Conception de nouveaux superalliages MdP base nickel pour disques de turbines

Isabelle Augustins-Lecallier

▶ **To cite this version:**

Isabelle Augustins-Lecallier. Conception de nouveaux superalliages MdP base nickel pour disques de turbines. Matériaux. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011. Français. NNT : 2011ENMP0086 . pastel-00710579

HAL Id: pastel-00710579
https://pastel.hal.science/pastel-00710579

Submitted on 21 Jun 2012

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.

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY

MINES ParisTech

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

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité " Sciences et Génie des Matériaux "

présentée et soutenue publiquement par

Isabelle AUGUSTINS-LECALLIER

le 20 décembre 2011

Conception
de nouveaux superalliages MdP base nickel
pour disques de turbines

Directeurs de thèse : **Jean-Loup STRUDEL, Luc REMY**
Co-encadrement de la thèse : **Loïc NAZÉ**

Jury

M. José MENDEZ,	ENSMA	Examinateur
Mme Florence PETTINARI-STURMEL,	CEMES	Rapporteur
M. Alain HAZOTTE,	Université de Metz	Rapporteur
M. Jean-Yves GUEDOU,	Snecma	Examinateur
M. Luc RÉMY,	ENSMP	Examinateur,
M. Loïc NAZÉ,	ENSMP	Examinateur,
M. Didier LOCQ,	Onera	Invité,
M. Jean-Loup STRUDEL,	ENSMP	Invité.

T H È S E

MINES ParisTech
Centre des Matériaux
BP 87 91003 EVRY

A force de réfléchir, on finit par apprendre.

John Steinbeck, Les raisins de la colère, 1939.

Remerciements

Il y a 15 ans, je terminais mon stage de DEA au Centre des Matériaux sur le Zircaloy-4. J'étais subjuguée par le « merveilleux monde des matériaux » mais tétanisée : je ne pouvais pas être à la hauteur, le paradis n'était pas pour moi. Très orgueilleuse, ce n'est pourtant pas ce que je répondis à Jean-Loup Strudel pour refuser le sujet de thèse qu'il me proposait mais : « Je veux sauver le monde, je serai institutrice ». Après avoir embrassé sur la bouche un thésard inconnu qui passait dans le couloir, je quittais donc le monde des matériaux, sans regret pensais-je alors. Cinq ans de désillusions scolaires plus tard, toujours orgueilleuse mais moins peureuse, la connaissance de l'adolescent agressif, ça forge le caractère, je retoquais à la porte de la recherche : trop vieille ! Trop nulle ! Trop risquée ! m'ont répondu les Saint Pierre aux clés rouillées. Sauf Jean-Loup Strudel qui, dit-on, s'y connait au rayon des bonnes étoiles. Je l'en remercie grandement.

Période bénie que ces quatre ans passés au Centre : ardu et agréable à la fois, le travail d'invention d'un nouveau superalliage fut très intéressant. Un grand merci à Loïc Nazé pour son soutien exigeant mais sans faille et l'apprentissage donné au quotidien notamment en métallurgie, cristallographie et microscopie en transmission. J'ai également beaucoup appris lors des échanges nourris et fréquents avec Didier Locq qui sait savamment doser exigence et sens de l'humour dans un cocktail plaisant. La Snecma a financé cette thèse : Jean-Yves Guédou a su me mettre rapidement en confiance ; son grand savoir, son ouverture d'esprit et sa bonne humeur font que les échanges avec lui sont toujours trop courts.

Mon travail durant ces quatre années n'aurait pas été possible sans Jean-Pierre Trottier, qui m'a acceptée au Centre des Matériaux qu'il dirigeait alors, Sandrine Spilmont qui m'a aidée pour les essais et la microscopie, toute l'équipe de l'atelier (Jean-Louis Ajzenberg, Jean-Pierre Etourneau, Georges Cassas, Michel Rousselot, Franck Bluzat, Christophe Meurin) qui a toujours usiné à temps mes éprouvettes malgré des demandes toujours trop tardives, Laurent German qui a toujours pris du temps pour m'apprendre beaucoup de choses alors qu'il rédigeait sa thèse, je les en remercie chaleureusement. Apprendre dans la bonne humeur fut possible grâce à l'ensemble du personnel du Centre et à mes camarades thésards notamment : Véronique Matos, Odile Adam, Isabelle Rouzou, Laurent Bucher, Nader Haddar, Djilali Kaddour, Asmahana Zeghadi, Nicolas Marchal, Amine Bennani, Kamel Madi.

Malgré tous ces soutiens, la gestation du manuscrit qui rendait compte de l'invention se poursuivit hors des délais prévus. « Qu'importe, je le finirai tout en travaillant ! » me dis-je alors…Tu parles Charles ! Après avoir tenté vainement d'oublier, je décidai de tenter d'en finir une fois pour toutes : merci à Bern Terrel d'avoir accepté de me laisser partir du joyeux monde du recrutement, merci à Régine Molins de m'avoir fait confiance sur la durée et d'avoir rendu administrativement possible la rédaction et la soutenance.

Un très grand merci à Florence Pettinari-Sturmel et Alain Hazotte qui ont bien voulu rapporter ce travail et qui ont activement participé, en alliant vigilance et sollicitude, à la réussite de la soutenance dont je me souviendrai longtemps. Je remercie également José Mendez d'avoir présidé le jury de thèse avec attention et professionnalisme, tout en installant le climat de décontraction nécessaire à l'impétrante un peu crispée que j'étais.

Bien sûr, un grand merci à Louis et Emilie qui ont supporté avec affection les doutes et les atermoiements d'une vieille thésarde sur le retour ainsi qu'à mes parents – qui ne se doutaient sans doute pas il y a 38 ans que le mot docteur puisse rentrer un jour dans le vocabulaire familial– et à mes beaux-parents qui ont grandement facilité la logistique des derniers mois.

Enfin, un merci à la cantonade pour l'ensemble des amis et collègues qui n'ont jamais failli dans l'écoute attentive de la complainte de la thésarde désespérée : *« Sus, mon âme, tourne arrière, Et borne ici la carrière, De tes ingrates douleurs, Il est temps de faire épreuve »* Joachim Du Bellay.

1 LES TURBOREACTEURS et LES SUPERALLIAGES 7

1.1 Les turbomachines 8
1.1.1 Concept de turbomachine 8
1.1.2 Les turboréacteurs 10
1.1.2.1 Compresseur 10
1.1.2.2 Chambre de combustion 10
1.1.2.3 Turbine 10

1.2 Exemples 11
1.2.1 L'Olympus 593 11
1.2.2 Le M88-2 13

1.3 Les Matériaux 14
1.3.1 Matériaux pour aubes de turbine 15
1.3.1.1 Refroidissement et protection 15
1.3.1.2 Évolution métallurgique 16
1.3.1.3 Évolution des compositions 16
1.3.1.4 Procédé de fabrication des aubes 17
1.3.2 Matériaux pour disques de turbine 17

1.4 Les superalliages base nickel polycristallins 19
1.4.1 Historique 19
1.4.2 Élaboration 20
1.4.2.1 Mélange des éléments chimiques : techniques de fusion VIM et VAR 20
1.4.2.2 Métallurgie des poudres 21

2 DEFINITION DES NOUVELLES COMPOSITIONS 25

2.1 Influence des éléments d'alliage sur la structure des superalliages 27
2.1.1 Phase γ 28
2.1.1.1 Cobalt 29
2.1.1.2 Chrome 31
2.1.1.3 Molybdène et tungstène, éléments de durcissement de solution solide 33
2.1.2 Phase γ' 35
2.1.2.1 Aluminium 38
2.1.2.2 Titane 38
2.1.2.3 Niobium 39
2.1.2.4 Tantale 42
2.1.3 Carbures, borures et autres composés 44
2.1.3.1 Carbone 45
2.1.3.2 Bore et zirconium 46
2.1.3.3 Hafnium 48
2.1.4 Instabilités microstructurales 49
2.1.4.1 Phases Géométriquement Compactes (GCP) : phase η 49
2.1.4.2 Exemple de précipitation indésirable de phase η 52
2.1.4.3 Phases Topologiquement Compactes (TCP) : phases σ et μ 57

2.2 Définition des compositions expérimentales 58
2.2.1 Outils utilisés 58
2.2.1.1 Masse Volumique 58
2.2.1.2 Fraction de phase γ' 59
2.2.1.3 Stabilité au regard de la précipitation des phases fragilisantes 60
2.2.1.4 Température de solvus 63

2.2.2 Critères de définition des compositions expérimentales 63
2.2.2.1 Spécifications industrielles 63
2.2.2.2 Historique 64
2.2.2.3 Compositions choisies 66

3 DEROULEMENT ET VALIDATION DE L'ETUDE 71

3.1 L'étude 73
3.1.1 Programme d'étude 73
3.1.2 Observations et essais réalisés 75
3.1.2.1 Caractérisation physique et métallurgique 75
3.1.2.2 Caractérisation microstructurale 75
3.1.2.3 Caractérisation mécanique 76

3.2 Élaboration : des poudres jusqu'aux éprouvettes 78
3.2.1 Elaboration des poudres 79
3.2.2 Densification des poudres 79

3.3 Validation de l'étude expérimentale 83
3.3.1 Les alliages de référence de l'étude 83
3.3.1.1 Le N18 83
3.3.1.2 Le René 88 85
3.3.2 Caractérisation microstructurale 87
3.3.2.1 Microstructure initiale 87
3.3.2.2 Microstructure après traitement thermique 92
3.3.3 Caractérisation mécanique 99
3.3.3.1 Traction 99
3.3.3.2 Fluage 102

4 INFLUENCE DU TRAITEMENT THERMIQUE 107

4.1 Influence de la température de remise en solution 110
4.1.1 Influence sur la taille de grain 110
4.1.1.1 Détermination des températures de solvus de la phase γ' 112
4.1.1.2 Autres paramètres influençant la taille de grain 115
4.1.2 Influence sur les propriétés mécaniques en traction et fluage 116
4.1.2.1 Traction 117
4.1.2.2 Fluage 118
4.1.2.3 Conclusion : optimisation de la taille de grain 123

4.2 Influence de la vitesse de refroidissement 126
4.2.1 Influence sur la microstructure 126
4.2.1.1 Influence sur la taille des précipités γ' 127
4.2.1.2 Influence sur la forme des précipités γ' 130
4.2.1.3 Évolution des précipités 132
4.2.2 Influence sur les propriétés mécaniques 133
4.2.2.1 Traction 133
4.2.2.2 Fluage 135
4.2.3 Trempe indirecte 137

4.3 Influence du revenu 143

4.4 Effet du vieillissement en service 146
4.4.1 Influence sur la microstructure 146
4.4.2 Influence sur les propriétés mécaniques 148
4.4.2.1 Traction 148

4.4.2.2 Fluage 149

4.5 Conclusion et récapitulatif des traitements thermiques utilisés dans l'étude 151
4.5.1 Traitement thermique supersolvus 151
4.5.2 Traitement thermique subsolvus 155
4.5.3 Récapitulatif 157
4.5.4 Conditions de simulation de vieillissement choisies dans l'étude 157

5 CARACTERISTIQUES PHYSIQUES, MICROSTRUCTURALES ET MECANIQUES 159

5.1 Caractéristiques physiques 161

5.2 Caractéristiques microstructurales 162
5.2.1 Température de solvus 162
5.2.2 Microstructure « post filage » 165
5.2.3 Microstructure standard 167
5.2.3.1 Traitement thermique subsolvus 168
5.2.3.2 Traitement thermique supersolvus 172
5.2.4 Microstructure vieillie 176

5.3 Caractéristiques mécaniques 179
5.3.1 Traction 179
5.3.1.1 Après un traitement subsolvus 179
5.3.1.2 Après un traitement supersolvus 181
5.3.1.3 Synthèse des essais de traction 183
5.3.2 Propagation de fissure 183
5.3.2.1 Après un traitement subsolvus 184
5.3.2.2 Après un traitement supersolvus 186
5.3.3 Fluage 188
5.3.3.1 Essais sous 550 MPa à 700°C 188
5.3.3.2 Essais sous 650 et 700 MPa à 700°C 192
5.3.3.3 Synthèse 199

5.4 Synthèse des résultats 202

6 INTERPRETATION, OBSERVATION, DISCUSSION 205

6.1 Influence de la composition 206

6.2 Influence du traitement thermique 210
6.2.1 Traction 210
6.2.2 Fluage 214

6.3 Mécanismes de déformation à chaud (600-700°C) 219
6.3.1 Coexistence des mécanismes actifs en fluage 219
6.3.2 Mécanismes de déformation intragranulaire 222
6.3.2.1 L'optimisation cisaillement/contournement d'après Gleiter (Figure 203) 222
6.3.2.2 Mécanismes de cisaillement communs à γ et γ' 224
6.3.2.3 Réexamen de l'optimisation cisaillement/contournement 231
6.3.2.4 Mécanismes de piégeage des dislocations parfaites 235
6.3.3 Conclusion 242
6.3.4 Proposition d'un traitement thermique 243

7 Conclusion et perspectives 245

Annexe A1 ..... **247**

Annexe A2 ..... **249**

Annexe A3 ..... **251**

Liste des figures **253**

Liste des tableaux **261**

Références bibliographiques **263**

L'alliage N18 **[Ducrocq, 1992]** a été mis au point vers la fin des années 80 et retenu pour la fabrication des disques de turbine du moteur M88-2. Ses caractéristiques mécaniques jusqu'à 650°C sont excellentes et sa vitesse de propagation de fissures en fatigue à 650°C se situe clairement au-dessous des seuils requis par le constructeur. Cependant, la formation de phases topologiquement compactes σ et μ (TCP : Topologically Close-packed Phases) lors de vieillissements de longue durée à des températures supérieures à 650°C, conduit à la baisse de ses propriétés. Par ailleurs, sa température de solvus élevée, du fait d'une importante fraction volumique de phase γ', réduit la fenêtre de remise en solution à moins de 30°C, rendant difficile un éventuel grossissement de grain via un traitement thermique au-delà de la température de solvus.

Dans le cadre du projet PROMÉTHÉE (PROcédés de fabrication et MatÉriaux à Très Haute tempÉraturE pour un corps haute pression) lancé par la DGA en 2000, la SNECMA a sollicité la collaboration du Département Matériaux Métalliques et Procédés (DMMP) de l'ONERA et l'équipe Comportement à Haute Température du Centre des Matériaux de l'École des Mines de Paris afin de développer un nouveau superalliage pouvant remplacer le N18. L'objectif des recherches menées en étroite collaboration avec l'ONERA a été de proposer de nouvelles compositions d'alliages susceptibles de remplir le cahier des charges proposé :

- une stabilité microstructurale à long terme pour des températures supérieures à 650°C,
- une densité convenable pour une application "disque de turbine″ (densité inférieure à 8,3),
- une fenêtre de remise en solution plus grande que celle du N18 améliorant ainsi la forgeabilité notamment à des températures supérieures au solvus de la phase γ',
- des propriétés mécaniques améliorées en traction, fatigue et fluage à 650°C et 700°C,
- une tenue à la propagation de fissures au moins équivalente à celle du N18.

Idéalement, l'amélioration des propriétés est souhaitée quelle que soit l'application choisie, "haute résistance" (fortes contraintes) ou "haute température".

Outre le N18, le René 88, développé par Krueger pour General Electric **[Krueger, 1990],** a été également choisi comme alliage de référence. Ce superalliage se caractérise par une bonne résistance à la fatigue oligocyclique à 650°C qui est attribuée à une taille de grain relativement grande (et à une fraction massique de la phase γ' faible à moyenne). De plus, la microstructure de cet alliage est stable au regard de la précipitation des phases TCP.

Les compositions de ces deux alliages ainsi que leur traitement thermique ont constitué des références dans notre étude. Celle-ci s'est réalisée en deux grandes phases. Dans un premier temps, tandis que l'ONERA analysait l'effet de la composition chimique sur les propriétés physiques et mécaniques, notamment l'effet des substitutions d'éléments chimiques, par l'étude de nouvelles compositions d'alliages en comparaison de l'alliage de référence N18, le CDM étudiait, en plus de l'alliage de référence René88, 2 nouvelles compositions d'alliage en choisissant de s'intéresser à deux traitements thermiques différents, l'un conduisant à une microstructure « grain fin » généralement privilégiée pour une application « haute résistance », l'autre à une microstructure « gros grain » plus avantageuse pour l'orientation « haute température ». Dans une seconde phase, après mise en commun des résultats, les deux laboratoires travaillaient à la mise au point de compositions « optimisées ».

Afin de mieux appréhender le contexte de cette étude, une présentation rapide des turboréacteurs et des matériaux les constituant, l'historique du développement des superalliages pour disques de turbine et leur mode d'élaboration sont proposés dans le chapitre 1. Dans le chapitre 2, après une étude bibliographique consacrée à l'étude de l'influence des éléments chimiques sur les caractéristiques des superalliages base nickel polycristallins, les outils de développement sont décrits et les nouvelles compositions sont présentées en regard des spécifications industrielles. Le chapitre 3 est consacré au protocole d'élaboration des alliages étudiés ainsi qu'au programme d'essais réalisés. Une comparaison des caractéristiques des deux alliages de référence selon leur mode d'élaboration, industriel ou expérimental, est également proposée. Dans le chapitre 4, une synthèse bibliographique de l'influence des différentes variables du traitement thermique ainsi qu'une validation des paramètres choisis pour l'étude sont présentées. Le chapitre 5 est consacré aux résultats obtenus et le chapitre 6 à leur interprétation en s'intéressant notamment aux mécanismes de déformation en fluage. Une conclusion concernant les compositions chimiques choisies ainsi que des préconisations en termes de traitement thermique sont enfin proposées.

CHAPITRE 1

1 LES TURBOREACTEURS et LES SUPERALLIAGES

1 LES TURBOREACTEURS et LES SUPERALLIAGES 7

1.1 Les turbomachines 8
1.1.1 Concept de turbomachine 8
1.1.2 Les turboréacteurs 10
1.1.2.1 Compresseur 10
1.1.2.2 Chambre de combustion 10
1.1.2.3 Turbine 10

1.2 Exemples 11
1.2.1 L'Olympus 593 11
1.2.2 Le M88-2 13

1.3 Les Matériaux 14
1.3.1 Matériaux pour aubes de turbine 15
1.3.1.1 Refroidissement et protection 15
1.3.1.2 Évolution métallurgique 16
1.3.1.3 Évolution des compositions 16
1.3.1.4 Procédé de fabrication des aubes 17
1.3.2 Matériaux pour disques de turbine 17

1.4 Les superalliages base nickel polycristallins 19
1.4.1 Historique 19
1.4.2 Élaboration 20
1.4.2.1 Mélange des éléments chimiques : techniques de fusion VIM et VAR 20
1.4.2.2 Métallurgie des poudres 21

1.1 **Les turbomachines**

1.1.1 Concept de turbomachine

Les turbomachines fonctionnent grâce à l'action continue d'un fluide à énergie élevée sur les ailettes d'une ou plusieurs roues. La puissance mécanique délivrée provient soit de l'énergie hydraulique (turbine à eau) soit de l'énergie thermique (turbine à gaz, turbine à vapeur). Elles diffèrent donc des moteurs alternatifs où l'action du fluide donne lieu au déplacement limité de pistons dans un ou plusieurs cylindres, ce mouvement linéaire alternatif étant ensuite transformé en mouvement circulaire par des transmissions mécaniques. Depuis les années 70, les turbomachines ont progressivement remplacé les moteurs alternatifs : centrales électriques, moteurs d'avion…Il reste essentiellement une application (et non des moindres !) des moteurs à piston : les moteurs pour véhicules routiers.

Une turbine à gaz est une machine recevant un flux continu de gaz. La combustion interne du mélange carburant/comburant comprimé permet de transformer l'énergie du carburant en flux gazeux de haute énergie, utilisable sous forme d'énergie propulsive dans le cas du turboréacteur.

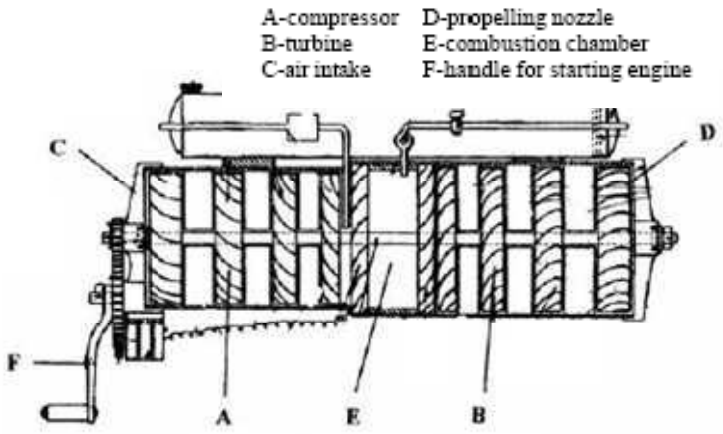
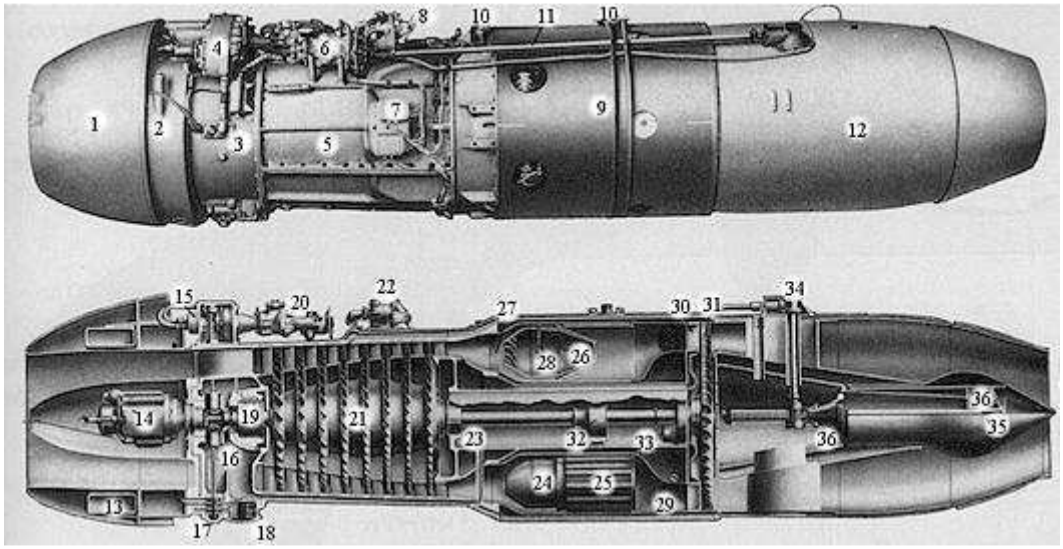


Figure 1 : Schéma de la turbine Guillaume. [1922]

Le concept de la turbine à gaz date du 18ème siècle. Son développement fut longtemps retardé par le succès de la turbine à vapeur. La première turbine à gaz industrielle opérationnelle fut construite en 1930 **[Fabri, 2005].** Dans le domaine aéronautique, un brevet français déposé en 1921 par Maxime **Guillaume [1922]** pose le principe du turboréacteur simple flux moderne (*figure 1*). Dans les années 20, de nombreux autres brevets contribuent au développement du concept du moteur à réaction moderne **[Golinval, 2005].** Dans les années 30, de nombreux prototypes sont testés. Le brevet du turboréacteur développé par l'ingénieur britannique Frank **Whittle [1931]** est déposé en 1930**.** Le premier essai a lieu en 1937 avec utilisation de kérosène. Le Gloster E28/39 équipé du turboréacteur W1 développé par Whittle vola pour la première fois le 15 mai 1941. Une version améliorée W2 sera construite sous licence par General Electric **[Koff, 2005].**

Dans le même temps, en Allemagne, les travaux de Hans Von Ohain pour le constructeur Ernst Heinkel conduisent au développement du moteur HeS3 à compresseur centrifuge qui propulsa l'avion He178 en 1938. **[Von Ohain, 1952].** Le premier avion à réaction construit en série est le Messerschmitt ME262 durant l'été 44. Il est alors équipé du turboréacteur à compresseur axial Junkers Jumo 004 (concurrent de Heinkel) de 898 kg de poussée, développé et breveté par Franz Anselm. (*figure 2*) **[Neugebauer, 1942].** Plus de 8000 de ces moteurs ont été fabriqués pendant la seconde guerre mondiale en Allemagne, leur durée de vie était de l'ordre de…10 heures !



1. Entrée d'air
12. Tuyère d'éjection des gaz
14. Moteur de démarrage 2-temps
21. Compresseur axial (8 disques)
26. Chambre de combustion
31. Turbine (1disque)
35. Noyau mobile de la tuyère

Figure 2 : Schéma du turboréacteur Junkers Jumo 004. [Neugebauer, 1942]

1.1.2 Les turboréacteurs

Parmi les moteurs qui fonctionnent dans l'air, les turboréacteurs sont les plus utilisés. Un turboréacteur est constitué de trois grands éléments principaux :

1.1.2.1 Compresseur

Il peut être de type axial, hélicoïdal ou centrifuge en fonction de la forme de la veine fluide. Les compresseurs axiaux (cas des moteurs de forte puissance) comportent plusieurs étages. Chaque étage est constitué d'un disque mobile à aubes (rotor) et d'un disque fixe aubagé (stator), ce dernier permettant de rétablir la direction axiale du fluide via l'arbre de transmission solidaire à la fois des disques de la turbine et des disques du compresseur. La turbine fournit l'énergie nécessaire à l'entraînement du compresseur via les disques mobiles à aubes, solidaires de l'arbre. Dans chaque disque mobile, le transfert d'énergie depuis l'arbre jusqu'au fluide est réalisé grâce à l'accroissement simultané de l'énergie cinétique et de la pression.
Le compresseur peut se diviser en parties basse et haute pression, chacune des parties pouvant comprendre plusieurs étages.

1.1.2.2 Chambre de combustion

L'énergie chimique du mélange air-carburant est transformée par la combustion en énergie thermique. Le carburant est injecté sous forme de gouttelettes afin d'optimiser le rendement de la combustion en augmentant la surface d'échange air-carburant. Seule une partie de l'air comprimé est utilisée pour la combustion afin que la température des gaz brûlés à l'entrée de la turbine reste admissible par les matériaux utilisés. La plus haute température d'entrée de la turbine est atteinte dans le moteur M88-2 (1850K). Un des défis majeurs concernant les turboréacteurs est l'augmentation sensible de la température à l'issue de la combustion en améliorant la tenue en température des matériaux utilisés.

1.1.2.3 Turbine

A l'instar du compresseur, chaque étage de la turbine comprend un disque mobile à aubes qui est entraîné par la détente des gaz et un disque fixe à aubes qui permet de redresser le flux. La turbine peut se diviser en étages haute et basse pression.

Le turboréacteur absorbe de l'air (entrée d'air) qu'il rejette vers l'arrière à grande vitesse via les tuyères d'évacuation. La force de réaction des gaz éjectés (la poussée) sera d'autant plus importante que l'accroissement de vitesse de la masse d'air traversant le moteur sera grand. L'augmentation de l'énergie permettant l'accroissement de vitesse se fait en deux temps (*figure 3*) :

- augmentation de la pression de l'air à l'aide d'un ou plusieurs étages de compresseurs, axiaux ou centrifuges,
- mélange de l'air comprimé au combustible vaporisé dans la chambre de combustion : la combustion provoque une augmentation subite de la température et de la vitesse des gaz.

Les gaz issus de la combustion atteignent les aubes d'une ou plusieurs turbines. Le flux gazeux de haute énergie produit par la détente des gaz de combustion engendre la poussée au sortir de la tuyère. Une partie de l'énergie de ce flux gazeux est récupérée par la turbine pour fournir la puissance mécanique nécessaire à l'entraînement du compresseur, l'axe de la turbine étant solidaire de celui du compresseur.

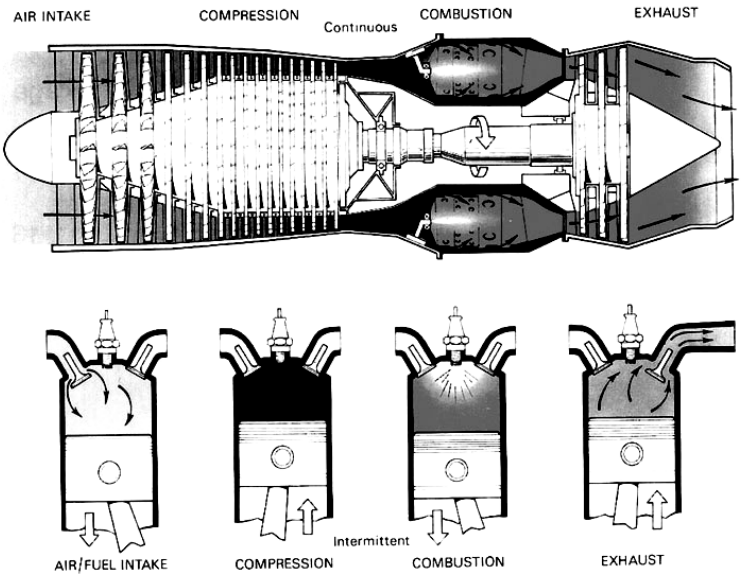


Figure 3 : Principe du fonctionnement d'un turboréacteur.

1.2 Exemples

1.2.1 L'Olympus 593

Quatre moteurs Olympus 593 (Snecma Moteurs, Rolls Royce) montés par paire ont équipé le Concorde jusqu'à son dernier vol en 2003 (*figure 4*). Ce moteur est dérivé de l'Olympus 360 destiné au bombardier supersonique British Aircraft Corporation TSR2 qui ne dépassa pas le stade des prototypes. Ce moteur était lui-même dérivé des évolutions successives du moteur Olympus qui équipait le bombardier subsonique Vulcan. Pour être opérationnel en conditions supersoniques, il a fallu ajouter une tuyère de postcombustion ainsi que d'autres finesses technologiques telles que des entrées d'air à géométrie variable et des « paupières » de tuyères, également à géométrie variable, pouvant faire office d'inverseurs de poussée. L'Olympus 593 a été le premier turboréacteur civil au monde à être utilisé à des vitesses supérieures à Mach 2 en « supercroisière », c'est-à-dire sans recours permanent de la postcombustion (et ce, pendant 34 ans).

Le superalliage utilisé pour les disques des parties chaudes i.e. les 4 derniers étages du compresseur haute pression et ceux de la turbine haute pression est le Waspaloy, alliage développé au début des années 50. Les différents types de matériaux utilisés dans le moteur Olympus 593 sont indiqués sur le schéma de la *figure 5*.

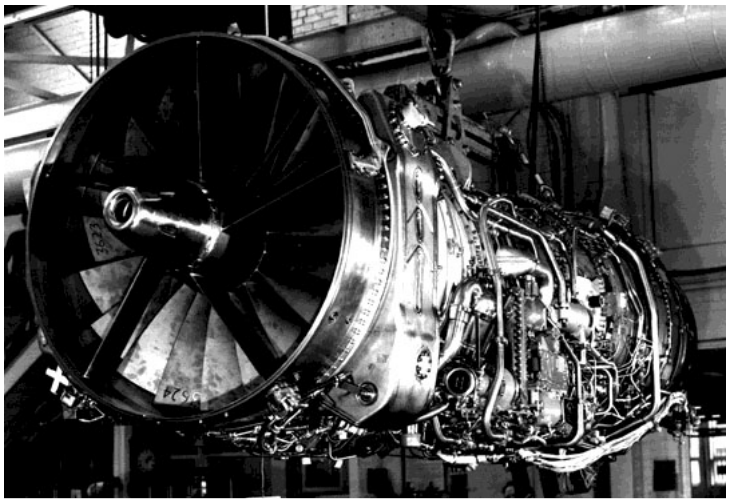


Figure 4 : Moteur Olympus 593. [Mattingly, 2004]

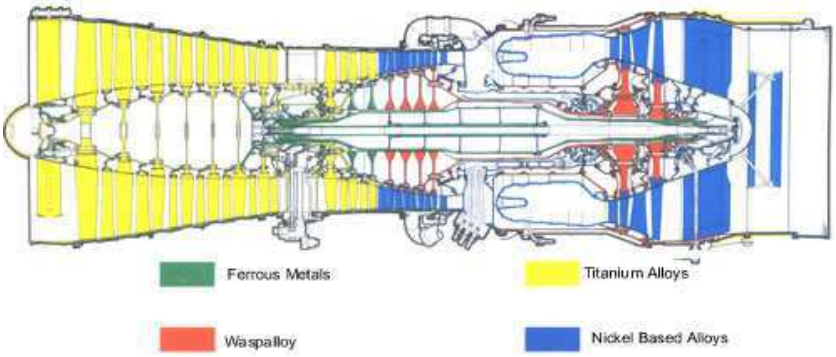


Figure 5 : Différents types de matériaux utilisés dans le turboréacteur Olympus 593. [Document Snecma]

Figure 6 : Moteur M88-2. [Photo Snecma]

Longueur	3538 mm
Diamètre d'entrée	696 mm
Masse	897 kg
Poussée (avec post-combustion)	75 kN
Poussée (sans post-combustion)	50 kN
Consommation spécifique (avec PC)	1,7 kg/daN.h
Consommation spécifique (sans PC)	0,8 kg/daN.h
débit d'air	65 kg/s
Température Entrée Turbine (TET)	1850 K
Taux de compression	24,5
Taux de dilution	0,3

Tableau 1 : Caractéristiques principales du moteur M88-2. [Communication Snecma]

1.2.2 Le M88-2

Deux moteurs M88-2 fabriqués par Snecma Moteurs équipent le chasseur Rafale de l'armée de l'air et de l'aéronavale françaises depuis 1990.

