisée par un vérin pneumatique pour assurer la translation de l'éprouvette vis-à-vis de la meule. Une injection de liquide au-dessus de la meule permet à la fois la lubrification et le refroidissement de la zone de contact. Des meules de différentes granulométries ont été élaborées au sein du CIRIMAT. Ces meules sont constituées de grains de carbure de silicium de différentes granulométries (46µm, 22µm et 14µm) piégés dans une matrice de résine epoxy. Un contre-poids permet de réguler la force appliquée lors de l'abrasion. Une vis micrométrique liée au bras de meule permet de maîtriser l'enlèvement de matière.

¹ RC : Refroidissement contrôlé

² RF : Refroidissement four éteint

³ Déf à froid : Déformation à froid. 1,45% de déformation en flexion + 1,45% de déformation en flexion dans l'autre sens + 2% en traction.

Huit éprouvettes par lots ont été préparées. Deux éprouvettes non amincies font office de références. Les autres éprouvettes ont été amincies entre 150 et 30 μm .

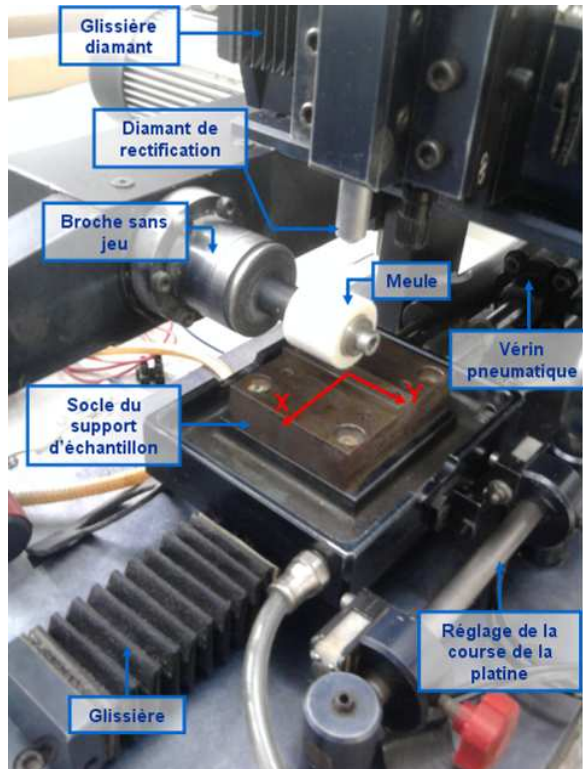


Figure 3 : Dispositif d'amincissement de la zone utile des éprouvettes

II.3. Les essais de traction

Les essais de traction ont été réalisés sur un bâti MTS Synergie1000 équipé d'un capteur de force de 2kN en imposant une vitesse de déformation de $5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Du fait de la différence d'épaisseur entre la zone utile des éprouvettes et celle de la tête, la déformation est calculée à partir du déplacement de la traverse. Les dimensions de l'éprouvette telles que la largeur et l'épaisseur sont mesurées en 3 points différents à l'aide d'un micromètre (précision de $2\mu\text{m}$).

L'amarrage d'éprouvettes minces (épaisseurs de quelques dizaines de micromètres) sur la machine est délicat. Cependant, la géométrie des éprouvettes obtenues par ce procédé d'abrasion facilite cette opération dans la mesure où les têtes d'éprouvettes sont plus épaisses que la zone utile. Ainsi, il est possible de maintenir les éprouvettes dans des mors classiques sans pour autant générer une concentration de contrainte dans la zone utile. Il faut de plus mentionner ici que l'effet de localisation du chargement, que l'on peut illustrer simplement en tirant sur une feuille de papier, est évité dans notre cas du fait de la géométrie de l'éprouvette.

