



## Couplage EBSD et essais mécaniques (ex-situ)

Méthode de mesure du glissement intergranulaire  
lors du fluage à  $T > 700^\circ \text{C}$  d'un superalliage à base de nickel

*Denis Boivin, Yves Renollet*

*Journées GN-MEBA  
Université Perre et marie Curie  
25 & 26 novembre 2013*



r e t u r n   o n   i n n o v a t i o n

- **Contexte « Matériaux »**
- **Principe général de la méthode**
- **Analyse du réseau de joints de grains par EBSD**
- **Technique de Microextensométrie à chaud**
- **Couplage des données Cristallographiques et Mécaniques**
- **Exemples de résultats - Caractérisation superalliage Base Ni**



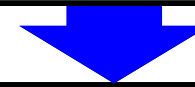
**Amélioration des performances  
Superaliages à base de nickel polycristallins  
pour disques de turbine et compresseurs des turboréacteurs  
en aéronautique civile et militaire**



**Augmentation de la température de fonctionnement ( $>700\text{C}^\circ$  )  
et du temps d'utilisation de ces turbomachines ( $>$  milliers h)**



**Nécessité de prendre en compte la déformation en fluage à haute  
température de ces superalliages,  
et le rôle des mécanismes de déformation.**



**Développement d'une méthode de mesure  
de déformation intra et inter granulaire après essais de fluage à  
chaud.**

# Principe général de la méthode

Caractérisation d'une même zone sollicitée en fluage à  $T > 700^\circ \text{C}$

Microextensométrie par MEB

Obtenir  
le **champ de déplacement**

EBSD

Obtenir et caractériser le  
**réseau de joints et les grains**

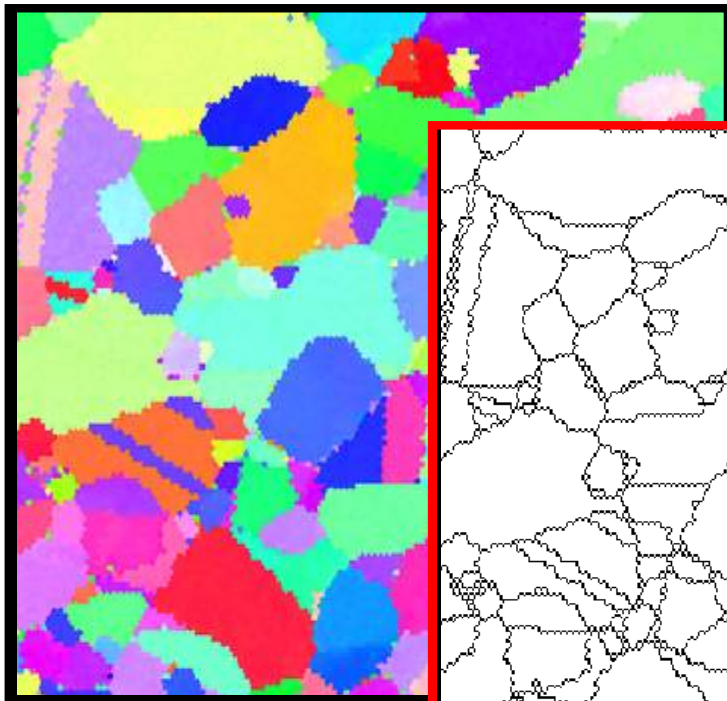
Couplage

«Réseau de joints et grains» et  
« champ de déplacement »

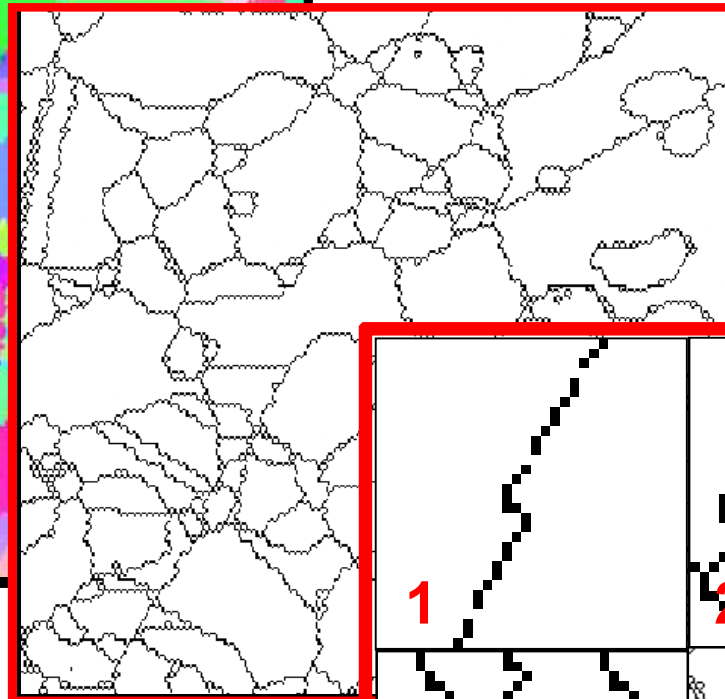
Calcul Déplacements &  
déformations  
«intra et intergranulaire»

# EBSD : Analyse du réseau de joints de grains

## Limitations du réseau de joints brut disponible avec logiciel commercial.

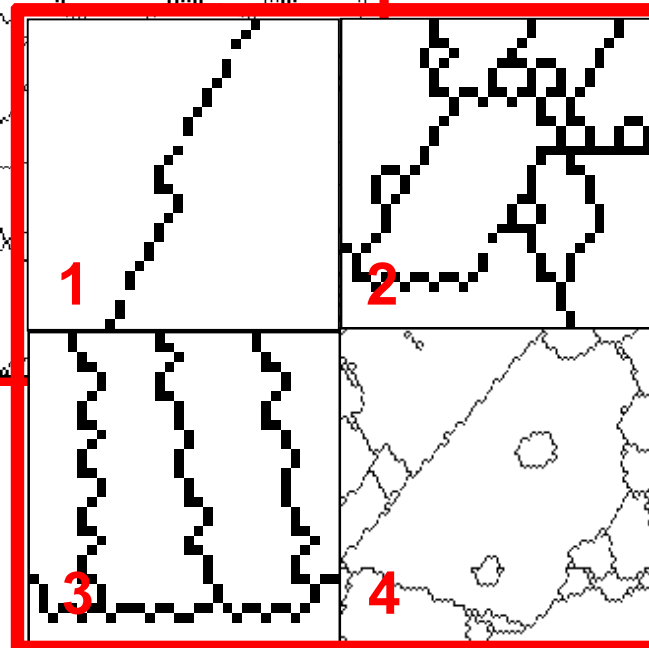


Carte d'orientation  
ou figure de pôles  
inverses



Réseau de  
joints global

*Réseau global.  
Pas d'analyse individuelle  
possible des segments de  
joints entre points triples  
(multiples) non identifiés.*



*Présence de  
défauts résiduels:  
1: Discontinuités  
2: Boucles  
3: Ondulations  
4: « Inclusions »*

# EBSD : Analyse du réseau de joints de grains

## Besoin spécifique :

Différencier les différents segments de joints du réseau global des joints

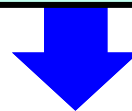


## But:

Analyse individuelle de chaque segment

→ attribution de paramètres spécifiques:

- Mécanique : Amplitude du Glissement associé
- Cristallographiques: Désorientation, Nature: degré de coïncidence
- Géométriques: Longueur, Orientation/axe sollicitation, etc..)

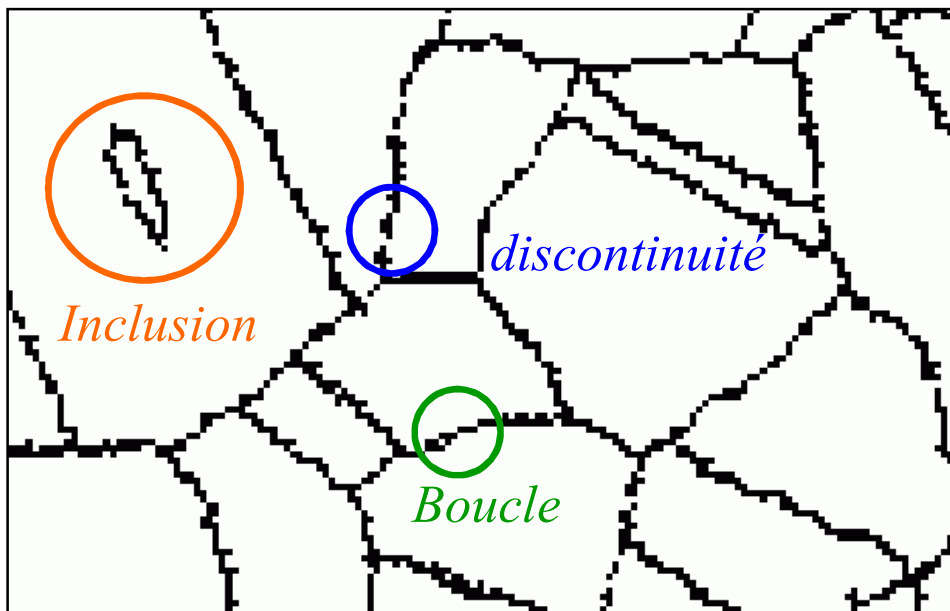


**Développement d'un logiciel d'analyse individuelle des segments de joints par analyse d'images des diverses cartes brutes EBSD du réseau de joint.**

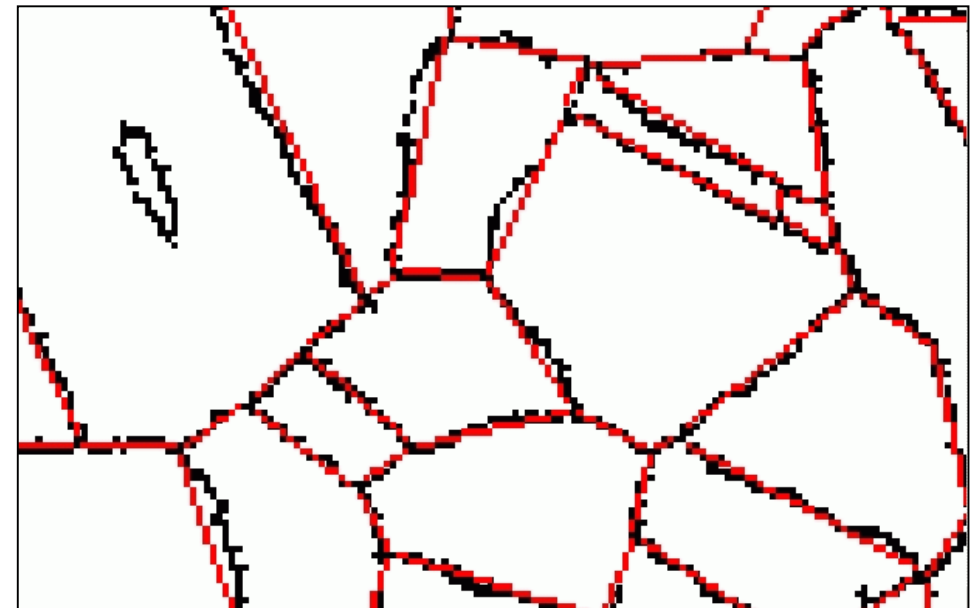
# EBSD : Analyse du réseau de joints de grains