Le turboréacteur M88-2 (*figure 6*) est un moteur compact développant 50kN de poussée (75 kN avec la postcombustion) qui présente un rapport poussée/poids élevé (9). Il est constitué de 21 modules indépendants qui sont remplaçables isolément. Sa position ventrale sur l'avion permet de le changer en 20 minutes. Grâce à sa conception "double corps, double flux", il démontre d'une rupture technologique avec les moteurs Atar, M53 et son équivalent américain General Electric F404. Les différentes caractéristiques du moteur M88-2 sont présentées dans le *tableau 1*.

La TET (Température Entrée Turbine) est de 1850K, soit un gain de 350K par rapport au moteur M53 (équipant le Mirage 2000) **[Honnorat, 1988]**. Dans ce moteur, la partie chaude était confinée à l'étage de turbine haute pression (*figure 7*). Dans le moteur M88, elle s'étend depuis le milieu du compresseur haute pression jusqu'à la turbine haute pression (*figure 7*). Les conditions de température et de pression y sont particulièrement sévères. L'utilisation des alliages de titane équipant les parties les moins chaudes (limite d'utilisation à environ 500°C) est impossible. Seuls les superalliages base nickel peuvent résister à de telles conditions. Ainsi, les disques 4, 5, 6 du compresseur haute pression ainsi que ceux de l'étage haute pression de la turbine sont fabriqués en N18 **[Ducrocq, 1992],** alliage développé dans les années 80.

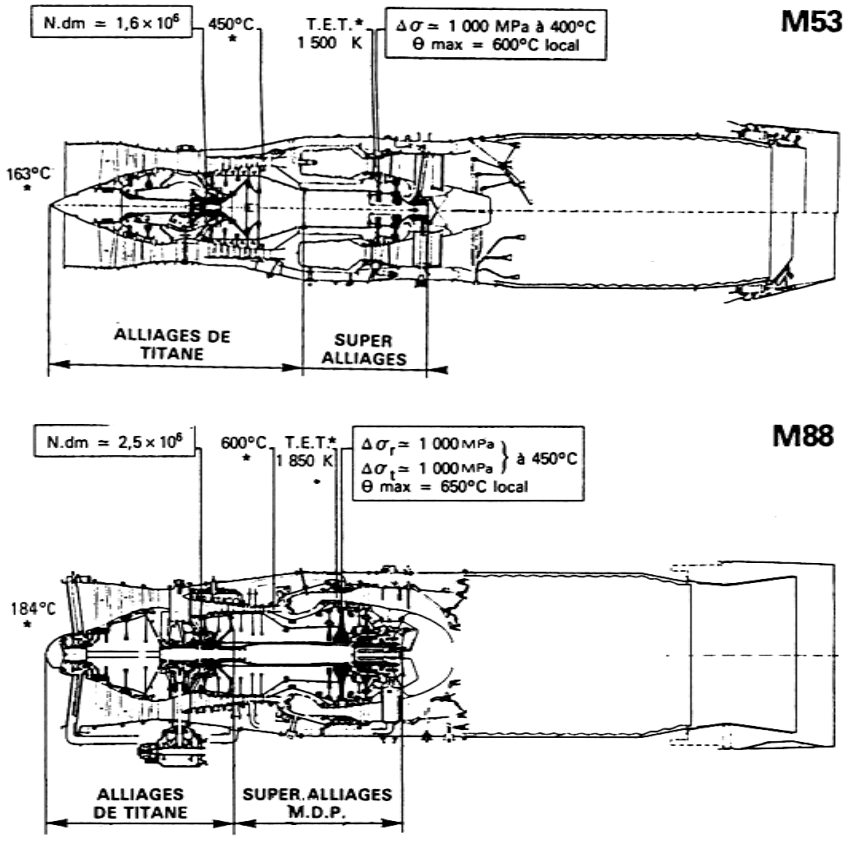


Figure 7 : Évolution des matériaux des parties chaudes depuis le M53 jusqu'au M88-2. [Honnorat, 1988]

1.3 **Les Matériaux**

Le souci principal des motoristes est d'obtenir le rendement thermodynamique le plus élevé possible pour une masse la plus réduite possible.
Dans les premières parties du moteur, les parties les plus froides, de l'entrée d'air jusqu'aux premiers étages du compresseur, l'utilisation d'alliages "légers" du type alliages de titane (densité de l'ordre de 5) est possible. En revanche, dans les parties les plus chaudes, depuis les derniers étages du compresseur pour certains moteurs jusqu'à la turbine et à la tuyère, l'utilisation de ce type d'alliages devient impossible, les conditions de température et de pression étant particulièrement sévères. L'utilisation des superalliages base nickel (densité supérieure à 8) s'avère indispensable. L'augmentation des performances des moteurs a provoqué une intensification de l'utilisation des ces alliages résistants à haute température. Par exemple, dans le moteur M53 équipant le Mirage 2000, la partie dite chaude était confinée à l'étage de turbine haute pression. Dans le moteur M88 équipant le Rafale, elle s'étend désormais depuis le milieu du compresseur haute pression jusqu'à la turbine haute pression.
L'augmentation de la température d'entrée de turbine (TET) depuis 40 ans reflète bien l'augmentation de température dans l'ensemble du turboréacteur. On considère qu'il y a eu un accroissement de 10°C par an, ce qui est colossal (*figure 8*).
Développer des matériaux toujours plus résistants à de fortes températures est un enjeu majeur pour les motoristes. Augmenter encore la température d'utilisation des matériaux permettrait d'accroître les performances du moteur et de simplifier les systèmes de refroidissement.

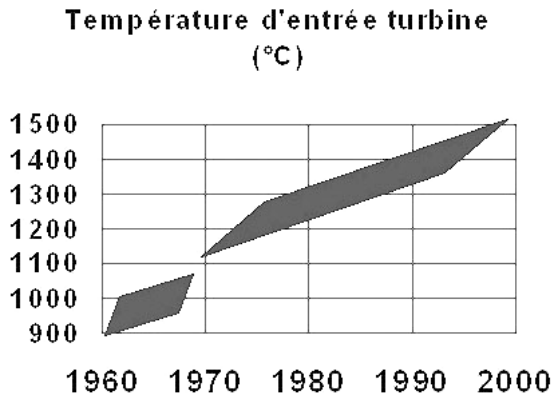


Figure 8 : Évolution de la TET depuis 40 ans.
[Deyber, 2004]

Les superalliages sont utilisés dans la fabrication des disques et des aubes des turbines basse et haute pression et de certains compresseurs haute pression. Dans les premiers turboréacteurs, les mêmes alliages étaient utilisés pour les aubes et les disques. Or, ces deux composants ne subissent pas les mêmes sollicitations thermiques et mécaniques. Les niveaux de contraintes sont beaucoup plus importants dans le cas des disques, en revanche, les températures sont beaucoup plus élevées sur les aubes. Ces conditions différentes de sollicitation expliquent l'évolution distincte pour chacun des deux composants, qu'il s'agisse de la composition, de l'élaboration du matériau ou de la conception de la pièce.

1.3.1 Matériaux pour aubes de turbine

Les températures perçues par les aubes sont de plus en plus élevées (supérieures à 1000°C) du fait de l'augmentation du rendement et de la TET. Elles peuvent dépasser les températures de fusion des alliages utilisés. Nous présentons rapidement ici trois points d'évolution majeure qui ont permis d'augmenter la résistance à l'endommagement des aubes à des températures toujours plus élevées (*figure 9).*

1.3.1.1 Refroidissement et protection

Afin d'abaisser la température au niveau des aubes, un système de refroidissement interne réalisé à l'aide de couloirs de refroidissement placés dans le sens de la longueur de l'aube a été conçu dans les années 60 par Rolls Royce : le moteur Conway sera le premier moteur civil équipé de ce système de refroidissement **[Bowmer, 1961]**. Dans les années 70, la micro-perforation a permis de créer un film d'air autour de la voilure de l'aube. Les techniques de refroidissement n'ont pas cessé de progresser jusqu'à aujourd'hui. Le système de protection dit "barrière thermique" permet ainsi de diminuer nettement les températures au niveau de l'aube. La technique consiste à déposer une couche protectrice céramique, métallique ou mixte sur la surface du matériau qui permet ainsi d'éviter l'interaction directe entre l'environnement haute température et le superalliage. Les premières protections consistaient en des couches d'oxyde de chrome (jusqu'aux années 50) puis d'oxyde d'aluminium (passivant) **[Sims, 1984]**. Elles se sont avérées insuffisantes pour protéger l'alliage de la corrosion à chaud. On a alors assisté à l'introduction de barrières de protection dites "thermiques" consistant en un dépôt céramique sur l'alliage. On peut distinguer deux grands types de barrières thermiques en fonction des techniques utilisées. D'une part, les barrières thermiques réalisées par des techniques de diffusion, d'autre part celles réalisées par dépôt. Aujourd'hui, le dépôt par EBPVD (Electron Beam Physical Vapor Deposition) est la technique la plus largement utilisée dans la protection des aubes de turbine **[Bickard, 1998]**.

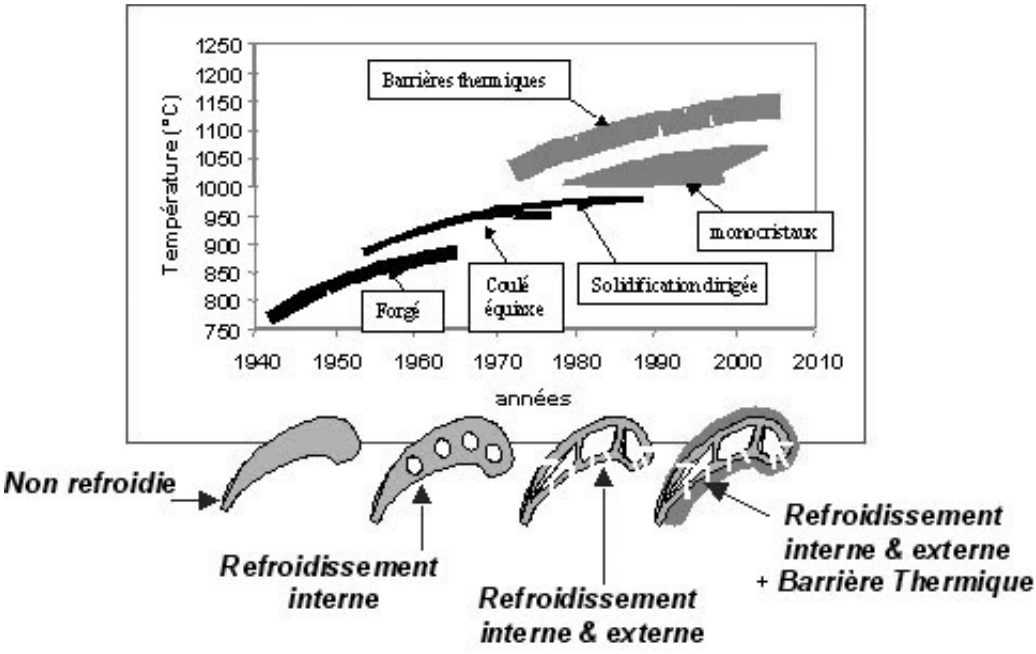


Figure 9 : Évolution des techniques de refroidissement. [Deyber, 2004]

1.3.1.2 Évolution métallurgique

Une amélioration notable de la résistance mécanique et thermique des superalliages pour aubes a été obtenue grâce à la modification de leur microstructure (*figure 10*). A partir de 1960, Pratt & Whitney développe la solidification dirigée de grains colonnaires dans le sens long de l'aube. En effet, les joints de grains perpendiculaires à l'axe de sollicitation (contrainte centrifuge) constituaient des sites préférentiels d'amorçage de fissures. L'introduction de cette technique a permis de diminuer de façon significative l'endommagement par fatigue thermique et d'améliorer la tenue en fluage. L'élimination totale des joints de grains grâce à l'utilisation des monocristaux à solidification dirigée a permis dans les années 70-80 d'améliorer encore ces propriétés. Pratt & Whitney a été le précurseur de ces nouvelles techniques **[Sims, 1984]**. Le premier superalliage monocristallin français a été l'alliage AM1 **[Davidson, 1985]** développé conjointement par l'ONERA, le Centre des Matériaux, Snecma et Imphy. Il est utilisé dans la fabrication des aubes de la turbine haute pression du moteur M88-2 équipant le Rafale.

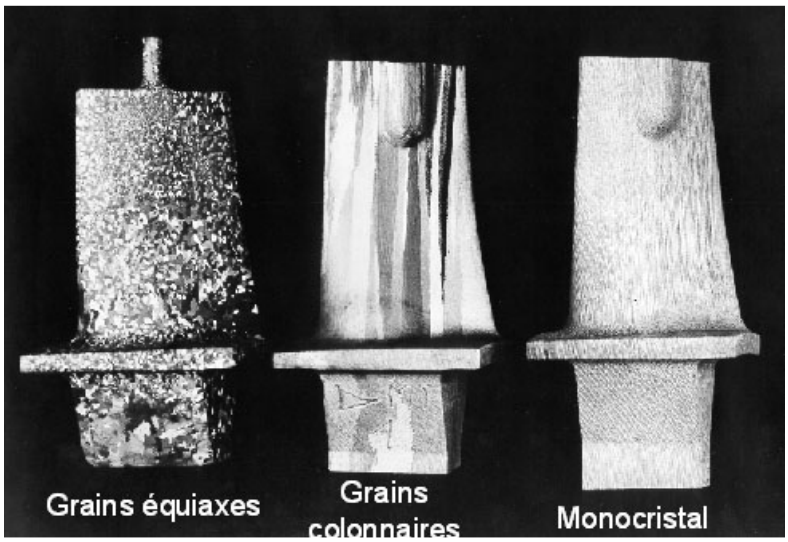


Figure 10 : Évolution microstructurale des superalliages base nickel pour aubes de turbine. [Caron, 2004]

1.3.1.3 Évolution des compositions

L'évolution des compositions s'est faite en parallèle avec l'évolution métallurgique précédemment décrite. En effet, la réponse mécanique dépend de la microstructure, elle-même gouvernée par la composition chimique. On constate par exemple, lors du passage de l'utilisation de la structure polycristalline à celle des grains colonnaires à solidification dirigée, l'introduction du hafnium, qui permet d'éviter la fissuration lors de la solidification. L'utilisation des monocristaux a impliqué de nouvelles spécifications. Les concentrations en éléments renforçant les phases γ et γ' constitutifs des superalliages doivent être augmentées pour assurer une bonne résistance du fait de l'absence des joints de grains. En revanche, les concentrations de carbone, de bore et de zirconium, éléments connus pour leur rôle dans le renforcement des joints de grains via la formation de carbures et de borures, doivent être diminuées ou supprimées **[Caron, 2004]**.

1.3.1.4 Procédé de fabrication des aubes

Les aubes sont fabriquées par fonderie, grâce au procédé dit "à cire perdue" **[Doriath, 1994]** (*figure 11)*. Le principe consiste à créer un modèle en cire, réplique exacte de la pièce à produire. Un noyau en céramique, correspondant au volume de la partie creuse de l'aube, est inséré et maintenu par des picots en platine. Le tout est enduit d'une carapace céramique (durcie par séchage). L'ensemble est ensuite étuvé pour fondre la cire et dégager l'espace qu'elle occupait, d'où le terme "à cire perdue". Le superalliage est alors coulé dans la cavité obtenue, entre la carapace et le noyau. Après solidification et refroidissement du métal, la carapace est détruite, le noyau est supprimé par dissolution chimique. On obtient alors la pièce aux cotes définitives. Les perforations des micro-trous d'aération sont réalisées par électroérosion ou par faisceau laser. Les bords d'attaque de l'aube sont rectifiés. Des techniques de sélection de grains sont utilisées pour obtenir des aubes monocristallines d'orientation voisine de <001>.

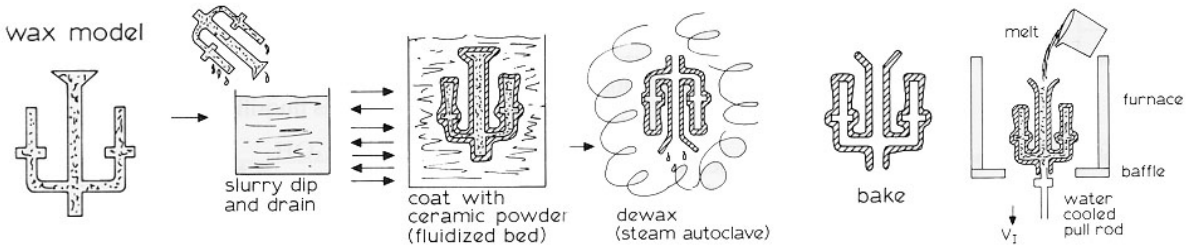


Figure 11 : Schématisation des différentes étapes de fabrication des aubes de turbine. [Doriath, 1994]

1.3.2 Matériaux pour disques de turbine

Les disques de turbine (*figure 12*) haute pression et ceux des derniers étages de certains compresseurs haute-pression sont moins exposés aux fortes températures que les aubes (calées dans les alvéoles, au niveau des « pieds de sapin ») grâce au système de refroidissement. En revanche, ils fonctionnent sous des chargements mécaniques plus sévères. Les températures à la périphérie peuvent tout de même y atteindre 700°C. L'utilisation des aciers, des alliages d'aluminium ou de titane est proscrite, ces différents matériaux ne résistant pas à de telles températures. On utilise donc des **superalliages base nickel polycristallins**. La rupture d'une aube est tolérée ; elle pourrait alors, dans le meilleur des cas, être récupérée dans le carter. En revanche, la rupture d'un disque est interdite ; elle entraînerait la perte de l'avion.

Les sollicitations mécaniques et thermiques du disque varient en fonction du régime moteur. Schématiquement, la succession des phases "démarrage – vol - arrêt" correspond à une sollicitation de type fatigue-fluage. Les disques, pièces tournantes, sont principalement soumis à des contraintes centrifuges et thermiques. Les contraintes moyennes varient de 600 à plus de 1000 MPa en fonction du régime moteur. D'autre part, du fait de la géométrie particulière du disque, les concentrations de contrainte peuvent atteindre des valeurs très importantes, jusque 1900 MPa en fond d'alvéole dans le cas du disque de turbine HP du moteur M88, contre 800 MPa pour un disque "civil". Il existe un gradient thermique depuis le moyeu central, la partie dite "froide" jusqu'à la jante, la partie "chaude" (figure 13). La tenue au fluage et à la fissuration de la périphérie est primordiale tandis que la partie centrale requiert une résistance en traction élevée ainsi qu'une bonne tenue en fatigue oligocyclique.

Figure 12 : Disque de turbine Haute Pression du moteur M88-2. [Photo Snecma]

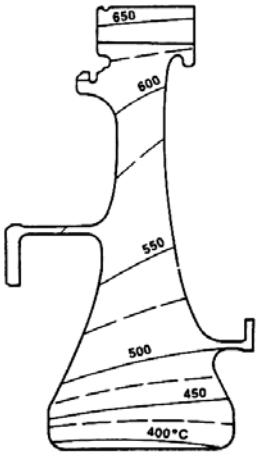


Figure 13 : Vue schématique de la distribution de températures dans un disque de turbine HP. [Honnorat, 1988]

Les moteurs militaires sont soumis à des régimes moteurs beaucoup plus complexes et sévères que les moteurs civils (*figure 14*). Les contraintes perçues par les disques sont beaucoup plus importantes. Les durées de vie des moteurs militaires sont de l'ordre de 2000 cycles (un cycle correspondant à un vol complet depuis le décollage jusqu'à l'atterrissage) contre plus de dix fois plus pour les moteurs civils. Dans le cas des disques pour application militaire, on privilégie une résistance en traction élevée nécessaire notamment en cas de passage en survitesse du moteur ainsi que de très bonnes propriétés en fatigue oligocyclique (orientation "haute résistance") et plutôt une résistance au fluage (orientation "haute température") dans le cas des disques d'application civile.

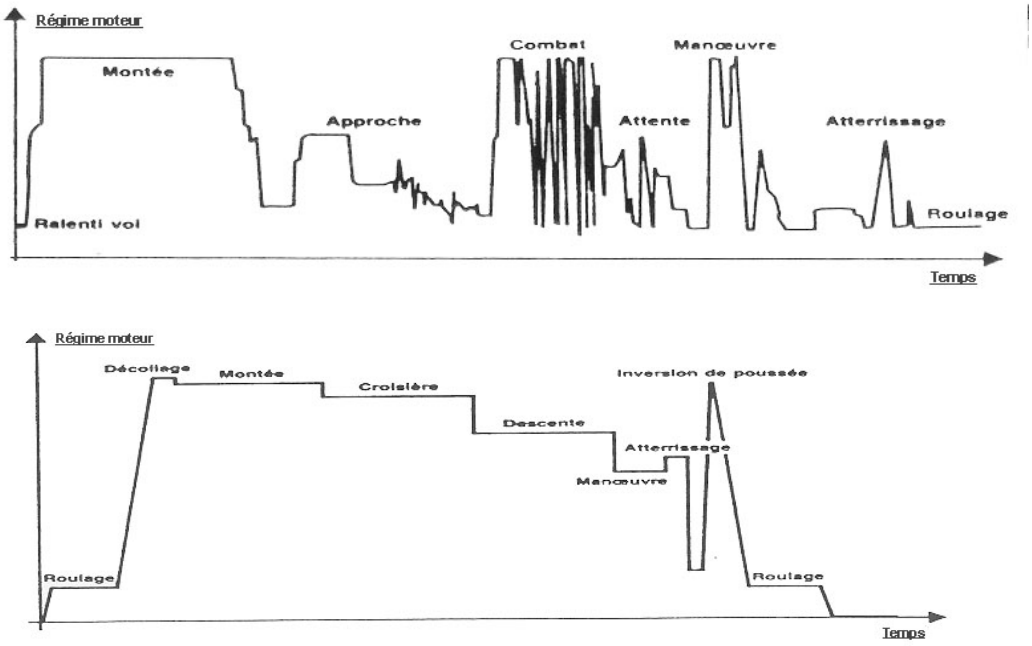


Figure 14 : Schématisation d'une mission type d'un moteur militaire (haut) et d'un moteur civil (bas). [Deyber, 2004]

Les conditions toujours plus sévères, nécessaires à l'amélioration des performances du moteur ont conduit à une évolution des superalliages polycristallins. La variété et l'augmentation des teneurs en éléments d'addition qui déterminent les phases en présence, ont permis d'augmenter significativement le potentiel mécanique de ces matériaux. L'évolution des procédés de fabrication a permis de réaliser ces performances grâce au meilleur contrôle des compositions des différents éléments ; le procédé de Métallurgie des Poudres (MdP) a ainsi conduit à une hausse significative des propriétés mécaniques consécutive à la nette diminution des ségrégations chimiques, sites préférentiels d'amorçage de fissures. Enfin, la maîtrise des traitements thermiques a permis de différencier les microstructures en fonction des propriétés spécifiques attendues. Schématiquement, une microstructure "gros grain" conduira à une meilleure tenue en fluage tandis qu'une microstructure "grain fin" permettra d'obtenir une résistance plus élevée en traction et une meilleure tenue en fatigue oligocyclique correspondant respectivement aux orientations "haute température" et "haute résistance" présentées ci-dessus.
Le développement d'alliages susceptibles d'être traités thermiquement selon ces deux voies a introduit, à partir des années 90, la possibilité d'une microstructure duale au sein d'un même disque, permettant l'optimisation de la microstructure en fonction des sollicitations différentes depuis le moyeu jusqu'à la jante du disque **[Mathey, 1994 ; Gayda, 2003].**

1.4 Les superalliages base nickel polycristallins

1.4.1 Historique

Les superalliages ont été "inventés" à la fin des années 20. Les aciers austénitiques ont servi de base à leur développement. L'idée d'une matrice γ cubique faces centrées pouvant être renforcée guide alors les recherches sur l'amélioration des propriétés des matériaux. Ainsi, dès 1929, Pierre Chevenard **[Couveinhes, 2011]** ajoute de faibles quantités d'aluminium, de titane et/ou de niobium aux alliages base fer (aciers austénitiques) ou base nickel (alliages Ni-Cr 80-20) ; il observe alors une amélioration notable de la tenue en fluage grâce à la précipitation de la phase γ' Ni_3Al mais aussi quelques résultats plus défavorables du fait de la précipitation sous forme de plaquettes de la phase η, l' "ennemie cachée" **[Sims, 1984],** puisqu'elle peut se développer au détriment de la phase γ'. Ainsi, l'alliage A286 développé en Allemagne en 1935 ne peut être utilisé à des températures supérieures à 650°C. Au-delà de cette température, la phase γ' métastable se transforme en phase η **[Sims, 1987]**. C'est vraisemblablement dans cet alliage qu'ont été réalisés les disques de turbine du premier turboréacteur à fonctionner en service, le Junkers Jumo 004 des Messerschmitt Me262. Cet alliage est toujours utilisé de nos jours.
La découverte accidentelle de la phase γ', grâce à l'introduction des éléments Al, Ti et/ou Nb est géniale. Elle a révolutionné le monde des matériaux pour l'utilisation à haute température. Cette phase renforce en effet la matrice γ tout en restant quasiment cohérente ; la résistance mécanique est ainsi nettement améliorée sans préjudice de la ductilité. Le développement, au début des années 50 par Eiselstein de l'Inconel 718 **[Eiselstein, 1959]** permet de mettre en évidence une autre phase intéressante pour les propriétés induites du fait de sa précipitation : la phase γ''. L'Alliage 718 est du reste le superalliage actuellement le plus utilisé au monde.

Les superalliages base nickel constituent plus de 50 % de la masse des moteurs aéronautiques. Dans les turboréacteurs, ils sont présents dans :

- Les disques de compresseurs Haute Pression et de turbines, et certains arbres, dont les températures de fonctionnement atteignent 650°C,
- Les aubes dont la température est portée à 1000°C,
- La chambre de combustion où la température peut atteindre 1500-1800°C.

Les superalliages sont utilisés dans d'autres applications : fours industriels hautes températures, filaments d'ampoules, électrodes pour fusion de verre, électrode d'électroérosion, chaudières, échangeurs thermiques, vannes pour l'industrie chimique, filtres haute température, filières d'extrusion, moules, matrices de forgeage, outils de coupe...
Il existe plusieurs dizaines de superalliages différents. Des compositions différentes ont été mises au point pour les disques d'une part, les aubes d'autre part, puisque, comme nous l'avons vu, ces deux parties de la turbine ne sont pas soumises aux mêmes sollicitations thermiques et mécaniques. Les formulations des compositions de ces superalliages résultent d'une somme énorme de connaissances sur le rôle des divers éléments d'alliage, d'un compromis entre les requêtes et d'une adaptation non seulement aux conditions d'emploi mais aussi au mode d'élaboration de l'alliage (métallurgie des poudres par exemple).

1.4.2 Élaboration

Nous avons déjà constaté l'amélioration notable des propriétés mécaniques à chaud des aubes de turbine grâce aux progrès réalisés dans le mode d'élaboration du superalliage. De même, des inventions technologiques ont permis de réaliser des superalliages base nickel polycristallins pour disques de turbine toujours plus performants. Ainsi, le développement dans les années 50 de la fusion sous vide (VIM=Vacuum Induction Melting) a permis de beaucoup mieux contrôler la concentration voulue d'éléments chimiques entrant dans la composition des superalliages. La technique dite de la métallurgie des poudres, utilisée pour la première fois pour élaborer les superalliages par Pratt & Whitney dans les années 70, a permis de résoudre un certain nombre de problèmes de ségrégation rencontrés dans la voie classique d'élaboration par coulée et forgeage.

1.4.2.1 Mélange des éléments chimiques : techniques de fusion VIM et VAR

Les superalliages sont composés de plus de dix éléments chimiques. Un des aspects les plus importants est de savoir bien mélanger ces éléments avant de pouvoir les mettre en forme. En effet, de la qualité du lingot des éléments pré-alliés va dépendre celle de la pièce. Si le mélange est mal fait et que le produit présente des inhomogénéités, des ségrégations, aucun traitement thermique, aucune modification de la composition initiale ou du mode de fabrication de la pièce ne pourra corriger totalement l'inhomogénéité. Le procédé de mélange des différents éléments est donc la clé de voûte de tout le procédé conduisant à la pièce possédant les propriétés mécaniques requises.
Les premiers superalliages, issus des aciers austénitiques, étaient fabriqués à partir de mélanges obtenus en four à arc électrique. Le développement du mélange sous vide par fusion au four à induction (V.I.M., *figure 15*) a permis de mieux contrôler l'addition des éléments comme l'aluminium et le titane, à la base des propriétés remarquables des superalliages. Sous air, l'introduction de ces éléments réactifs avec l'oxygène, l'hydrogène et l'azote, pouvait conduire à des produits très peu ductiles du fait d'importantes ségrégations.

L'application du procédé VIM à l'élaboration des superalliages dans les années 50 a constitué une véritable révolution. Elle a permis l'introduction d'une part, d'un plus grand nombre d'éléments d'alliage et d'autre part, de concentration plus importante, conduisant ainsi à une nette amélioration de la tenue mécanique et de la tenue en température. Toutefois, les lingots ainsi produits n'étaient pas exempts de tout phénomène de ségrégation. Le procédé de refusion VAR (Vacuum Arc Remelting, *figure 16*) **[General Electric, 1969]**, utilisé à la suite du VIM, va permettre de limiter les problèmes à la solidification rencontrés avec la seule utilisation du VIM. La plupart des superalliages sont mélangés suivant la séquence VIM/VAR ou VIM/ESR (electroslag remelting = refusion sous laitier électroconducteur).

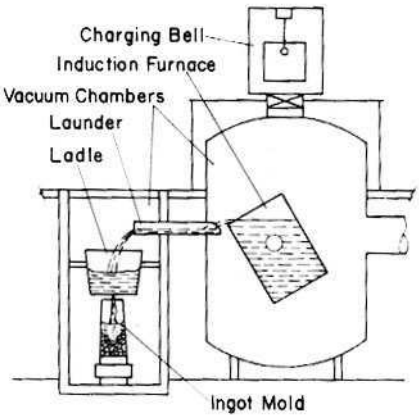


Figure 15 : Représentation schématique du procédé VIM. [Sims, 1987]

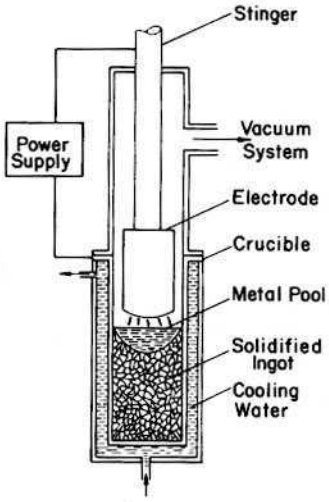


Figure 16 : Représentation schématique du procédé VAR. [Sims, 1987]

1.4.2.2 Métallurgie des poudres

L'exigence des motoristes d'obtenir des matériaux pour disques toujours plus performants a conduit au développement de superalliages de plus en plus chargés en éléments d'addition : les concentrations en éléments réfractaires comme le tungstène et le molybdène ont été relevées pour accroître le durcissement de solution solide tandis que l'augmentation des teneurs en aluminium, titane, niobium et tantale a permis d'obtenir des alliages à plus forte fraction de phase γ'. Toutefois, l'amélioration des propriétés mécaniques ne peut avoir lieu que si le matériau peut être mis en forme correctement ! Or, l'utilisation du procédé classique par coulée et forgeage pour élaborer ces compositions fortement chargées en éléments d'alliage, ne permet pas d'éviter les ségrégations chimiques qui vont modifier localement la composition de l'alliage et constituer éventuellement des sites préférentiels d'amorçage de fissure sous certaines sollicitations mécaniques. La technique de la métallurgie des poudres, qui consiste en la pulvérisation de lingots d'éléments préalliés, permet de limiter la taille de ces ségrégations à grande échelle : la clé de ce mode de production réside en effet en une très grande vitesse de solidification depuis l'état liquide, ce qui évite notamment les ségrégations dans les particules préalliées, chaque gouttelette solidifiée ayant la même composition moyenne. Il en résulte une microstructure plus fine et plus homogène qui facilite le travail à chaud et une augmentation des performances de l'alliage **[Lherbier, 1990]**.

L'application principale de la technique "Métallurgie des Poudres" (MdP ou PM pour Powder Metallurgy) est la production de disques de turbine et de compresseur haute pression des turboréacteurs, pièces soumises à de fortes contraintes, particulièrement sensibles à la présence de défauts. Les alliages obtenus par métallurgie des poudres présentent donc des propriétés mécaniques supérieures aux alliages coulés mais ont un prix de revient plus élevé. De ce fait, l'utilisation de cette technique reste limitée. Chez Snecma par exemple, seuls les disques du moteur militaire M88 sont fabriqués en superalliages MdP.