III. RÉSULTATS

III.1. Le procédé d'obtention d'éprouvettes amincies

L'outil utilisé pour amincir est comparable à une rectifieuse classique sur laquelle l'avance serait contrôlée par la pression au contact meule-éprouvette. Malgré le fait que le plateau support d'éprouvette soit rectifié avant collage, le parallélisme entre le mouvement de la table et la surface polie n'est pas parfait. Un écart de quelques centièmes de degré induit par le collage de l'éprouvette avant amincissement ou un défaut de parallélisme de la machine suffisent à générer un gradient d'épaisseur d'une bonne dizaine de micromètres sur la longueur utile de l'éprouvette. C'est la raison pour laquelle, à l'issue de l'usinage, le profil de chaque éprouvette (figure 4) est mesuré afin de recalculer les contraintes maximales vues par le matériau et éventuellement rebuter certains essais.

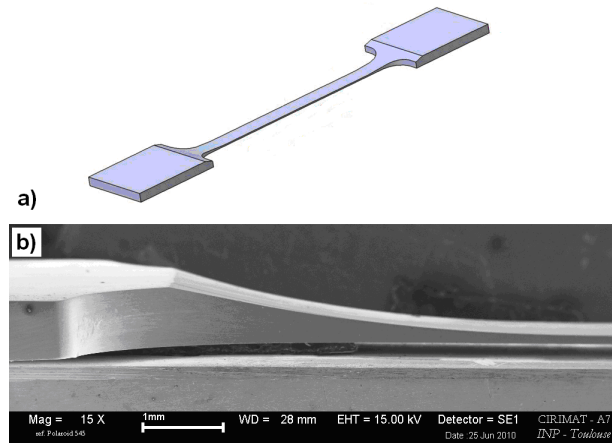


Figure 4 : Exemple d'éprouvette MC2 amincie à 75µm. a) Schéma. b) Micrographie par MEB

La méthode d'amincissement des éprouvettes nous a conduit à caractériser l'état de surface après usinage par profilométrie en lumière blanche à l'aide d'un profilomètre ZYCO100. A titre d'exemple, une visualisation 3D de la surface de l'échantillon est présentée sur la figure 5. Différentes caractéristiques de l'état de surface sont calculées. Nous nous sommes particulièrement intéressés au PV^4 et au Ra^5 . La mesure de rugosité est obtenue sur une surface de 480µm par 640µm. Les Ra et PV globaux sont relativement élevés. Le Ra varie entre 0,1 et 2,5 µm selon les zones étudiées. Des PV de 5 à 7µm peuvent être identifiés. Plus simplement, à l'œil nu, on distingue des stries parallèles à la direction de rectification sur la zone amincie. Les éprouvettes étant sollicitées en traction, ces stries n'ont *a priori* que peu d'effet sur la réponse mécanique de l'éprouvette. En effet, il est important de différencier les caractéristiques d'états de surface selon l'orientation par rapport à la direction de sollicitation (parallèle Ra_{para} ou perpendiculaire Ra_{perp}). Nous supposons que le Ra_{perp} a peu d'importance sur le domaine élastique et sur le début du domaine plastique vu qu'il n'induit pas de concentration locale de contrainte, contrairement au Ra_{para} . L'épaisseur de la zone écrouie par abrasion mécanique est proportionnelle à la rugosité. La dissociation de la rugosité selon la direction permet d'observer un Ra_{para} beaucoup plus faible que le Ra_{perp} ($Ra_{para} = 0,1 - 0,3$ µm alors que $Ra_{perp} = 0,28 - 2,7$ µm). Ces valeurs de Ra_{para} sont équivalentes à celle résultant d'un polissage au papier SiC 600 (environ 0.15µm). Le Ra_{perp} plus élevé semble être lié à l'état de surface de la meule. En effet, la rectification de la meule par le diamant laisse une empreinte sur cette dernière qui se reproduit sur l'éprouvette de manière plus ou moins atténuée suivant l'usure de la meule. Il est également probable que les stries sont directement reliées à la granulométrie de la poudre SiC employée lors de la fabrication des meules.