## Analyse individuelle des segments de joints.

### Etape 1: Restauration du réseau global



*Réseau de joints continu avec défauts résiduels*

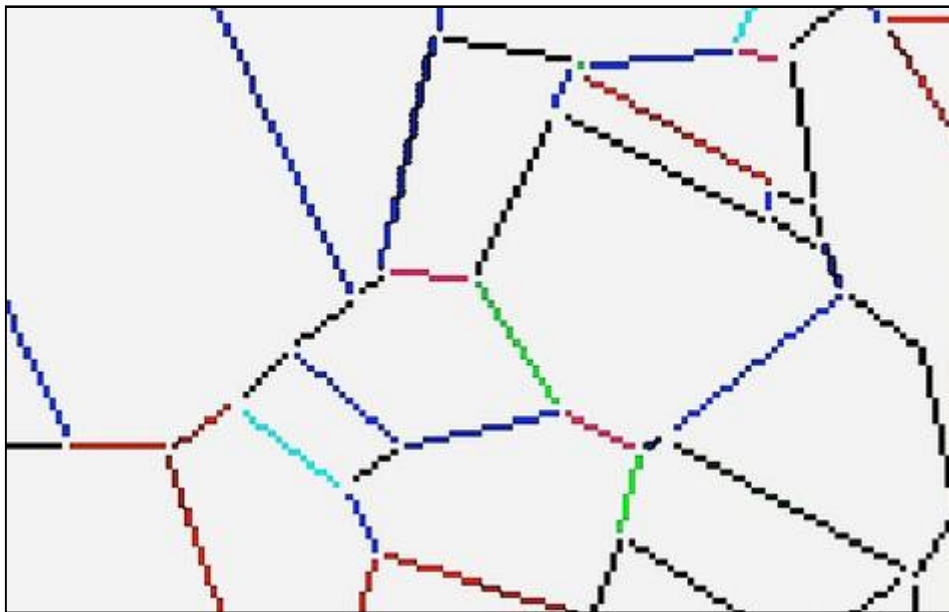


*Réseau « restauré » et reconstruit avec approximation linéaire des joints*  
*Superposé au réseau brut*

# EBSD : Analyse du réseau de joints de grains

## Analyse individuelle des segments de joints.

### Etape 2: Individualisation des segments de joints entre points multiples



*Segments de joints individualisés  
(1 couleur = 1 segment)*

	INDEX	LENGTH	LINE_ANGLE	LINE_LENGTH	NATURE_CI	NATURE_TYPE
0	1	6.414	1.785	6.075	14.286	CSL(3)
1	2	50.284	2.158	44.653	76.744	CSL(3)
2	3	2.414	1.079	2.235	100.000	GENERAUX
3	4	35.385	2.687	32.661	100.000	GENERAUX
4	5	1.000	0.000	0.000	100.000	GENERAUX
5	6	26.385	0.580	24.401	100.000	GENERAUX
6	7	6.000	1.571	6.000	100.000	GENERAUX
7	8	10.071	2.607	9.431	100.000	GENERAUX
8	9	12.485	1.105	10.731	100.000	GENERAUX
9	10	18.142	0.726	17.025	80.000	CSL(3)
10	11	5.243	0.951	4.999	60.000	CSL(3)
11	12	1.414	0.785	1.414	100.000	CSL(3)
12	13	5.828	1.857	5.361	100.000	GENERAUX
13	14	6.414	0.109	6.073	100.000	GENERAUX
14	15	7.243	0.000	6.000	100.000	GENERAUX
15	16	9.485	0.858	9.219	100.000	GENERAUX
16	17	5.414	1.717	5.092	100.000	GENERAUX
17	18	36.627	2.632	33.609	70.968	CSL(3)
18	19	12.485	1.027	11.662	100.000	GENERAUX
19	20	4.414	1.870	4.117	100.000	GENERAUX

*Base de données des Segments et  
paramètres individuels associés:*

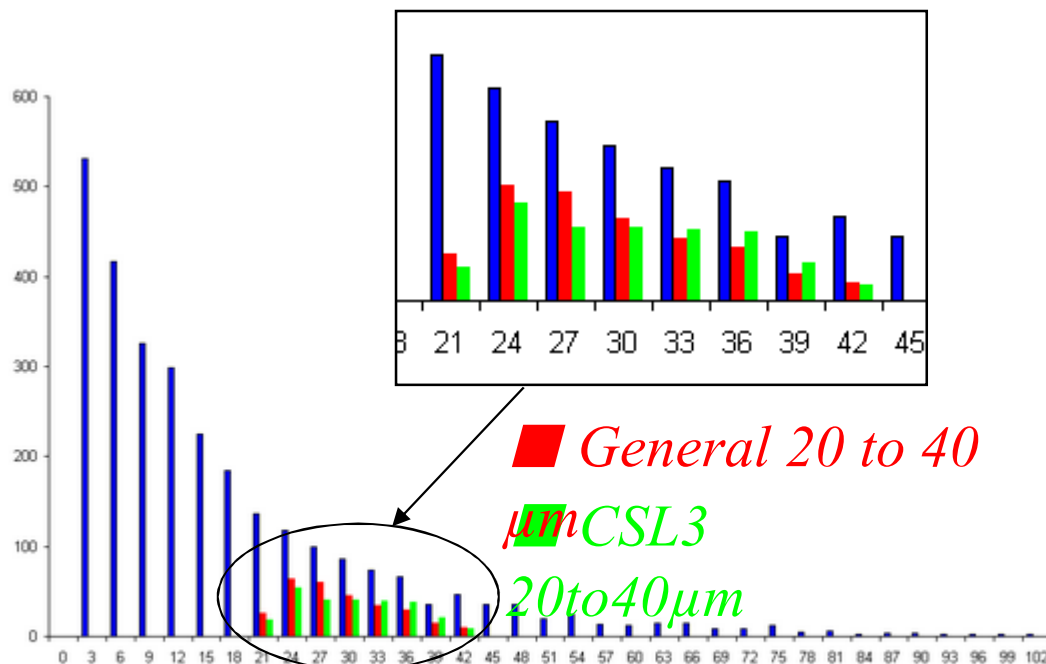
- Géométriques
- Nature cristallographique

# EBSD : Analyse du réseau de joints de grains

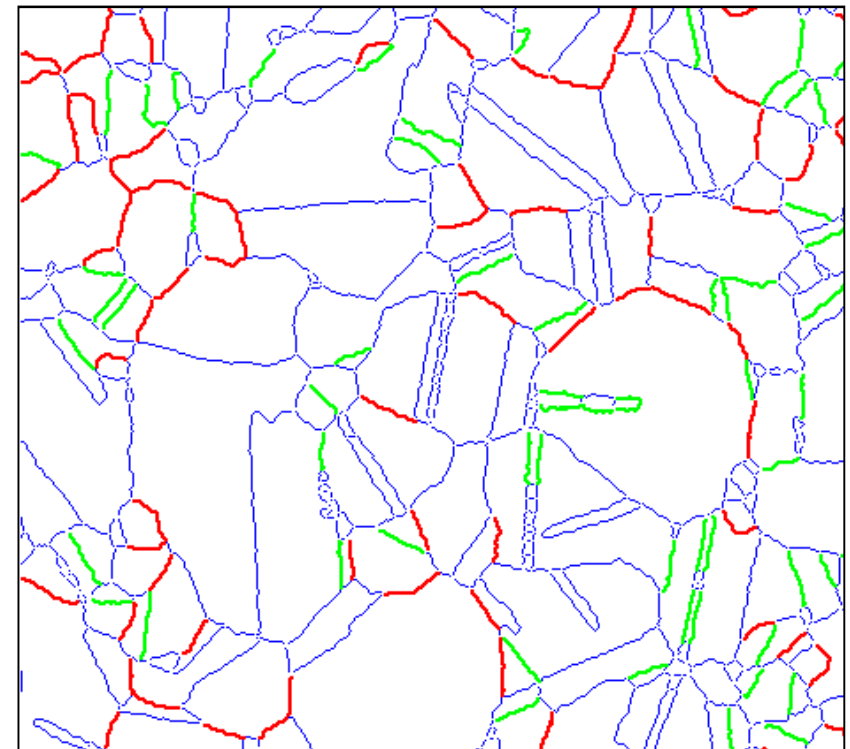
## Analyse individuelle des segments de joints.

### Etape 3: Exploitation de la base de données (exemple 1)

Visualisation des segments de joints  $\Sigma 3$  et généraux dans l'histogramme de répartition de longueur de segments et dans la carte du réseau de joints associée

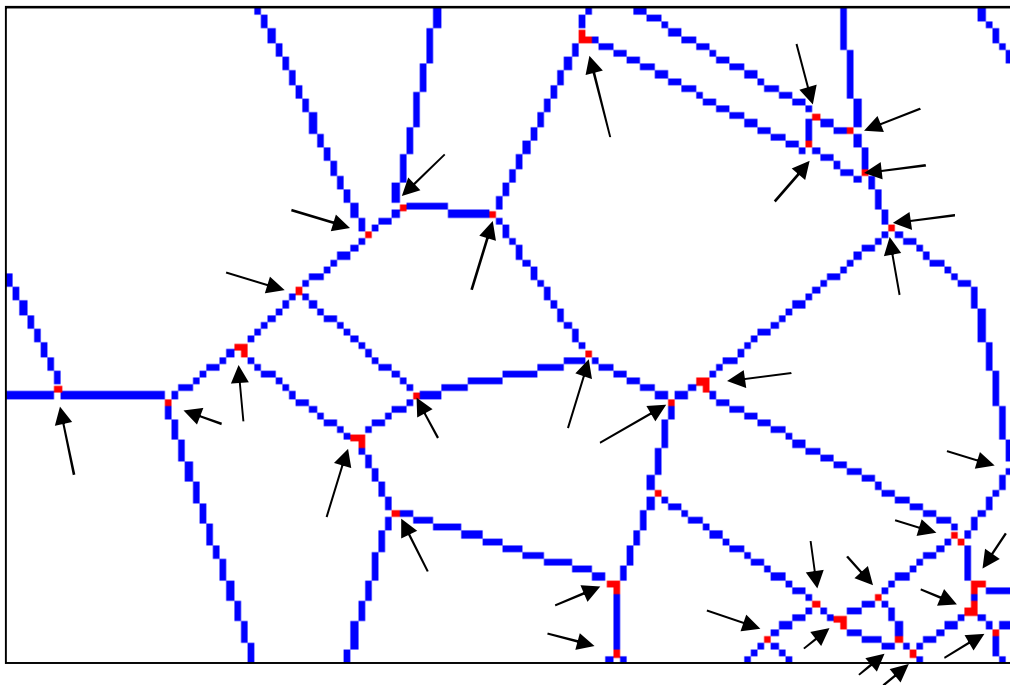


*Histogramme de répartition de la longueur de segments de joints*

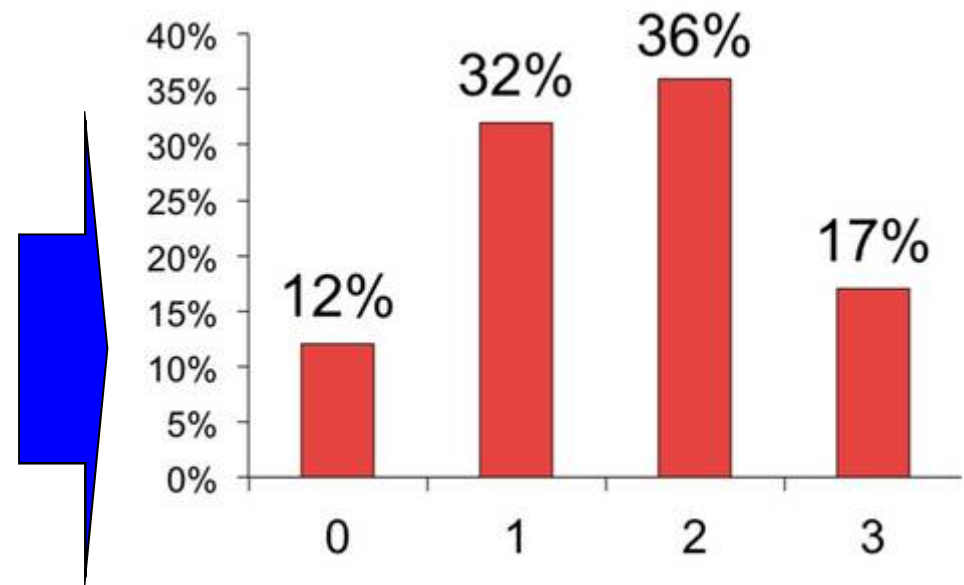


## Analyse individuelle des segments de joints.

Etape 3: Exploitation de la base de données des points multiples (exemple 2)  
Calcul du taux de points multiples  
connectés à 0, 1, 2 ou 3 segments de nature S3