Le procédé MdP consiste en trois grandes étapes : la production des poudres et leur tamisage, la consolidation et la mise en forme.

1.4.2.2.1 Production de la poudre

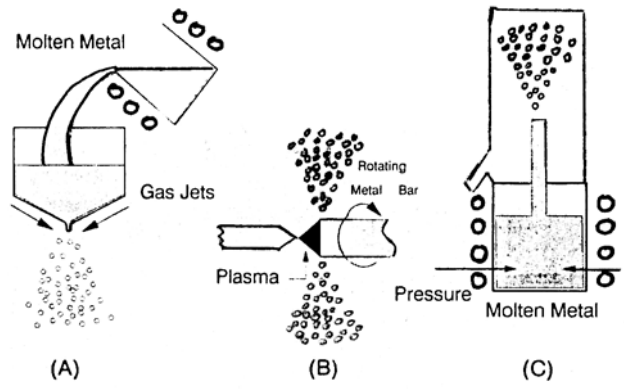


Figure 17 : Principales techniques de pulvérisation [Lherbier, 1990]

(A) Atomisation sous gaz (argon par exemple),

(B) Électrode tournante,

(C) Atomisation sous vide.

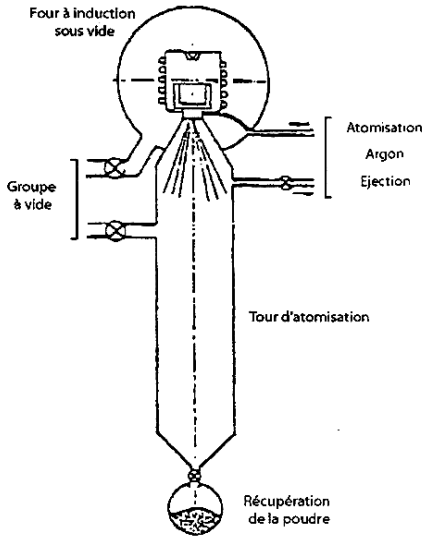


Figure 18 : Schéma de l'atomisation sous argon industrielle. [Honnorat, 1977]

Les trois principales techniques d'élaboration des poudres sont présentées dans la *figure 17*. L'atomisation sous argon constitue la principale technique industrielle. Elle consiste à disperser par un jet de gaz l'alliage en fusion qui s'écoule d'un creuset. Les gouttelettes formées sont refroidies très rapidement, elles se solidifient et sont récupérées en bas de la tour d'atomisation (*figure 18*). Les poudres obtenues peuvent être grossièrement assimilées à des sphères de granulométrie comprise entre 30 et 150 µm **[Honnorat, 1977].**
La qualité de la production des poudres s'est considérablement améliorée ces dix dernières années. La manipulation en salles blanches, le choix attentif des éléments réfractaires, le tamisage des poudres à une granulométrie donnée après atomisation ont permis d'améliorer la qualité des poudres obtenues. Le tamisage permet notamment de limiter la présence des particules de céramique les plus grossières provenant des creusets et autres outillages utilisés pendant la coulée et la fusion et d'obtenir les poudres d'une fourchette prédéterminée de granulométries.

Le mélange des poudres issues de plusieurs atomisations d'une même composition permet d'autre part de minimiser les écarts de composition entre différentes coulées.

L'étape de production de la poudre détermine la propreté de l'alliage. Cette caractéristique est déterminante pour la tenue en fatigue des disques. Les inclusions sont considérées comme des entailles conduisant à l'initiation des fissures. Plus elles sont grosses, moins la tenue en fatigue est bonne.

1.4.2.2.2 Consolidation

L'étape suivante consiste en la densification des poudres. Celle-ci n'est possible que par action simultanée de la température et de la contrainte qui est effectuée via une enveloppe étanche qui sert à la fois à contenir les poudres et à transmettre l'effet de la pression. Cette enveloppe doit être suffisamment plastique pour accompagner la déformation de la poudre mais suffisamment rigide pour ne pas pénétrer profondément entre les grains. Les containers, pour la plupart en acier, sont remplis de poudre. Durant le chargement, ils sont mis en vibration pour optimiser l' « entassement » des poudres. Ils sont ensuite scellés sous vide après dégazage. L'opération se déroule sous atmosphère contrôlée.
Deux voies différentes de consolidation sont alors couramment utilisées : la compaction isostatique à chaud (CIC ou HIP pour Hot Isostatic Pressing) ou bien l'extrusion qui peut être précédée d'une compaction uniaxiale (*figure 19*). Tous les constituants restent solides lors de la compaction ; la densification est obtenue par modification de la forme des grains (frittage). Bien que la température soit la variable essentielle dans ce processus, les autres paramètres comme la taille des particules, leur distribution, la durée, l'atmosphère, la pression sont évidemment très importants **[Lherbier, 1990]**.

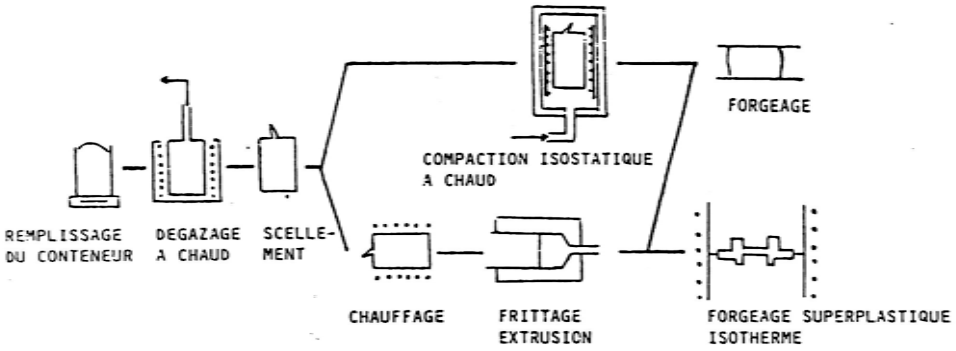


Figure 19 : Conditionnement, densification des poudres et mise en forme. [Raisson, 2000]

1.4.2.2.3 Mise en forme

Il est possible de procéder à l'usinage de forme directement après la compaction isostatique à chaud. Honnorat **[1977]** présente l'exemple d'un disque en In100 élaboré de cette manière. Toutefois, il préconise le forgeage systématique afin de parfaire leur homogénéité et leur compacité. Le forgeage traditionnel sous presse hydraulique induit un large gradient de température ce qui provoque une microstructure hétérogène et n'est pas donc pas utilisé pour la fabrication des disques de turbine haute pression. Le forgeage en matrice chaude permet de limiter ce gradient de température dans la pièce.

Le forgeage isotherme reste la technique la plus chère mais la plus efficace et la plus recherchée : elle nécessite un outillage spécifique en alliage à base de molybdène ainsi qu'une atmosphère contrôlée sous vide ou gaz inerte afin de protéger la matrice de l'oxydation ; le forgeage en matrice chaude sous vide est préférentiellement utilisé car c'est la technique la plus favorable au maintien de conditions isothermes **[Furrer, 1999]**. Cette méthode n'est utilisée que pour les pièces critiques de la turbine. Ainsi, les disques en N18 sont forgés de cette manière dans la forge de Snecma à Gennevilliers.

L'étape de consolidation a une influence sur la taille de grain. L'extrusion donne une structure à grain fin permettant l'utilisation des propriétés superplastiques pour le forgeage.
Le comportement superplastique dépend de la température et de la vitesse de déformation. La superplasticité est une propriété de déformation plastique à haute température ($T>0,5T_f$ où T_f est la température de fusion du métal exprimée en kelvin) d'un matériau polycristallin qui se caractérise par des allongements à rupture importants pouvant dépasser 1000 % au cours d'un essai de traction. Cette grande stabilité de la déformation est mise à profit pour la mise en forme par thermoformage de pièces souvent complexes et difficiles à mettre en forme selon une autre technique **[Blandin, 1996]**.

Beaucoup de superalliages sont superplastiques dans ces conditions et peuvent ainsi subir un forgeage isotherme, souvent effectué à faible vitesse de déformation dans des matrices chaudes sous atmosphère contrôlée, avec d'exceptionnellement basses contraintes d'écoulement, la déformation se produit alors par glissement aux joints de grain. Un forgeage isotherme après une extrusion permet de maintenir une petite taille de grain et d'obtenir une meilleure tenue en fatigue que lors d'une consolidation par CIC.

CHAPITRE 2

2 DEFINITION DES NOUVELLES COMPOSITIONS

2 DEFINITION DES NOUVELLES COMPOSITIONS 25

2.1 Influence des éléments d'alliage sur la structure des superalliages 27
2.1.1 Phase γ 28
2.1.1.1 Cobalt 29
2.1.1.2 Chrome 31
2.1.1.3 Molybdène et tungstène, éléments de durcissement de solution solide 33
2.1.2 Phase γ' 35
2.1.2.1 Aluminium 38
2.1.2.2 Titane 38
2.1.2.3 Niobium 39
2.1.2.4 Tantale 42
2.1.3 Carbures, borures et autres composés 44
2.1.3.1 Carbone 45
2.1.3.2 Bore et zirconium 46
2.1.3.3 Hafnium 48
2.1.4 Instabilités microstructurales 49
2.1.4.1 Phases Géométriquement Compactes (GCP) : phase η 49
2.1.4.2 Exemple de précipitation indésirable de phase η 52
2.1.4.3 Phases Topologiquement Compactes (TCP) : phases σ et μ 57

2.2 Définition des compositions expérimentales 58
2.2.1 Outils utilisés 58
2.2.1.1 Masse Volumique 58
2.2.1.2 Fraction de phase γ' 59
2.2.1.3 Stabilité au regard de la précipitation des phases fragilisantes 60
2.2.1.4 Température de solvus 63
2.2.2 Critères de définition des compositions expérimentales 63
2.2.2.1 Spécifications industrielles 63
2.2.2.2 Historique 64
2.2.2.3 Compositions choisies 66

La réalisation d'un superalliage aux propriétés mécaniques optimales passe par l'optimisation de sa composition. Les superalliages actuels comprenant une dizaine d'éléments d'alliage, l'établissement d'une composition relève du défi. La connaissance de l'influence de chacun de ces éléments et de leurs interactions mutuelles sur les propriétés physiques, chimiques et mécaniques de l'alliage est indispensable.

Nous proposons dans ce chapitre :

- un rapide condensé des connaissances accumulées sur le rôle des éléments d'addition dans les superalliages base nickel polycristallins,
- la revue des outils utilisés dans le développement des superalliages de notre étude,
- les critères utilisés pour le choix de nouvelles compositions en regard des spécifications industrielles requises,
- les compositions choisies.

2.1 Influence des éléments d'alliage sur la structure des superalliages

Les superalliages base nickel actuels sont composés de plus de dix éléments chimiques. Il existe un grand nombre de compositions différentes. Toutefois, ils ont tous une base commune i.e. entre 10 à 20% de chrome, jusqu'à 8% d'aluminium et de titane, de 5 à 10% de cobalt (pourcentages massiques) et des faibles quantités de bore, carbone et zirconium. Les éléments classiques que l'on trouve ajoutés à différentes teneurs à cette base sont le molybdène, le tungstène, le fer, le niobium, le tantale et le hafnium **[Sims, 1987].**

Dans le domaine des compositions des superalliages base nickel, on peut classer ces éléments en trois groupes :

- les éléments participant préférentiellement à la formation de la phase γ : Ni, Co, Fe, Cr, Mo, W,
- les éléments participant préférentiellement à la formation de la phase γ' : Al, Ti, Nb, Ta,
- les éléments tendant à ségréger aux joints de grains : C, B, Zr, Hf.

Ce sont des alliages dans lesquels le durcissement par précipitation ou durcissement structural joue un rôle primordial. Le système de base type est un alliage nickel aluminium, de composition telle que sa structure soit biphasée : une matrice γ-CFC, riche en nickel, contenant des précipités de la phase γ'-Ni_3Al. Cette phase précipite par mise en ordre de Ni et Al sur les sites atomiques de la matrice γ et se développe en formant des précipités presque cohérents avec la matrice. Quelques alliages sont triphasés et sont basés sur le système Ni- Al- Nb (durcissement par la phase γ'' de l'In718).

La matrice γ contient des éléments tels que le cobalt, le chrome, le molybdène et le tungstène ; elle est ainsi durcie par effet de solution solide. La substitution de l'aluminium par des atomes de titane, de niobium ou de tantale conduit à un durcissement de la phase γ'. La modification de la teneur de ces éléments γ'-gènes peut provoquer une instabilité de la phase γ pouvant conduire à la précipitation d'autres phases. Une concentration trop importante en titane par rapport à l'aluminium favorise, par exemple, la précipitation de la phase η-Ni_3Ti, délétère pour les propriétés mécaniques et la ductilité de l'alliage.

La concentration et la nature des carbures et borures, fonctions des concentrations en carbone, bore et en éléments carburigènes modifient les propriétés des joints de grain où ils précipitent préférentiellement.
Des phases topologiquement compactes (TCP) σ et μ peuvent précipiter notamment suite à une exposition à haute température plus ou moins longue en fonction des alliages. La stabilité au regard de la précipitation de ce type de phases, délétère pour les propriétés mécaniques de l'alliage, dépend de la composition. Des superalliages très riches en chrome auront une tendance plus marquée à former ce type de phases.

2.1.1 Phase γ

La matrice γ des superalliages base nickel est une solution solide de structure CFC (*figure 34*). Le nickel présente l'avantage de pouvoir s'allier à de nombreux éléments sans pour autant provoquer une instabilité de sa structure CFC.

Le durcissement par effet de solution solide revient à augmenter la résistance du matériau en renforçant la résistance au mouvement des dislocations via la substitution du nickel par des éléments d'alliage tels que le chrome, le cobalt, le tungstène et le molybdène de rayons atomiques différents de celui du nickel. La distorsion du réseau produite par la différence des rayons atomiques conduit à augmenter la résistance au glissement des dislocations (frottement de réseau). Le durcissement sera d'autant plus efficace que l'énergie de défaut d'empilement sera abaissée par rapport à celle du nickel, une des plus élevées des métaux CFC [**Gallagher, 1970].** Dans ce cas, le glissement dévié des dislocations est rendu plus difficile comparativement au glissement planaire : le cisaillement des précipités dans le plan de glissement est alors privilégié par rapport à leur contournement, comme il sera vu au Chapitre 6 (cf. 6.3.).

L'augmentation de la limite d'élasticité à 0,2% à température ambiante et la baisse de l'énergie de défaut d'empilement sont d'autant plus importantes que la différence entre la période des éléments d'addition et celle du nickel est importante **[Pelloux, 1960 ; Gallagher, 1970]**.
Un élément d'alliage en solution solide permettant d'abaisser la vitesse de déformation en fluage peut se caractériser par un faible coefficient de diffusion (*figure 20*), une faible énergie de défaut d'empilement ainsi qu'un module de cisaillement élevé **[Jena, 1984].**
Les différents éléments de substitution n'ont pas le même impact sur la structure du superalliage et en conséquence sur ses propriétés physiques et mécaniques. L'influence de chacun est résumée ici, en fonction des connaissances acquises.

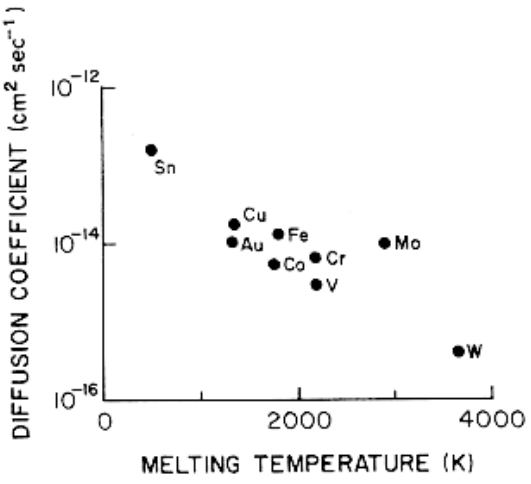


Figure 20 : Coefficient de diffusion dans le nickel de différents éléments d'addition en fonction de leur température de fusion. [Jena, 1984]

2.1.1.1 Cobalt

Les superalliages base nickel ont supplanté les superalliages base cobalt, plusieurs crises ayant fait flamber les prix d'approvisionnement de ce dernier élément **[Cobalt News, 2000]** *(figures 21, 22 et tableau 2).*
Toutefois le cobalt est toujours largement utilisé dans les superalliages base nickel (ainsi que dans les batteries rechargeables). En effet, le cobalt est connu depuis longtemps **[Cobalt Monograph, 1960]** pour augmenter leur résistance au fluage **[Maurer, 1980**] (*figure 23*). Cet élément diminue l'énergie de défaut d'empilement, ce qui favorise la dissociation des dislocations, contrariant ainsi le glissement dévié ce qui limite donc les possibilités de contournement des précipités **[Hardy, 2004]**.

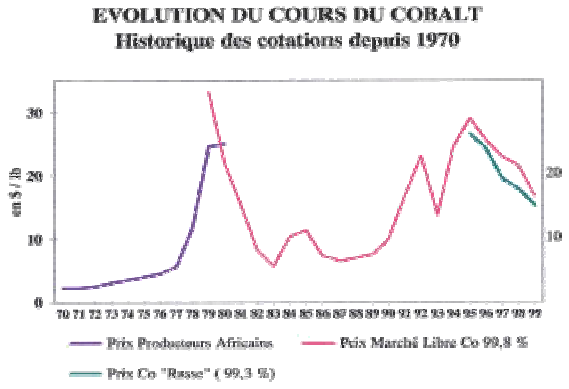


Figure 21 : Evolution du prix du cobalt entre 1970 et 1999. [Ministère de l'Industrie, 2001]

Figure 22 : Evolution du prix du cobalt entre 1989 et 2010. [L'Edito Matières Premières & Devises, 2010]

Alloy	%Co Content	%Increase in Alloy Price
Rene 95	8.0	37
Rene 41	11.0	53
Rene 88	13.0	60
Waspaloy	13.5	64
Udimet 720	14.7	69
Alloys 903/909	15.0	88
IN-100	18.5	84
Haynes 188	39.0	126

Tableau 2 : Exemples de l'influence du prix du cobalt sur le prix de quelques superalliages. [CobaltNews, 2000]

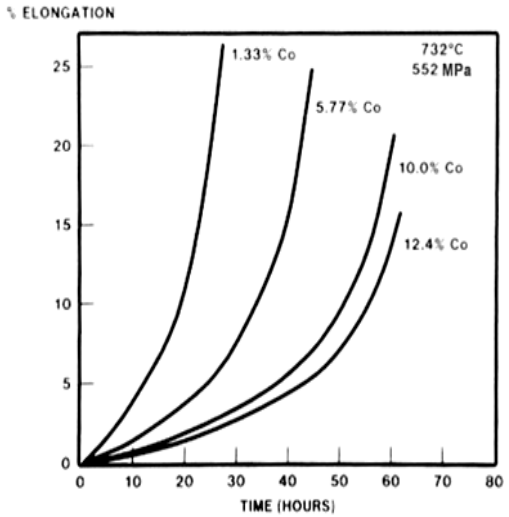


Figure 23 : Influence de la teneur en cobalt sur la tenue en fluage à 732°C sous 552 MPa du Waspaloy. [Maurer, 1980]

Une concentration relativement élevée du cobalt tend à faire diminuer la concentration des éléments Al et Ti dans la matrice γ et donc indirectement à augmenter la fraction volumique de γ' **[Hardy, 2004]**. Son rôle sur la température de solvus de phase γ' est en revanche plus controversé: Maurer ne décèle pas d'influence du cobalt sur la température de solvus de la phase γ' dans son étude sur le Waspaloy [**Maurer, 1980]**, tandis qu'on peut lire dans Cobalt News **[2000]** que le cobalt augmente la température de solvus de γ'. La majorité des auteurs **[Paintendre, 1986a ; LeStrat, 1989 ; Jarret, 1984 ; Maurer, 1980]** s'accorde toutefois sur le fait que l'augmentation de la teneur en cobalt abaisse la température de solvus de la phase γ' (*figure 24*). L'influence sera d'autant plus marquée que la fraction volumique de phase γ' est faible **[Durand-Charre, 1997].**
Une augmentation de la teneur en cobalt conduirait à une diminution concomitante de la température de solvus des carbures et de celle de la phase γ' dans le Nimonic 115 (*figure 25*) **[Jarret, 1984]**.

Les mêmes auteurs prônent une diminution de la teneur en cobalt dans les superalliages. En effet, ils constatent qu'au-delà d'une concentration en poids de 8%, il y a saturation de l'effet bénéfique du cobalt sur la tenue au fluage de l'Udimet 700 (*figures 26 et 27*). **Dreshfield [1992]** arrive au même résultat dans l'étude effectuée pour la NASA sur le Waspaloy : une concentration massique de 8% conduirait aux mêmes propriétés que la composition traditionnelle de cet alliage comprenant 14% en masse de cobalt.

Les concentrations en cobalt généralement utilisées dans les superalliages semblent être donc supérieures aux concentrations nécessaires à une tenue au fluage optimale. Une telle baisse permettrait de mieux s'affranchir des problèmes d'approvisionnement liés aux crises économiques du cobalt ce qui est loin d'être négligeable si l'on considère l'impact du prix du cobalt sur le prix de l'alliage.

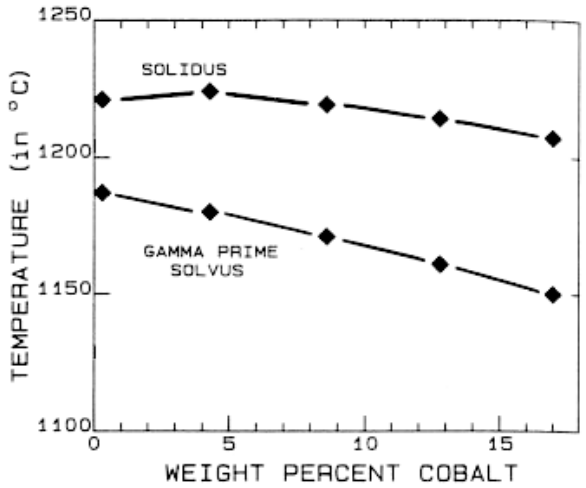


Figure 24 : Évolution des températures de solvus et de solidus de la phase γ' en fonction de la teneur massique en cobalt dans l'alliage Udimet 700. [Jarret, 1982]

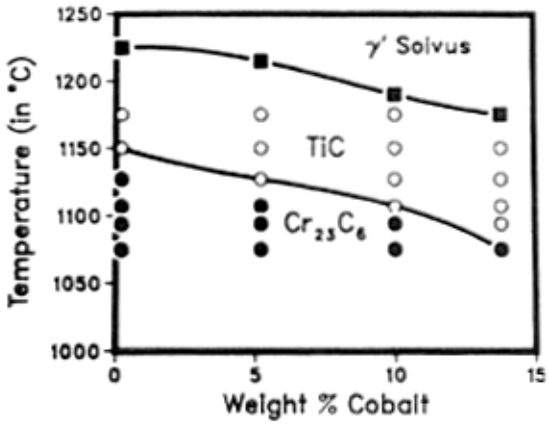


Figure 25 : Évolution des températures de solvus de γ' et des carbures en fonction de la teneur massique en cobalt dans l'alliage Nimonic 115. [Jarret, 1984]

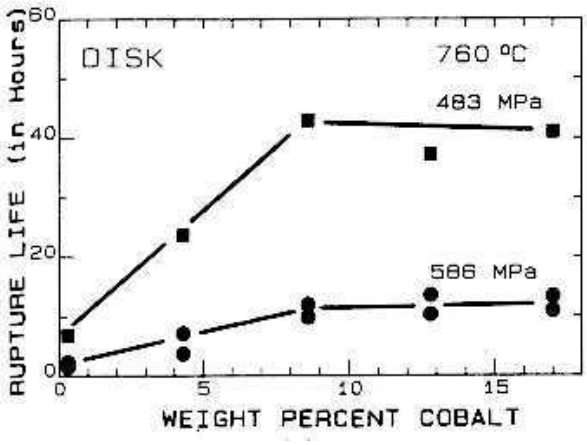


Figure 26 : Influence de la teneur en cobalt sur le temps à rupture de l'Udimet 700 en fluage à 760°C sous 483 et 586 MPa. [Jarret, 1982]

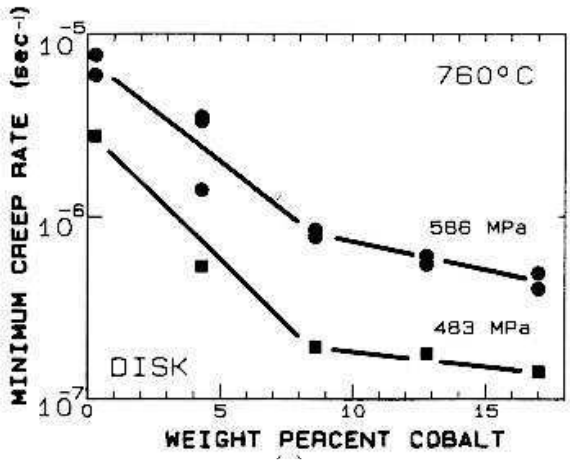


Figure 27 : Influence de la teneur en cobalt sur la vitesse minimale de déformation de l'Udimet 700 en fluage à 760°C sous 483 et 586 MPa. [Jarret, 1982]

2.1.1.2 Chrome

L'addition de chrome dans les superalliages permet la formation d'une couche passivante de Cr_2O_3: cet oxyde sert de barrière protectrice jusqu'à 900°C (au-delà l'oxyde formé devient volatil) contre les éléments oxydants et corrodants de l'environnement en diminuant la vitesse de diffusion de l'oxygène mais aussi de l'azote et du soufre. Les superalliages actuellement utilisés contiennent au moins 10% at. de chrome **[Sims, 1987 ; Molins, 1995].** L'augmentation de la teneur en chrome dans l'alliage permet également de diminuer la densité de l'alliage et la température de solvus de la phase γ' **[Marty, 1987].** De plus, le chrome présente une très grande solubilité dans le nickel. En effet, contrairement aux éléments W et Mo, le chrome présente un faible coefficient de durcissement ; son rayon atomique (*Tableau 4*) est proche de celui du nickel, la distorsion du réseau cristallin est donc assez faible.

Le chrome contribue toutefois au durcissement de la matrice γ **[Jena, 1984]**. Pelloux et Grant, qui ont travaillé sur des solutions binaires Ni-W, Ni-Mo, Ni-Cr **[Pelloux, 1960],** montrent que 20 at.% de chrome augmenteraient la contrainte d'écoulement autant que 7 at.% de molybdène (*figure 28*). **Beeston et France [1968]** montrent que l'énergie de défaut d'empilement diminue avec la concentration du chrome dans une solution binaire Ni-Cr (*figure 29*).

Marty et al [1987], dans une étude sur l'influence du chrome, du molybdène et du tungstène sur les propriétés des superalliages base nickel, notent ainsi une augmentation de la limite d'élasticité en traction à 650°C proportionnelle à la concentration en chrome (*figure 30*). Cependant, ces auteurs attribuent cet effet sur la limite d'élasticité à une influence indirecte du chrome sur la phase γ'. En effet, l'augmentation de la teneur en chrome, qui est très peu soluble dans cette phase, tend à diminuer la concentration des éléments Ti et Nb dans la matrice et par voie de conséquence à augmenter leurs concentrations dans la phase γ' ce qui a pour effet d'augmenter son durcissement.

Dans les superalliages γ-γ', la fraction volumique de phase γ' joue un rôle prépondérant sur la teneur moyenne en Cr dans la matrice, le Cr étant rejeté de la phase γ' vers la matrice γ. La valeur de ce dernier paramètre n'a donc de sens que dans le cadre d'une famille étroite de compositions données.

Marty et al [1987] constatent l'existence d'une concentration optimale de chrome de 11% at. dans leur alliage au-delà de laquelle les propriétés en fluage décroissent. Cet effet défavorable pour des concentrations trop importantes est attribué à la formation intergranulaire d'un trop grand nombre de carbures de chrome (cf. 2.1.3.1) ; la ductilité en traction et fluage chute d'ailleurs nettement au-delà de cette concentration. **Krueger [1992]** observe ainsi une baisse de la tenue au fluage pour des concentrations massiques en chrome supérieures à 17%. De plus, une concentration trop importante de chrome dans la matrice déstabilise sa structure en augmentant sa propension à former des phases topologiquement compactes (cf. 2.1.4.3) lors de longs temps d'exposition à haute température.

Néanmoins, une distribution discontinue le long des joints de grain de carbures $M_{23}C_6$ contribue à ancrer les joints de grain et à limiter la propagation de fissures à haute température **[Hardy, 2004].**

La concentration en chrome doit donc être savamment dosée afin de maintenir les propriétés mécaniques optimales en traction, fluage et propagation de fissures et elle doit tenir compte de la fraction volumique de phase γ' visée pour une famille donnée d'alliages.

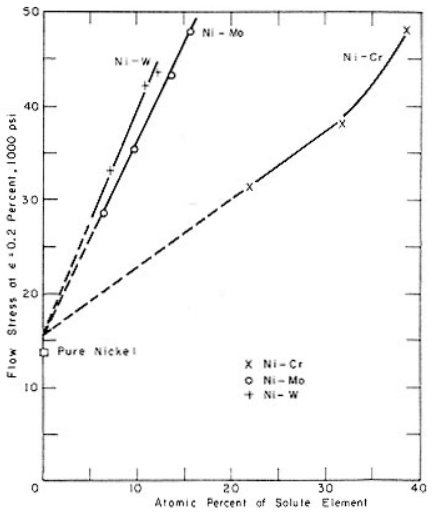


Figure 28 : Limite d'élasticité à 0,2% en fonction de la concentration atomique de Cr, Mo et W à température ambiante d'alliages binaires Ni-Cr, Ni-Mo, Ni-W. [Pelloux, 1960]

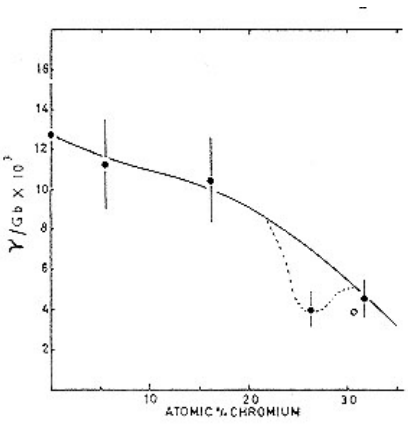


Figure 29 : Évolution de l'énergie de faute d'empilement en fonction de la concentration atomique en Cr dans une solution binaire Ni-Cr. [Beeston, 1968]

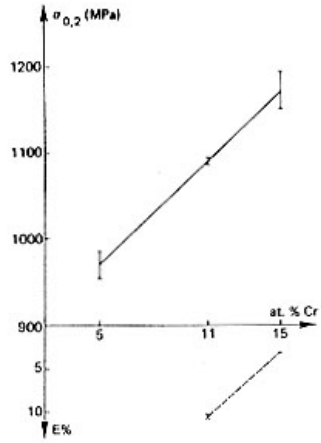


Figure 30 : Évolution de R0,2 et A% en fonction de la concentration atomique en Cr (alliages NA4, NA7 et NA8). [Marty, 1987]

2.1.1.3 Molybdène et tungstène, éléments de durcissement de solution solide

Le molybdène et le tungstène sont les deux éléments durcissants les plus "efficaces" de la matrice γ. Leurs rayons atomiques sont plus grands que celui du chrome ; pour une concentration identique, le durcissement par distorsion du réseau cristallin sera donc bien plus important dans le cas du molybdène et du tungstène. Ils présentent d'autre part des coefficients de diffusion plus faibles que celui du chrome conférant ainsi à l'alliage une capacité de durcissement se conservant jusqu'à des températures élevées (*figure 20*) **[Jena, 1984].** Le rôle de ces deux éléments est prépondérant dans la tenue en fluage.