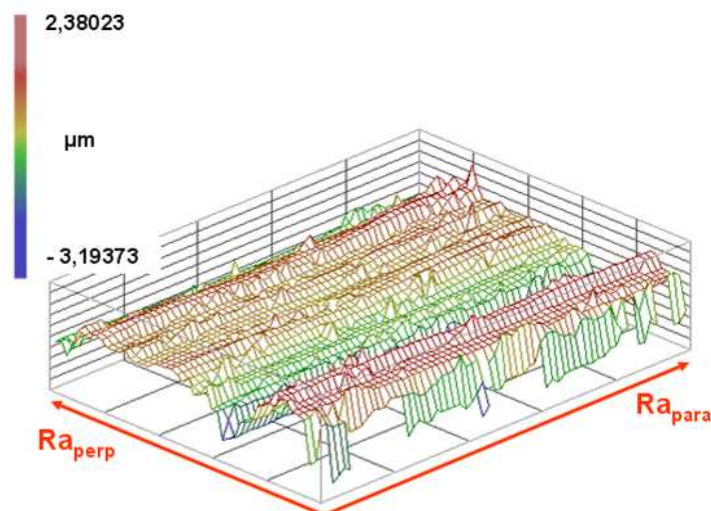


Figure 5 : Visualisation par profilométrie 3D en lumière blanche de la surface d'un échantillon

4 PV = Amplitude maximale

5 Ra = Ecart moyen arithmétique. Il correspond à la moyenne intégrale des écarts en valeur absolue

III.2. Les essais de traction

Des essais de traction sur les lots 3 et 4 ont été effectués à température ambiante. Les résultats relatifs aux autres lots sont en cours d'acquisition. Pour le tracé des courbes contrainte/déformation (6 et 7), la contrainte a été calculée en fonction de la section minimale de l'éprouvette et la déformation en fonction d'une zone utile considérée comme homogène sur 30mm. Ce choix est imposé du fait des gradients d'épaisseur mentionnés dans la partie III.1. Les allongements à rupture ne peuvent donc pas être traités simplement. En revanche, les épaisseurs minimales des zones utiles ont été reportées sur les différentes courbes.

Les résultats des essais de traction sur éprouvettes amincies montrent une évolution des propriétés mécaniques avec l'épaisseur des éprouvettes (figure 6 et 7). L'allure des courbes de traction pour les deux lots testés ne semble pas être significativement affectée par l'amincissement des éprouvettes. Nous supposons donc, en première approximation, ne pas altérer les mécanismes de déformation *via* le procédé d'amincissement et l'écroutissage superficiel qui en résulte.

La perte de linéarité de la courbe « contrainte en fonction de la déformation » a été utilisée comme critère pour la détermination de la limite d'élasticité. Les limites d'élasticité ont été mesurées et sont reportées sur la figure 8. Comme attendu, nous constatons une limite d'élasticité supérieure pour le lot durci par précipitation. La même tendance est observée pour le tracé de la contrainte à rupture en fonction de l'épaisseur des éprouvettes. Sur la figure 8, deux stades peuvent être distingués pour le lot 980°C DP. En deçà d'une certaine épaisseur (environ 100µm), la limite d'élasticité décroît avec l'épaisseur. Cette épaisseur seuil correspond à environ 6 à 7 grains en moyenne. Les caractéristiques mécaniques des éprouvettes dont les épaisseurs sont supérieures à une centaine de micromètres correspondent aux caractéristiques habituelles de cet alliage. Le lot 980°C SS présente des propriétés anormalement élevées pour un état hypereffé. Le mode de traitement thermique adopté dans le cadre de cette étude exploratoire (refroidissement lent) ne permet pas d'éviter la formation de phases durcissantes lors du refroidissement de sorte que l'état microstructural n'est pas celui idéalement recherché mais un état intermédiaire entre l'état hypereffé et l'état vieilli. Le lot 1 devrait permettre de pallier ce problème.