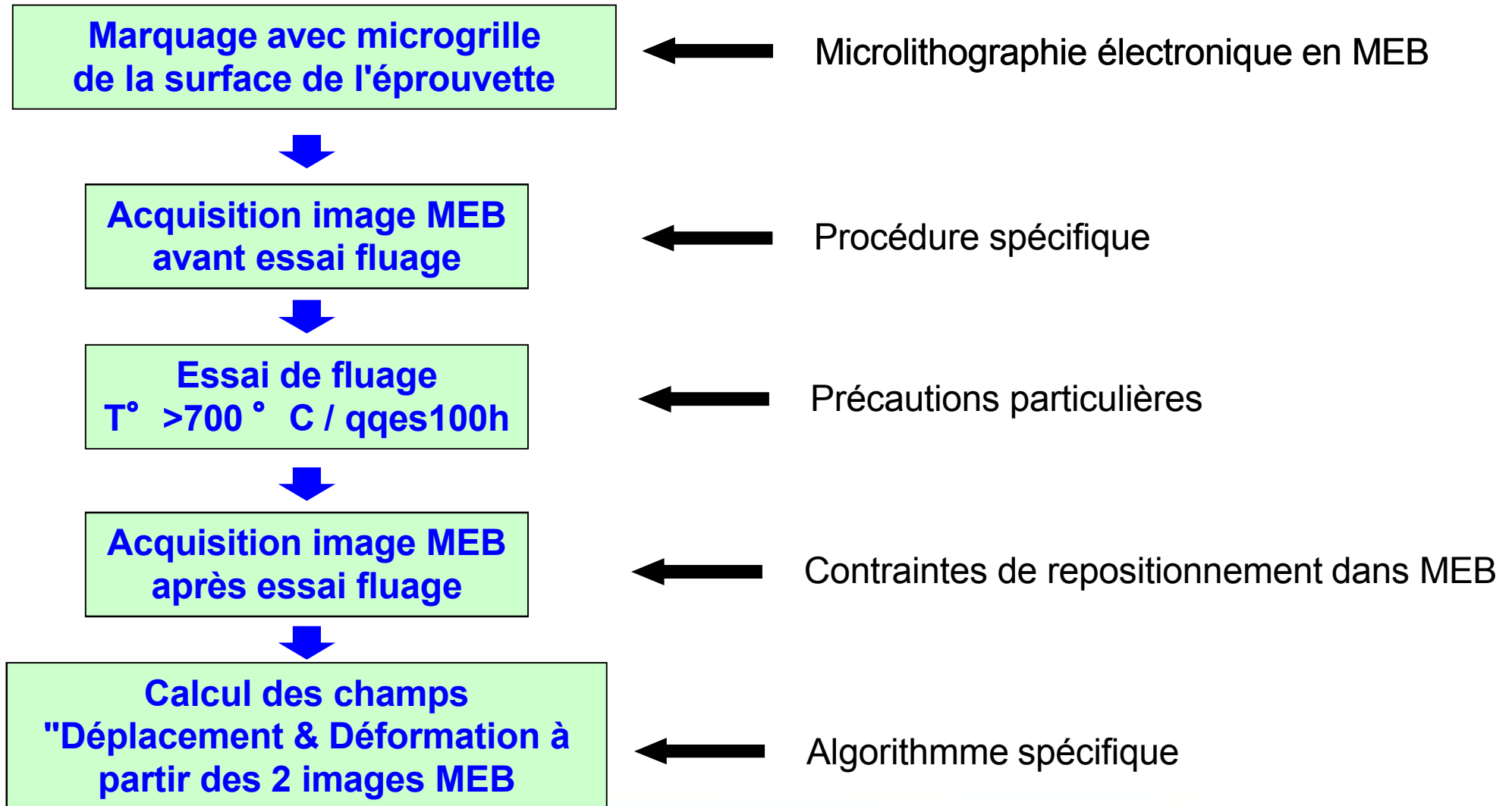
*Positions des points multiples individualisés*



*Taux de points multiples connectés à 0, 1, 2 ou 3 joints CSL3.*

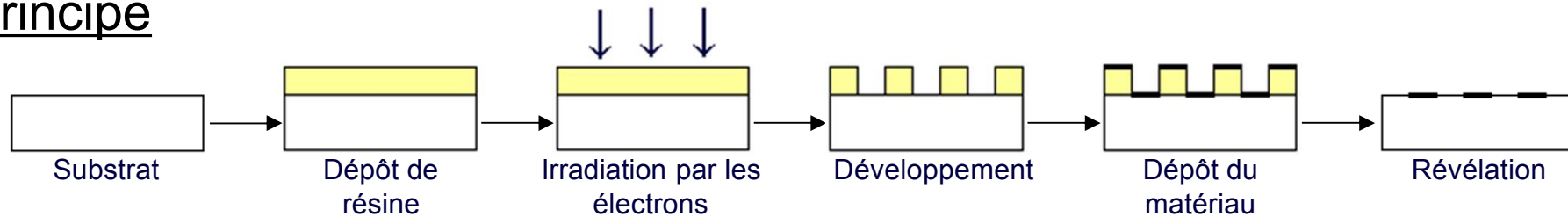
# Technique de Microextensométrie à chaud

## Principe général de la méthode



## Marquage par Microgrille par Microlithographie électronique

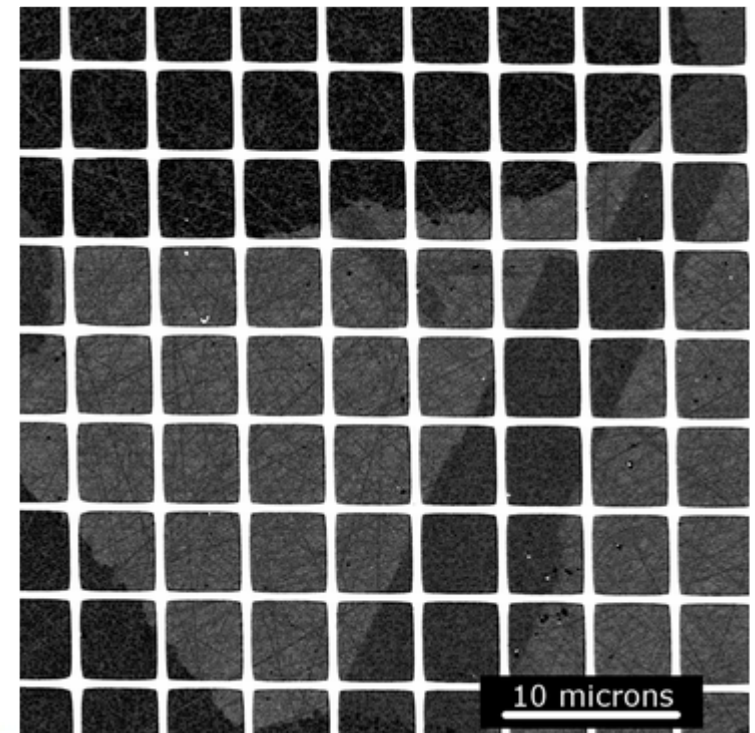
### Principe



### Spécificités de la microgrille

- *Pas* :  $5 \mu\text{m}$
- *Largeur trait*:  $0.3 \mu\text{m}$
- *Dimensions* :  $370 \times 370 \mu\text{m}^2$
- *Matériau*:  $\text{HfO}_2$

- Exigence de stabilité du matériau constitutif de la microgrille en présence d'oxygène résiduel dans le four sous vide à  $T^\circ > 700 \text{ C}$  (essai fluage)
- Numéro atomique matériau microgrille adapté pour fournir un contraste de phase élevé entre la microgrille et le superalliage.
- Adhérence microgrille au substrat pour suivre les déformations.



# Technique de Microextensométrie à chaud

## Dépôt d'une matrice de microgrilles sur éprouvette de fluage

Matrice de 16 microgrilles  
( 350 x 350  $\mu\text{m}$  / Grille)



Couverture d'un champ  $\approx 1.5 \times 1.5 \text{ mm}$   
dans zone utile de l'éprouvette

### Informations de mise en œuvre:

- Logiciel de laboratoire
- MEB « W »
- Temps gravure / grille  $\approx 5 \text{ mn}$
- Temps total du procédé  $\approx 1 \text{ jour}$

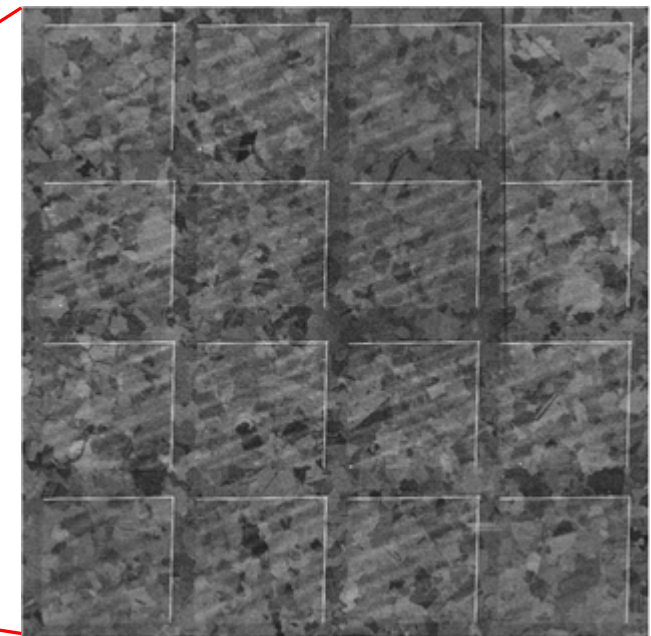
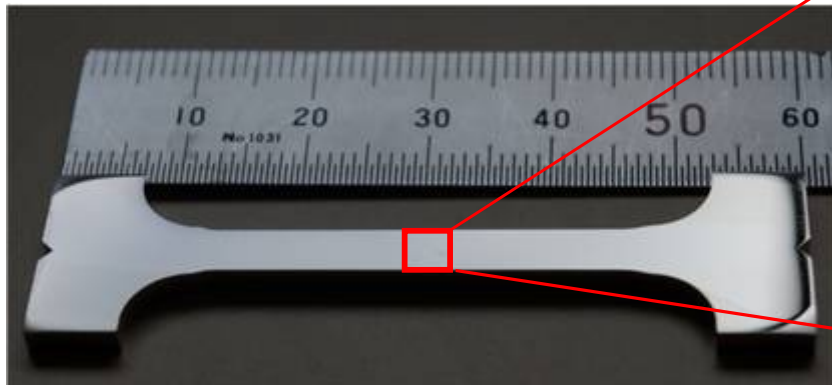
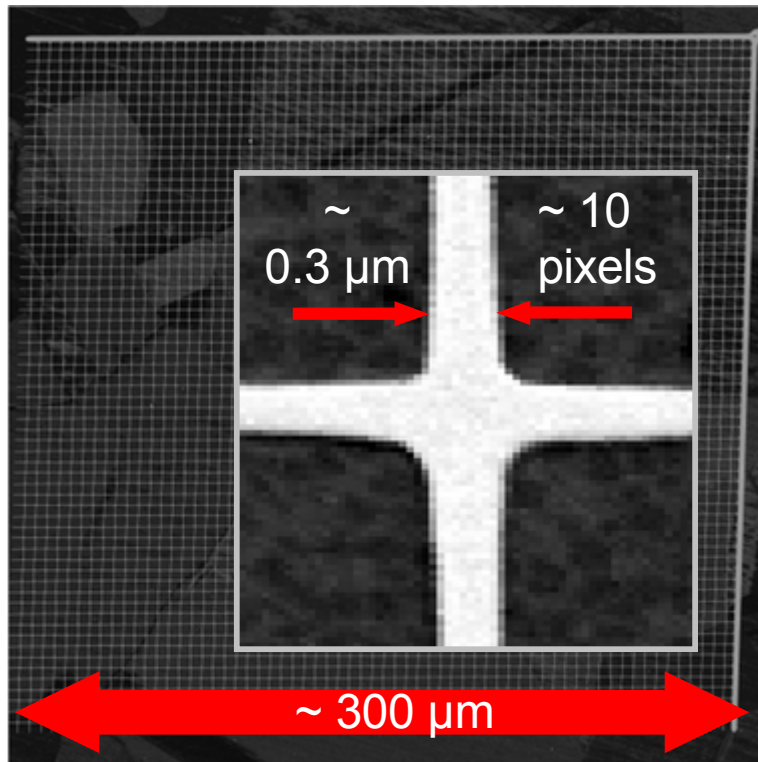


Image MEB BSE 16 microgrilles

# Technique de Microextensométrie à chaud

## Acquisition des images MEB de la microgrille avant et après essai fluage

### Spécificités des paramètres d'acquisition MEB



#### Haute résolution numérique

environ 10 pixels dans largeur d'un "Trait"



Image de 8000 x 8000 pixels

#### Optimisation Signal / Résolution

Intégration du signal BSE (32 Mes. /pixel)



Temps d'acquisition / image ~ 30 mn

#### Montage rigoureux éprouvette dans MEB

Acquisition des 2 images avant et après essai ex-situ dans un même repère macroscopique lié à l'éprouvette.