Dans la plupart des superalliages pour disques, le molybdène est présent en concentration plus importante que le tungstène. D'ailleurs, il est généralement indiqué qu'une partie du molybdène est substituée par du tungstène et non l'inverse…

Ces deux éléments ont tendance à augmenter la température de solvus de la phase γ' **[Loomis, 1972]** (*figure 31*) mais l'effet est plus marqué dans le cas du molybdène **[Marty, 1987]** (*tableau 3*)**.** Dans cette dernière étude, Marty montre par ailleurs que plus la substitution du molybdène par le tungstène est importante, plus la fraction de phase γ' augmente ; le coefficient de partage (concentration pondérale dans la phase γ' rapportée à la concentration pondérale dans la matrice γ) du tungstène dans la phase γ' étant plus important que celui du molybdène, notamment quand le rapport Ti/ Al est important, le W retarde ainsi la formation de la phase η **[Bouse, 1996].** Loomis indique que la solubilité du molybdène dans la phase γ' est d'autant moins grande que la concentration en Ti est élevée **[Loomis, 1972].**

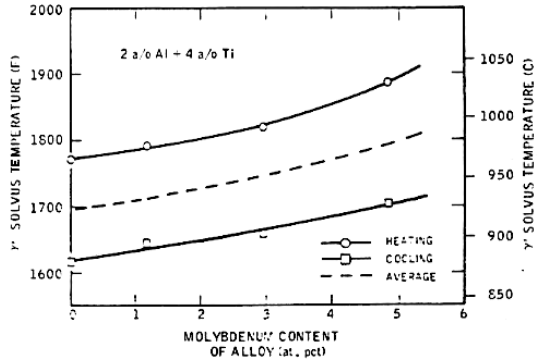


Figure 31 : Influence de la teneur en molybdène (%. at.) sur la température de solvus de la phase γ'. [Loomis, 1972]

Alloy	Characteristic of composition (at.%)	Density	γ' solvus (°C)
NA8	3Mo - 5Cr	8.21	1215
NA4	3Mo - 11Cr	8.12	1175
NA7	3Mo - 15Cr	8.06	1155
NC2	1.5Mo - 1.5W - 11Cr	8.34	1180
NC1	3W - 11Cr	8.55	1188

Tableau 3 : Influence de la substitution Mo/W sur la température de solvus. [Marty, 1987]

La substitution du molybdène par le tungstène augmente beaucoup la densité de l'alliage : même si l'on observe une élévation de la résistance en traction, cette substitution est à modérer si l'on considère la résistance spécifique. Dans leur étude sur les nuances NA, l'équipe de l'ONERA conduite par Marty concluait à une légère baisse de la résistance spécifique. Dans le cadre du développement des alliages NR **[Locq, 1999 ; Duquenne, 1998]**, la même équipe constatait une faible élévation de ces propriétés pour une substitution de 50% ($\frac{W}{Mo}=1$, W et Mo en %at.). Dans le cadre d'une étude plus récente, Locq **[2002a]** observe une légère hausse de la résistance spécifique pour une concentration en W de 1%at. et un rapport de substitution $\frac{W}{Mo+W}$ de 0,25 ($\frac{W}{Mo}=\frac{1}{3}$ et $W+Mo$ = 4%at.).

Une substitution modérée permet d'augmenter sensiblement la tenue en fluage sur éprouvette lisse **[Marty, 1987]** sans que l'augmentation de la sensibilité à l'entaille ne devienne prépondérante (*figure 32*). D'autre part, une légère baisse de la concentration du molybdène au profit de celle du tungstène permet d'améliorer la stabilité structurale de l'alliage au regard de la formation des carbures secondaires et des phases TCP, riches en molybdène, tout en conservant un taux de durcissement de solution solide équivalent. **Locq [2002a]** démontre l'augmentation de la tenue en fluage pour des taux de substitution $\frac{W}{Mo+W}$ compris entre 0,125 (W=0,5 %at.) et 0,25 (W=1 %at.). En revanche, les résultats obtenus pour une concentration en W de 1,5% montrent une chute brutale de la tenue en fluage, inférieure à celle de l'alliage de base non substitué (*figure 33*).

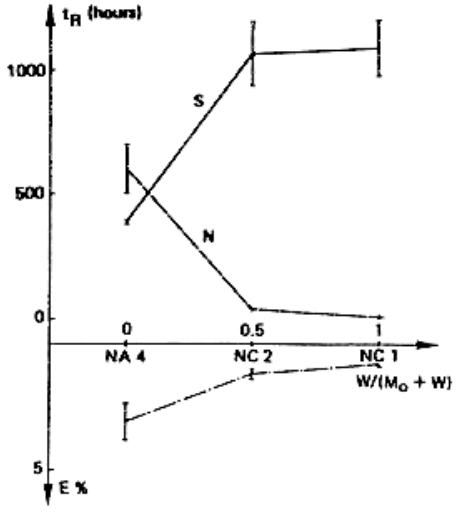


Figure 32 : Influence du taux de substitution W/(Mo+W) sur les propriétés en fluage à 650°C sous 1000MPa sur éprouvette lisse (S) et entaillée (N). [Marty, 1987]

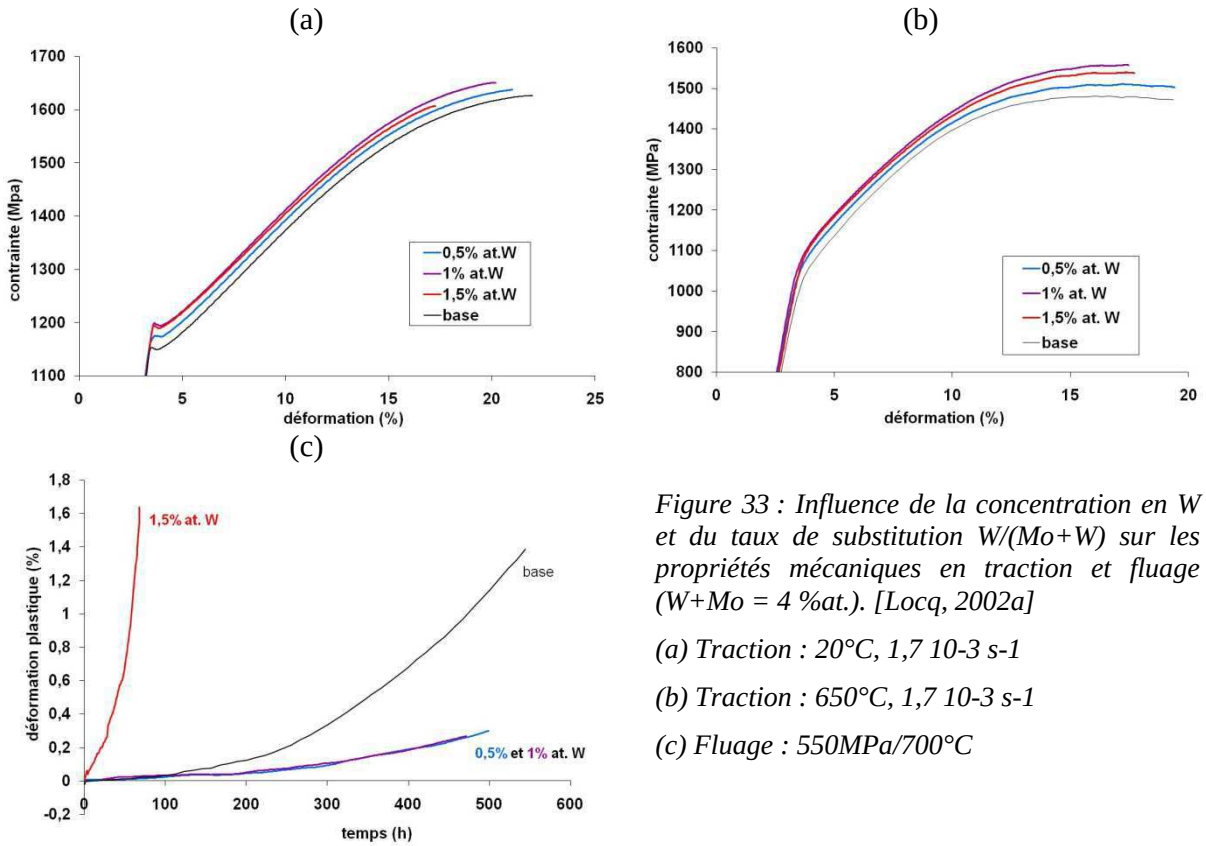


Figure 33 : Influence de la concentration en W et du taux de substitution W/(Mo+W) sur les propriétés mécaniques en traction et fluage (W+Mo = 4 %at.). [Locq, 2002a]

(a) Traction : 20°C, 1,7 10-3 s-1

(b) Traction : 650°C, 1,7 10-3 s-1

(c) Fluage : 550MPa/700°C

2.1.2 Phase γ'

La clé des hautes propriétés des superalliages base nickel réside dans la présence de la phase γ'. Cette phase qui précipite en quasi cohérence avec la matrice γ va largement augmenter la résistance au déplacement des dislocations lors de la déformation : on parle de durcissement par précipitation. La matrice γ affranchie de ces précipités, notamment des populations secondaires et tertiaires, ne présenterait pas les propriétés remarquables, caractéristiques des superalliages.

La phase γ' est un composé intermétallique dérivé de la structure cubique à faces centrées : au centre des faces de la maille cubique, on trouve les atomes de nickel ou ceux des éléments de substitution (Cr, Co, Mo, W) et sur les sommets les atomes d'aluminium ou ceux des éléments de substitution (Ti, Nb, Ta). Cet arrangement atomique correspond à la structure ordonnée, dénommée $L1_2$ (notation « Struckturbericht ») (*figure 35*). Les plans denses {111} sont empilés selon la séquence ABC comme dans la structure CFC. Une rangée sur deux est constituée uniquement d'atomes de Ni alors que sur l'autre, les atomes de Ni et Al alternent. Ainsi, si l'on considère les directions de type <110>, on rencontre alternativement les atomes de Al (ou Ti, Nb ou Ta dans le cas d'une substitution) et les atomes de Ni (ou Mo, W, Cr, Co).

Il résulte de cette disposition topographique que les éléments Al (ou ses éléments de substitution) d'une part et Ni (ou ses éléments de substitution) d'autre part n'occupent jamais de position adjacente dans les directions [110] (*figure 37*). La précipitation de la phase γ' se produisant par mise en ordre, les précipités de phase γ' se forment en quasi-cohérence avec la matrice γ sur les plans de type {100} : les plans cristallographiques et les directions des deux structures sont donc parallèles. La cohérence se définit par le désaccord de paramètre δ entre les phases γ et γ' (misfit γ-γ') qui correspond à la différence des paramètres de chacune des deux structures rapportée à celle de la matrice γ :

$$\delta = 2\,\frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma'} + a_{\gamma}}$$, avec a le paramètre cristallin.

Le faible misfit garantit une stabilité de la microstructure à haute température. Toutefois, un léger désaccord négatif (de -1 à -3 10^{-3}) est avantageux : il crée des contraintes internes locales qui participent à la résistance au mouvement des dislocations (*figure 36*). L'obtention d'un misfit optimal passe par la maîtrise des compositions chimiques : d'une part les éléments de durcissement de solution solide (Mo, W) modifient le paramètre cristallin des deux phases γ et γ' proportionnellement à leur coefficient de partition, d'autre part les éléments de substitution à l'aluminium (Ti, Nb, Ta) changent principalement celui de la phase γ'. La capture des dislocations mobiles de matrice par les interfaces γ-γ', provoquée par la présence du misfit γ-γ', réduit considérablement la vitesse de déformation plastique de l'alliage, en particulier en fluage (cf. 6.3), et apporte une relaxation des contraintes internes présentes initialement dans l'alliage.

La résistance de l'alliage va dépendre de la fraction volumique de phase γ' précipitée dans l'alliage, de la taille et de la répartition des précipités (notamment de la distance inter-particules) et du durcissement de solution solide de la phase γ.
Considérons l'ensemble des particules de phase γ' précipitées dans l'ensemble de l'alliage. Lors de la déformation, les dislocations peuvent soit contourner les précipités soit les cisailler [**Gleiter, 1965**]. La contrainte nécessaire au contournement est inversement proportionnelle à la distance entre deux précipités (contrainte d'Orowan) tandis que celle nécessaire à leur cisaillement est proportionnelle à la racine carrée de leur taille. L'obtention d'une taille et d'une répartition optimales des précipités de phase γ' est généralement recherchée pour optimiser les propriétés des superalliages. À fraction volumique donnée (déterminée par la composition chimique) ces paramètres dépendent du traitement thermique appliqué à l'alliage (cf. chapitre 4).

L'aluminium est le principal élément γ'-gène. Des éléments comme le titane, le niobium, le tantale et le vanadium peuvent se substituer à l'aluminium : ils sont considérés, au même titre que l'aluminium, comme des éléments γ'-gènes. La fraction volumique de phase γ' dépend dans une première approche de la somme des concentrations en Al, Ti, Nb, Ta (*figure 38*). La présence de ces trois derniers éléments va contribuer à renforcer le durcissement de la phase γ'. L'impact sur les propriétés physiques et mécaniques du matériau est fonction de la nature et du taux de substitution. Nous passons ici en revue l'effet de chacun de ces trois éléments.

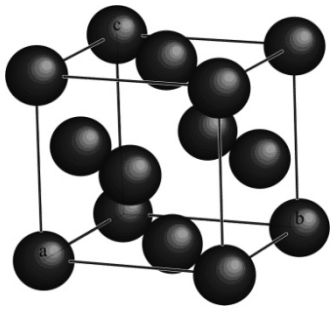


Figure 34 : Structure CFC.

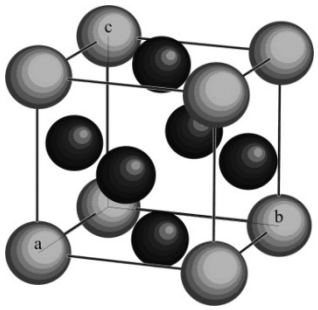


Figure 35 : Structure ordonnée $L1_2$, Ni_3Al (Ni : sphères gris foncé, Al : sphères gris clair).

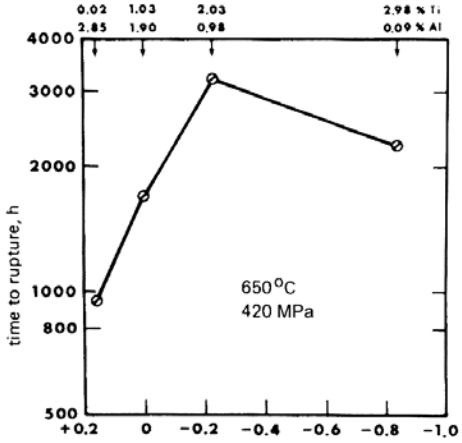


Figure 36 : Influence du misfit γ/γ' sur la tenue en fluage de différents superalliages à 650°C sous 420 MPa. [Sims, 1987]

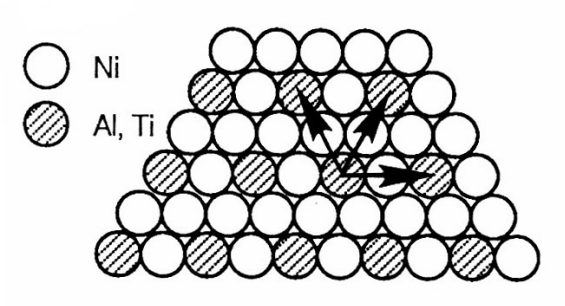


Figure 37 : Arrangement atomique dans le plan {111} de Ni_3Al. [Sims, 1987]

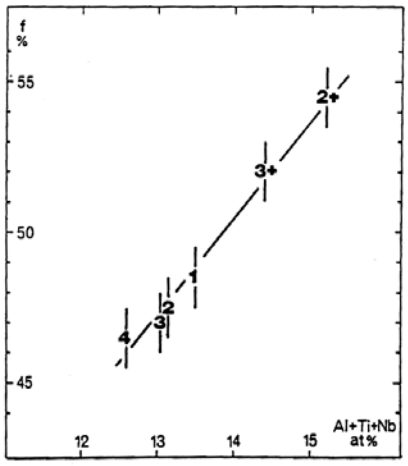


Figure 38 : Relation entre fraction volumique de γ' et somme des éléments Al, Ti et Nb (Alliages expérimentaux étudiés par Paintendre [1986a] pour le développement du N18).

2.1.2.1 Aluminium

L'aluminium présent dans la matrice γ participe à haute température, à l'instar du chrome, à la résistance à l'oxydation de l'alliage en formant une couche passivante d'Al_2O_3 en surface **[Sims, 1987].**
La masse volumique de cet élément est basse comparativement à celle des autres éléments majeurs des superalliages ; un fort pourcentage atomique d'aluminium participera donc à un abaissement de la densité du superalliage, critère essentiel dans le cas de disques, pièces tournantes de grande dimension. Toutefois, une concentration trop importante d'aluminium tend à augmenter la concentration du chrome dans la matrice et par voie de conséquence à favoriser la précipitation des phases TCP (cf. 2.1.1.2**) [Hardy, 2004]**.
Malgré une concentration dans la matrice γ plus basse que celles des éléments Cr, Co, Mo, W, l'aluminium participe néanmoins légèrement au durcissement de solution solide de la matrice γ notamment dans le cas d'une substitution dans la phase γ' par Ti, Nb ou Ta qui contribue à renforcer sa teneur dans la matrice γ.

2.1.2.2 Titane

Le titane est l'élément "historique" de substitution de l'aluminium. Merica fut le premier dans les années trente à obtenir un durcissement d'alliages austénitiques grâce à l'introduction de faibles quantités de titane **[Sims, 1984]**. Cet élément présente en effet beaucoup d'avantages.
Économiques tout d'abord. C'est en effet le quatrième métal le plus abondant sur Terre après le fer, l'aluminium et le magnésium, il est présent en grandes quantités dans plusieurs pays (Chine, Australie, Afrique du Sud, Inde, Russie, Japon) qui présentent moins de risques de crise que les pays fournisseurs de cobalt par exemple **[Achats Industriels, 2007].**
Physiques ensuite : avec une masse atomique la plus faible de tous les éléments d'alliage, si l'on excepte évidemment l'aluminium ainsi que le carbone et le bore, il participe fortement au durcissement de la phase γ'. Ainsi, l'augmentation du rapport Ti/Al conduit à une augmentation de la limite d'élasticité (*figure 39*) et de la tenue au fluage (*figure 40*) corrélée à une fraction volumique de phase γ' plus importante **[Paintendre, 1986a ; Le Strat, 1989].**

La substitution de l'aluminium par le titane améliore grandement les propriétés à haute température mais si elle est trop importante, elle peut conduire à la déstabilisation de la phase γ' au profit de la phase η, de structure hexagonale $D0_{24}$, ennemi intérieur des superalliages (cf. 2.1.4). En effet, la précipitation de cette phase en plaquettes conduit à une baisse drastique des propriétés et de la ductilité à haute température.

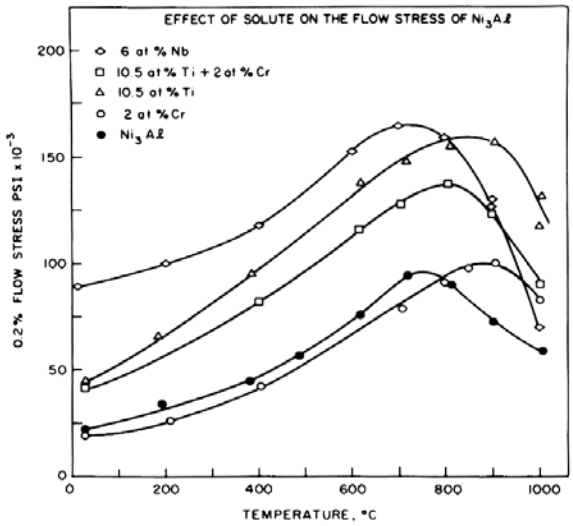


Figure 39 : Impact de la substitution de l'aluminium par du titane ou du niobium sur la contrainte d'écoulement à 0,2%. [Sims, 1987]

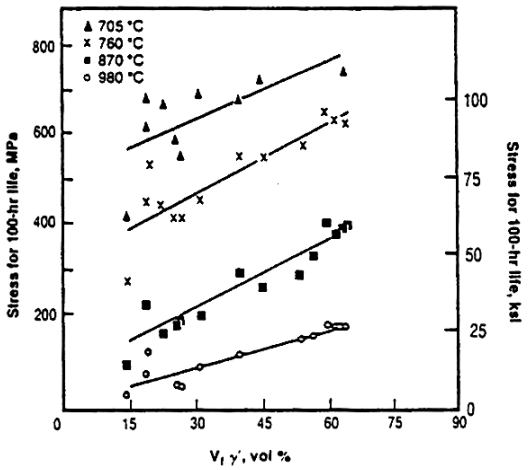


Figure 40 : Évolution de la tenue en fluage avec la fraction de phase γ' de divers superalliages. [Decker, 1969]

2.1.2.3 Niobium

L'alliage 718 –son dérivé plus riche en fer l'alliage 706 est utilisé pour des applications terrestres – développé dans les années 50 par **Eiselstein [1959]**, est le superalliage d'application aéronautique le plus utilisé au monde. Snecma en consomme annuellement entre 500 et 1000 tonnes **[Ponnelle, 2001].** Dans cet alliage, le niobium constitue l'élément essentiel à la base du durcissement structural.

L'alliage 718 contient, en pourcentage massique, 5% de niobium pour 0,5 et 1% respectivement en aluminium et en titane. Le durcissement est assuré principalement par la phase γ'' (Ni_3Nb) de structure tétragonale centrée $D0_{22}$ (*figures 41 et 42*) qui précipite sous forme de disques cohérents avec la matrice, la phase γ' n'assurant qu'environ 10% du durcissement structural **[Spilmont, 1999].**

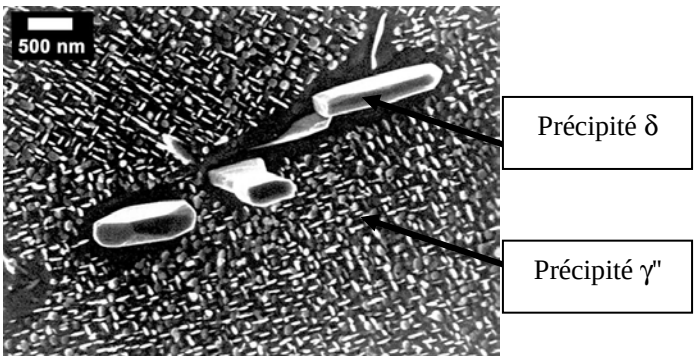


Figure 41 : Précipitation des phases Ni3Nb γ'' et δ dans l'alliage 718. [Spilmont, 1999]

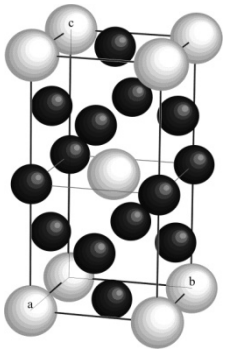


Figure 42 : Structure γ'' $D0_{22}$ (Ni : sphères gris foncé, Nb : sphères gris clair).

Le René 95, développé en 1971 par General Electric **[Barker, 1971]** est le premier superalliage durci par précipitation de γ' à présenter deux types de substitution : d'une part une partie du molybdène est remplacée par du tungstène, d'autre part, le niobium est utilisé comme élément de durcissement de la phase γ' en substitution du titane et de l'aluminium. Cet alliage présente d'excellentes caractéristiques en traction et fluage. En revanche, la vitesse de fissuration semble très sensible à l'environnement : sous air, elle peut être considérablement augmentée et engendrer une rupture précoce des pièces. L'observation des courbes de la *figure 43* indique clairement un effet de l'oxydation qui fragilise le matériau en pointe de fissure, la vitesse da/dt en fonction du paramètre K_{max} étant identique quel que soit le temps de maintien **[Telesman, 2002].** Ainsi, **Paintendre [1986b]** constate une augmentation de la vitesse de fissuration pour des teneurs atomiques supérieures à 1,5%. **Gao [1995]** avance l'hypothèse du rôle du niobium dans l'augmentation des vitesses de propagation de fissures. L'oxydation en pointe de fissure du niobium issu de la décomposition des carbures NbC, formés préférentiellement aux joints de grain, conduirait à la formation d'un film continu d'oxydes de niobium le long des joints de grain, ce qui les fragilise, réduisant nettement la résistance de l'alliage à la propagation de fissures. En utilisant les données de la littérature, cet auteur montre, pour plusieurs alliages commerciaux, l'importante corrélation entre la teneur en niobium et le facteur de sensibilité à l'environnement, défini comme le rapport des vitesses de fissuration dans l'air et sous vide (*figure 44*).

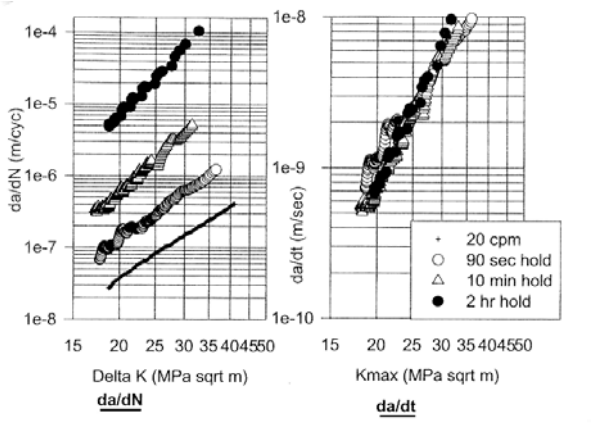


Figure 43 : Influence de l'oxydation sur la vitesse de fissuration du René 95. [Telesman, 2002]

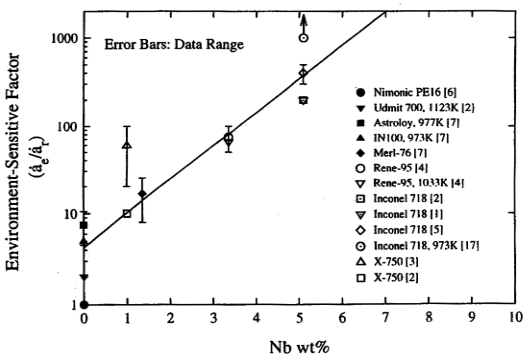


Figure 44 : Facteur de sensibilité à l'environnement en fonction de la teneur massique en niobium pour différents superalliages commerciaux. [Gao, 1995]

Certains motoristes ont choisi la voie de la sécurité en privilégiant des alliages exempts de niobium, comme le N18 par exemple. Pourtant, l'influence bénéfique de la substitution d'une partie du titane par du niobium sur les propriétés en traction et en fluage a été observée par plusieurs auteurs **[Paintendre, 1986b ; Meng, 1984],** et ce, quel que soit le traitement thermique, subsolvus ou supersolvus appliqué au matériau **[Telesman, 2004].** Cette substitution "secondaire" permet de plus de diminuer la propension à la formation de la phase η tout en augmentant le durcissement de la phase γ'. Les travaux de **Locq [2002a]** permettent de mieux quantifier cet effet. En incrémentant la teneur en Nb par pas de 0,5% at. depuis 0,5% at. jusqu'à 1,5% at., pour un total Nb+Ti toujours égal à 5,6 %at., il obtient trois alliages de taux différents de substitution qu'il peut comparer à l'alliage de base établi à partir de la composition du N18 mais ne contenant ni tungstène, ni niobium, ni tantale. En traction, il constate une élévation de la limite d'élasticité avec la teneur en niobium, phénomène plus marqué à 20°C *(figure 45a)* et de la résistance à rupture, de façon plus importante à 650°C *(figure 45b).* Les essais de fluage réalisés à 700°C sous 550 MPa montrent clairement l'impact positif de la substitution du titane par le niobium *(figure 45c).*

Toutefois, l'augmentation de la résistance s'accompagne d'une baisse de la ductilité, tant en fluage qu'en traction. L'optimum des propriétés est obtenu pour 1% at. Au-delà de cette concentration, la tenue au fluage diminue et la perte en ductilité devient notable.

Les rayons atomiques des éléments Ti, Nb et Ta sont équivalents (1,46 Å) pourtant, à concentrations atomiques équivalentes, le misfit γ-γ' est plus important dans le cas d'une substitution par le niobium ou le tantale. **[Paintendre, 1986b ; Locq, 1999]** Les éléments Nb et Ta présentent une solubilité dans la matrice γ moins grande que celle du titane ; ils participent donc plus fortement à l'augmentation de la fraction de phase γ' et par delà celle de sa température de solvus. Leur substitution dans la phase γ' conduit à un accroissement du paramètre cristallin de γ' plus important que dans le cas d'une substitution par le titane. D'autre part, si l'on considère l'énergie moyenne des orbitales d (Md), inversement proportionnelle à la stabilité de la structure γ-γ', à concentrations atomiques équivalentes dans la phase γ', les atomes de Nb et de Ta conduisent à une déstabilisation moins grande de la phase γ' que l'atome de titane (*figure 46*).

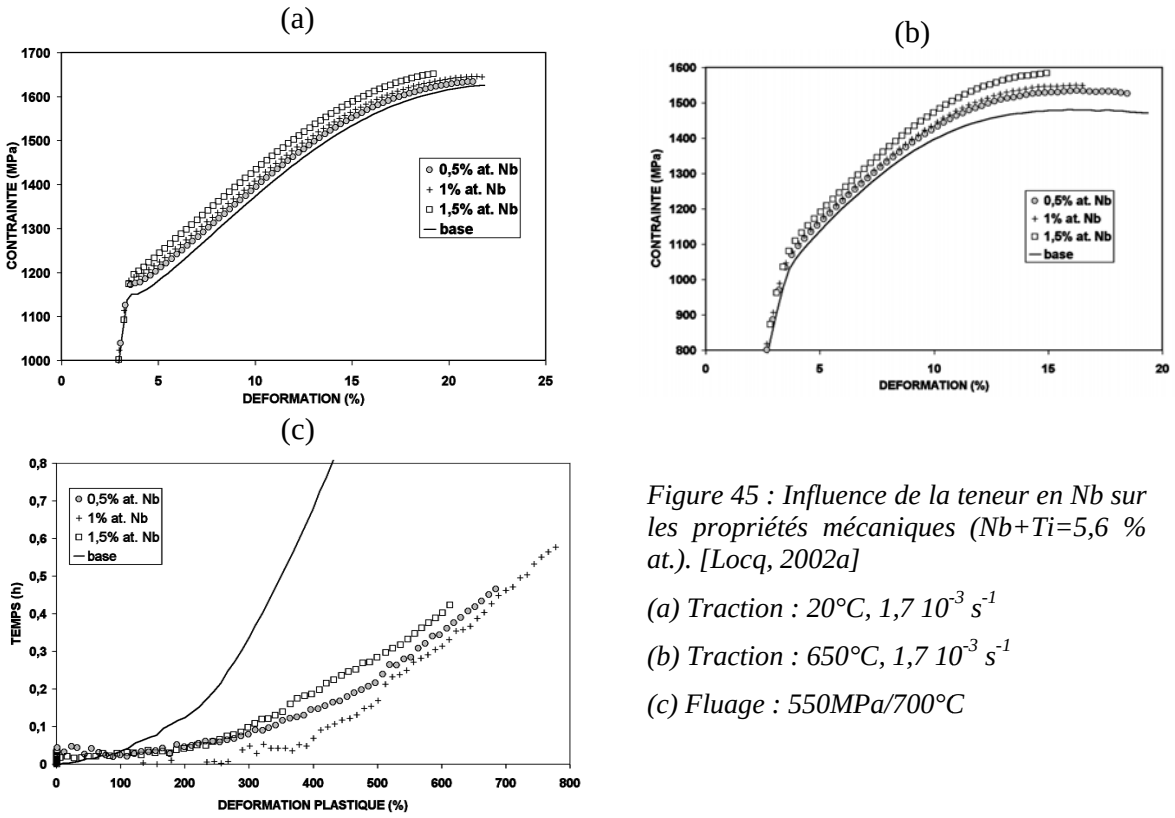


Figure 45 : Influence de la teneur en Nb sur les propriétés mécaniques (Nb+Ti=5,6 % at.). [Locq, 2002a]

(a) Traction : 20°C, 1,7 10^{-3} s^{-1}

(b) Traction : 650°C, 1,7 10^{-3} s^{-1}

(c) Fluage : 550MPa/700°C

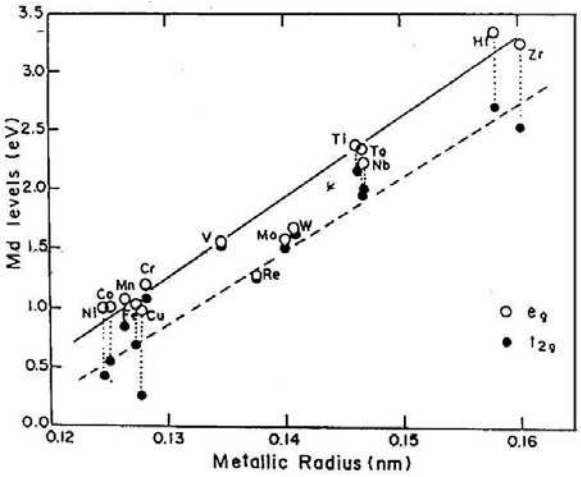


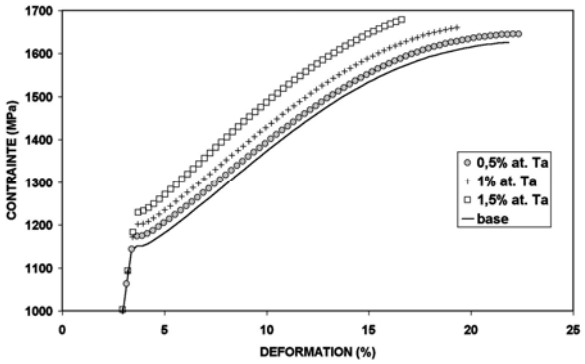
Figure 46 : Niveaux Md de différents éléments en fonction du rayon métallique. [Morinaga, 1984]

2.1.2.4 Tantale

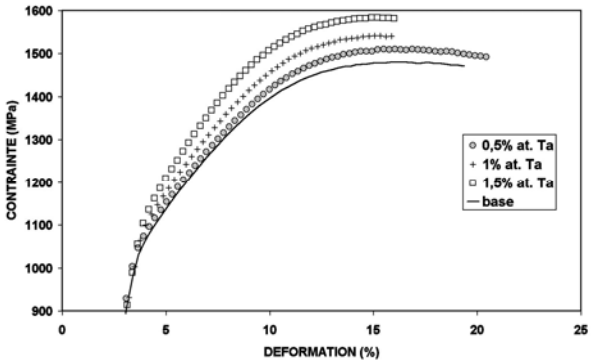
Le tantale est un élément que l'on trouve plus rarement dans les superalliages commerciaux, excepté dans les superalliages monocristallins pour aubes, du fait de sa très grande densité (16,6) et de sa cherté. Même si les prix de la tantalite – minerai dont le tantale est extrait – n'atteignent plus aujourd'hui les sommets atteints en 2000, ils restent quatre fois plus importants que ceux du niobium. Toutefois, la substitution de tout ou partie du niobium par du tantale est évoquée pour s'affranchir des risques de fissuration précoce dus au niobium évoqués ci-dessus **[Meng, 1984] [Telesman, 2004].** L'influence du tantale sur les propriétés des superalliages est proche de celle du niobium : augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance à rupture et élévation de la durée de vie en fluage. Les travaux de Locq **[2002a]** sur l'effet de la substitution d'une partie du titane par du niobium ou du tantale le confirment (*figure 47*). Toutefois, on note une nette diminution de la tenue en fluage pour des concentrations supérieures à 1%. L'effet est beaucoup plus marqué que dans le cas du niobium où l'on constatait pour les mêmes niveaux de concentration un tassement des propriétés en fluage.