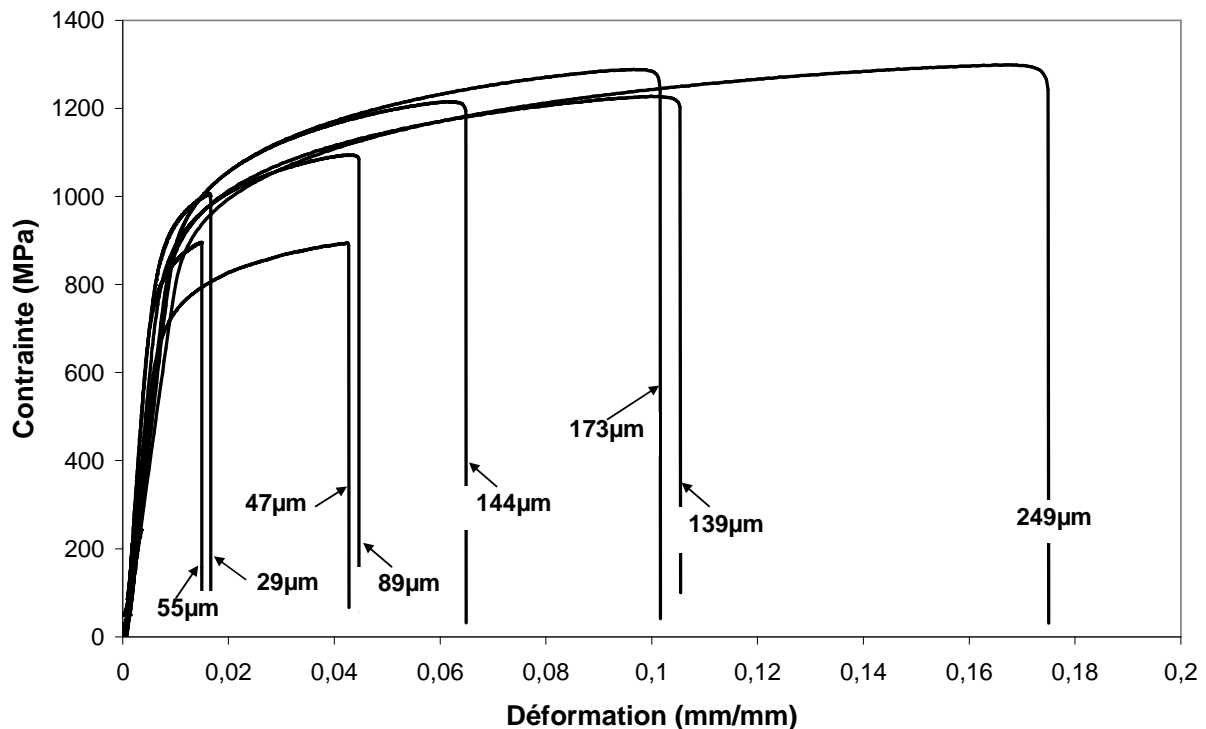


Figure 6: Essais de traction à température ambiante sur le lot 980°C SS

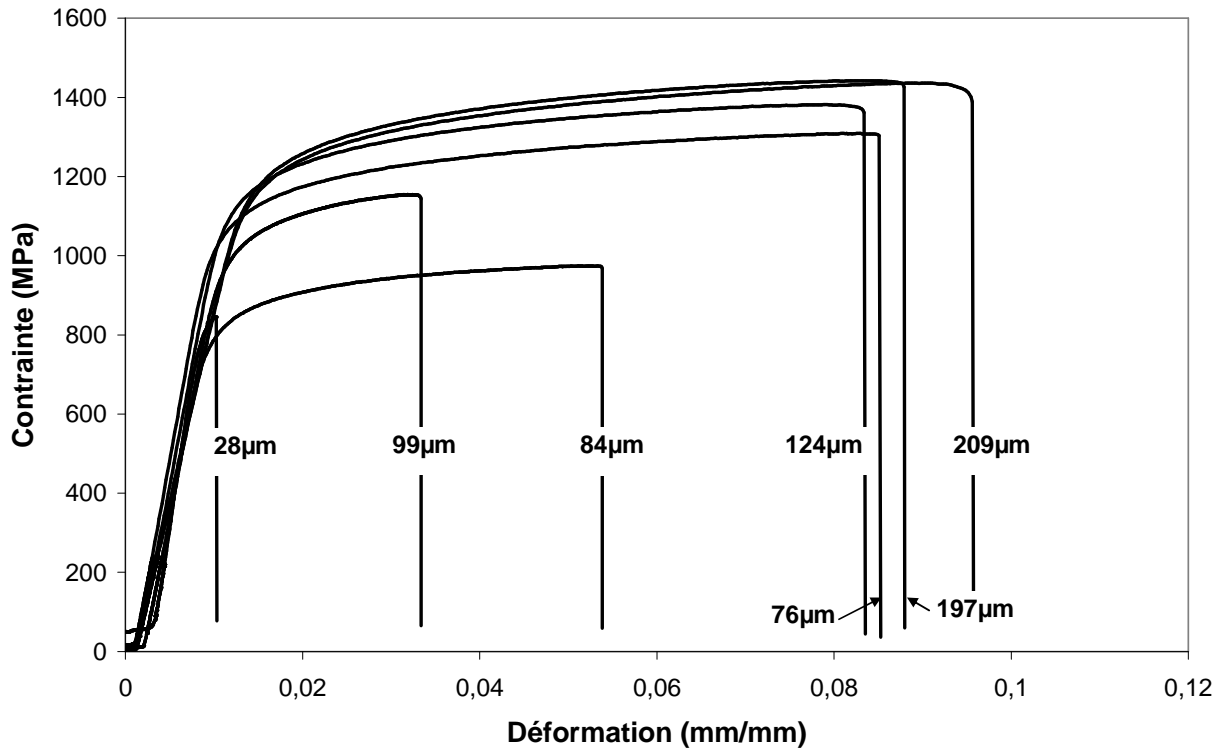


Figure 7 : Essais de traction à température ambiante sur le lot 980°C D P

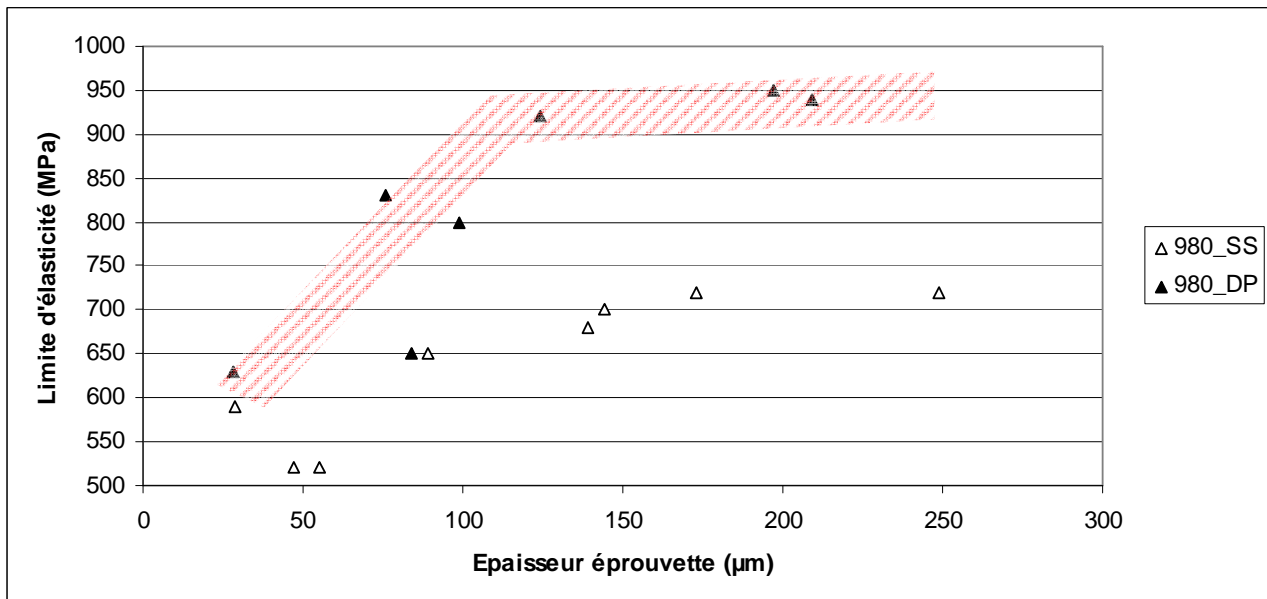


Figure 8 : Effet de l'épaisseur d'éprouvette sur la limite d'élasticité

Les zones utiles des éprouvettes ont été observées après traction par microscopie optique en contraste interférentiel. Les micrographies présentées sur les figures 9 et 10, prises au voisinage de la zone de rupture, montrent clairement la localisation de la déformation dans des bandes de glissement. Ce mode de déformation est caractéristique du comportement mécanique de cet alliage. Là encore, on remarque la similitude de comportement entre les deux états métallurgiques étudiés.

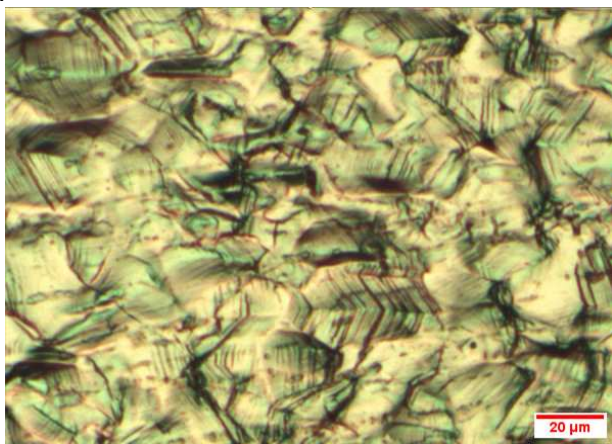