*(attention à une éventuelle modification du grandissement  
→ Utilisation d'échantillon de calibration possible)*

#### Paramètres acquisition strictement identiques pour les 2 images

THT, Courant, WD,  
Grandissement, Rotation électronique

## Essai de fluage haute à 750 °C - Précautions particulières

### Paramètres essai de fluage

- Température d'essai : 700 °C à 850 °C
- Sous vide :  $1 \cdot 10^{-6} \text{ mbar} < P < 3 \cdot 10^{-6} \text{ mbar}$
- Temps total essai: quelques centaines heures
- Pièges à oxygène résiduel: Copeaux de TiZr

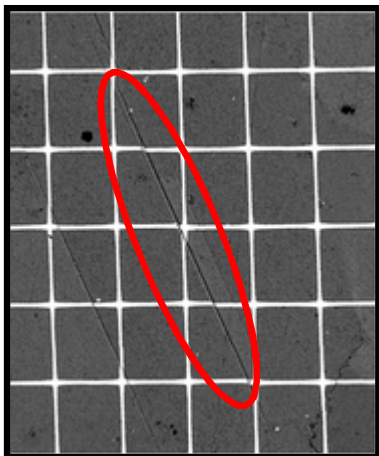


**Précaution nécessaire pour limiter l'oxydation résiduelle et la dégradation de la microgrille préjudiciable à l'étape ultérieure d'obtention du champ de déplacement par corrélation d'images**

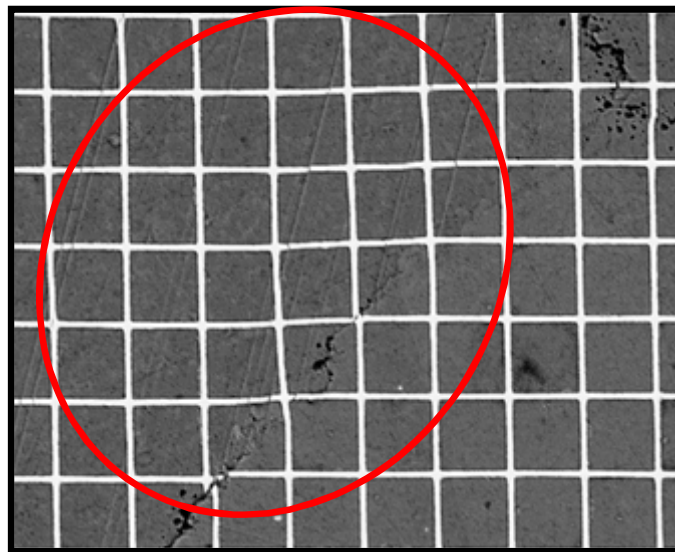
## Calcul du champ des déplacements

La déformation en fluage à chaud d'un superalliage donne lieu à différents phénomènes qu'une microgrille met en évidence via la déformation de ses cellules ou le décalage (courbure ou rupture) de ses barreaux :

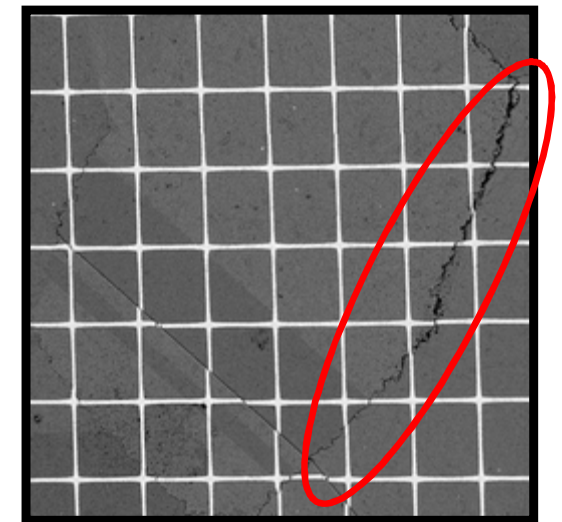
- des **bandes de glissement intragranulaires**.
- de la **plasticité dans les grains** et au voisinage des joints de grains.
- du **glissement intergranulaire**.



*Bandes de glissement intragranulaires*



*Plasticité au voisinage d'un joint de grain*

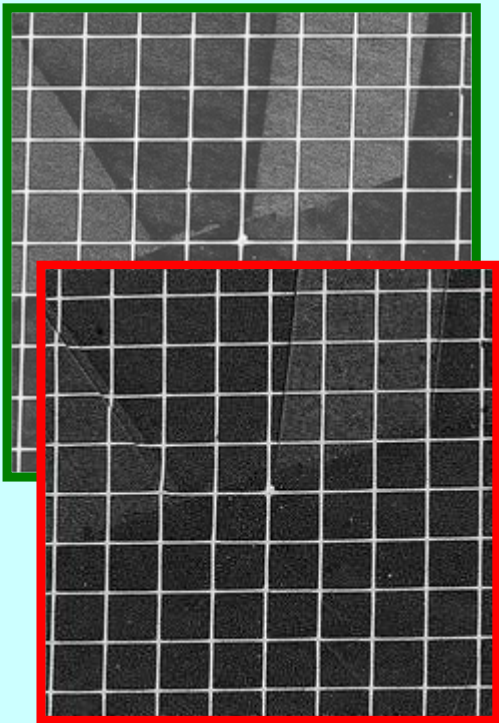


*Glissement intergranulaire*

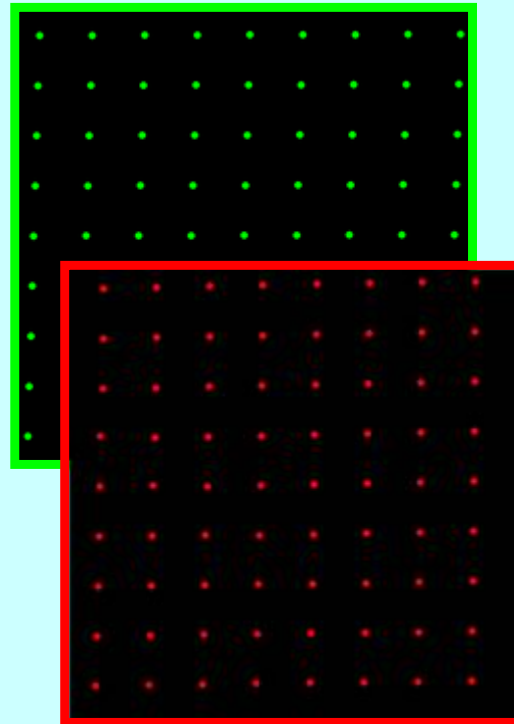
# Technique de Microextensométrie à chaud

## Calcul du champ des déplacements des nœuds de la microgrille

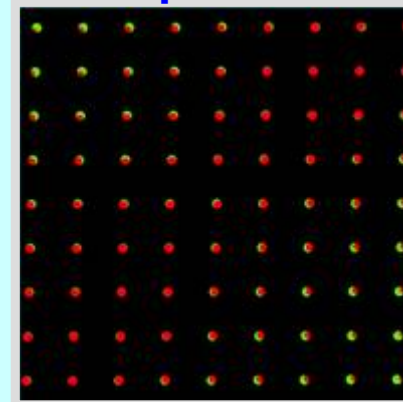
Images de la Microgrille  
**AVANT & APRES**  
Essai de fluage



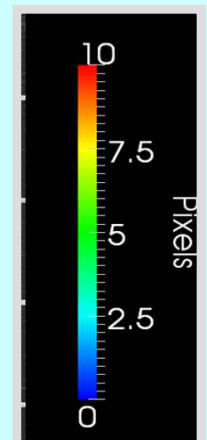
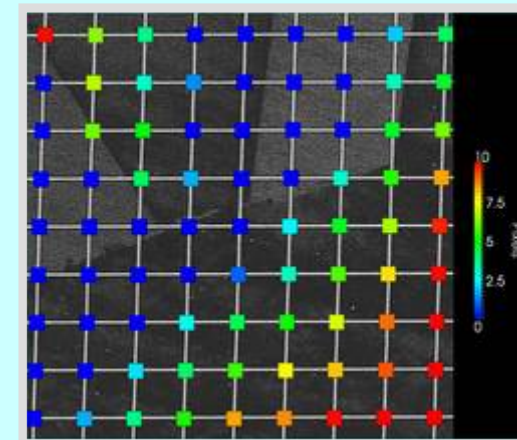
Extraction des  
positions des nœuds  
de la microgrille  
**AVANT et APRES**  
l'essai



Calcul Champ des  
déplacements des noeuds



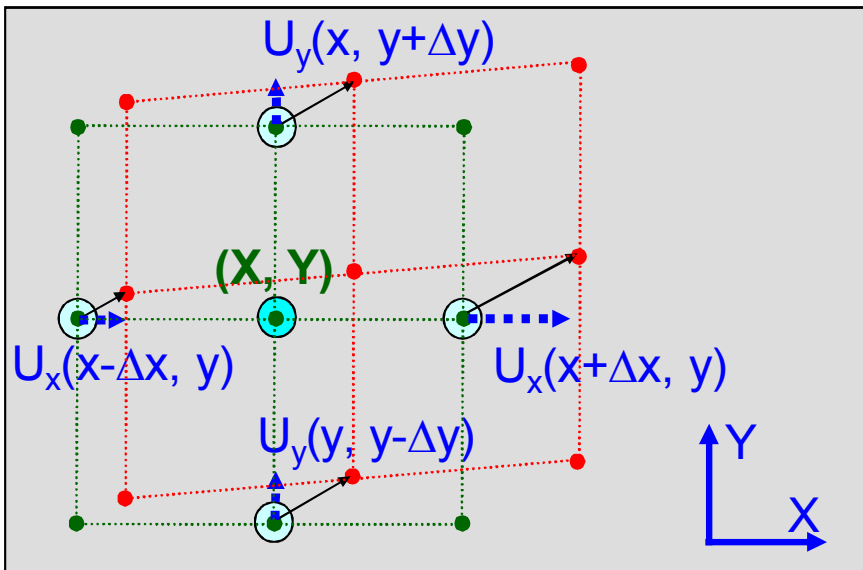
*Visualisation  
déplacements  
relatifs des  
noeuds*



***Champ des Déplacements:  
Norme du vecteur "Déplacement"***

## Calcul du champ discret des déformations en chaque nœud de la microgrille

Positions des nœuds **AVANT** et **APRES**  
essai de fluage



- $U_{x,y}$  : Vecteur déplacement du Nœud  $x, y$

- $X$  : Direction de sollicitation

- Déformation selon direction  $x$ :

$$\varepsilon_{xx}(x, y) \approx \frac{U_x(x + \Delta x, y) - U_x(x - \Delta x, y)}{|2\Delta x|}$$

- Déformation selon direction  $Y$ :

$$\varepsilon_{yy}(x, y) \approx \frac{U_y(x, y + \Delta y) - U_y(x, y - \Delta y)}{|2\Delta y|}$$

$\Delta X = N$  pas de la microgrille , ( $N \geq 1$  entier) = domaine d'intégration