L'effet du tantale sur la tenue en propagation de fissures semble être plus controversé. Ainsi, la concentration en Ta dans le RR1000, alliage sensé remplacer l'U720 chez Rolls-Royce **[Hessel, 1999]**, a été limitée à 0,6% at. pour éviter une trop grande vitesse de fissuration **[Hardy, 2004].** En revanche, **Huron [2004]** corrèle la diminution de la vitesse de propagation de fissures au taux de tantale dans l'alliage KM4 et ses dérivés. Les compositions expérimentales testées en contiennent jusqu'à 1% at. (*figure 48*).

(a)



(b)



(c)

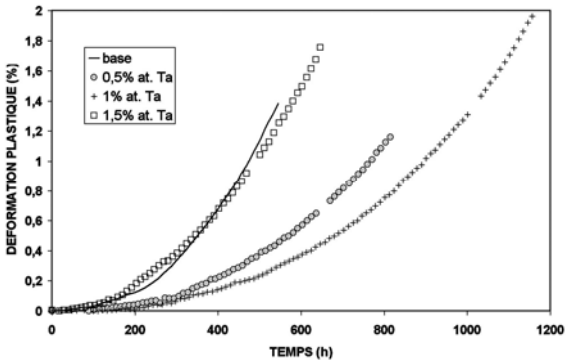


Figure 47 : Influence de la teneur en Ta sur les propriétés mécaniques (Ti+Ta=5,6% at.). [Locq, 2002a]

(a) Traction : 20°C, 1,7 10^{-3} s^{-1}

(b) Traction : 650°C, 1,7 10^{-3} s^{-1}

(c) Fluage : 550MPa/700°C

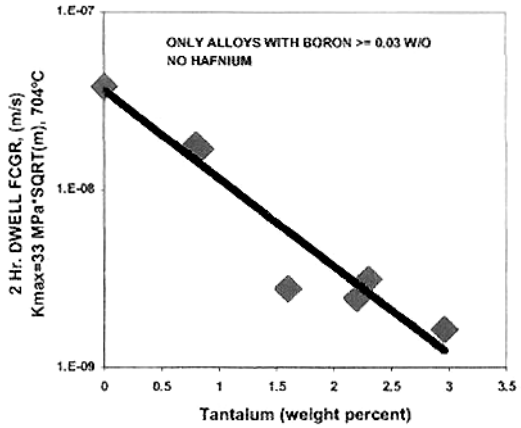


Figure 48 : Influence de la teneur en Ta sur la vitesse de propagation de fissure à $\Delta K=33MPa\sqrt{m}$ en fatigue avec temps de maintien de 2h à 704°C. [Huron, 2004]

Les résultats contradictoires obtenus par ces deux auteurs font apparaître le rôle primordial de la microstructure, qui est définie non seulement par la composition chimique qui détermine les phases en présence mais aussi par le traitement thermique. L'influence d'un élément chimique sur les propriétés mécaniques sera relativisée, neutralisée voire inversée en fonction du traitement thermique appliqué. Le traitement thermique appliqué détermine en effet la taille de grain, la taille et la distribution des différentes populations de la phase γ' et des autres types de précipités comme les carbures. Il est évident que les mécanismes de déformation et d'endommagement dépendent grandement de ces paramètres et que la compréhension de la relation microstructure/propriétés doit croiser les deux variables initiales que sont la composition d'une part et le traitement thermique d'autre part.
Dans les deux résultats contradictoires cités précédemment, notons juste que l'alliage RR1000 est un alliage « grain fin » obtenu grâce à un traitement subsolvus alors que l'alliage KM4 et ses dérivés sont des alliages « gros grain » obtenus à l'aide d'un traitement supersolvus.
Dans le chapitre 4, nous présenterons l'impact des différentes étapes du traitement thermique sur les propriétés mécaniques des superalliages.

2.1.3 Carbures, borures et autres composés

Les éléments mineurs, de rayon atomique supérieur (Hf, Zr) ou inférieur (C,B) de plus de 20% à celui du nickel (*tableau 4*), vont préférentiellement se concentrer aux joints de grain. Leur nature et leur concentration vont ainsi influer sur la cohésion des joints de grain. La qualité des joints de grain va être primordiale pour la tenue mécanique de l'alliage à haute température, notamment en fluage et en propagation de fissure.

élément	colonne	diff colonne	densité	T° fusion (K)	masse molaire	Z	configuration électronique	structure cristallo	rayon atomique	100* (ri-rNi)/rNi	électro-négativité	Md (eV)
Ni	10	0	8,9	1726	58,71	28	$[Ar]3d^8 4s^2$	CFC	1,24		1,75	0,717
Co	9	-1	8,9	1768	58,93	27	$[Ar]3d^7 4s^2$	HEX	1,25	0,81	1,7	0,777
Cr	6	-4	7,2	2130	52	24	$[Ar]3d^5 4s$	CC	1,3	4,84	1,56	1,142
W	6	-4	19,3	3680	183,85	74	$[Xe]4f^{14}5d^4 6s^2$	CC	1,41	13,71	1,4	1,655
Mo	6	-4	10,2	2890	95,94	42	$[Kr]4d^5 5s$	CC	1,39	12,10	1,3	1,550
Nb	5	-5	8,55	2740	92,9	41	$[Kr]4d^4 5s$	CC	1,46	17,74	1,23	2,117
Ta	5	-5	16,6	3269	180,94	73	$[Xe]4f^{14}5d^3 6s^2$	CC	1,47	18,55	1,5	2,224
Ti	4	-6	4,5	1943	47,9	22	$[Ar]3d^2 4s^2$	HEX	1,47	18,55	1,32	2,271
Al	13	3	2,7	933	26,98	13	$[Ne]3s^2 3p$	CFC	1,43	15,32	1,47	1,900
Zr	4	-6	6,49	2125	91,22	40	$[Kr]4d^2 5s^2$	HEX	1,6	29,03	1,22	2,944
B	13	3	2,34	2300	10,81	5	$[He]2s^2 2p$	Rhom	0,98	-20,97	2	
C	14	4	2,62	4100	12,01	6	$[He]2s^2 2p^2$	HEX	0,914	-26,29	2,5	
Hf	4	-6	13,1	2500	178,50	72	$[Xe]4f^{14}5d^2 6s^2$	HEX	1,59	28,23	1,3	3,020

Tableau 4 : Caractéristiques physiques des principaux éléments constitutifs des superalliages base nickel polycristallins.

Le dosage de ces éléments est donc particulièrement important pour l'optimisation des propriétés de l'alliage, quelle que soit la composition en éléments « majeurs ». Shah indique par exemple qu'une addition de 0,5% at. d'éléments mineurs multiplie la durée de vie en fluage par un facteur 50 **[Shah, 1988]** (*figure 49*).

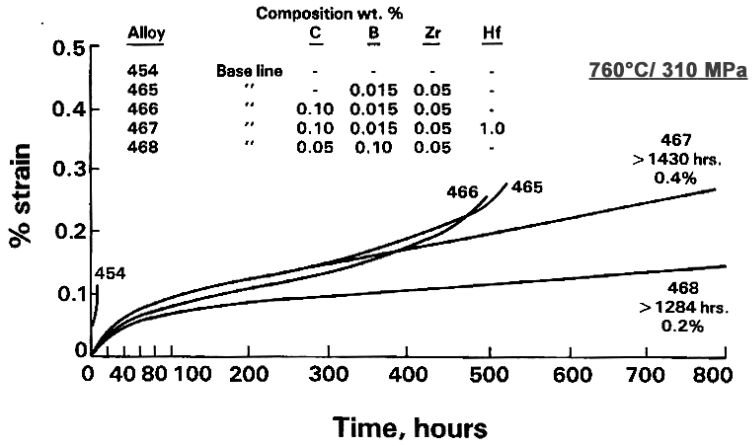


Figure 49 : Influence de la présence d'éléments mineurs sur le temps à rupture en fluage à 760°C sous 310 MPa. [Shah, 1988]

Différents types de carbures (MC, $M_{23}C_6$, M_6C) et de borures (M_3B_2) se forment notamment en interagissant avec les éléments contenus dans les superalliages, principalement au niveau des joints de grain. Leur composition, leur morphologie et leur taille vont influencer les propriétés des joints de grain et par voie de conséquence les propriétés mécaniques de l'alliage notamment la tenue en fluage, fatigue et fatigue-fluage à haute température.

2.1.3.1 Carbone

Le carbone présent dans le superalliage précipite sous forme de carbures. Dans les superalliages base nickel, ces carbures se forment préférentiellement aux joints de grain, contrairement aux superalliages base fer ou cobalt où l'on trouve facilement des carbures intragranulaires. Très tôt dans l'histoire des superalliages, on repère l'effet délétère des carbures sur la ductilité de l'alliage ce qui conduit à réduire la concentration en carbone de l'alliage. Toutefois, on montre ensuite l'importance de la présence des carbures dans la tenue au fluage en particulier et à la résistance mécanique à haute température en général. Une concentration en carbone trop faible peut conduire à une croissance excessive de la taille de grain lors d'un traitement thermique supersolvus. Il existe donc une concentration optimale en carbone. Dans les superalliages base nickel, on trouve trois types de carbures :

- des carbures de type MC où M = Ta, Nb, Ti, Hf, Zr et Mo, W en substitution,
- des carbures de type $M_{23}C_6$ où M = Cr, Mo, W,
- des carbures de type M_6C où M = Mo, W, Co, Ni.

Les carbures de type MC, dits « carbures primaires », se forment durant la solidification de l'alliage. Le carbone interagit alors avec les éléments réactifs comme le hafnium, le zirconium, le titane, le tantale et le niobium pour former ce type de carbures. Ils se solidifient selon une distribution discrète et hétérogène dans l'ensemble de l'alliage, de manière intra et intergranulaire. De réseau cubique à faces centrées avec une structure de type NaCl, il s'agit de précipités compacts et très stables jusqu'à 750°C. Ils constituent des "réservoirs" de carbone dans le superalliage. Lors d'expositions à des températures supérieures (traitements thermiques, revenus, service), ces composés vont libérer lentement du carbone ce qui va provoquer de nombreuses réactions dans l'alliage.
Les deux principales vont conduire à la formation des carbures secondaires de type $M_{23}C_6$ et M_6C selon les équations (1) et (2) :

$$MC + \gamma \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma' \qquad (1)$$
$$MC + \gamma \rightarrow M_6C + \gamma' \qquad (2)$$

Les carbures de type $M_{23}C_6$ et M_6C, issus de la décomposition des carbures MC pour des températures inférieures à 980°C (réactions (1) et (2)), se forment préférentiellement aux joints de grain.
Les carbures de type $M_{23}C_6$ et M_6C peuvent interagir en se formant l'un à partir de l'autre selon la réaction (3) :

$$M_6C + M' \rightarrow M_{23}C_6 + M'' \qquad (3)$$

Les carbures $M_{23}C_6$ sont nombreux dans les alliages riches en chrome et se forment à des températures comprises entre 760°C et 815°C. Ils ont une structure cubique complexe qui, sans les atomes de carbone, ressemble à la structure de la phase topologiquement compacte σ. Cette cohérence explique d'ailleurs le fait que la phase σ se développe souvent sur les carbures $M_{23}C_6$. Ces carbures ont un rôle significatif sur les propriétés mécaniques de l'alliage : en ancrant les joints de grain, ils empêchent leur glissement (rôle positif), mais ils peuvent aussi servir de sites préférentiels d'initiation par rupture ou décohésion avec le joint (rôle délétère). Leurs paramètres cristallins sont voisins du triple de celui de la matrice. Ils croissent donc en épitaxie avec l'un des grains du joint ou les deux et assurent ainsi un ancrage efficace contre le glissement des joints, prépondérant en fluage à basse température et forte contrainte.
Les carbures M_6C se forment pour des alliages présentant des concentrations élevées en molybdène et tungstène à une température un peu plus élevée que les carbures $M_{23}C_6$ (815-980°C). Ils sont donc plus stables à haute température et jouent par conséquent un rôle significatif sur le contrôle de la taille de grain. La structure des carbures M_6C est très proche de celle de la phase μ, topologiquement compacte **[Sims, 1987].**

Les auteurs **[Garosshen, 1987]** s'accordent sur le fait qu'une population discrète de carbures joue un rôle favorable sur les propriétés mécaniques de l'alliage, effet qui est significatif à haute température : le glissement des joints ainsi que la propagation intergranulaire des fissures sont limitées. **Huron [2004]** corrèle ainsi une plus faible vitesse de déformation en fluage à 650°C et une plus faible vitesse de propagation de fissures avec temps de maintien à la présence de carbone.
Cet ancrage n'est plus efficace si la structure des carbures devient incohérente avec celle des grains. Ces carbures peuvent alors devenir des sites préférentiels d'amorçage de fissures particulièrement en fatigue. Si la population devient trop importante et forme un film continu aux joints de grain, l'effet d'ancrage favorable à haute température s'inverse et l'on constate une baisse de la tenue mécanique et de la ductilité à haute température. Les fissures s'initient et se propagent alors plus facilement le long des joints de grain.
Ainsi, il existe une concentration optimale du carbone au-delà de laquelle son effet devient défavorable **[Le Strat, 1989]**. Les superalliages actuels élaborés par MdP n'en contiennent pas plus de 0,03% en poids.

2.1.3.2 Bore et zirconium

Ces éléments, ajoutés en faible quantité, sont connus pour améliorer la tenue au fluage et à la propagation de fissures à haute température. Ils agissent principalement au niveau des joints de grain. Il semble que ces éléments retardent l'apparition des microfissures au niveau des joints **[Sims, 1987].** L'absence de bore est ainsi préjudiciable à la tenue en traction, en fluage et à la fissuration à 650°C (*Figure 50*) **[Paintendre, 1986c].**

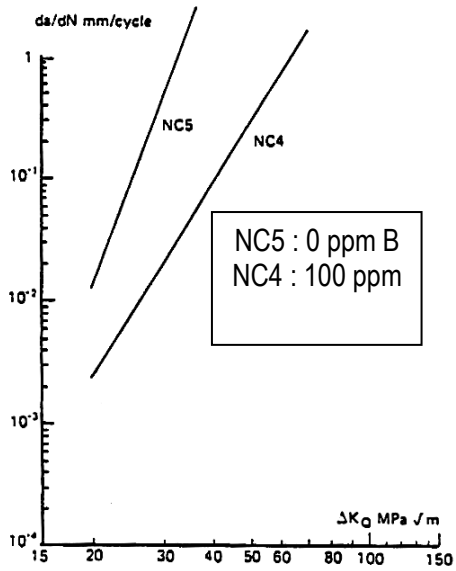


Figure 50 : Influence de la concentration en bore sur la tenue à la fissuration à 650°C. [Paintendre, 1986c]

A concentration égale, l'ajout combiné de ces deux éléments semble être plus efficace que l'ajout d'un seul des deux. Leur effet serait complémentaire **[Le Strat, 1989]** ; le zirconium en formant des composés stables Zr_2S limiterait l'effet délétère du soufre, impureté présente sous forme de traces. En interagissant avec le carbone sous forme de carbures stables de type ZrC, le zirconium permet de diminuer la diffusion des éléments susceptibles de former des carbures $M_{23}C_6$ ou M_6C aux joints de grain, limitant ainsi la concentration de ces carbures aux joints de grain **[Jena, 1984].** Jain relève une influence bénéfique de l'addition de zirconium sur la tenue en fatigue oligocyclique à 430°C et 650°C. A haute température, l'effet est d'autant plus marqué que la taille de grain est grande **[Jain, 2000]**.
L'impact sur la tenue en fluage de l'addition de zirconium est toutefois moins marqué que celui dû à l'addition de bore (*figures 51 et 52*) **[Shah, 1988].**

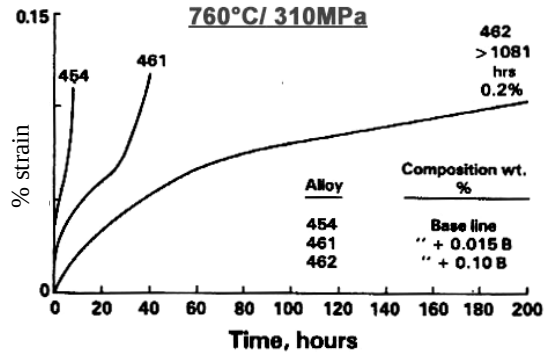


Figure 51 : Influence de l'addition de bore sur la tenue en fluage à 760°C sous 310 MPa. [Shah, 1988]

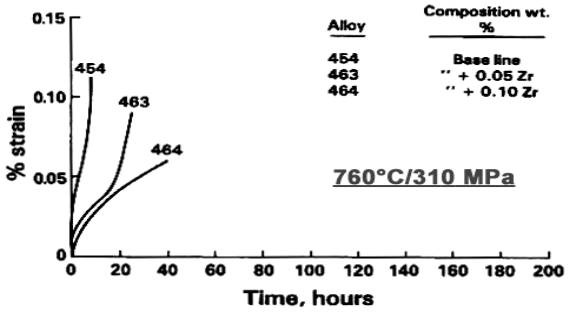


Figure 52 : Influence de l'addition de zirconium sur la tenue en fluage à 760°C sous 310 MPa. [Shah, 1988]

Plusieurs auteurs s'accordent sur l'effet bénéfique du bore sur la tenue en fluage à haute température. **Jain [2000]** après avoir modifié les concentrations en bore de l'alliage U720Li, observe ainsi un effet bénéfique de cet élément sur la résistance au fluage d'autant plus important que la température de l'essai est élevée. L'effet est particulièrement notable sur la microstructure "gros grain" : le bore améliore la résistance des joints de grain. **Garosshen [1987]** enregistrait déjà une augmentation des temps à rupture et des temps nécessaires pour obtenir 0,2% de déformation plastique pour des températures supérieures à 700°C.
Huron [2004] constate, en plus de l'amélioration du temps à rupture et de la ductilité en fluage à 650°C, un effet bénéfique sur la résistance à la propagation de fissures avec temps de maintien à 650°C. **Locq [1999]** obtient les mêmes résultats en fissuration avec temps de maintien à 750°C.

La teneur généralement admise en bore dans les superalliages courants est d'environ 0,03 % en masse. Au-delà d'une certaine concentration, le bore va en effet former des borures M_3B_2 qui vont précipiter préférentiellement aux joints de grain. Une trop grande précipitation des borures va fragiliser les joints de grain via plusieurs phénomènes : tout d'abord une consommation des éléments durcissants de la matrice γ (Ni, Co, Cr, Mo) et de γ' (Ti), ensuite une interaction préférentielle des borures avec l'argon et/ou l'oxygène lors de l'étape de remise en solution, provoquant localement des brûlures ainsi que la formation de pores. Une trop grande concentration de bore réduit donc la fenêtre de remise en solution de l'alliage et conduit à une porosité induite thermiquement (TIP) excessive aux joints qui les fragilise, conduisant ainsi à une chute de la ductilité et de la résistance à haute température **[Huron, 2004]**.

Des recommandations récentes sont faites pour diminuer la teneur en bore à une valeur comprise entre 0,01 et 0,02 % en masse (0,05 et 0,1% at.) afin de limiter la porosité induite thermiquement **[Huron, 1996a].** Le brevet relatif au KM4 s'appuie sur une étude réalisée sur ce superalliage traité supersolvus et montre qu'une baisse de 0,03 à 0,015% en masse permet d'améliorer la résistance en fluage et de limiter la vitesse de propagation de fissures à haute température. **Huron [2004]** parvient aux mêmes résultats en étudiant les variations de la teneur en bore à partir de la composition standard du KM4. L'ONERA, l'ENSMP, la SNECMA et IMPHY, dans le cadre d'une étude commune sur l'influence de divers éléments d'alliages dont le bore sur les propriétés des superalliages, arrivaient déjà en 1986 à la conclusion d'une nécessaire limitation à 100ppm en masse de la teneur en bore afin de garantir une durée de vie optimale en fluage ainsi qu'un minima de vitesse en propagation de fissures **[Paintendre, 1986c].**

2.1.3.3 Hafnium

Le rôle du hafnium est beaucoup moins clair que celui du bore ou du zirconium. Les études concernant l'influence de cet élément sur les propriétés des superalliages base nickel sont plus rares. Cet élément agit principalement au niveau des joints de grain. Il aurait, en faibles quantités un impact bénéfique sur l'ensemble des propriétés des superalliages **[Hessel, 2000].**
Le hafnium présente une plus forte solubilité dans la phase γ' que dans la phase γ : le hafnium participe notablement au durcissement de la phase γ' ce qui se traduit par une augmentation de la résistance en traction **[Hardy, 2004]**. De plus, lors de la solidification, cette différence marquée conduit au niveau des joints à une structure γ/γ' "tortueuse" (*convoluted*) qui va limiter la propagation de fissures **[Sims, 1987]**. Dans leur étude concernant l'influence des éléments agissant aux joints de grains (GBE = Grain Boundary Elements) de l'alliage KM4 **[Krueger, 1992]**, **Huron et al [2004]** constatent l'influence bénéfique de la présence du hafnium sur la tenue à la propagation de fissures avec temps de maintien à 650°C. **Hardy [2004]** arrive au même résultat dans son étude concernant le développement de l'alliage RR1000 (*figure 53*) **[Hessel, 1999]**.

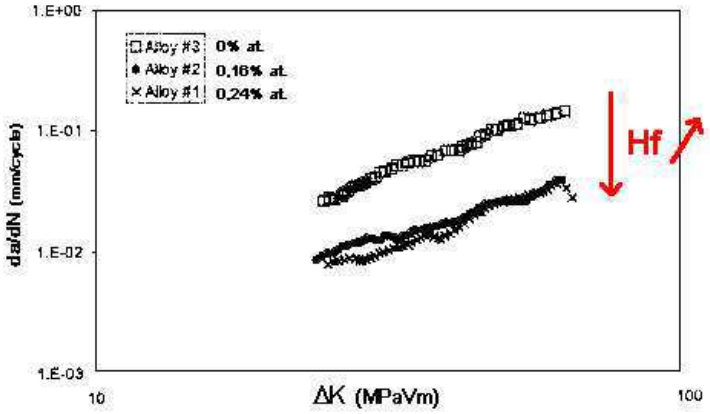


Figure 53 : Influence de l'addition du hafnium sur la propagation de fissure en fatigue avec temps de maintien de 120s à 725°C (R=0,1). [Hessel, 1999]

D'autre part, le caractère fortement carburigène du hafnium lui permet de réagir avec le carbone libéré lors de la décomposition des carbures MC pour former des carbures HfC très stables sous forme d'une précipitation fine et dispersée dans l'alliage. Cette réaction permet d'éviter une formation excessive des carbures $M_{23}C_6$ et M_6C néfaste aux propriétés de l'alliage (cf. 2.1.3.1) **[Sims, 1987].**

Cet effet indirect de régulateur permet d'améliorer la tenue en traction et en fluage ainsi que la ductilité de l'alliage à haute température **[Krueger, 1992 ; Le Strat, 1989 ; Hardy, 2004].** L'effet bénéfique d'une addition de hafnium sur la résistance au fluage s'observe principalement sur des microstructures "grain fin" **[Hardy, 2004 ; Jain, 2000].** Enfin, le hafnium en piégeant le soufre, limiterait la fragilisation des joints de grain due à cette impureté présente sous forme de traces **[Jena, 1984].**
En revanche, une concentration trop importante de hafnium peut conduire lors de l'élaboration à la formation de particules micrométriques de HfO_2 **[Hardy, 2004]** qui conduit à une baisse de la tenue en fatigue oligocyclique **[Huron, 2004]**, ces inclusions servant de sites d'amorçage de fissures. Une attention particulière doit être portée lors de l'introduction de cet élément pendant l'élaboration car il présente une forte propension à ségréger, en particulier dans les espaces interdendritiques.

2.1.4 Instabilités microstructurales

2.1.4.1 Phases Géométriquement Compactes (GCP) : phase η

Cette phase a été mise en évidence très tôt dans les premiers superalliages, dérivant des aciers austénitiques, riches en fer comme l'A286 **[Rosenthal, 1996].** On l'observe facilement au microscope optique (*figure 54*). Elle a été appelée pendant un certain temps "phase O'Hare" du fait de la ressemblance de l'aspect général de sa précipitation avec la géométrie des pistes d'atterrissage de l'aéroport de Chicago (*figure 55*).

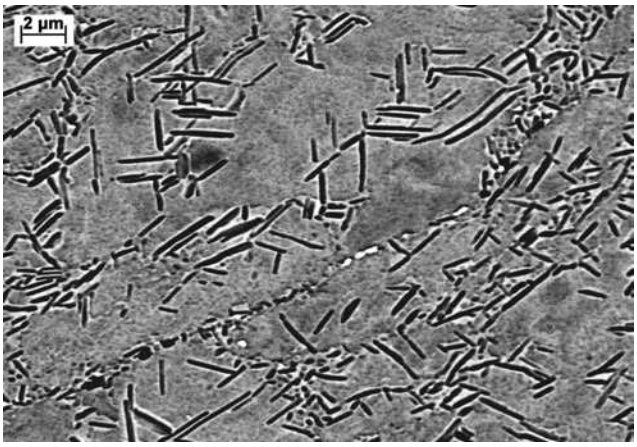


Figure 54 : Précipitation de la phase η durant le filage subsolvus de l'alliage expérimental MP3 (Ti/Al=1,45).

Figure 55 : Plan de l'aéroport O'Hare de Chicago (construit en 1943).

La phase η (Ni_3Ti), composé intermétallique de structure hexagonale $D0_{24}$ (*figure 56*) a été observée depuis dans plusieurs superalliages exempts de fer, mono et polycristallins **[Bouse, 1996]**.

Cette phase précipite sous différentes formes : longues et larges plaquettes intragranulaires, incohérentes avec la matrice ou cohérentes (quasi aiguilles généralement décrites par le dénominatif de « microstructure du type Widmanstätten »), précipitation sous forme de cellules ou de fines lamelles intergranulaires. La formation des phases intragranulaires et celle des phases intergranulaires ne procèdent pas du même mécanisme.

La réaction qui se produit aux joints de grains semble relever d'une "germination" classique à l'instar de la formation des carbures ou des borures (cf. 2.1.3), gouvernée par la diffusion aux joints de grain. De ce fait, on observe ce type de précipités de phase η après un certain temps de vieillissement à température moyenne **[Mihalisin, 1960].**
La réaction conduisant à la formation de plaquettes intragranulaires procède d'un autre mécanisme. La phase γ' d'un superalliage ne contenant que de l'aluminium est stable. La substitution des atomes d'aluminium par des atomes de titane (de niobium ou de tantale) a tendance à la rendre métastable. Plus la substitution par ces atomes de rayon atomique égal ou inférieur à celui de l'atome d'Al sera grande, plus le misfit γ-γ', négatif dans ce cas, sera important en valeur absolue **[Betteridge, 1974]**. Dès lors, si cette substitution devient trop importante, en fonction du degré de "déstabilisation" de la phase γ', le composé stœchiométrique Ni_3Ti peut précipiter lors de l'élaboration et/ou du traitement thermique au détriment de γ' ou bien la réaction (1) peut se produire après l'élaboration, à plus basse température **[Bouse, 1996]** :

$$Ni_3Al\ (\gamma') + \gamma_1 \rightarrow Ni_3Ti\ (\eta) + \gamma_2 \qquad (4)$$

avec γ_1 et γ_2, compositions de la solution solide, avant et après transformation

La réorganisation atomique depuis la structure $L1_2$ vers la structure $D0_{24}$ requiert un faible mouvement des plans d'empilement. De ce fait, selon **Mihalisin et Decker [1960]**, elle sera d'autant plus facilitée lors d'une déformation, la présence de dislocations partielles à l'interface γ/γ' favorisant le passage de l'empilement "ABCABC" des plans d'une famille {111} de la structure CFC de la matrice vers l'empilement "ABACABA" des plans (0001) de la structure hexagonale (*figure 57*). D'autre part, l'empilement des dislocations aux joints de grain favorise la dissolution de la phase γ' : la diffusion des atomes de titane est facilitée permettant alors la formation de la phase η intergranulaire **[Byung Sup Rho, 2000].**

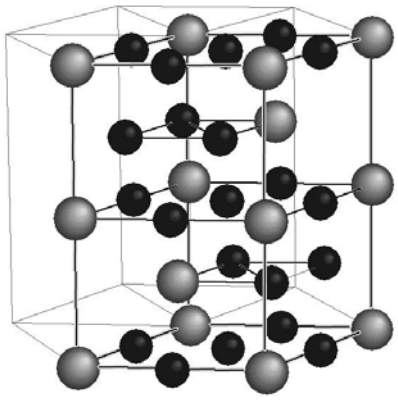


Figure 56 : Structure hexagonale $D0_{24}$ du Ni_3Ti (Ni : sphères gris foncé, Ti : sphères gris clair).

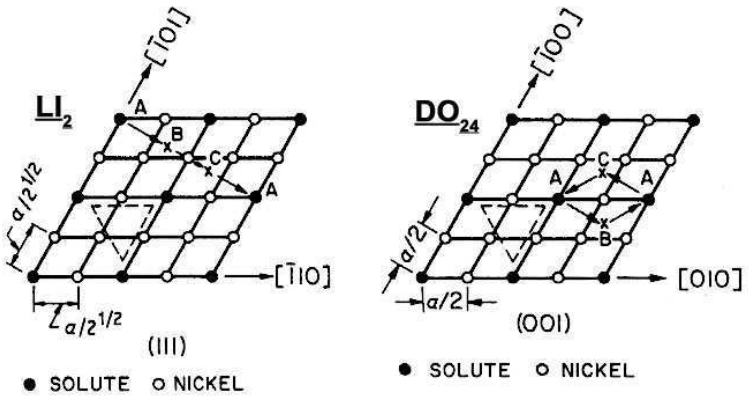


Figure 57 : Comparaison des plans denses des structures $L1_2$ et $D0_{24}$. [Mihalisin, 1960]

Dans le cas des aiguilles de phase η, la précipitation est cohérente : $(0001)_\eta // (111)_\gamma$ et $< 11\bar{2}0 >$ $\eta // <110>_\gamma$ **[Jena, 1984].** Selon **Decker [1969]**, les aiguilles de phase η auraient tendance à se former sur des défauts d'empilement de plusieurs précipités γ' ; le chapelet de phase η ainsi constitué grossissant de manière à ne former qu'une seule plaquette **[Zhao, 2001]**.

D'autres phases, δ-Ni_3Nb (forme stable de Ni_3Nb qui peut précipiter aussi sous forme métastable γ''-Ni_3Nb de structure $D0_{22}$) ou δ-Ni_3Ta, de structure orthorhombique $D0_a$, peuvent aussi précipiter sous forme de plaquettes : la phase η reste toutefois la phase géométriquement compacte prépondérante en cas de déstabilisation de la phase γ'.