Figure 9 : Microstructure après essai de traction d'une éprouvette DP

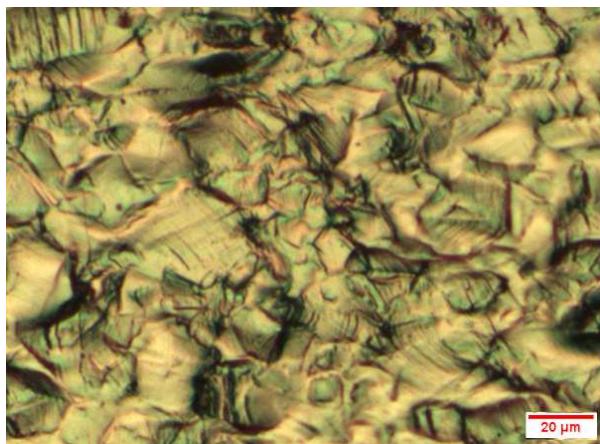


Figure 10 : Microstructure après essai de traction d'une éprouvette SS

Pour ce qui concerne l'apparition du « seuil » d'épaisseur sur les éprouvettes vieilles, on peut l'attribuer au rôle de la localisation de la déformation sur la perte de confinement du chargement des grains en surface du polycristal. Ce phénomène ne peut pas se produire pour un grain situé dans le volume du polycristal car les grains qui l'entourent opposent une réaction qui contribue à l'écroissage du polycristal. Pour être efficace, cet écroissage intergranulaire peut impliquer un agrégat dont la taille devient de l'ordre de l'épaisseur de l'éprouvette. Dans ce cas, on pourrait constater macroscopiquement une diminution de la limite d'élasticité lorsque l'épaisseur de l'éprouvette est inférieure à la taille de l'agrégat. Ce scénario demande bien entendu à être affiné et éprouvé. Les essais sur les lots restants devraient permettre de progresser dans la compréhension du comportement d'éprouvettes amincies.

Il convient également de remarquer que, dans le domaine plastique, l'allure des courbes d'écroissage correspondant aux différentes éprouvettes testées ne présente pas de modification très significative en fonction de l'épaisseur. Cette observation pourrait être attribuée au mécanisme de déformation de cet alliage i.e aux interactions dislocations-précipités qui donnent lieu à du cisaillement. La taille de grain n'intervient pas dans ce cas.

IV. CONCLUSIONS

L'objectif de cette étude consistait avant tout à valider un procédé de préparation d'éprouvettes minces en vue de la caractérisation de gradient de propriétés sur des systèmes.