# Technique de Microextensométrie à chaud

## Carte du champ discret des déformations en chaque nœud de la microgrille

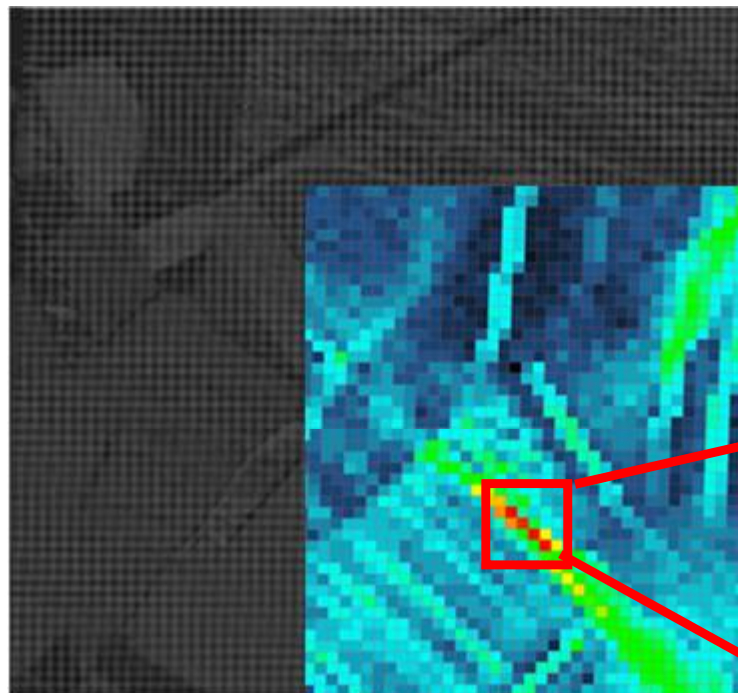
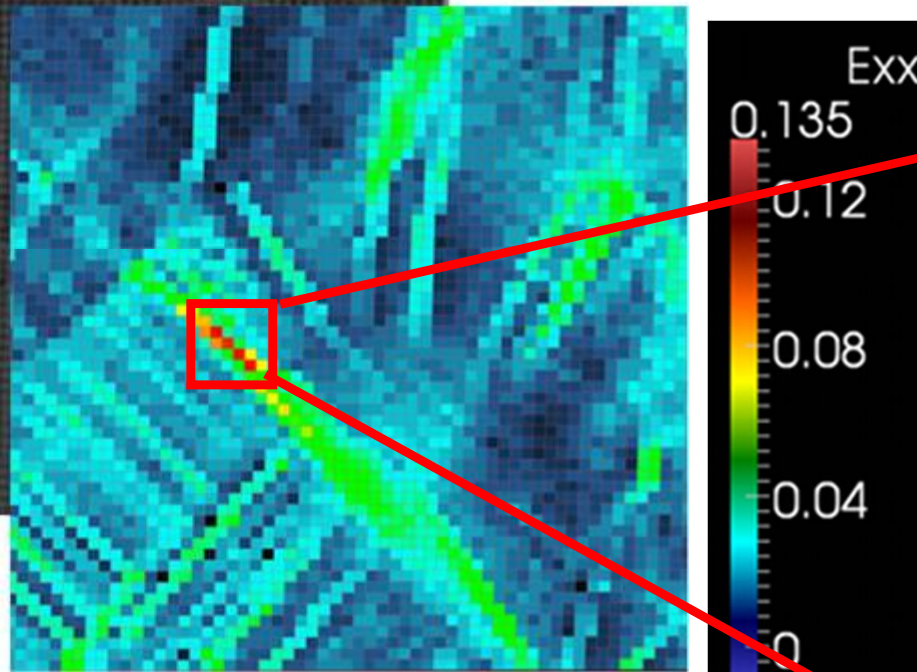
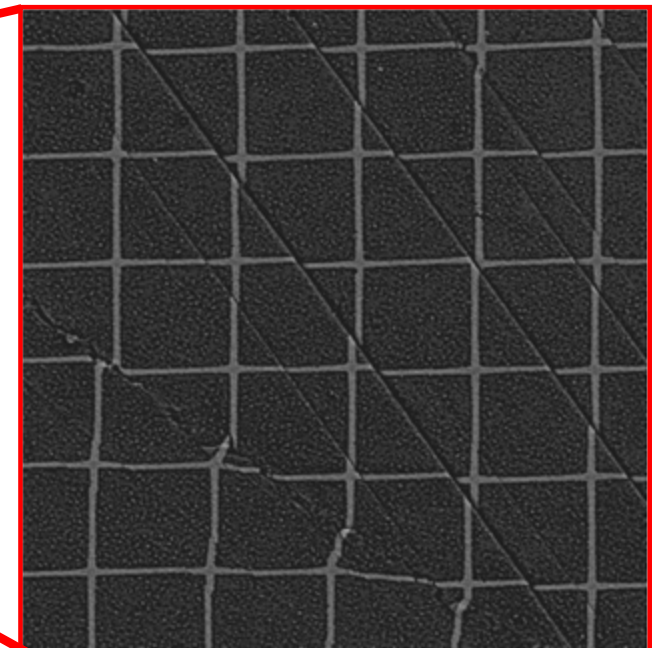


Image MEB BSE Microgrille avant déformation



Carte du champ de déformation  $\epsilon_{xx}$   
selon la direction de sollicitation

Zoom sur  
bande de glissement  
intragranulaire



# Couplage des données cristallographiques et mécaniques

## Etapes principales

Appariement données  
Cristallographiques et  
mécaniques

← Nécessité d'un même repère pour la mise en correspondance des données

Extraction des grains et  
joints individualisés

← Analyse spécifique des données EBSD "Brutes"

Carte  
Glissement aux joints

← Exploitation spécifique des images Microgrilles Avant et après essai.

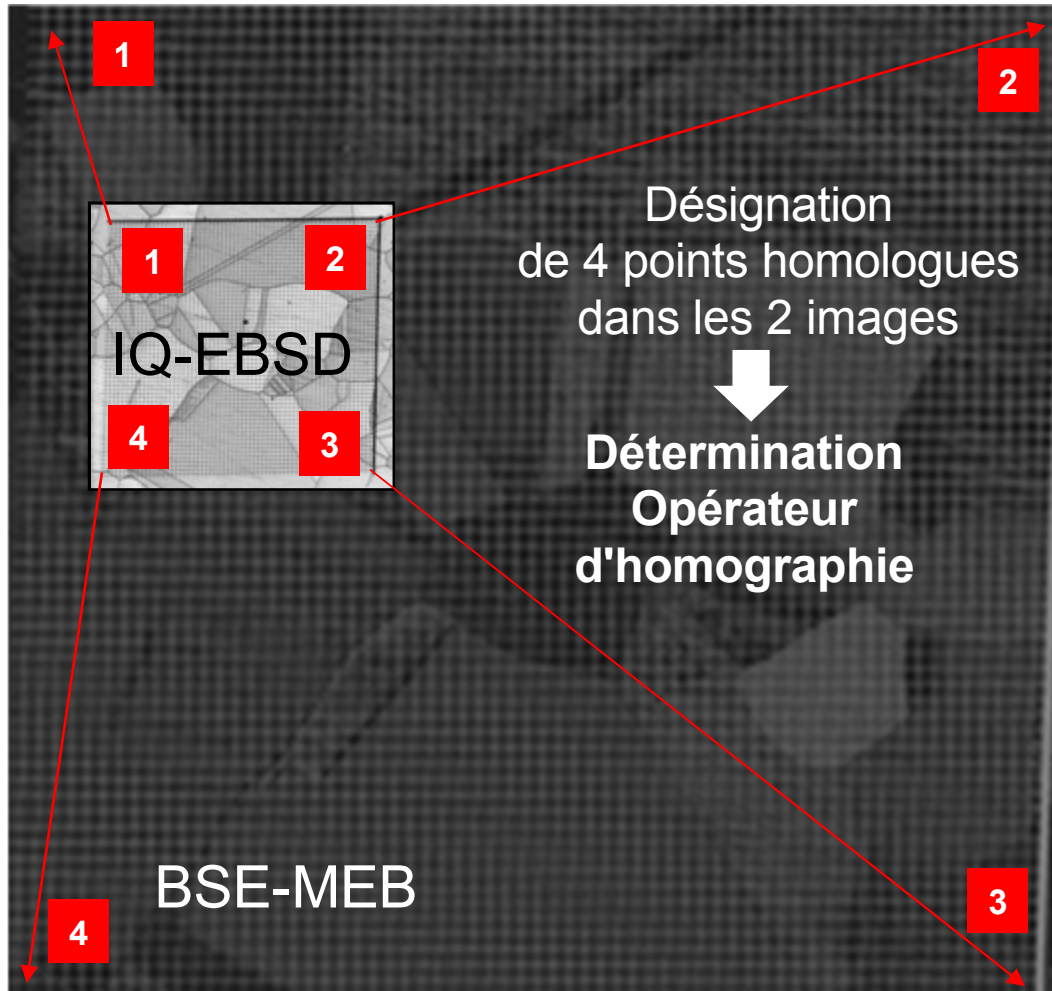
Carte  
Déformations  
intragranulaires

← "Fusion" cartes  
"Déformations" & "Grains"

# Couplage des données cristallographiques et mécaniques

## Appariement des images MEB et EBSD

### Mise à profit de la visualisation de la microgrille dans la carte IQ-EBSD et BSE-MEB



#### Image "Indice de qualité"

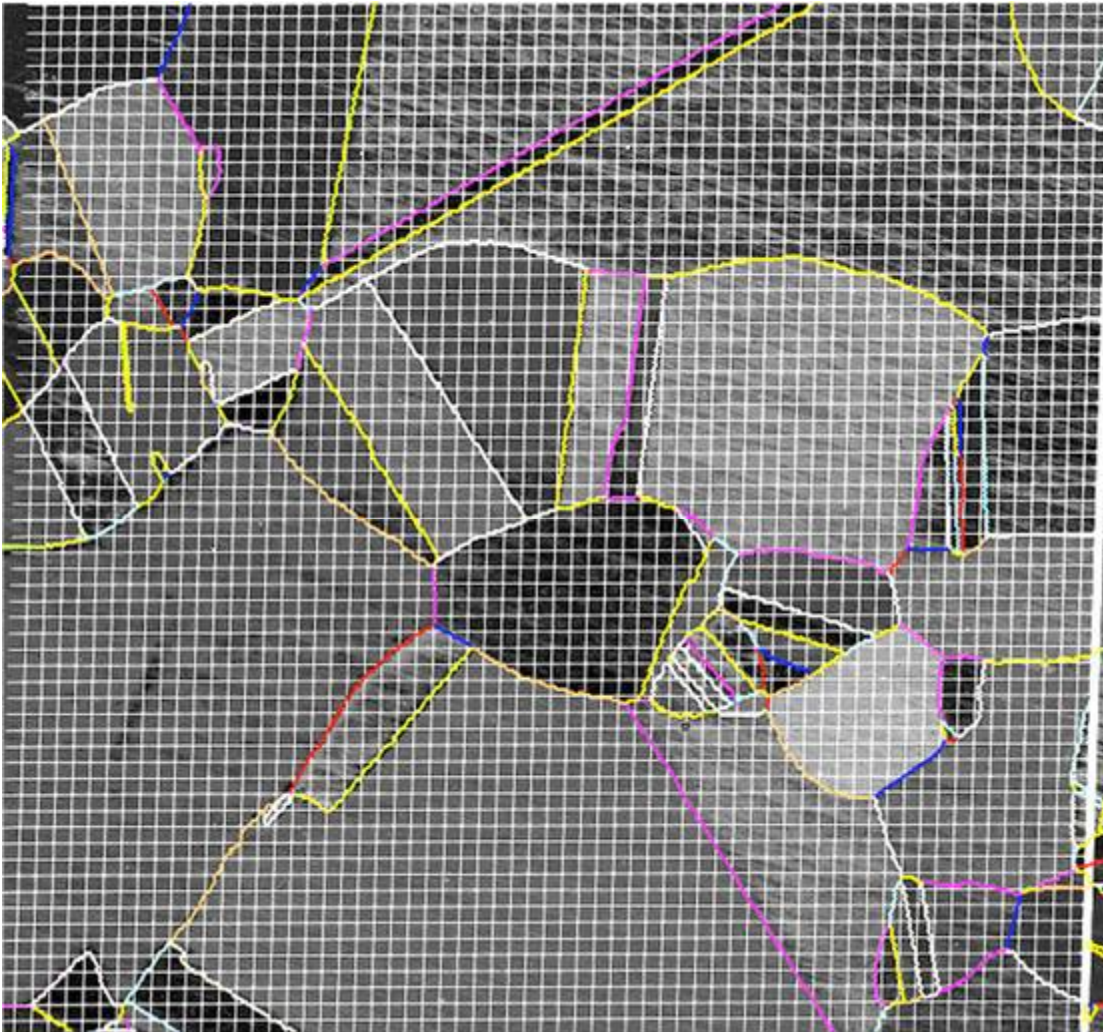
- Visualisation de la microgrille sans dégradation de la mesure d'orientation
- Echantillon incliné à  $70^\circ$  → Déformation champ balayé en trapèze
- Image  $\sim 2000 \times 2000$  pixels