La présence de la phase η sous forme de plaquettes provoque la chute drastique de la résistance en traction de l'alliage à haute température. La transformation de la phase métastable γ' en phase stable η fragilisante doit donc être absolument évitée. La précipitation cellulaire aux joints de grain augmente la sensibilité à l'entaille **[Decker, 1969 ; Bouse, 1996]** et diminue la durée de vie en fatigue **[Byung Sup Rho, 2000]** et en fluage via la formation de microfissures et de pores à proximité des particules de phase η (*figures 58 et 59*) **[Zhang, 2001].**

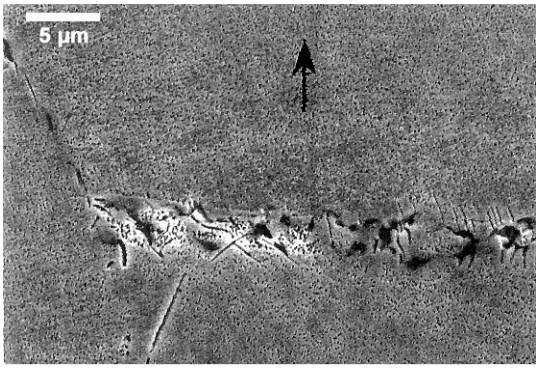


Figure 58 : Micrographie MEB du Nimonic C263 après fluage sous 160MPa à 800°C. [Zhang, 2001]

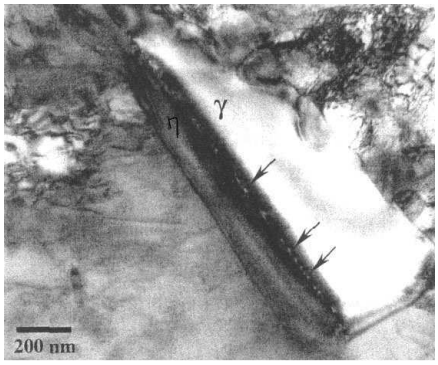


Figure 59 : Micrographie MET du Nimonic C263 après fluage sous 160MPa à 800°C. [Zhang, 2001]

La propension de l'alliage à précipiter ou non la phase η va dépendre essentiellement des teneurs relatives en Ti, Nb et Ta par rapport à Al. **Locq [1999]** observe par exemple un début de précipitation de phase η pour un rapport Ti/Al égal à 1,3 (Ti et Al en %at.) dans un alliage expérimental dénué de Nb et Ta. Pourtant, le rapport (Ti+Nb+Ta)/Al pour lequel la précipitation de phases en plaquettes, en particulier la phase η, est favorisée au détriment de celle de γ' ne peut constituer à lui seul un critère prédictif. **Bouse [1996]** constate ainsi la présence de la phase η ou de la phase Ni_3Ta dans différents monocristaux pour lesquels le rapport précité des concentrations exprimées en pourcentages atomiques peut valoir de 0,5 à 1,4.
La propension à la précipitation de la phase η va aussi dépendre de la concentration d'autres éléments. En effet, le caractère métastable de la phase γ' et donc la facilité à précipiter la phase η dépend du misfit γ/γ'. Plus il sera élevé, moins l'énergie requise pour former η sera grande. Or, ce paramètre ne dépend pas uniquement des concentrations des seuls éléments Ti, Nb et Ta, qui augmentent le misfit via la diminution du paramètre cristallin de la phase γ'. Havalda (1969) cité par **Decker [1969]** indique par exemple le rôle retardateur du tungstène sur la transformation γ' vers η. Les éléments Mo, W, mais aussi Cr et dans une moindre mesure Co, sont très peu solubles dans la phase η **[Bouse, 1996]**. Ces éléments de durcissement de solution solide de la matrice sont en général beaucoup plus solubles dans la matrice γ que dans la phase γ' : un de leurs effets consiste donc *in fine* à plus augmenter le paramètre cristallin de la phase γ que celui de la phase γ'.
Le misfit γ-γ' sera donc d'autant plus faible que la concentration en ces éléments sera grande. Ainsi, à rapport (Ti+Nb+Ta)/Al équivalent, un alliage plus riche en éléments de durcissement solide de la matrice, notamment en tungstène, présentera une phase γ' plus stable au regard de la formation de la phase η **[Jena, 1984]**.
D'autre part, la présence de carbone qui réagit avec les éléments Ti, Nb, Ta pour former des carbures MC très stables (cf. chapitre 2), permet de limiter la formation des phases Ni_3Ti, Ni_3Nb ou Ni_3Ta. La présence de bore retarde la précipitation aux joints de grain mais ne semble pas avoir d'impact sur la précipitation intragranulaire **[Mihalisin, 1960].** Enfin, Bouse indique un fort effet bénéfique du hafnium sur la formation de la phase η. Aucun autre auteur ne corrobore cette observation.

2.1.4.2 Exemple de précipitation indésirable de phase η Cas de l'alliage expérimental MP3

Dans le cadre de l'étude de développement de nouveaux superalliages, l'une des pistes suivies initialement a consisté à augmenter notablement le durcissement de la phase γ' en augmentant les taux de Nb et Ti au détriment de l'aluminium. La composition atomique ainsi que les rapports caractéristiques de l'alliage MP3 sont présentés dans le Tableau 5.
Cet alliage a été élaboré, comme les autres nuances expérimentales, suivant le protocole d'élaboration commun entre l'ONERA et le CDM défini dans l'étude : réalisation de poudres par Electrode Tournante, densification par filage. Les conditions d'élaboration seront traitées dans le chapitre 3.
Un traitement thermique subsolvus (1153°C/4h, refroidissement à 100°C/min, revenu 750°C/24h) a ensuite été réalisé sur cet alliage. Les différents traitements thermiques utilisés dans l'étude, ainsi que l'influence de leurs paramètres sur les propriétés des superalliages, seront présentés dans le chapitre 4.

%at.	N18	R88	MP3
Ni	54,89	55,80	54,94
Cr	12,02	17,85	14
Co	14,84	12,50	15
Mo	3,78	2,42	3
W	0	1,26	0,8
Al	9,06	4,79	4,5
Ti	**5,09**	**4,61**	**6,5**
Nb	**0**	**0,44**	**1**
Hf	0,14	0	0,1
C	0,07	0,210	0,120
B	0,08	0,090	0,095
Zr	0,03	0,030	0
Ti+Al+Nb	14,15	9,84	12
Ti+Nb	**5,09**	**5,05**	**7,50**
(Ti+Nb)/Al	**0,56**	**1,05**	**1,67**
Ti/Al	**0,56**	**0,96**	**1,44**
Nb/Al	**0**	**0,09**	**0,22**
Nb/Ti	0	0,10	0,15
Mo+W	3,78	3,68	3,75
W/Mo	0	0,52	0,25

Tableau 5 : Compositions atomiques (% at.) des alliages commerciaux N18, René 88 et de l'alliage expérimental MP3.

Les microstructures observées dans les directions axiales et longitudinales, après densification par filage sont présentées sur les *figures 60 et 61*. L'observation dans le sens longitudinal met clairement en évidence la direction de filage.

On y distingue deux types de zones :

- des zones caractérisées par une taille de grain plus petite (0,5-2 µm) et une forte fraction de plaquettes d'épaisseur submicronique et de longueur variant de 0,5 à 5 µm,
- des zones caractérisées par une taille de grain relativement importante (3-15 µm) et une faible fraction de plaquettes.

On observe des plaquettes dont la structure cristallographique est différente de celle de la phase γ'-Ni_3Al (*figure 62*). L'analyse des clichés de diffraction en aire sélectionnée (*figure 63*) correspondant à l'une de ces plaquettes permet de vérifier qu'ils sont cohérents avec le réseau hexagonal primitif de la phase η-Ni_3Ti de paramètres a= 5,1 nm et c= 8,3 nm.

On note également la présence de quelques précipités γ' notamment aux joints de grain. Aux anciens joints de poudre, on observe de gros précipités (apparaissant en blanc sur la micrographie (*figures 60 et 61*) qui sont très certainement des carbures. Les précipités γ' de seconde génération présentent des tailles de 25 à 100 nm. Leur répartition n'est pas très homogène. Les plus petits sont sphériques, les plus gros sont à tendance cuboïdale.

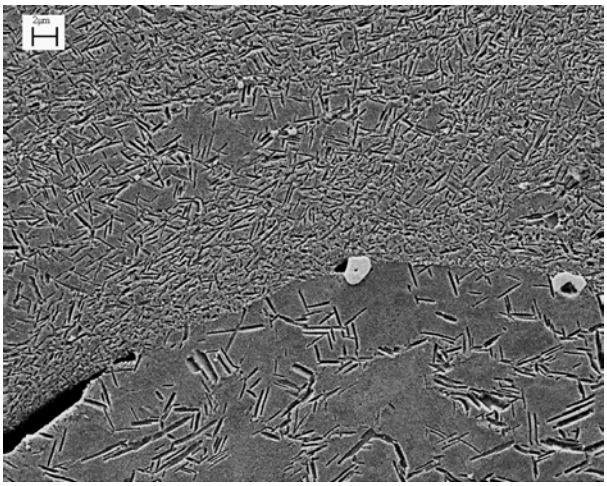


Figure 60 : Micrographie en microscopie électronique à balayage (électrons secondaires) d'une coupe axiale de l'alliage MP3, état post filage.

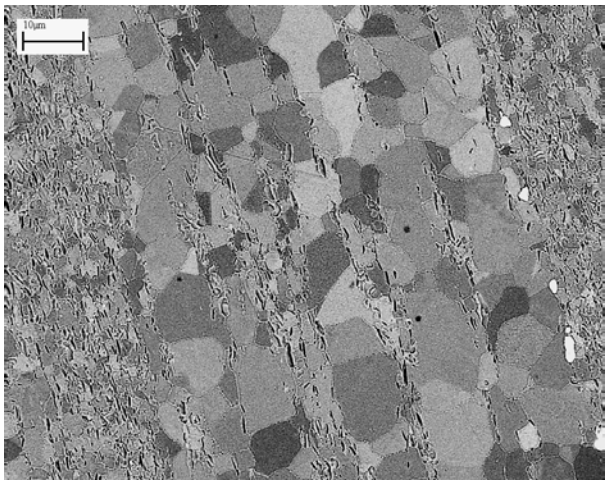


Figure 61 : Micrographie en microscopie électronique à balayage (électrons rétrodiffusés) d'une coupe transversale de l'alliage MP3, état post filage.

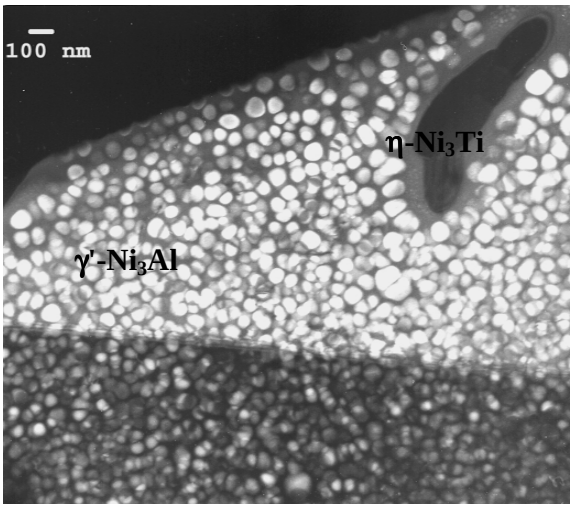


*Figure 62 : Micrographie en microscopie électronique en transmission de MP3, « brut d'élaboration » (***champ sombre, g= 3 0 0 $_{\gamma}$).**

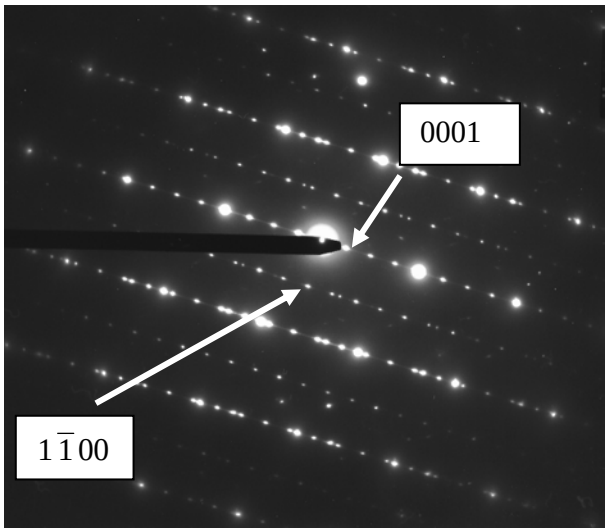


Figure 63 : Cliché de diffraction en aire sélectionnée d'axe de zone $<11\bar{2}0>$. Mise en évidence de la phase η(Ni$_3$Ti).

Après traitement thermique subsolvus (Ts-25°C/4h, refroidissement 100°C/min, revenu 750°C/24), la taille de grain s'homogénéise et les plaquettes de phase η se multiplient dans l'ensemble de la microstructure (*figures 64 et 65*).

L'analyse thermique différentielle (ATD) permet d'estimer la température de solvus de la phase η aux alentours de 1200°C. Après un traitement thermique d'une heure à 1220°C suivi d'une trempe à l'air, il apparaît que la phase η est totalement remise en solution (*figure 66*). La taille de grain est d'environ 30 µm. Une seule population de précipités γ' est présente : la taille moyenne est de 70 nm (*figure 67*).

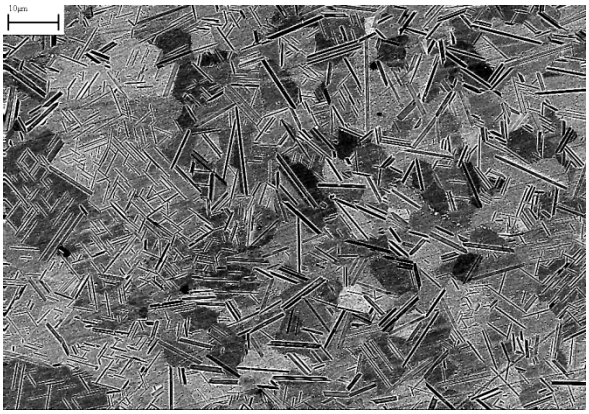


Figure 64 : *Micrographie en microscopie électronique à balayage (électrons rétrodiffusés) d'une coupe axiale de l'alliage MP3 après un traitement thermique subsolvus.*

*Figure 65 : Micrographie en microscopie électronique en transmission de MP3, après un traitement thermique subsolvus (***champ clair).**

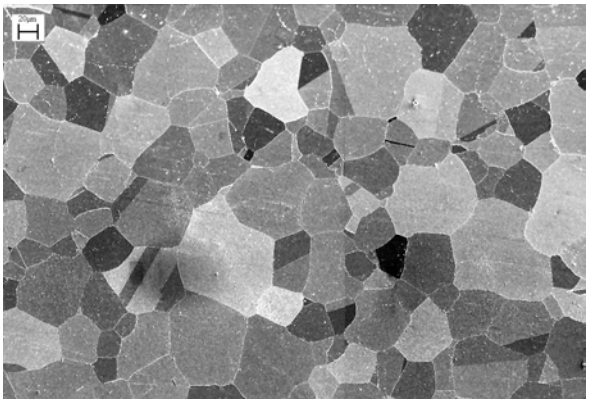


Figure 66 : Micrographie en microscopie électronique à balayage (électrons rétrodiffusés) d'une coupe axiale de l'alliage MP3 après traitement thermique « supersolvus » à 1220°C/1h et trempe à l'air.

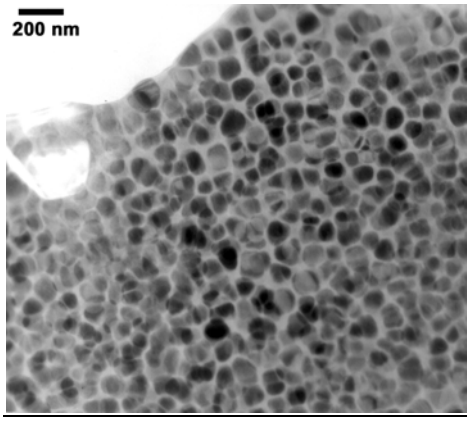


*Figure 67 : Micrographie en microscopie électronique en transmission de MP3, après traitement thermique « supersolvus » à 1220°C/1h et trempe à l'air (***champ sombre, g= 3 0 0 $_{\gamma'}$).**

Des essais de traction et de fluage (*figures 68 et 69*) ont été menés sur l'alliage MP3 traité subsolvus. Les résultats en traction à 20 et 650°C démontrent une bonne résistance statique. En revanche, à 700°C, tant en traction qu'en fluage, on note l'effet fragilisant des plaquettes de phase η sur les propriétés : rupture précoce en traction et rupture à 0,2% de déformation plastique en fluage en 600h.

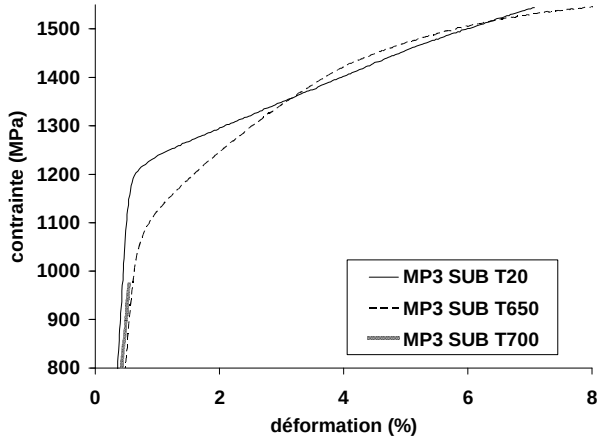


Figure 68 : Courbes de traction de l'alliage MP3 traité subsolvus à 20, 650 et 700°C, 1,7 10^{-3} s^{-1} (données extensomètre).

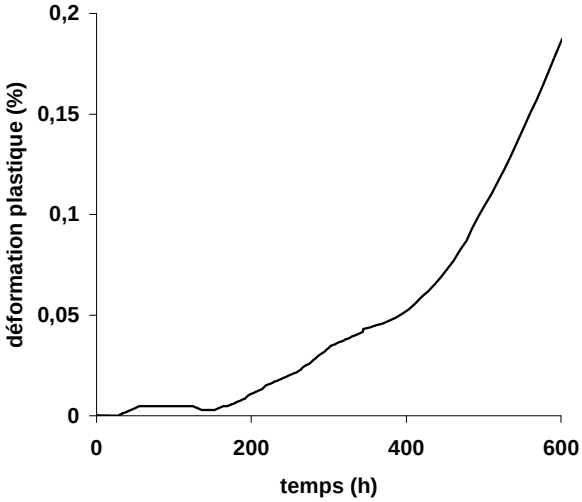


Figure 69 : Courbe de fluage à 700°C sous 550 MPa de l'alliage MP3 traité subsolvus.

La précipitation de plaquettes de Ni_3Ti au détriment de la phase γ' peut se comprendre au regard des proportions relatives des éléments Al, Ti et Nb. En effet, pour cette composition expérimentale, une augmentation du rapport (Ti+Nb)/Al par rapport au N18 a été décidée afin d'augmenter le durcissement de solution solide de la phase γ', la teneur en Nb étant fixée à 1 at.%, limite au-dessus de laquelle cet élément peut avoir un effet défavorable sur la vitesse de propagation de fissures (cf. 2.1.2.3). Mais la limite supérieure du rapport (Ti+Nb)/Al au-delà de laquelle la phase γ' devient métastable et la phase η-Ni_3Ti, de structure hexagonale $D0_{24,}$ précipite, est mal définie : selon **Bouse [1996]**, elle se situerait entre 1 et 2 en fonction de la concentration en certains autres éléments d'alliage tels que Fe, W, C, B, Si. Dans la nuance expérimentale MP3, ce rapport est égal à 1,7 : on peut en conclure que le pourcentage de tungstène, connu pour élargir le domaine de stabilité de la phase γ', est insuffisant et qu'au delà d'un rapport 1,7 pour cette composition, c'est la phase η-Ni_3Ti qui prédomine.

Au vu de l'ensemble des résultats obtenus sur cette nuance expérimentale, la composition correspondante n'a pas été retenue, en particulier à cause de la perte totale de ductilité à haute température due à la précipitation de la phase η. Pour la définition des autres compositions expérimentales – l'alliage MP3 ayant été défini antérieurement – il est décidé de limiter la substitution de l'aluminium par le titane et le niobium de telle manière à ce que : $\frac{Ti + Nb + Ta}{Al} < 1{,}1.$

L'ensemble des compositions expérimentales seront présentées au paragraphe 2.2.

2.1.4.3 Phases Topologiquement Compactes (TCP) : phases σ et μ

Pour certaines compositions, certains types de phases peuvent apparaître, notamment sous contrainte pour un temps plus ou moins long d'exposition pour des températures comprises entre 650 et 925°C **[Decker, 1969].** Ces composés intermétalliques de structure plus compacte que les phases géométriquement compactes (comme la phase η) sont appelés "phases topologiquement compactes" (TCP), la plus connue étant la phase σ. Leur composition peut s'écrire $(Cr, Mo)_x(Ni, Co)_y$ où x et y peuvent varier de 1 à 7. Ils précipitent sous forme de fines plaquettes à partir des joints de grain (*figure 70*). Cette phase a d'ailleurs été confondue avec la phase η jusqu'à sa mise en évidence dans l'IN100 par Wlodek en 1964 **[Wlodek, 1964]**. Depuis lors, elle a été observée dans plusieurs superalliages, en particulier dans le N18 **[Ducrocq, 1992]** et plus récemment dans le RR1000, alliage développé par Rolls-Royce (*figure 71*) après vieillissement à haute température **[Hessel, 1999]**.

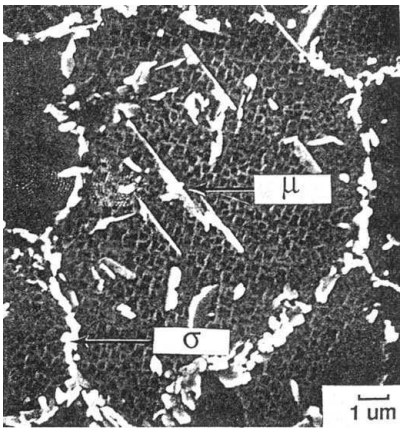


Figure 70 : Micrographie MEB des phases σ et μ dans l'alliage N18 après 1000h à 760°C. [Wlodek, 1992]

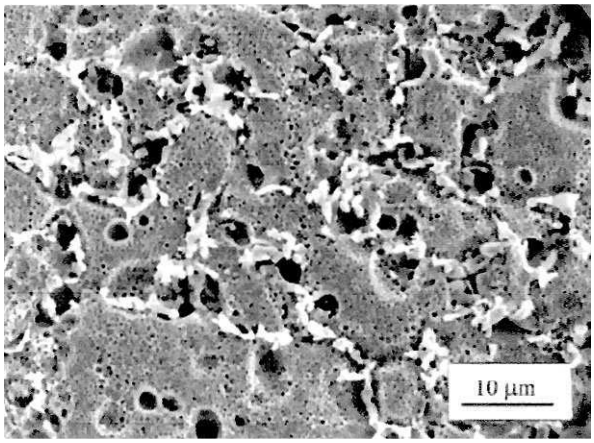


Figure 71 : Micrographie MEB de la phase σ dans l'alliage RR1000 vieilli. [Hunt, 2000]

Ces phases sont connues pour conduire à un affaissement de la résistance mécanique de l'alliage et de sa ductilité : de par leur forme et leur grande dureté, ces phases constituent en effet un site préférentiel d'amorçage de fissures. De plus, la formation de ce type de phase appauvrit la matrice γ en éléments durcissants tels que le molybdène. Ces deux effets conjugués conduisent à une baisse de la durée de vie en fluage et en fatigue **[Sims, 1987 ; Jena, 1984].**

La formation de la phase σ sera d'autant plus favorisée que la teneur en chrome sera élevée. Une élévation trop importante de la concentration en molybdène et tungstène conduira préférentiellement à la précipitation de la phase μ plutôt qu'à celle de la phase σ. Cette formation préférentielle peut être reliée à la composition et à la structure des carbures $M_{23}C_6$ et M_6C. Les premiers, riches en chrome, ont une structure cristallographique très proche de celle de la phase σ, qui aura donc tendance à se développer en épitaxie sur ce type de carbure. En revanche, les carbures M_6C sont plus riches en molybdène et tungstène ; une forte concentration en ces éléments favorisera donc la formation de ces carbures et donc indirectement celle de la phase μ.
Certains auteurs indiquent qu'un traitement thermique approprié peut diminuer la vitesse de formation de ces phases. **[Decker, 1969]**

2.2 Définition des compositions expérimentales

Les compositions que nous avons proposées en premier lieu ont été déterminées sur la base des corrélations qui ont pu être établies, à l'occasion de travaux antérieurs sur les superalliages à base de nickel, entre leurs compositions, leurs caractéristiques métallurgiques (fraction volumique de γ', misfit γ-γ', distribution des carbures, domaines de précipitation de phases "TCP", densité…), et leurs propriétés mécaniques. On retrouvera l'essentiel des résultats auxquels nous faisons référence dans des thèses traitant de travaux réalisés au Centre des Matériaux [**Le Strat, 1989** ; **Fredholm, 1987** ; **Paintendre, 1986**] ainsi que dans divers ouvrages généraux sur les superalliages **[Sims, 1987 ; Durand-Charre, 1997].**

2.2.1 Outils utilisés

2.2.1.1 Masse Volumique

Avant élaboration, les masses volumiques sont d'abord estimées grâce à la formule de **Hull [1969]**, tenant compte des masses volumiques de chacun des éléments d'alliage pris pur. Elle est basée sur le calcul de la masse volumique D_1 qui accorde à chaque élément dans l'alliage une fraction volumique déduite du volume qu'occuperait une quantité (masse ou nombre de moles d'atomes) équivalente de cet élément isolé à l'état pur. Après simplification, D_1 s'écrit :

$$D_1 = \frac{1}{\sum_i \frac{X_i}{d_i}}$$

où X_i correspond à la concentration en masse de l'élément *i* dans la composition de l'alliage, et d_i à sa masse volumique dans l'état pur.

La valeur de la masse volumique de l'alliage est affinée par l'ajout du terme correctif D_2 dont l'expression a été établie par régression linéaire sur la base des densités de 235 alliages :

D2 = 27,68 * [0,14037 – 0,00137 Cr – 0,00139 Ni – 0,00142 Co – 0,00140 Fe – 0,00186 Mo – 0,00125 W – 0,00134 V – 0,00119 Nb – 0,00113 Ta + 0,0004 Ti + 0,00388 C + 0,0000187 $(Mo)^2$ - 0,0000506 (Co)(Ti)]

où Cr, Ni, Co, Fe, Mo, W, V, Nb, Ta, Ti et C correspondent à la concentration de chacun de ces éléments dans l'alliage, exprimée en pourcentage en masse. (Le facteur 27,68 en tête de l'expression de D_2 résulte de la conversion en g/cm^3 de l'expression de D_2 donnée par Hull en lb/in^3).

La valeur estimée de la masse volumique de l'alliage est donc donnée par : **$D = D_1 + D_2$**

Après élaboration, les masses volumiques sont déterminées par mesure géométrique sur les ébauches écroûtées des éprouvettes d'essais mécaniques ainsi que par technique d'immersion dans le xylène (double pesée sur balance de Mohr) à température ambiante sur des échantillons écroûtés et polis dont le volume apparent varie entre 0,5 et 0,9 cm^3.

Afin de comparer les différents alliages expérimentaux, on utilise une valeur moyennée de ces différentes estimations (cf. 5.2.1).

2.2.1.2 Fraction de phase γ'

On trouve dans la littérature plusieurs formules donnant la fraction volumique de γ' en fonction de la composition globale du superalliage.

- Sur la base de données portant sur environ 30 alliages, **Paintendre [1986]** établit par régression linéaire multiple que la fraction volumique de γ', $F_V(\gamma')$, s'écrit :

$$\mathbf{F_V(\gamma')\ (\%) = 5{,}5 - 0{,}63\ Cr + 3{,}5\ Al + 4{,}3\ Ti + 4{,}9\ [Nb + (Ta + Hf)]}$$

  où Cr, Al, Ti, Nb, Ta et Hf représentent les concentrations atomiques de chacun de ces éléments dans la composition globale de l'alliage.

- **Yukawa *et al.* [1986]** utilisent le paramètre $\overline{Md}_t$ (cf. 2.2.1.3), dont la valeur est calculée à partir de la composition globale de l'alliage, pour exprimer la fraction volumique de γ' sous la forme :

$$\mathbf{F_V(\gamma')\ (\%) = 255\ \overline{Md}_t - 187}$$

  La validité de cette équation semble cependant se limiter à une gamme étroite d'alliages expérimentaux de compositions assez éloignées de celles que nous envisageons.

On trouve dans d'autres études **[Krueger, 1992b ; Locq, 2000]** des prédictions de fraction volumique ou de la fraction molaire de γ' en fonction de la composition de l'alliage sans que soit précisé le modèle utilisé.

Les deux formules citées précédemment ont été testées [**Nazé, 2000]** sur un certain nombre d'alliages pour lesquels des valeurs de fraction volumique de γ' avaient été mesurées expérimentalement. Il apparaît que les deux formules donnent des estimations relativement éloignées l'une de l'autre (écarts de 5 à 10 %) et que la différence entre les valeurs calculées et les valeurs expérimentales sont rarement inférieures à 5 %. Il s'avère donc difficile d'utiliser ces formules.

En conséquence, dans l'objectif d'être le plus cohérent possible dans nos calculs, nous avons utilisé les données fournies par **Krueger *et al.* [1992]** pour établir une expression de la fraction volumique de γ' en fonction de la composition globale de l'alliage. Ces données portent sur la série de 20 alliages expérimentaux étudiés dans le cadre du programme qui a abouti à la définition du René 88DT [**Krueger, 1990**] car ces alliages ont des compositions suffisamment proches de celles que nous proposons ici. La fraction molaire de γ' précisée pour chacune des compositions est une valeur "prédite", mais le modèle utilisé pour calculer ces valeurs n'est pas précisé. Nous avons donc déduit de ces données une expression de la fraction molaire de γ' - que nous pouvons raisonnablement assimiler à la fraction volumique étant donnés le faible écart paramétrique et la similitude des sites atomiques entre γ et γ' - en fonction des concentrations en Al, Ti et Nb qui sont les promoteurs essentiels du développement de la phase γ'. Cette expression permet de retrouver l'ensemble des valeurs prédites avec une précision acceptable et donne des valeurs calculées relativement proches des résultats expérimentaux pour le René 88DT et l'Astroloy. C'est donc cette expression que nous utilisons dans les calculs de la composition de la matrice γ utilisés pour l'évaluation de sa stabilité :

$$\mathbf{F\gamma' = 7{,}8 + 3{,}5Al + 2{,}92Ti + 4{,}38\ (Nb + Ta)}$$

2.2.1.3 Stabilité au regard de la précipitation des phases fragilisantes

Des outils de prédiction des conditions de précipitation des phases σ et μ supposées fragilisantes (cf. 0) ont été développés depuis les années 60 afin d'optimiser les compositions des superalliages.

➢ Le premier outil développé concernait uniquement la précipitation de la phase σ. L'outil PHACOMP **[Boesch, 1964 ; Woodyatt, 1966]** est basé sur le principe que plus les couches électroniques externes d'un composé sont remplies, plus le composé est stable. Les auteurs partent du principe que la phase γ' et les carbures et borures précipitent avant la phase σ et qu'en conséquence, la propension de l'alliage à développer la phase σ dépend de la composition de la matrice "résiduelle". Un paramètre moyen $\bar{N}v$ rendant compte de la vacance électronique du superalliage en fonction de la composition de la matrice est alors calculé :

$$\bar{N}v = \sum_{i=1}^{n} m_i (Nv)_i$$ avec m_i et $(Nv)_i$ la fraction atomique dans la matrice et la vacance électronique de l'élément i.

La stabilité de l'alliage est assurée pour un paramètre calculé Nv inférieur à une valeur critique.
Les auteurs effectuent ce calcul pour une dizaine de superalliages connus alors. Ils constatent que les alliages considérés sont exempts de phase σ pour un paramètre inférieur à 2,52. La méthode est un peu lourde puisqu'il s'agit de considérer pour chaque alliage la composition de la matrice mais elle a permis de mieux contrôler les nouvelles compositions de superalliages jusqu'au début des années 80.
La multiplication des données a conduit à la remise en question de cet outil de prédiction. En effet, il ne permet pas de prédire l'occurrence de la phase μ, son application aux superalliages riches en cobalt et en fer n'est pas satisfaisante et des erreurs ont été relevées sur des superalliages base nickel**.**

➢ Un nouvel outil, NEWPHACOMP, basé sur la structure électronique des alliages, a alors été proposé par Morinaga **[Morinaga, 1984]**. La plupart des éléments d'alliage sont des métaux de transition caractérisés par des électrons non appariés sur l'orbitale d. Morinaga calcule le paramètre Md, rendant compte de la propension de l'alliage à former des phases TCP lors de vieillissement à haute température. Il correspond au niveau moyen d'énergie des orbitales d des éléments d'alliages et il considère que plus cette énergie moyenne sera grande, plus l'alliage sera instable au regard de la précipitation des phases TCP, σ et μ. Ce paramètre se définit de façon analogue au Nv :

$$\bar{M}d = \sum_{i=1}^{n} X_i (Md)_i$$ avec Xi et $(Md)_i$ la fraction atomique dans la matrice et l'énergie du niveau d (eV) de l'élément i.

Le niveau d'énergie des orbitales d pour chacun des éléments d'alliage a été déterminé par Morinaga. Les valeurs correspondantes sont données dans le *tableau 6*.

$\overline{Md_\gamma}$ est calculé sur la composition de la matrice γ du superalliage. C'est en effet dans la matrice, que les éléments promoteurs des phases TCP (Cr, Mo, W) après précipitation de la phase γ' sont susceptibles de précipiter ces phases. Selon les auteurs, un alliage de composition donnée présente une tendance d'autant plus marquée à précipiter des phases TCP que le $\overline{Md}$ calculé pour cette composition dépasse une valeur critique. Dans notre étude, nous avons utilisé le critère de stabilité structurale suivant : $\overline{Md_\gamma} \leq 0,92$.