Le dispositif d'amincissement est bien entendu perfectible. Cependant, les résultats des essais effectués sur des éprouvettes amincies démontrent que la description d'un gradient de propriétés *via* le prélèvement d'éprouvettes minces impose la détermination d'épaisseurs seuils en dessous desquelles le comportement de l'éprouvette n'est pas représentatif d'une tranche d'un système du fait de la perte de confinement du chargement. De ce fait, la description du gradient de propriétés ne peut alors se faire qu'en imposant un pas de prélèvement respectant le confinement plastique. D'un point de vue technologique, un changement de dispositif de dressage de meule permettrait l'obtention d'une rugosité plus faible dans la direction normale à l'effort de traction et améliorerait l'état de surface des éprouvettes.

Les résultats des essais sur les lots hypotempés devraient apporter des informations concernant le rôle de l'écroissage sur le pas de prélèvement.

Références :

1. Boettinger, W.J., et al., *Phase-field simulation of solidification*. Annual Review of Materials Research, 2002. **32**: p. 163-194.
2. Bruna, P., et al., *Phase-field modelling of microstructural evolution in primary crystallization*. Journal of Alloys and Compounds, 2009. **483**(1-2): p. 645-649.
3. Ludwig, W., et al., *New opportunities for 3D materials science of polycrystalline materials at the micrometre lengthscale by combined use of X-ray diffraction and X-ray imaging*. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 2009. **524**(1-2): p. 69-76.

4. Ammar, K., et al., *Finite element formulation of a phase field model based on the concept of generalized stresses*. Computational Materials Science, 2009. **45**(3): p. 800-805.
5. Brucelle, O., *Etude de l'effet de la microstructure sur la résistance à la corrosion sous contrainte en milieu primaire R.E.P. de l'alliage 718*, in CIRIMAT. 2001, Institut National Polytechnique de Toulouse: Toulouse.
6. Brucelle, O., et al., *Caractérisation du gradient de propriétés mécaniques dans un produit laminé*, in *Matériaux 2002*. 2002.
7. Gravier, S., et al., *New On-Chip Nanomechanical Testing Laboratory - Applications to Aluminum and Polysilicon Thin Films*. Journal of Microelectromechanical Systems, 2009. **18**(3): p. 555-569.
8. Hommel, M., O. Kraft, and E. Arzt, *A new method to study cyclic deformation of thin films in tension and compression*. Journal of Materials Research, 1999. **14**(6): p. 2373-2376.
9. Judelewicz, M., et al., *Microstructural Development During Fatigue of Copper Foils 20-100-Mu-M Thick*. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 1994. **186**(1-2): p. 135-142.
10. Sharpe, W.N., B. Yuan, and R.L. Edwards, *A new technique for measuring the mechanical properties of thin films*. Journal of Microelectromechanical Systems, 1997. **6**(3): p. 193-199.
11. Zhang, G.P., et al., *Fatigue and thermal fatigue damage analysis of thin metal films*. Microelectronics Reliability, 2007. **47**(12): p. 2007-2013.
12. Nagappa, S., M. Zupan, and C.A. Zorman, *Mechanical characterization of chemical-vapor-deposited polycrystalline 3C silicon carbide thin films*. Scripta Materialia, 2008. **59**(9): p. 995-998.
13. Kieken, B., *Caractérisation d'un gradient de propriétés en surface d'une pièce de superalliage base Ni (Inco 718)*. 2000, ENSCT.
14. Shan, Z.W., et al., *Mechanical annealing and source-limited deformation in submicrometre-diameter Ni crystals*. Nature Materials, 2008. **7**(2): p. 115-119.
15. Boudot, A., *Propriétés des revêtements de protection haute température pour pales de turbine haute pression*, in *Institut polytechnique*. 2000: Toulouse.
16. Cros, B., H. Nounah, and J. Attal, *Qualitative characterization of variation in elastic properties of solid solutions by acoustic microscopy*. Thin Solid Films, 1997. **301**(1-2): p. 134-141.
17. Salabura, J., *Conception et plans de la machine à amincir*. 1999, Rapport interne.