#### Image "MEB BSE" : Repère "référence"

- Visualisation de la microgrille (contraste de Z)
- Echantillon sous incidence normale
- Image  $8000 \times 8000$  pixels

**Opérateur d'homographie  
appliqué  
à toutes les cartes EBSD**

## Réseau de joints de grains individualisés + Image BSE



### Superposition Images

"BSE-MEB"  
et  
"réseau de joints individualisés"

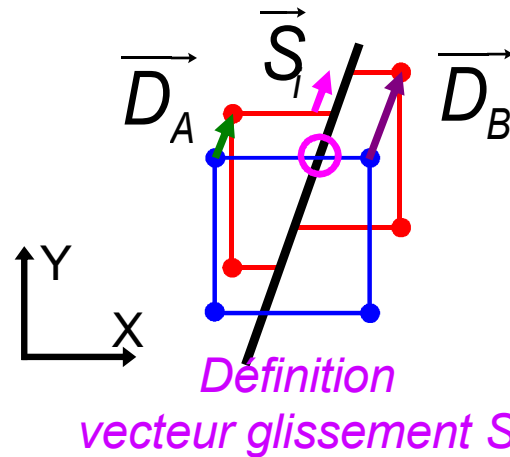
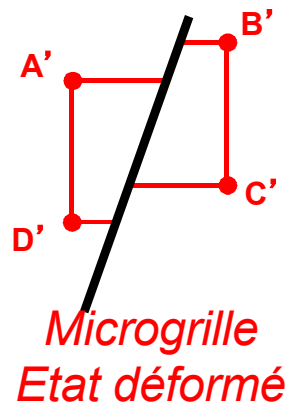
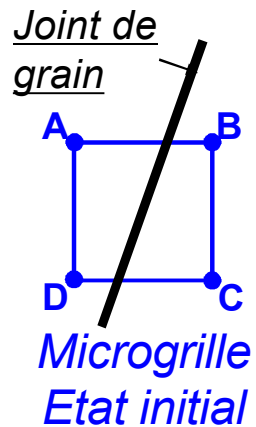


### Validations

- Procédure de reconstruction et d'analyse individuelle du réseau de joints
- Changement de repère par homographie 2D

# Couplage des données cristallographiques et mécaniques

## Calcul de l'amplitude moyenne du glissement aux joints

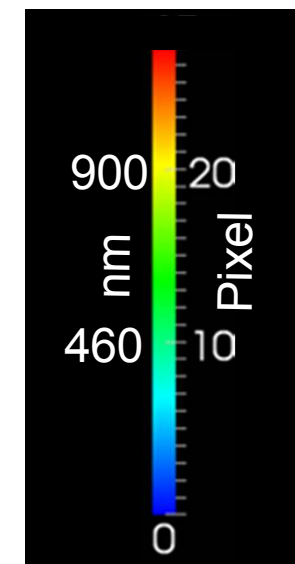
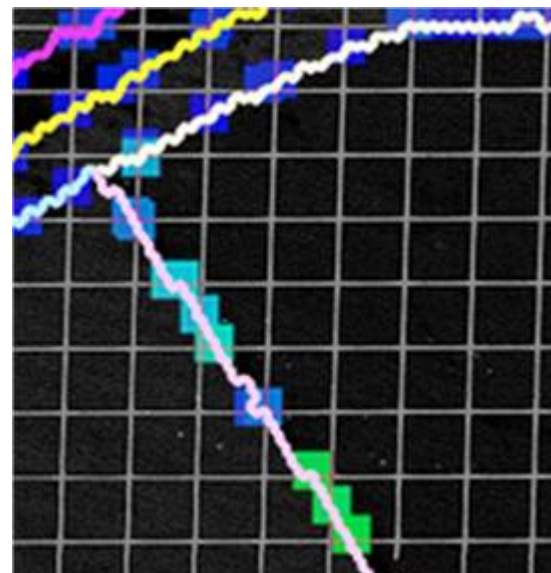
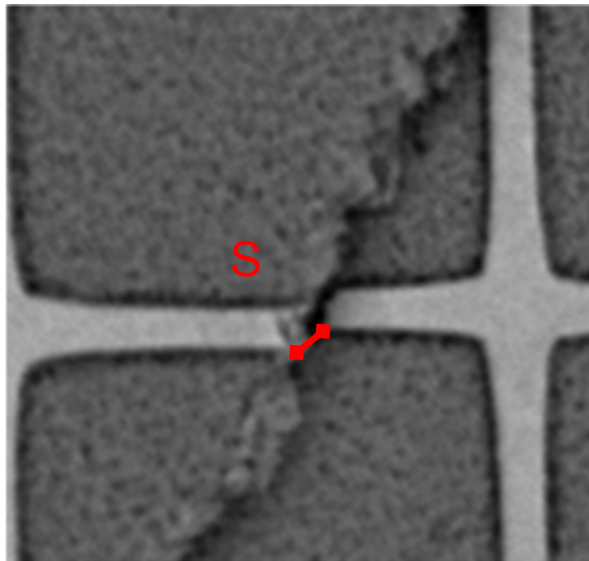


Vecteur glissement  $S_i$  à intersection  $i$

$$S_i = \overrightarrow{B'B} - \overrightarrow{A'A} = \overrightarrow{D_B} - \overrightarrow{D_A}$$

Amplitude glissement à l'intersection  $i$

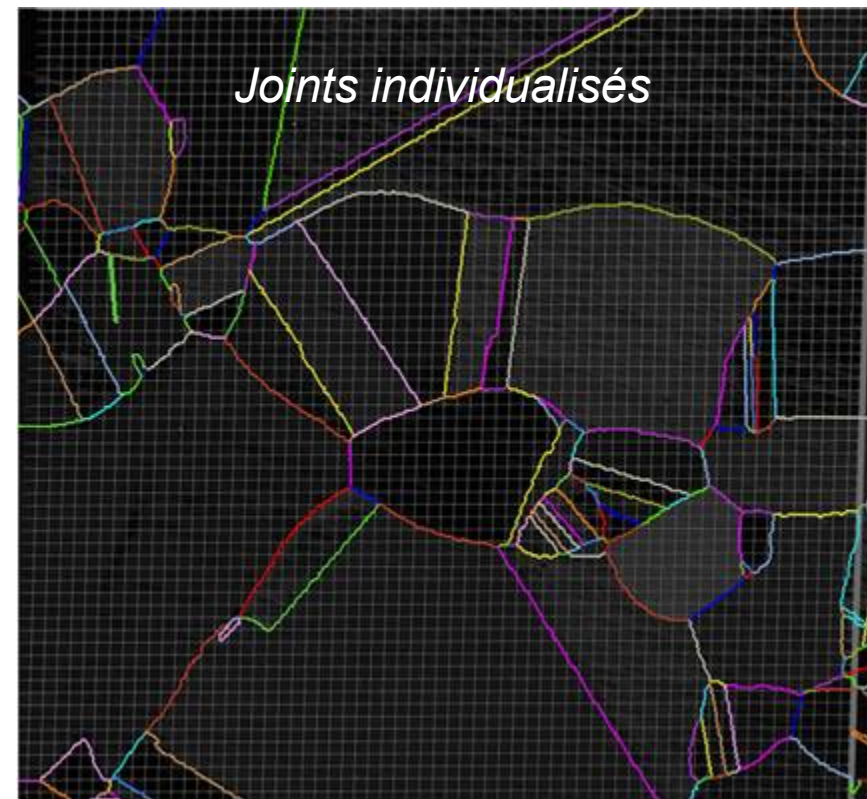
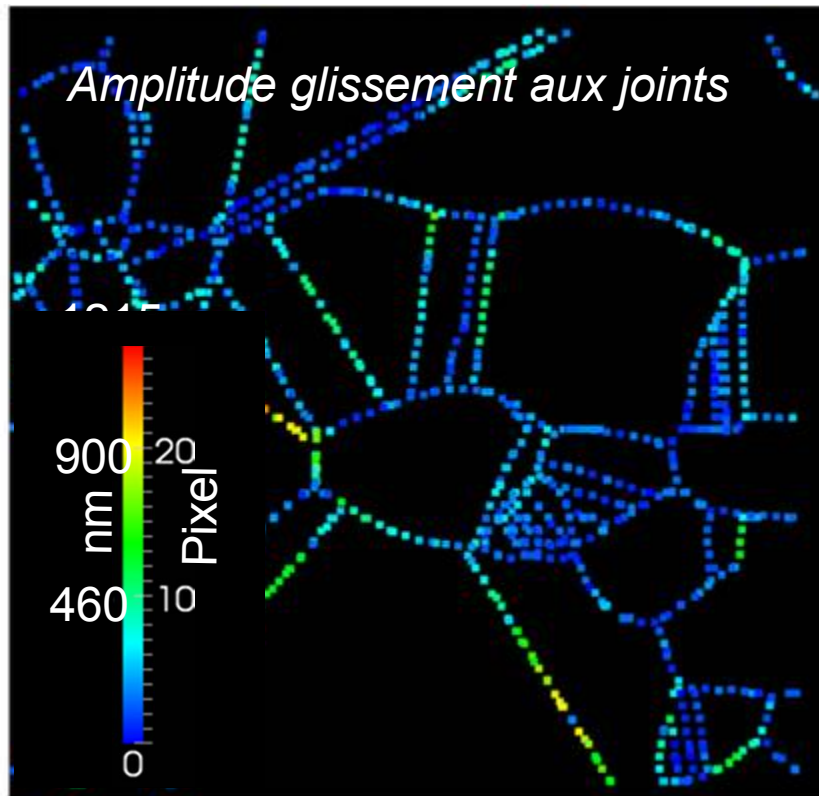
$$S_i = \sqrt{S_{i_x}^2 + S_{i_y}^2} \quad S_{\text{moyen joint}} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N S_i$$



Calcul Amplitude  
Glissement à  
chaque intersection  
entre microgrille et  
joint

# Couplage des données cristallographiques et mécaniques

## Couplage Carte Amplitude Glissement aux joints avec Joints individualisés



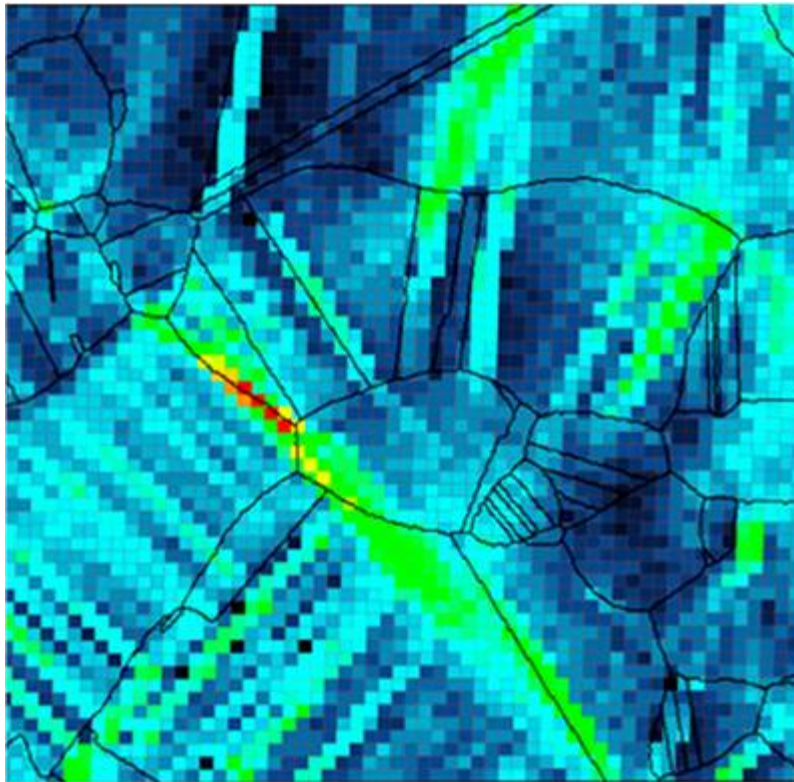
### Informations aux joints individualisés disponibles