Pour calculer le $\overline{Md}$ de chaque nuance expérimentale, il faut déterminer la fraction atomique de chaque élément dans la matrice. En effet, comme pour Nv, on part du principe que les phases TCP se forment après la phase γ', dans la matrice. La composition de la matrice se déduit de la composition globale de l'alliage décrite par les fractions atomiques Xi de chaque élément, de la fraction volumique F de la phase γ' et des coefficients de partition Hi de chaque élément entre la matrice γ et la phase γ' :

$Xi = (1-F)Xi_\gamma + FXi_{\gamma'}$ et $\frac{Xi\gamma'}{Xi\gamma} = Hi$ avec $Xi\gamma$ et $Xi\gamma'$, les fractions atomiques de l'élément i respectives dans γ et γ'.

Element		Md level,eV	Element		Md level,eV
	Ti	2.271		Zr	2.944
	V	1.543	4d	Nb	2.117
	Cr	1.142		Mo	1.550
	Mn	0.957		Hf	3.020
3d	Fe	0.858	5d	Ta	2.224
	Co	0.777		W	1.655
	Ni	0.717		Re	1.267
	Cu	0.615		Al	1.900
				Si	1.900

Tableau 6 : Valeurs des Md en eV pour différents éléments de transition. [Morinaga, 1984]

ELEMENT	γ'/γ at (Wlodek)	γ'/γ (Duquenne)
Ni	1,415	1,280
Cr	0,091	0,133
Co	0,280	0,345
Mo	0,190	0,314
W	0,808	0,833
Al	5,442	4,060
Ti	12,244	10,310
Nb	5,079	20
Ta	7 *(valeur AM1)*	
Hf	100	20
	René 88	alliages NR

Tableau 7 : Coefficients de partition Hi entre γ et γ' déterminés par le CDM à partir des compositions données par Wlodek sur le René 88 [Wlodek, 1996] et estimés par Duquenne sur les alliages NR. [Duquenne, 1998].

L'ONERA et le CDM ont procédé indépendamment au calcul du paramètre Md des alliages expérimentaux. D'une part, les fractions volumiques de la phase γ' ont été estimées de manière différente, les différences variant entre 0,23% et 8,64% en fonction des alliages considérés. D'autre part, le CDM a estimé des coefficients de partition sur la base des compositions de la matrice et des précipités γ', déterminées sur le René 88 par **Wlodek [1996]** tandis que l'ONERA a utilisé les valeurs déterminées par Duquenne sur les alliages NR (*Tableau 7*) **[Duquenne, 1998]**.

Ce paramètre est utilisé à titre indicatif lors de la conception des compositions des alliages mais ne constitue en rien un outil de prédiction totalement sûr. En effet, la validité de cet outil a été vérifiée sur des systèmes ternaires et non sur des systèmes complexes que sont les superalliages à base de nickel, comprenant plus de dix éléments d'alliage. La vérification microstructurale est donc faite systématiquement **après essai de vieillissement de 500h à 750°C.**

Par exemple, les calculs du CDM conduisent aux valeurs de Md suivantes pour les deux alliages de référence, le N18 et le René 88 :

René 88	**0,935 eV**
N18	**0,934 eV**

Ces valeurs montrent bien que l'outil Md ne peut constituer qu'une indication de tendance à la précipitation de phase TCP. En effet, si l'on se réfère au critère de stabilité choisi (0,92) on devrait observer des phases TCP dans les deux alliages.

Or, si cette précipitation est bien avérée dans le N18 **[Guédou, 1992]**, il n'en est pas de même pour le René 88 : dans cet alliage, la phase σ n'est pas observée et la phase μ précipite pour des conditions sévères de vieillissement ; Wlodek observe cette phase après 6300 heures à 760°C sous une contrainte de 276 MPa **[Wlodek, 1996].**
Des essais de vieillissement effectués à 750°C pendant 500h sur les alliages de référence N18-ET et 88-ET (élaborés de la même manière que les alliages expérimentaux) après un traitement subsolvus ont confirmé ces observations : on observe en effet une précipitation fortement intergranulaire de phases TCP dans l'alliage N18-ET **(***Figure 72*) tandis que l'alliage 88-ET (*Figure 73*) en est exempt.

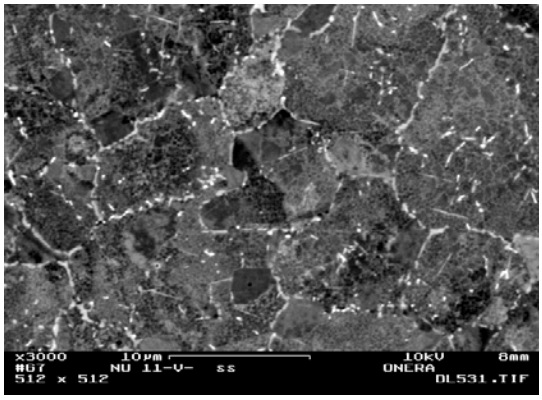


Figure 72 : Micrographie MEB de l'alliage N18-ET traité subsolvus et vieilli à 750°C pendant 500h. (photo ONERA).

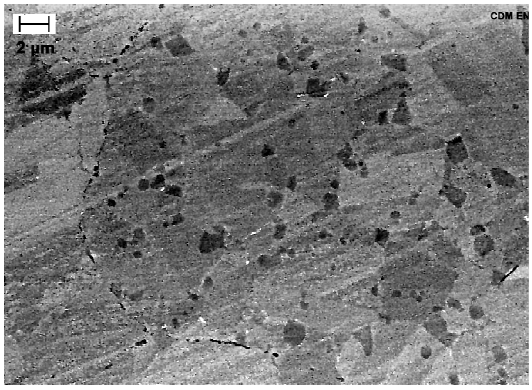


Figure 73 : Micrographie MEB de l'alliage 88-ET traité subsolvus et vieilli à 750°C pendant 500h.

2.2.1.4 Température de solvus

La maîtrise des températures d'élaboration (températures de compaction, de filage et de forgeage) et de traitement thermique nécessite la connaissance de la température de solvus de la phase γ'. Une fois les compositions proposées, une première estimation de la température de solvus peut être faite grâce la formule établie par **Paintendre [1986]** :

$$Ts = 1005 - 2{,}5Co - 5{,}3Cr + 9Mo + 14W + 13{,}3Al + 26{,}1Ti + 12{,}7Nb$$

où Ts est exprimée en C et Co, Cr, Mo, W, Al, Ti, Nb sont les concentrations atomiques de chacun des éléments dans la composition globale de l'alliage.

Toutefois, cette seule estimation ne peut suffire à déterminer notamment la température de l'élaboration. C'est pourquoi une analyse des températures caractéristiques par Analyse Thermique Différentielle (ATD) est réalisée sur les poudres après leur obtention par électrode tournante puis sur des échantillons d'alliage après filage. En effet, cette technique permet de déterminer les températures caractéristiques des transformations de phase se produisant dans l'alliage : température de solvus, mais également températures de solidus et de liquidus.

L'ONERA utilise une autre formule d'estimation (d'après **[Vasseur, 1993]**) **:**

$$Ts = 9{,}393Ni + 9{,}609C + 7{,}107Co + 6{,}218Cr + 13{,}972Mo + 26{,}854W + 27{,}971Al + 34Ti + 22{,}5Nb + 39{,}35Ta + 16{,}536Hf$$

Le choix de la température de solvus utilisée pour définir les températures de filage et de remise en solution sera explicité dans le chapitre 5 (cf. 5.2.1).

2.2.2 Critères de définition des compositions expérimentales

Dans le cadre de l'étude exploratoire commandée par Snecma, il s'est agi pour le CDM en partenariat avec l'ONERA de proposer de nouvelles compositions de superalliages base nickel élaborés par métallurgie des poudres (atomisation argon, extrusion à chaud, forgeage isotherme vers 1100°C et traitements thermiques) permettant d'améliorer notablement les propriétés mécaniques du N18 mis au point dans les années 80 **[Ducrocq, 1988],** actuellement utilisé pour les disques de turbine des moteurs M88 équipant les avions Rafale. Le N18 **[Ducrocq, 1992],** alliage grain fin, utilisé pour la fabrication des disques du moteur M88 (Snecma) équipant le Rafale et le René 88 DT **[Krueger, 1990],** alliage grain "moyen" utilisé pour la fabrication des disques du moteur GE90 (General Electric) équipant les Boeing 777 **[Raisson, 2008]** sont pris comme alliages de référence.

2.2.2.1 Spécifications industrielles

Comme il l'a été indiqué dans l'introduction, cette étude s'inscrit dans le cadre d'un programme de développement d'alliages pour disques MdP qui correspond au poste 3 de la seconde partie du programme "PROMÉTHÉE" (**Pro**cédés de fabrication et **m**at**é**riaux à **t**rès **h**aute temp**é**ratur**e** pour un corps haute pression). Ce programme de recherche a requis la collaboration entre le Centre des Matériaux de l'EMP-ARMINES et le Département Matériaux Métalliques et Procédés (DMMP) de l'ONERA.
Il s'agit, selon les objectifs définis par Snecma, de proposer de nouvelles compositions d'alliages base nickel MdP dont la résistance mécanique serait au moins égale à celle des alliages actuels mais présentant un écart plastique plus important, une stabilité structurale à long terme plus marquée et une fenêtre de remise en solution plus large.

Les objectifs de ce programme sont déduits des spécifications retenues pour le matériau pour disques sur "AMET" (Advanced Military Engine Technology, ou Acquisition de Technologies pour moteur militaire). Afin de concrétiser ces spécifications, celles-ci ont été comparées aux performances du N18. Comme il l'a été dit précédemment, il s'est alors agi de tenter d'obtenir un alliage présentant :

- des caractéristiques en traction et en fatigue jusqu'à 650°C au moins équivalentes à celles du N18-GF (grain fin),
- un écart plastique plus important que celui du N18 (1100MPa – 1400MPa à 650°C),
- une vitesse de propagation de fissure en fatigue à 650°C et une tenue en fluage jusqu'à cette température, comparables à celles du N18,
- une stabilité chimique plus élevée que celle du N18 de façon à éviter la formation de phases "TCP" lors de vieillissements de longue durée à 650°C,
- une fenêtre de remise en solution de la phase γ' plus importante, de façon à faciliter l'obtention de gros grains par traitement supersolvus ; ceci dans l'éventualité d'une utilisation au-dessus de 650°C sans détérioration de la tenue en fluage,
- une masse volumique située vers 8,2 à 8,3 kg/dm^3 de façon à conserver de bonnes caractéristiques spécifiques.

Un des objectifs déterminé par le cahier des charges proposé par SNECMA est l'augmentation de la fenêtre de remise en solution (FRS) de l'alliage afin de s'affranchir des problèmes inhérents à une fenêtre trop étroite (brûlures par exemple) et de permettre différents traitements thermiques en fonction des propriétés visées. En général, on conçoit composition et traitement thermique de concert. Un des freins actuels du N18 est sa très faible FRS. L'idée ici est de viser une relative souplesse de possibilités en permettant les deux types de traitements thermiques, subsolvus et supersolvus. Pour ce faire, la première chose est d'obtenir une fenêtre de remise en solution confortable afin de procéder facilement à (presque !) tout type de traitement thermique.

2.2.2.2 Historique

A partir des spécifications définies par Snecma, l'ONERA et le CDM ont travaillé en amont à une approche complémentaire afin d'aboutir au résultat le plus approfondi possible considérant la faible quantité de matériau qu'il était réalisable (matériellement et financièrement) d'élaborer dans le cadre d'une étude exploratoire. L'étude commune s'est déroulée en deux grandes phases.

Dans un premier temps, l'ONERA, riche d'une étude bibliographique engagée depuis 1992 et de résultats propres à leur laboratoire, se concentrait d'abord sur une procédure itérative de l'influence des éléments d'alliage. Le CDM, fort d'une expérience ayant conduit au développement du N18 **[Le Strat, 1989 ; Paintendre, 1986a ; Ducrocq, 1992]** visait, dès la première phase de l'étude, deux compositions originales : **MP1 et MP3** (MP pour Mines de Paris).

A l'origine, trois compositions MP ont été discutées, deux compositions « optimisées », MP1 et MP2 et la composition MP3 destinée à vérifier la limite de la concentration en Ti en deçà de laquelle la phase γ' reste stable. Les résultats concernant l'alliage MP3 ont déjà été présentés (cf. 2.1.4.2).

Dans un second temps, après mise en commun des résultats, une deuxième campagne permettait aux deux laboratoires de proposer des compositions **AD** (pour Alliages pour Disque) optimisées dont 3 au CDM.

- L'étude au CDM s'est donc déroulée en plusieurs étapes :

  - Proposition de deux nouvelles compositions, dénommées MP1 et MP3, avec objectif d'améliorer le N18 à partir des données connues sur les superalliages, notamment celles concernant l'influence des éléments chimiques sur les propriétés microstructurales et mécaniques,
  - Etude (microstructurale et mécanique) de ces 2 nuances, de la nuance de référence 88-ET et de l'alliage de référence 88-AA,
  - Analyse et comparaison des résultats obtenus avec ceux de l'ONERA pour affiner les compositions finales,
  - Proposition de trois nouvelles compositions : AD5, AD7 et AD8 (AD pour Alliage pour Disque),
  - Etude (microstructurale et mécanique) de ces 3 nuances.

- L'étude menée à l'ONERA se déroule en parallèle de manière complémentaire :

  - Proposition de 11 compositions dénommées NU :

    - une « proto-nuance » (NU1), qui est la référence de base de l'étude, sa composition découlant de celle du N18 avec une fraction de phase γ' diminuée (41% contre 58%) mais exempte des substitutions du Mo par le W, du Ti par le Nb ou le Ta,
    - 9 compositions définies par une incrémentation de substitution d'un élément par un autre de 0,5 à 1,5% par pas de 0,5%, étude de 3 substitutions Mo/W, Ti/Ta, Ti/Nb (NU2 à NU10),
    - une nuance supplémentaire (NU13) exempte de cobalt afin d'étudier l'effet de cet élément sur les propriétés en fluage notamment.

  - Elaboration de l'ensemble des alliages NU et MP,
  - Etude (microstructurale et mécanique) des nuances NU1 à NU10 et NU13 ainsi que la nuance de référence N18-ET (dénommée initialement NU11, la nuance de référence 88-ET, étudiée par le CDM, est dénommée initialement NU12),
  - Analyse et comparaison des résultats obtenus avec ceux du CDM pour proposer 5 nuances à composition optimisée,
  - Etude (microstructurale et mécanique) de ces 5 nuances.

Enfin, l'analyse complète des résultats obtenus par chacun sur l'ensemble des deux phases de l'étude, permettait à Snecma de choisir deux compositions pour étude préindustrielle, l'une provenant des conclusions du CDM, la seconde de celles de l'ONERA.

2.2.2.3 Compositions choisies

2.2.2.3.1 Phase 1 : MP1 et MP3

L'étude est lancée courant 2000. L'équipe du CDM réfléchit alors à plusieurs compositions répondant aux spécifications définies dans le cahier des charges, en tenant compte des connaissances acquises – expérience du développement du N18, bibliographie - notamment sur l'influence des éléments chimiques sur les propriétés mécaniques (cf. 2.1). Les compositions sont pensées de manière à :

- **Diminuer la fraction de phase γ' par rapport au N18 en diminuant le total des concentrations en aluminium, titane, niobium et tantale**

L'un des objectifs visés est d'obtenir un alliage dont la tolérance au dommage est meilleure que celle du N18. L'alliage qui fait référence sur ce point est actuellement le René 88 DT ("Damage Tolerant") dont les bonnes performances en fatigue oligocyclique à 650°C sont attribuées à une taille de grain relativement grande (> 15 µm) atténuant les risques d'amorçage sur particule céramique et à une fraction volumique de γ' de valeur intermédiaire (de l'ordre de 40 à 43 %) **[Krueger, 1992b ; Wlodek, 1996]** qui permet une meilleure relaxation de contrainte en tête de fissure ainsi qu'une température de solvus suffisamment basse pour obtenir une large fenêtre de remise en solution. Une fraction volumique de γ' réduite par rapport à celle d'un alliage tel que le N18 semble d'ailleurs nécessaire pour limiter les risques de formation de criques lors d'une trempe après un traitement supersolvus dont l'objectif serait une taille de grain élevée.

Une fraction volumique de γ' comprise entre **38 et 48 %** a donc été choisie comme l'un des critères sélectifs dans la détermination des compositions. La morphologie des γ' secondaires – liée également à la valeur du misfit γ-γ' – devrait alors être sphéroïdale plutôt que cuboïdale comme dans le N18. On s'attend à une limite d'élasticité légèrement réduite par rapport à celle du N18. Par ailleurs, un durcissement par écrouissage de la matrice plus important se traduirait par une augmentation de l'écart plastique.

- **Renforcer le durcissement de la phase γ' en augmentant le rapport** $\frac{Ti + Nb + Ta}{Al}$

De manière à atteindre, malgré une fraction volumique de γ' relativement faible, des caractéristiques mécaniques en traction et en fluage suffisantes, on a cherché à augmenter la résistance au franchissement des γ' en augmentant la contrainte de cisaillement de la phase γ' et le misfit γ-γ'. On propose pour cela différentes proportions relatives des éléments Al, Ti et Nb avec, en comparaison avec le N18, une augmentation des teneurs en Ti et Nb par rapport à celle de Al. On fixe, en fait, la teneur en Nb à 1 at.%, limite au-dessus de laquelle cet élément peut avoir un effet défavorable sur la vitesse de propagation des fissures. La limite supérieure du rapport (Ti+Nb)/Al au-delà de laquelle la phase γ' devient métastable et la phase η-Ni_3Ti, de structure hexagonale $D0_{24,}$ précipite, est mal définie mais, comme nous l'avons vu, elle se situerait entre 1 et 2 en fonction de la concentration en certains autres éléments d'alliage tels que Fe, W, C, B, Si **[Bouse, 1996].** Le tungstène, présent dans nos alliages, élargit le domaine de stabilité de γ' et nous avons alors décidé de porter ce rapport (Ti+Nb)/Al jusqu'à 1,7 dans l'alliage MP3 afin de sonder la valeur limite dans cette famille d'alliages et de le limiter à moins de 1,1 pour l'alliage MP1.

- **Renforcer le durcissement de la solution solide en introduisant du tungstène en substitution du molybdène**

Le durcissement de solution solide de la matrice γ est accentué par la substitution d'une partie du Mo par du W. Les compositions proposées maintiennent la somme des teneurs atomiques en Mo et W entre 3,75 et 4 at.%. On notera que le W participe plus facilement à la composition de la phase γ' que le Mo et la part de W qui passe dans cette phase contribue à son durcissement de solution solide.

- **Maintenir une concentration en cobalt**

On maintient une teneur en Co à 15 at.% qui permet d'obtenir une énergie de défaut d'empilement suffisamment basse pour contribuer à la résistance en fluage en évitant la généralisation de la déformation par défauts plans à 650°C. De plus, la température de solvus de la phase γ' s'abaisse avec l'augmentation de la teneur en Co, ce qui élargit la fenêtre de traitement thermique de remise en solution.

- **Optimiser les concentrations en éléments mineurs (carbone, bore, hafnium) pour optimiser le renforcement des joints de grain**

La teneur en carbone a été fixée à 0,120 at.% (1200 ppm atomique) afin de créer une dispersion suffisante de carbures pour permettre à la fois d'ancrer les joints de grain et d'homogénéiser la déformation plastique. La précipitation de carbures primaires à la surface des grains de poudre lors de la pulvérisation par électrode tournante, produit une décoration de ces joints ("ppb", prior particles boundaries) qui permet de limiter la croissance de grain dans le cas d'un traitement supersolvus.

La teneur en bore a été fixée à 0,180 % en masse (0,095 at.%, 950 ppm atomique). Le bore est un élément renforçant les joints de grains. Sa concentration dans les joints augmentera avec la taille de grain et les borures qui pourront précipiter participeront à l'ancrage des joints de grain et empêcheront le grossissement exagéré des grains. Cependant, on notera que le bore tend à abaisser la température de solidus de l'alliage et, ainsi, à diminuer la fenêtre de remise en solution des γ'.

La teneur en hafnium a été fixée à 0,1 at.%. Le hafnium a une importante solubilité dans γ' et participe à son durcissement. C'est également un élément fortement carburigène qui réagit avec le carbone libéré par la décomposition des carbures primaires MC. Il précipite alors une seconde génération, stable, de HfC. D'une part, cette précipitation inhibe la formation de chapelets continus de carbures $M_{23}C_6$ et M_6C néfastes à la tenue en propagation de fissures et, d'autre part, ces précipités, fins et disséminés dans l'alliage, agissent comme un dispersoïde qui homogénéise la déformation **[Sims, 1987].** De plus, sa faible concentration permet de piéger l'oxygène tout en limitant les problèmes que peuvent causer les inclusions de HfO_2 **[Krueger, 1992].** Une teneur plus importante augmenterait les risques liés à une mauvaise distribution du Hf qui peut résulter de la pulvérisation en électrode tournante et qui se traduit lors d'un traitement de grossissement de grain par l'apparition de zones de brûlure riches en Hf (eutectiques Ni_3Hf à bas point de fusion).

Le faible nombre de compositions évaluées dans cette étude nous a amené à délaisser le zirconium qui a la réputation d'apporter de la ductilité en fluage mais dont l'effet en propagation de fissures semble néfaste.

- **Optimiser la teneur en chrome pour éviter la précipitation des phases TCP**

La teneur en chrome de l'alliage est calculée de manière à assurer une concentration en chrome de la matrice γ comprise entre 21 et 25 at.%. Le chrome joue, en effet, un rôle essentiel dans la résistance à l'oxydation à haute température.

Des concentrations en chrome trop importantes peuvent entraîner la précipitation, en présence de molybdène et de tungstène, de phases topologiquement compactes (TCP) telles que les phases μ et σ. La détermination de la teneur en chrome de l'alliage résulte de l'équilibre entre le critère de résistance à l'oxydation et le critère de stabilité structurale de l'alliage ($\overline{Md}$) (cf. 2.2.1.3). En termes de stabilité, le critère retenu dans l'étude est $\overline{Md}$ <0,92. La teneur en Cr de la matrice γ étant essentielle à la tenue en corrosion, elle doit être évaluée après calcul de la fraction volumique de γ' dont elle dépend directement.

Deux compositions, MP1 et MP3, sont finalement retenues. Nous avons vu plus haut (cf. 2.1.4.2) que la composition MP3 conduisait à la précipitation de plaquettes de phase η-Ni_3Ti, au détriment de la phase γ', conduisant à une baisse drastique de la ductilité en traction et fluage. Cette composition n'a donc pas été conservée dans les étapes ultérieures de l'étude.
Les compositions des alliages MP1 et MP3, des alliages NU étudiés à l'ONERA ainsi que celles des deux alliages de référence, N18 et René 88, sont présentées dans le Tableau *8*.

	N18-ET (NU11)	88-ET (NU12)	MP1	MP3	NU1	NU2	NU3	NU4	NU5	NU6	NU7	NU8	NU9	NU10	NU13
Ni	54,89	55,80	54,69	54,94	59,61	59,61	59,61	59,61	59,61	59,61	59,61	59,61	59,61	59,61	69,61
Cr	12	17,9	14	14	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15
Co	14,8	12,5	15	15	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	0
Mo	3,8	2,4	2,5	3	4	3,5	3	2,5	4	4	4	4	4	4	4
W	0	1,3	1,5	0,8	0	0,5	1	1,5	0	0	0	0	0	0	0
Al	9,1	4,8	6	4,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5
Ti	5,1	4,6	5	6,5	5,6	5,6	5,6	5,6	5,1	4,6	4,1	5,1	4,6	4,1	5,6
Nb	0	0,4	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0,5	1	1,5	0
Ta	0	0	0	0	0	0	0	0	0,5	1	1,5	0	0	0	0
Hf	0,1	0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
C	0,07	0,21	0,12	0,12	0,071	0,071	0,071	0,071	0,071	0,071	0,071	0,071	0,071	0,071	0,071
B	0,08	0,09	0,095	0,095	0,079	0,079	0,079	0,079	0,079	0,079	0,079	0,079	0,079	0,079	0,079
Zr	0,03	0,03	0	0	0,038	0,038	0,038	0,038	0,038	0,038	0,038	0,038	0,038	0,038	0,038

*Tableau **8** : Compositions visées (% at.) des alliages expérimentaux MP et NU.*

2.2.2.3.2 Phase 2 : AD5, AD7 et AD8

La première phase d'étude s'est achevée début 2003. Les résultats obtenus sur les alliages MP1 et MP3 ainsi que sur les alliages de l'ONERA nous ont permis de réfléchir, dans le cadre de la seconde phase de l'étude, à de nouvelles compositions. Trois compositions, AD5, AD7 et AD8, sont finalement sélectionnées par le CDM. L'alliage MP1 sert de référence. La dénomination est commune avec l'ONERA qui retient après réflexion cinq nouvelles compositions, AD10, AD12, AD17, AD18 et AD20.

Les critères choisis pour le choix des compositions de la seconde phase sont les suivants :

- Abaisser la densité de l'alliage en diminuant la somme des éléments W+Mo, en évitant le Ta ou en compensant son introduction par une baisse de l'élément lourd W,
- Baisser la concentration en Nb à 0,5 at%, une concentration supérieure ne semblant pas bénéfique aux propriétés mécaniques,
- Augmenter légèrement le taux d'Al et de Ti de manière à maintenir ou légèrement augmenter la fraction de phase γ' en tenant compte de la concentration en Ta,
- Avoir un rapport Ti/Al suffisamment faible pour éviter la précipitation de la phase η (Ni_3Ti) mais suffisamment élevé pour assurer le durcissement de la phase γ',
- Améliorer la stabilité microstructurale de l'alliage en diminuant légèrement la teneur en Cr sans nuire à la tenue à l'oxydation à haute température,
- Maintenir la teneur en Co à 15 at% pour garantir de bonnes propriétés en fluage ainsi qu'une fenêtre de remise en solution confortable.

La nuance AD5 est une version optimisée de la nuance MP1 :

- le taux de Cr a été légèrement baissé (14→13,5 at%),
- la somme Mo+W a diminué de 0,5% mais le rapport de substitution $\frac{Mo}{W}$ a été maintenu (0,6),
- le taux de Nb a été ramené à 0,5%,
- les concentrations en Al et Ti ont été légèrement augmentées afin d'élever légèrement la fraction de phase γ' tout en diminuant la densité.

Cette nuance ne contient pas de Ta. En effet, cet élément augmente fortement la densité et s'avère assez onéreux. Toutefois, son effet sur l'amélioration des propriétés en traction (augmentation de la résistance à la rupture) nous a conduit à introduire cet élément dans les nuances AD7 et AD8. Son pourcentage a été limité à 0,4% dans les deux alliages afin de limiter la hausse de la densité. On reste ainsi en deçà de la limite de 1at% en Ta au-delà de laquelle la tenue en fluage se dégrade. Afin de compenser la hausse de densité due à l'introduction de cet élément, le taux de W a été réduit dans l'alliage AD7. En revanche, afin de conserver l'effet favorable de plusieurs substitutions croisées, le taux de substitution W/Mo (0,6) de l'alliage AD8 (et de l'alliage AD5) est identique à celui de l'alliage MP1.

Les compositions des 3 alliages AD-CDM sont mises en regard des compositions MP et des compositions des deux alliages de référence dans le Tableau *9*. Y figurent également les rapports caractéristiques pour chacun des alliages.

%at.	N18-ET	R88-ET	MP3	MP1	AD5	AD7	AD8
Ni	54,89	55,80	54,94	54,69	55,19	56,39	56,09
Cr	12,02	17,85	14	14	13,5	13	13
Co	14,84	12,50	15	15	15	15	15
Mo	3,78	2,42	**3**	2,5	2,2	2,2	***2***
W	0	1,26	***0,8***	**1,5**	1,3	***0,8***	1,2
Al	9,06	4,79	***4,5***	6	6,3	6,3	6
Ti	5,09	4,61	**6,5**	5	5,7	5	5,5
Nb	0	0,44	**1**	**1**	0,5	0,6	0,5
Ta	0	0	0	0	0	**0,4**	**0,4**
Hf	0,14	0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
C	0,07	0,210	0,120	0,120	0,12	0,12	0,12
B	0,08	0,090	0,095	0,095	0,095	0,095	0,095
Zr	0,03	0,030	0	0	0	0	0
Ti+Al+Nb+Ta	14,15	9,84	12	12	12,5	12,3	12,4
Ti+Nb+Ta	5,09	5,05	7,50	6	6,2	6,0	6,4
(Ti+Nb+Ta)/Al	0,56	1,05	1,67	1	0,98	0,95	1,07
Ti/Al	0,56	0,96	1,44	0,83	0,90	0,79	0,92
Nb/Al	0	0,09	0,22	0,17	0,08	0,10	0,08
Ta/Al	0	0	0	0	0	0,06	0,07
Nb/Ti	0	0,10	0,15	0,20	0,08	0,10	0,08
Ta/Ti	0	0	0	0	0	0,08	0,07
Mo+W	3,78	3,68	3,75	4	3,50	3,00	3,20
W/Mo	0	0,52	0,25	0,60	0,59	0,36	0,60

Tableau 9 : Compositions visées (% at.) et rapports caractéristiques des alliages MP, AD et des alliages de référence N18 et René 88.

CHAPITRE 3

3 DEROULEMENT ET VALIDATION DE L'ETUDE

3 DEROULEMENT ET VALIDATION DE L'ETUDE 71

3.1 L'étude 73
3.1.1 Programme d'étude 73
3.1.2 Observations et essais réalisés 75
3.1.2.1 Caractérisation physique et métallurgique 75
3.1.2.2 Caractérisation microstructurale 75
3.1.2.3 Caractérisation mécanique 76

3.2 Élaboration : des poudres jusqu'aux éprouvettes 78
3.2.1 Elaboration des poudres 79
3.2.2 Densification des poudres 79

3.3 Validation de l'étude expérimentale 83
3.3.1 Les alliages de référence de l'étude 83
3.3.1.1 Le N18 83
3.3.1.2 Le René 88 85
3.3.2 Caractérisation microstructurale 87
3.3.2.1 Microstructure initiale 87
3.3.2.2 Microstructure après traitement thermique 92
3.3.2.2.1 Traitement thermique subsolvus 93
3.3.2.2.2 Traitement thermique supersolvus 96
3.3.2.2.3 Conclusion de la caractérisation microstructurale 98
3.3.3 Caractérisation mécanique 99
3.3.3.1 Traction 99
3.3.3.2 Fluage 102
3.3.3.2.1 Après un traitement subsolvus 102
3.3.3.2.2 Après un traitement supersolvus 104
3.3.3.2.3 Conclusion de la caractérisation mécanique 105

Dans le premier paragraphe, le déroulement de l'étude et le programme de caractérisation des alliages correspondant aux nouvelles compositions sont présentés.

Nous décrivons dans le second paragraphe le procédé utilisé pour élaborer les nuances expérimentales. En effet, le caractère exploratoire de l'étude ne permet pas une élaboration de type industriel.

Dans le troisième paragraphe, nous cherchons à valider les paramètres d'élaboration : ces conditions expérimentales permettent-elles d'aboutir à des résultats représentatifs en termes de microstructures et de données mécaniques ? Pour ce faire, nous nous intéressons particulièrement à la comparaison des résultats obtenus sur les deux alliages de même composition : l'alliage 88-ET d'une part, élaboré selon le protocole expérimental, et l'alliage 88-AA d'autre part, élaboré selon le protocole industriel par Snecma. Dans une moindre mesure, les résultats à notre disposition étant plus parcellaires, nous étudions également les alliages N18-ET et N18-AA.

3.1 L’étude

3.1.1 Programme d’étude

L'étude pour Snecma porte sur vingt et une nuances expérimentales au total.

Le mode d'élaboration est identique pour tous les alliages expérimentaux : obtention des poudres par pulvérisation par électrode tournante, tamisage entre 63 et 200 µm µm, mise en conteneur inox sous vide et densification par filage subsolvus. Les différentes étapes, toutes réalisées à l’ONERA, sont présentées dans le paragraphe 3.2.

Un traitement thermique dit "subsolvus" est commun à l'ensemble des nuances expérimentales et aux alliages de référence, élaborés dans les mêmes conditions que les alliages expérimentaux : N18-ET et 88-ET (respectivement de composition identique à celles des alliages N18 et René 88). Un traitement thermique dit "supersolvus" est appliqué aux nuances étudiées par le CDM, pour comparaison avec le René 88 en vue d'un développement d'un alliage HT.

Le traitement thermique "subsolvus" de l'ensemble des ébauches écroûtées est réalisé à l'ONERA. Le traitement thermique "supersolvus" est réalisé à la SNECMA en coordination avec le CDM.
L'usinage des éprouvettes de traction et de fluage est effectué par chacun des deux laboratoires. Les éprouvettes de propagation de fissure sont usinées par Snecma.