- Amplitude du glissement (composantes du vecteur S)
- Nature du joint (selon le modèle CSL)
- Orientation du joint / Axe de sollicitation
- longueur du joint

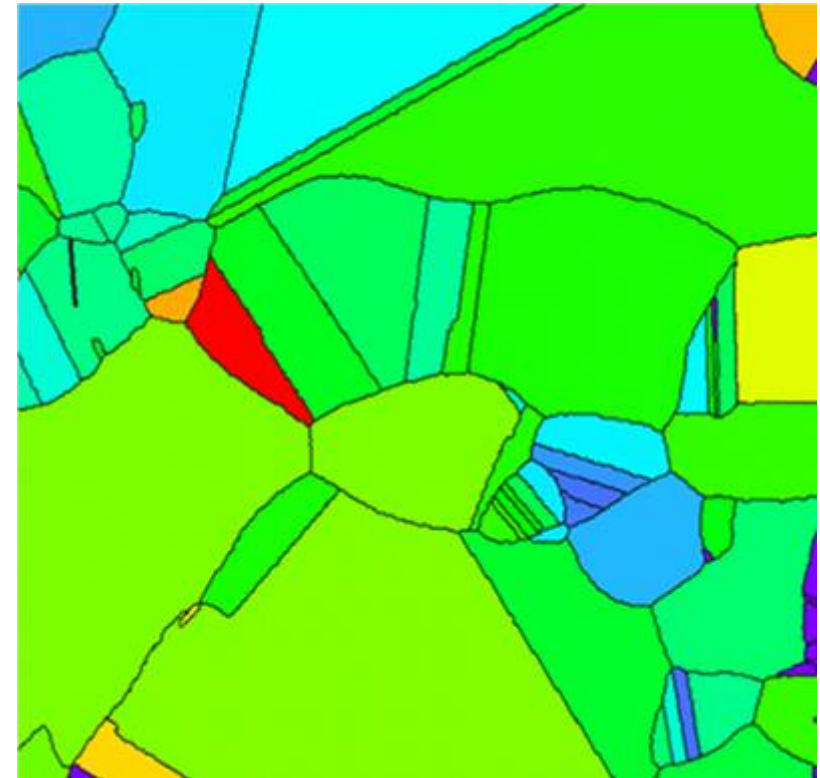
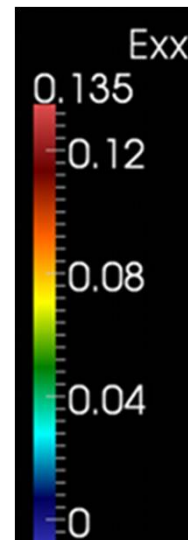


**Analyse possible des  
corrélations  
entre ces paramètres**

## Calcul de la déformation mécanique moyenne intragranulaire



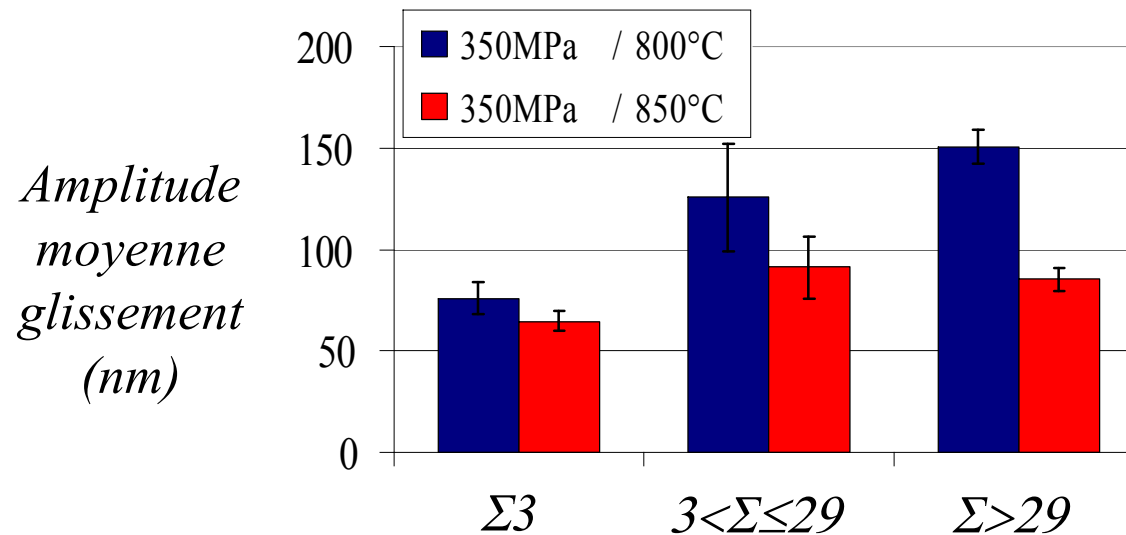
**Champ de déformation  $\epsilon_{xx}$**   
*selon la direction de sollicitation*



**Carte déformation  $\epsilon_{xx}$  intragranulaire**  
*Valeur moyenne des déformations dans un grain*

# Exemple de résultats : Caractérisation superalliage base nickel (Thèses ONERA A. Soula et K. Thibaut)

*Influence de la nature du joint de grains et de la température sur l'amplitude moyenne du glissement en fluage ( $\sigma = 350 \text{ Mpa}$ )*



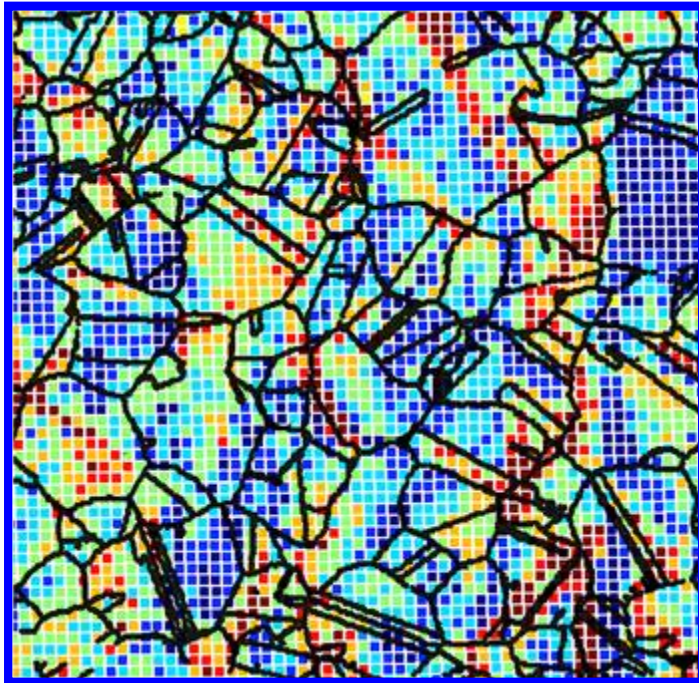
**Mise en évidence d'une relation  
entre nature du joint et sa « résistance » au fluage  
Les joints de type  $\Sigma 3$  sont plus résistants au fluage que les joints  
de plus faible coïncidence ou les joints généraux.**

**Cet effet diminue avec la température.**

# Exemple de résultats : Caractérisation superalliage base nickel (Thèses ONERA A. Soula et K. Thibaut)

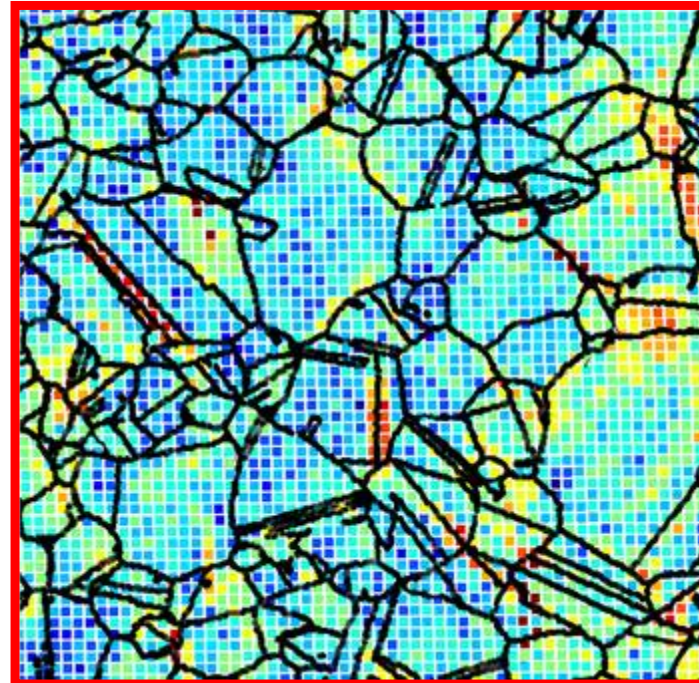
*Influence de la température de fluage ( $\sigma = 700 \text{ Mpa}$ ,  $\varepsilon = 1\%$ )*

700 C

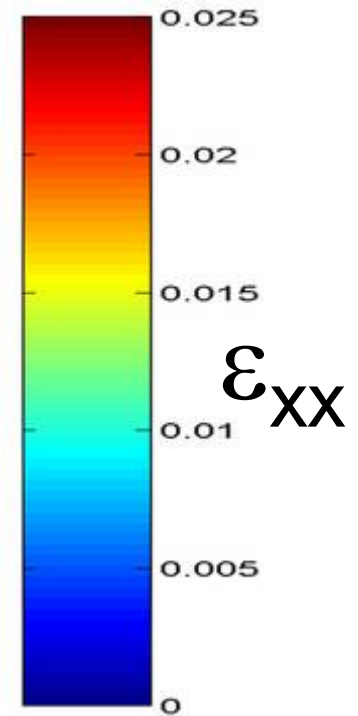


*Champ de déformation  $\varepsilon_{xx}$*

800 C



*Champ de déformation  $\varepsilon_{xx}$*

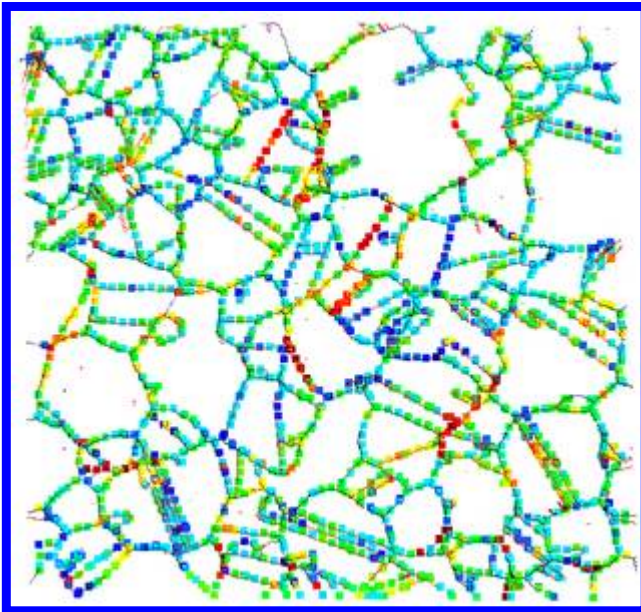


**Distribution plus homogène de la déformation  
dans les grains et entre grains adjacents à plus haute température**

# Exemple de résultats : Caractérisation superalliage base nickel (Thèses ONERA A. Soula et K. Thibaut)

Influence de la température de fluage ( $\sigma = 700 \text{ Mpa}$ ,  $\varepsilon = 1\%$ )

700 C



Glissement aux joints

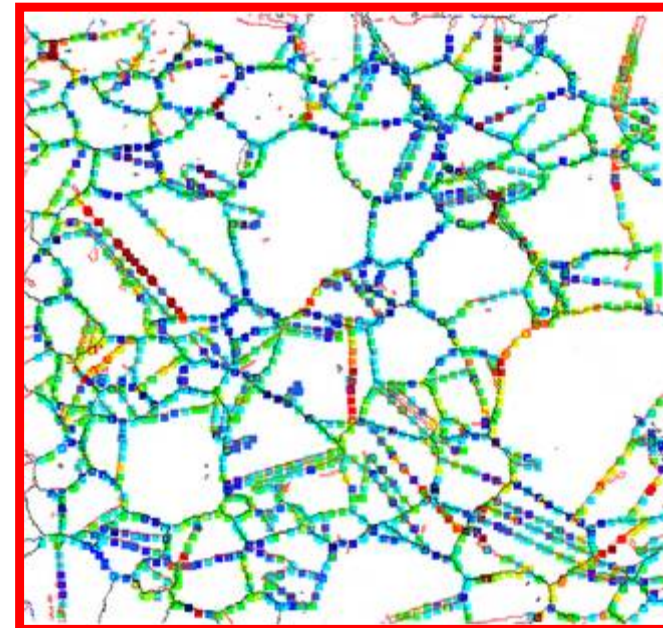
Diminution du  
glissement  
aux joints

$S_{\text{moyen}}$   
113 nm  $\rightarrow$  60 nm

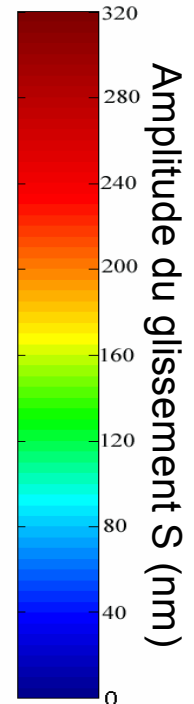
Diminution  
Contribution  $\xi$   
du glissement à la  
déformation totale

33%  $\rightarrow$  19%

800 C



Glissement aux joints



$\varepsilon_{GB}^{\parallel}$  : Déformation intergranulaire moyenne dans la direction de sollicitation

$\varepsilon_t$  : Déformation totale moyenne

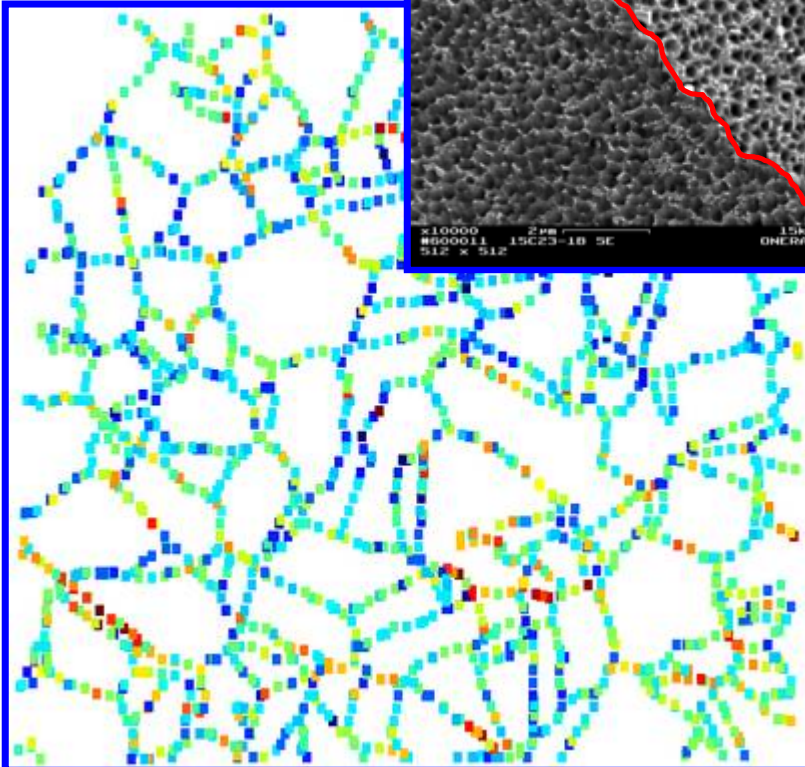
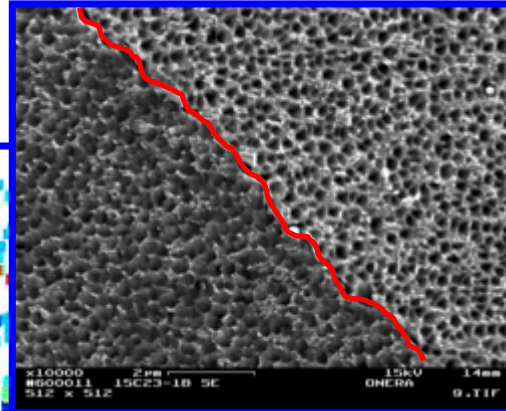
$\rightarrow \xi = \varepsilon_{GB}^{\parallel} / \varepsilon_t$  : Contribution Glissement à déformation totale

Diminution du glissement aux joints et de sa contribution  
à la déformation totale avec l'augmentation de la température

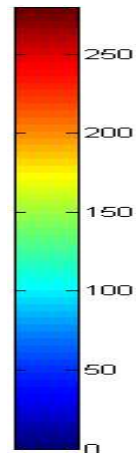
# Exemple de résultats : Caractérisation superalliage base nickel (Thèses ONERA A. Soula et K. Thibaut)

## Influence de la morphologie des joints ( $700^{\circ}\text{C}$ , $700\text{ Mpa}$ )

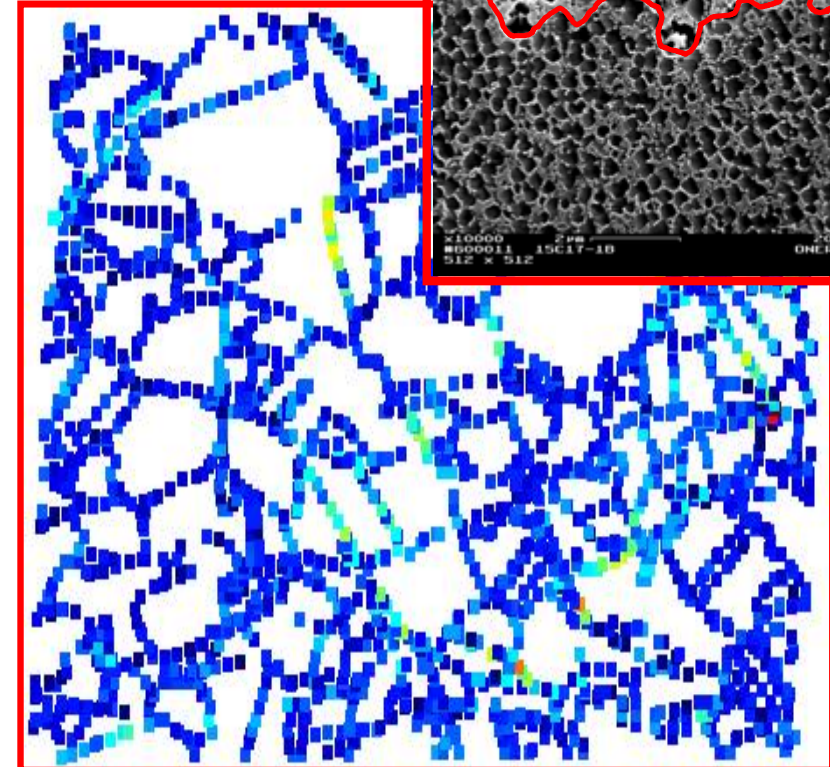
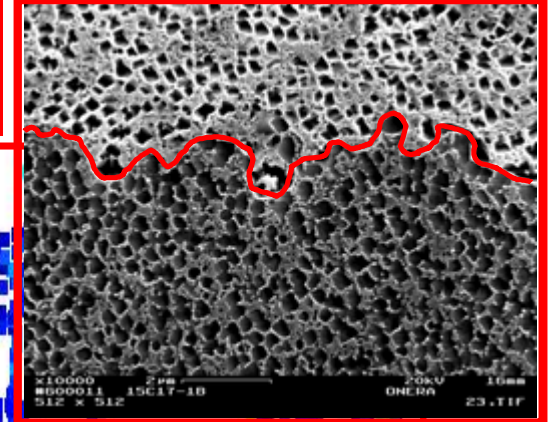
Microstructure  
« Référence »



Amplitude Glissement aux joints



Microstructure à  
joints « dentelés »

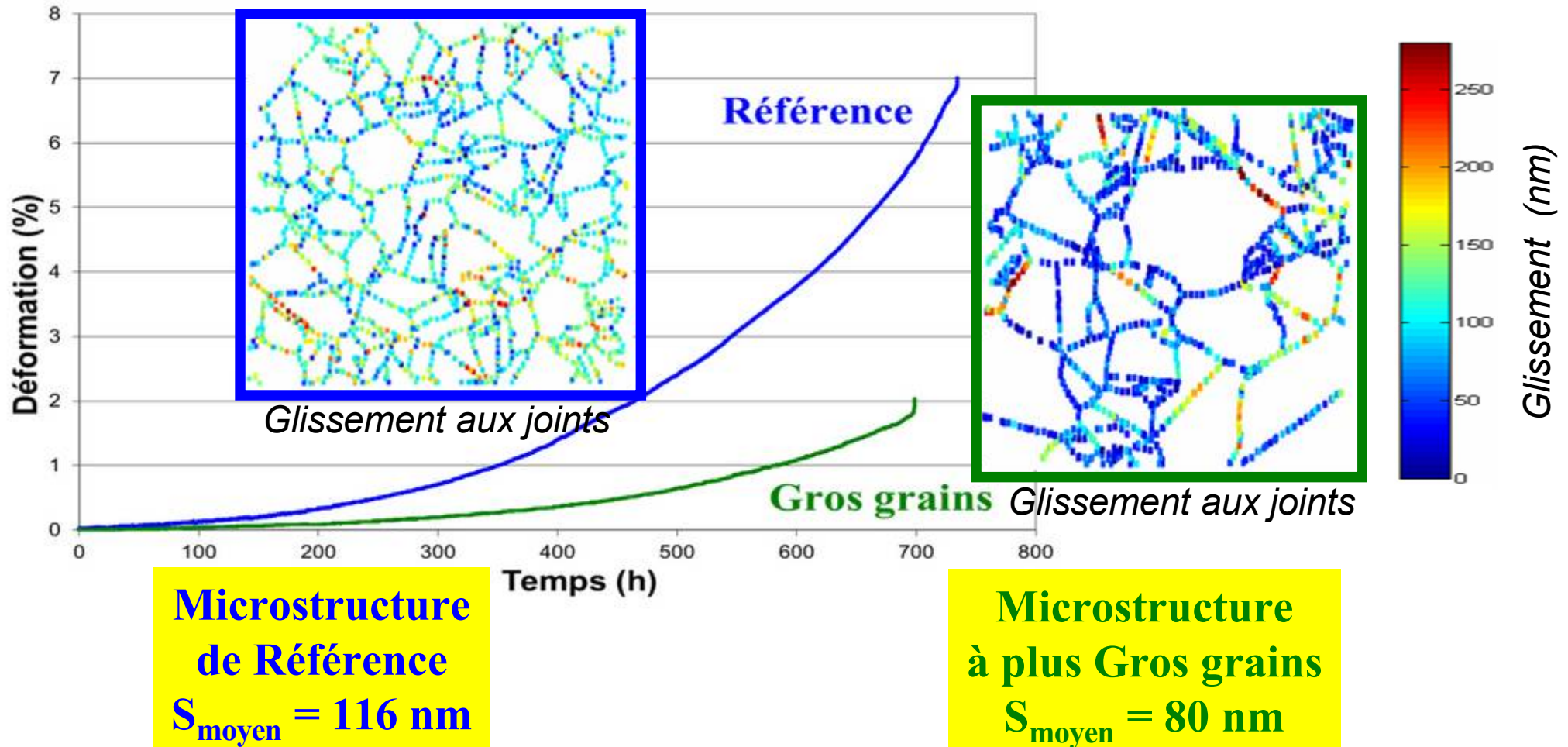


Amplitude Glissement aux joints

**Diminution significative de l'amplitude du glissement avec la microstructure à joints dentelés**

# Exemple de résultats : Caractérisation superalliage base nickel (Thèses ONERA A. Soula et K. Thibaut)

*Influence de la microstructure – Taille de grains ( $\sigma = 700$  MPa,  $700^\circ$  C)*



Diminution du glissement aux joints avec  
l'augmentation de la taille de grains

DE

MERCI

VOTRE

ATTENTION