Chacun des partenaires est chargé de caractériser les nuances qu'il a proposées en suivant un plan de caractérisation commun (*Tableau 10)* : caractérisation microstructurale, caractérisation mécanique en traction et fluage. L'étude de l'alliage de référence N18-ET est effectuée par l'ONERA qui se concentre sur le développement d’un alliage HR (« Haute Résistance » - en traction et fatigue -), celle du 88-ET par le CDM, qui se concentre sur le développement d’un alliage HT (« Haute Température » - en fluage -). Le CDM caractérise en outre ses nuances expérimentales (dénomination MP lors de la première phase et dénomination AD-CDM lors de la seconde phase) ainsi que l'alliage de référence 88-ET après traitement thermique "supersolvus".
La caractérisation comprend d'une part une étude microstructurale poussée (MO, MEB, MET) depuis l'état brut d'élaboration jusqu'après la rupture de chaque essai destructif en passant par toutes les étapes intermédiaires du traitement thermique. Elle comprend d'autre part une étude mécanique « sommaire » : traction, fluage pour toutes les nuances.
Des essais de propagation de fissure sont réalisés à la Snecma sur les alliages présentant de bonnes propriétés physiques et mécaniques en traction et fluage.

L'étude est menée en deux temps :

1- Caractérisation (physique, microstructurale et mécanique) des 13 nuances expérimentales : les 11 nuances proposées par l'ONERA (dénomination NU lors de la première phase) permettant la meilleure compréhension du rôle de la substitution d'éléments d'alliage (Mo/W, Ti/Ta, Ti/Nb), les 2 nuances (MP) proposées par le CDM permettant un étalonnage pour la deuxième partie puisqu'il s'agit de compositions « optimisées »,

2- Définition de 8 nouvelles compositions en tenant compte des résultats de la première phase, élaboration et caractérisation des 8 nuances expérimentales AD correspondantes (5 AD-ONERA + 3 AD-CDM).

<table>
<tr><th></th><th>Caractérisation microstructurale</th><th>Caractérisation mécanique</th></tr>
<tr><td>Phase 1</td><td rowspan="2">-contrôle de la densification : microstructure "post-filage"

microstructure de l'état standard (après traitement thermique)

microstructure après vieillissement à 750°C/500h</td><td><u>TRACTION</u>
Vitesse : 2 mm/min
Températures : 20°C, 650°C
+ 700°C pour nuances CDM (MP1 et MP3)

<u>FLUAGE</u>
700°C/550 MPa</td></tr>
<tr><td>Phase 2</td><td><u>TRACTION</u>
Vitesse : 2 mm/min
Températures : 20°C, 650°C, 700°C

<u>FLUAGE</u>
700°C/650 MPa

<u>PROPAGATION DE FISSURE</u> à 650°C, cycle "10- 300- 10"</td></tr>
</table>

Tableau 10 : Programme commun de caractérisation ONERA/CDM.

3.1.2 Observations et essais réalisés

3.1.2.1 Caractérisation physique et métallurgique

- **Estimation de la densité** : à l'aide de la formule de Hull **[Hull, 1969],** calcul géométrique sur ébauche écroûtée, estimation par immersion dans le xylène à température ambiante.

- **Estimation de la fraction de phase γ'** (cf. 2.2.1.2) :
  - Formule de **Paintendre [1986a] :**

$$\mathbf{F_V(\gamma')\ (\%) = 5{,}5 - 0{,}63\ Cr + 3{,}5\ Al + 4{,}3\ Ti + 4{,}9\ [Nb + (Ta + Hf)]}$$

où Cr, Al, Ti, Nb, Ta et Hf représentent les concentrations atomiques de chacun de ces éléments dans la composition globale de l'alliage.

  - Formule du CDM :

$$\mathbf{F\gamma' = 7{,}8 + 3{,}5Al + 2{,}92Ti + 4{,}38(Nb + Ta)}$$

où Al, Ti, Nb et Ta représentent les concentrations atomiques de chacun de ces éléments dans la composition globale de l'alliage.

- **Estimation de la stabilité au regard des phases TCP** : utilisation du paramètre Md développé par Morinaga & al **[Morinaga, 1984 ; Yukawa, 1986]** qui correspond au niveau d'énergie moyen des orbitales d des métaux de transition dans l'état allié.

$\bar{M}d = \sum_{i=1}^{n} Xi(Md)i$ avec Xi et $(Md)_i$ la fraction atomique dans la matrice et l'énergie du niveau d (eV) de l'élément i.

Les outils utilisés ont été présentés de manière argumentée dans le chapitre 2 (cf. 2.2.1).

3.1.2.2 Caractérisation microstructurale

- Vérification de la qualité de densification des alliages expérimentaux au Microscope Optique,
- Estimation de la taille de grain : réalisation de clichés en MEB (microscope Zeiss Leo1430 et Gemini),
- Estimation de la taille et de la forme des précipités γ' secondaires et tertiaires : réalisation de clichés en MET (Philips EM430T),
- Evolution de la microstructure après chaque étape du traitement thermique (y compris vieillissement) : clichés MEB et MET.

On trouvera en Annexe A1 la méthode utilisée pour déterminer la taille de grain et la taille des précipités γ'.

3.1.2.3 Caractérisation mécanique

Les spécifications concernant le futur « N19 » sont regroupées dans le *Tableau 11*. Elles sont mises en regard des propriétés mécaniques en traction, fluage et fissuration issues de la bibliographie pour le N18 traité subsolvus (grain fin) et les alliages N18 et René88 traités supersolvus (gros grain)**.** Les spécifications sont ainsi déclinées pour l' « alliage N19 » selon que l'on souhaite un alliage grain fin (alliage N19 HR, Haute Résistance) ou un alliage gros grain (alliage N19 HT, Haute Température).

L'étude menée au CDM porte sur un nombre limité de nouvelles compositions mais sur deux traitements thermiques (subsolvus et supersolvus) tandis que l'étude menée à l'ONERA porte sur un plus grand nombre de compositions – afin d'étudier plus finement le rôle des substitutions d'éléments d'alliage – mais sur un seul traitement thermique (subsolvus).

Pour quantifier, nous disposons de deux barreaux filés par composition expérimentale soit 10 éprouvettes de déformation. Le CDM a décidé d'étudier l'influence de deux traitements thermiques différents soit 5 éprouvettes disponibles par traitement thermique. Ainsi, 3 essais de traction, 2 essais de fluage pour chacun des deux traitements thermiques étudiés ne permettent pas de doubler les essais ni d'avoir un panel d'essais très étoffé. Il s'est donc agi d'apporter un grand soin à la préparation des essais, aucun échec ne devant se produire et garder en tête que la comparaison des résultats des différentes nuances reste toute relative et que le choix ne peut se faire qu'après comparaison de l'ensemble des critères retenus dans le cahier des charges.

L'objectif des essais mécaniques est comparatif. Il s'agit de choisir une composition. Pour ce faire, des essais mécaniques « basiques » sont réalisés sur les différentes nuances expérimentales. C'est sur cette base, complétée par les caractéristiques physiques, que la ou les compositions les plus performantes seront choisies.

Le programme initial de caractérisation mécanique devait se faire uniquement sur les nuances traitées subsolvus en comparaison avec le N18, traité industriellement subsolvus. Il comprenait des essais de traction (20°C et 650°C, 1,7 10^{-3} s^{-1}), des essais de fluage à 650°C sous 750 MPa, des essais de fatigue à 650°C, 0,5 Hz, $R\varepsilon=0$, $\varepsilon=0,9$ triangle ou sinus, des essais de propagation de fissures à 650°C, cycle 10-300-10(s) **[Colin, 2001].**

Toutefois, étant donné le faible nombre d'éprouvettes et la difficulté à analyser les résultats sur poudres issues d'électrode tournante, SNECMA en accord avec CDM et ONERA décide de supprimer les essais de fatigue alors que les spécifications industrielles en fatigue étaient les plus ambitieuses. Il est noté que l'étude ne comprend aucun essai de fatigue et que le risque de choisir une nouvelle composition sans données de fatigue est totalement assumé par Snecma. Les conditions de caractérisation en traction et fluage ont été arrêtées en 2000 [**Snecma, 2000].**

			88 SUPER [1] sauf précision	N18 SUPER [7] sauf précision	SPECIF N19 HT	N18 SUB INDUS [7] sauf précision	SPECIF N19 HR
TRACTION							
20℃		**R0,2(MPa)**	1151	1075	**970**	1090	**1020**
		Rm (MPa)	1558	1485	**1480**	1633	**1530**
		EP (MPa)	*407*	*410*	***510***	*543*	**510**
		A%	21			25,9	
650℃		**R0,2**	1034	940	**925**	1045	**975**
		Rm	1510	1278	**1350**	1351	**1400**
		EP	*476*	*338*	***425***	*306*	**425**
		A%	20			24,2	
700℃		**R0,2**		928		1020	
		Rm		1170	**1300**	1222	**1200**
		EP		*242*			
		A%				21,3	
FLUAGE							
700℃	**550 MPa**	**t0,2 (h)**	812		**300**	100[5]	**50**
		tr (h)	5888			900[3]	
	650 MPa	**t0,2 (h)**	235		**80**	60[4]	**30**
		tr (h)	900			200[4]/400[3]	
	700 MPa	**t0,2 (h)**	95	100[5]	**45**	40[4]	**20**
		tr (h)	385	620[5]		120[4]/200[5]/ 280[3]	
	800 MPa	**t0,2 (h)**	27		**15**	20[4]	**15**
		tr (h)	86			50[4]/100[3]	
	900 MPa	**t0,2 (h)**	8		**6**		**6**
		tr (h)	20			30[4]	
FISSURATION							
650℃, R=0,05	**sinus 2Hz ΔK=22 MPaVm**	**m/cycle**	5E-07 (ΔK=25)	2E-07[6]	**2E-04 ΔK=20, R=0,5**	1,88E-07	**2E-04 ΔK=20, R=0,5**
	trapèze 10-300-10 s ΔK=35 MPaVm	**m/cycle**	2,5E-06 (1,5-90-1,5)[2]	1E-06 (R=0,1)[6]		2,34E-06	

[1] [Krueger, 1990], [2] [Krueger, 1992], [3] [Guédou, 1992], [4] [Ducrocq, 1988], [5] [Lautridou, 1994], [6] [Sansoz, 2000], [7] [Données Snecma].

Tableau 11 : Spécifications pour le nouveau superalliage dit "N19", orientations "Haute Température" et "Haute Résistance" [Snecma, 2004].

Les essais de traction doivent permettre de pouvoir comparer les limites d'élasticité ($R_{0,2}$) des alliages expérimentaux et les Rm quand cela est possible. Il est bien évidemment difficile de conclure de manière comparative sur les allongements à rupture du fait de l'hétérogénéité des microstructures inhérentes au mode d'élaboration, comme cela sera développé dans le paragraphe 3.3. Les essais sont réalisés à 20, 650 et 700°C à 1,7 10^{-3} s^{-1}.

Les conditions initiales de sollicitation en fluage ont été modifiées. En effet, les conditions de 650°C/750 MPa avaient été choisies pour permettre une comparaison des déformations plastiques atteintes au bout de 400h d'essai. Or, les essais réalisés selon ces paramètres par l'ONERA sur certaines nuances expérimentales ont fait apparaître des déformations trop faibles pour pouvoir discriminer les compositions. Il a donc été décidé d'élever la température de 50°C et de baisser la contrainte de 200 MPa. Les conditions d'essai sont donc : 700°C/550 MPa. Toutefois, les déformations observées étant encore trop faibles, notamment sur un alliage CDM, les conditions ont été de nouveau modifiées pour la seconde phase de l'étude pour laquelle les essais de fluage ont été réalisés à 700°C sous 650 MPa.

Les essais de propagation de fissure ont été menés sur des éprouvettes de type KBR. Snecma assure le traitement thermique des ébauches cylindriques, l'usinage des éprouvettes et réalise les essais. Deux types d'essais étaient initialement prévus à 650°C : un essai "cycle sinus" sans temps de maintien, à une fréquence de 0,5 Hz et un essai "trapèze 10-300-10" avec un temps de maintien de 300s. Du fait des retards d'approvisionnement, des difficultés à effectuer les traitements thermiques et l'usinage d'éprouvettes entaillées dans un délai très court, les conditions ont été modifiées et un essai double a été réalisé sur chacune des éprouvettes : à 650°C, l'essai commence par le "cycle sinus" puis, une fois la droite de Paris ($\frac{da}{dN} = C\Delta K^m$) atteinte, on poursuit par l'essai "trapèze 10-300-10" avec R=0.

Les schémas des éprouvettes utilisées pour les essais de traction, fluage et fissuration figurent en Annexe A2.

3.2 Élaboration : des poudres jusqu'aux éprouvettes

21 compositions expérimentales ainsi que deux compositions de référence, celles du N18 et du René 88, ont servi de base à l'élaboration des alliages expérimentaux et des alliages de référence, le N18 et le René 88. Dans la suite du propos, ces deux alliages de référence, élaborés selon la même voie que les alliages expérimentaux seront appelés N18-ET et 88-ET.

À ce stade de développement, la voie industrielle (par Atomisation Argon, AA) n'est pas retenue pour des raisons économiques. Les 23 alliages ont donc été élaborés de manière identique à l'ONERA.

3.2.1 Elaboration des poudres

La mise au point de nuances expérimentales d'alliages MdP nécessite l'utilisation du procédé de pulvérisation par électrode tournante ("E.T."). Le procédé industriel de pulvérisation en tour "A.A." ("Atomisation Argon") est en effet trop lourd pour être mis en œuvre à ce stade de l'étude.

L'ONERA réalise des coulées VIM (Vaccum Induction Melting), à partir des constituants chimiques purs ou pré-alliés (cf. Annexe A3). L'analyse chimique de la composition de chaque coulée est effectuée par spectrométrie d'absorption ICPAES (Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy). Pour l'ensemble des nuances (CDM, ONERA), la composition mesurée est proche de la composition nominale.

Deux lingots par nuance sont ensuite usinés sous forme de 2 électrodes adaptées au système de **pulvérisation par électrode tournante** (cf. Annexe A3).

On obtient alors deux lots de poudres d'une masse totale de 1,2 kg qui sont systématiquement mélangés pour compenser les différences éventuelles de composition entre les lingots d'une même nuance. Les poudres tamisées ont une granulométrie de 75 µm en moyenne(tamisage entre 63 et 200 µm). Les grains de poudre obtenus sont à peu près sphériques.

Une caractérisation en ATD (Analyse Thermique Différentielle) est ensuite effectuée par le CDM pour déterminer la température de solvus des γ' et l'intervalle de solidification de l'alliage (solidus et liquidus). L'estimation de la température de solvus de la phase γ' est déterminante pour la réalisation des barres filées et du traitement thermique.

3.2.2 Densification des poudres

L'objectif initial de SNECMA Moteurs était d'obtenir une microstructure grain fin, comme celle du N18. La densification devait donc se faire à une température inférieure à la température de solvus de manière à maintenir la distribution des précipités γ' primaires qui ancrent les joints de grains et contrôlent ainsi le grossissement des grains. La première difficulté a été le choix du mode de densification : compaction uniaxiale avant le filage ou filage seul. La deuxième difficulté rencontrée était la définition de la température de solvus. En effet, du fait de l'hétérogénéité de la composition chimique des poudres, l'ATD effectuée sur les poudres ne permet pas d'obtenir une valeur précise de la température de solvus mais plutôt une fourchette de températures (cf. 5.2.1). La température de solvus utilisée est donc une estimation faite à partir des résultats obtenus en ATD et des différents calculs permettant de l'évaluer.

Plusieurs réunions SNECMA/ONERA/CdM et de nombreux essais ont été nécessaires avant de statuer sur le mode et la température de densification : les poudres sont mises sous gaine d'acier et filées **à $T=T_{solvus}$-25°C (filage subsolvus).** Tous les filages sont effectués par l'ONERA. **[Thomas, 2001b ; Snecma 2001]**

Des difficultés de plusieurs types (déménagement des installations d'élaboration de l'ONERA, pannes sur le dispositif de pulvérisation « Electrode Tournante » ainsi que sur la presse de filage,…) ont engendré un retard important de livraison des barres filées.

Deux diamètres de barre sont réalisés en fonction du type d'éprouvette voulu : des barres dites "petit diamètre" (Ø=10mm) **(***Figure 74***)** pour la réalisation des essais de traction, fluage et relaxation de contrainte, et des barres dites "gros diamètre" (Ø=13mm) pour les essais de fissuration.

Entre la mise au point des paramètres de densification **[Thomas, 2001]** et l'obtention des barres correspondant à tous les alliages expérimentaux, plus de 60 filages ont été réalisés par l'ONERA.

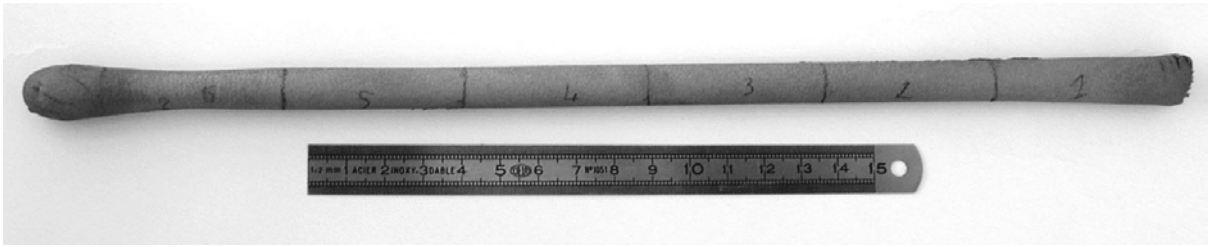
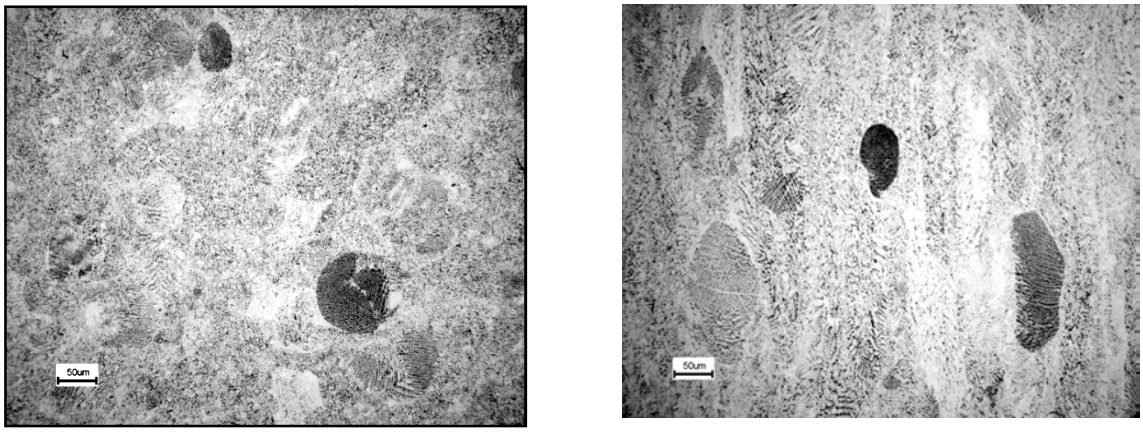


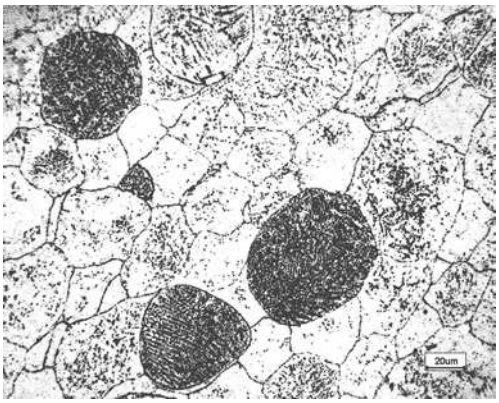
Figure 74 : Alliage expérimental AD5 (filage 2785) sous forme de barre "petit diamètre" après densification des poudres par extrusion et dégainage.

La qualité de la densification des alliages expérimentaux est vérifiée par prélèvement d'un échantillon au centre de la barre filée. Cet échantillon est ensuite poli et attaqué. On vérifie s'il n'y a aucun défaut de filage (trous, brûlures) à la fois dans les directions axiale et longitudinale de la barre (*Figure 75*). Les barres filées des trois alliages ont été contrôlées : aucun défaut majeur n'a été constaté (*Figure 76*).

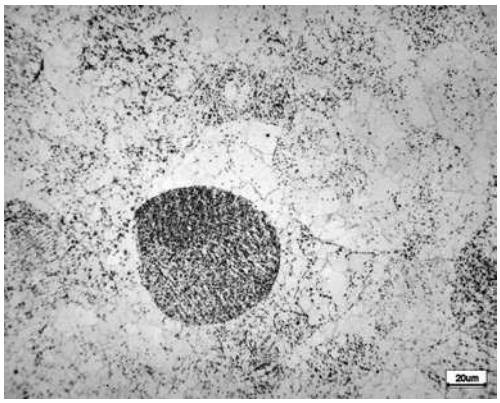


a/ coupe axiale b/ coupe longitudinale

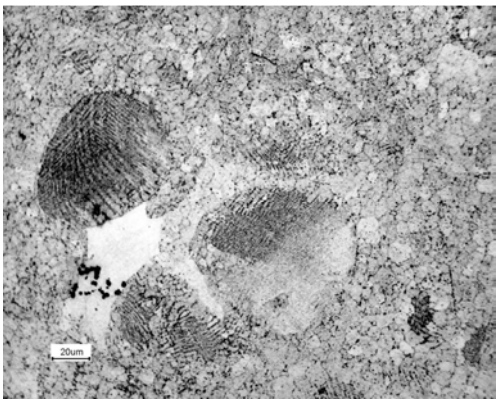
Figure 75 : Micrographies optiques de l'alliage AD5 post filage subsolvus.



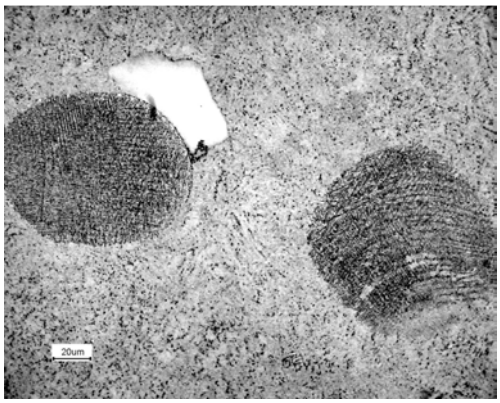
88-ET



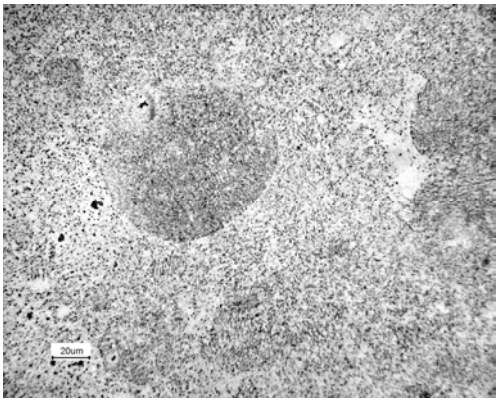
MP1



AD5



AD7



AD8

Figure 76 : Micrographies optiques des microstructures post-filage de l'alliage de référence 88-ET et des alliages expérimentaux MP1, AD5, AD7 et AD8.

De 3 à 6 ébauches cylindriques peuvent être prélevées dans une barre "petit diamètre" après écroûtage au tour et découpage. Le nombre d'ébauches potentielles varie en fonction de l'état de la barre filée et des dimensions des éprouvettes d'essais mécaniques. Les extrémités doivent être évitées dans le prélèvement des ébauches, notamment celle correspondant à la fin de filage, du fait de la présence d'acier sous forme de "doigt de gant", pénétrant au cœur de la barre filée. Le matériau étant rare, il est arrivé que nous prélevions une ébauche trop près de ce doigt de gant. Le résultat de l'essai de fluage correspondant a été quelque peu décevant (*Figure 77*) … Pour économiser de la matière, les observations microstructurales de l'état initial sont effectuées dans les parties non usinables et les essais de vieillissement sur les têtes d'éprouvettes de traction testées à 20°C.

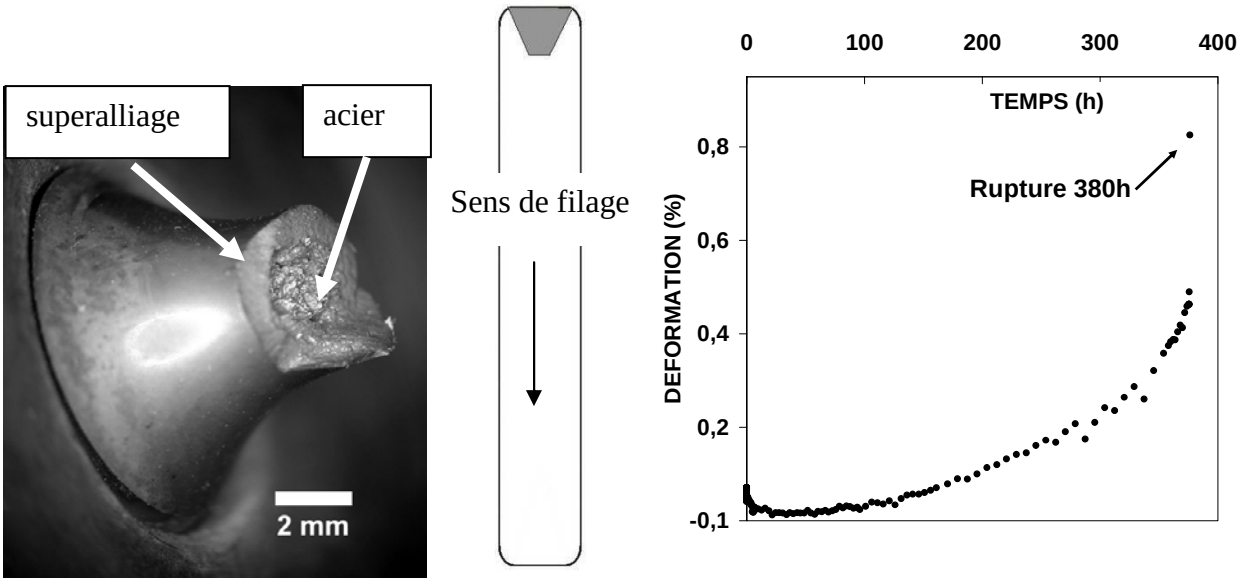


Figure 77 : Essai de fluage sous 700 MPa à 700°C de l'alliage AD8 SUB. Rupture précoce en tête d'éprouvette due à la présence d'acier de la gaine dans l'éprouvette.

En résumé, l'élaboration, pour chaque alliage, se déroule comme suit :

- Coulée d'un lingot de 3,2kg environ par fusion et mélange par induction sous vide (VIM) des éléments purs constitutifs de l'alliage,
- Contrôle de la composition chimique des lingots par spectrométrie d'émission atomique et dosage du carbone et du soufre par fusion oxydante et spectrométrie infrarouge,
- Pulvérisation centrifuge à l'arc des lingots (pulvérisation par électrode tournante (ET), vitesse de rotation de 14250 tr/min),
- Dosage de la teneur en oxygène des poudres,
- Tamisage des poudres entre 63 et 200 µm **[Colin, 2001]**,
- Mise en container en acier inoxydable XC10,
- Densification par extrusion (ou filage) sous presse, avec un rapport de filage de 8, une vitesse d'avancée du poinçon de 0,023m/s, à une température définie de 25°C en dessous de la température de solvus,
- Dégainage chimique de l'acier entourant les barres filées.

3.3 Validation de l'étude expérimentale

Afin de valider les propriétés obtenues sur les nouveaux alliages, une comparaison est effectuée entre celles des alliages de référence élaborés et traités thermiquement suivant un protocole industriel (alliages 88-AA et N18 qu'on notera dorénavant N18-AA) et les alliages de même composition mais élaborés et traités de manière identique aux alliages expérimentaux (alliages 88-ET et N18-ET). Les deux procédés sont résumés dans le *Tableau 14*.

Après une présentation des caractéristiques de chacun des deux alliages de référence, nous comparons d'abord les microstructures obtenues après élaboration puis après traitement thermique complet. Nous établissons ensuite des critères de validité des essais mécaniques concernant les essais de traction et les essais de fluage effectués sur les alliages élaborés par Electrode Tournante d'une part et par Atomisation Argon d'autre part.

3.3.1 Les alliages de référence de l'étude

3.3.1.1 Le N18

Le N18 a été développé dans le cadre d'une étude coopérative associant Imphy S.A, le Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris, l'ONERA et SNECMA entre 1980 et 1985. La composition du N18 a été retenue pour la fabrication des disques du moteur M88. Ses caractéristiques mécaniques jusqu'à 650°C sont excellentes et sa vitesse de propagation de fissures en fatigue à 650°C se situe clairement au-dessous des seuils de sécurité. Cependant, sa teneur importante en Cr et Mo rend problématique sa stabilité à long terme vis-à-vis de la formation de phases topologiquement compactes (TCP, topologically close-packed phases) **[Wlodek, 1992].** Par ailleurs, sa fraction volumique de γ' très élevée (≈55 %) porte sa température de solvus vers 1215°C **[Guédou, 1992],** réduisant la fenêtre de remise en solution à moins de 30°C (Ts=1190°C), ce qui rend difficile le grossissement de grain par recristallisation dans le domaine monophasé.

La procédure d'élaboration peut se décomposer en 3 étapes successives **[Lautridou, 1994]** :

1- **élaboration** : obtention de poudres par atomisation par argon (MdP). Des inclusions de céramique peuvent être entraînées pendant cette étape. Pour éviter la présence de ces inclusions, deux tamisages fins (<75 µm) sont réalisés après l'atomisation et permettent d'atteindre un faible taux de l'ordre de 20 inclusions par kilogramme **[Guédou, 1992],**
2- **consolidation** : densification par filage isotherme à 1120°C,
3- **mise en forme** des ébauches de disques : forgeage isotherme à 1120°C.

Le traitement thermique standard industriel du N18 consiste en une remise en solution subsolvus (Ts-25°C) suivie d'un refroidissement contrôlé jusqu'à l'ambiante et de deux traitements de revenus :

- Remise en solution partielle : 1165°C/ 4h
- Refroidissement à 100°C/min
- Revenus : 700°C/24h puis 800°C/4h

La taille de grain résultante est de l'ordre de 5 à 11 µm. Selon les auteurs, la fraction volumique de phase γ' varie entre 55 et 61%. D'après **Wlodek et al. [1992]**, elle se répartit de la façon suivante entre les trois types de précipités :

- γ' primaires (γ'_I) Fv= 17 %,
- γ' secondaires (γ'_{II}) Fv = 34 %,
- γ' tertiaires (γ'_{III}) Fv = 10 %.

Ces mêmes auteurs [**Wlodek, 1992]** ont analysé la composition relative de chacune des phases et de la matrice et déterminé la taille moyenne de chaque population de précipités de phase γ'. Leurs résultats sont présentés dans le *Tableau 12* :

- γ' primaires : de 1 à 5 µm selon les auteurs,
- γ' secondaires : de 200 à 500 nm,
- γ' tertiaires : de 10 à 50 nm.

	Taille (µm)	Ni	Co	Cr	Mo	Al	Ti	Hf
matrice γ	-	39.3	24.8	25.3	6.7	3.1	0.6	0.0
γ' primaire	4.3 ± 1.8	64.2	9.0	2.9	1.3	13.1	9.1	0.4
γ' secondaire	0.21 ± 0.08	65.0	7.6	2.4	1.4	14.4	8.7	0.2
γ' tertiaire	0.02 ± 0.01	65.3	6.9	4.5	2.6	14.1	6.6	0.1

Tableau 12 : Composition chimique en % atomique de la matrice et des précipités durcissants (d'après Wlodek et al. [1992]).

Les données concernant la taille des précipités γ' diffèrent selon les auteurs. **Mosser et al. [1993]** distinguent des précipités γ'_{II} de 300 nm. Pour **Chassaigne [1997]**, les plus gros précipités γ'_{II} mesurent à peine plus de 150 nm dans la microstructure de coeur. La microstructure de coeur testée par **Sansoz [2000]**, possède des précipités γ'_I légèrement supérieurs à 5 µm et la taille des précipités γ'_{II} est approximativement de 300 nm à 350 nm. Ces résultats soulignent la difficulté, pour l'industriel, de préserver une bonne reproductibilité de la microstructure dans chaque pièce.

Pour permettre une amélioration de la tenue en fluage et en propagation de fissure en fatigue fluage, notamment en périphérie de disque, **Lautridou [1994]** s'intéresse dès le début des années 90 à un traitement thermique supersolvus « gros grain » :

- Remise en solution totale : 1200°C/ 2h,
- Refroidissement 80°C/min,
- Revenus : 700°C/24h puis 800°C/4h.

La taille de grain résultante varie de 50 µm **[Sansoz, 2000]** à 60 µm **[Lautridou, 1994].** Les précipités secondaires, dont la taille dépend majoritairement de la vitesse de refroidissement, ont une taille de l'ordre de 250 nm, ce qui est cohérent avec celle de 210 nm obtenue après une vitesse de 100°C/min dans le cadre du traitement subsolvus.

Les deux traitements thermiques sont schématisés sur la *Figure 78*.

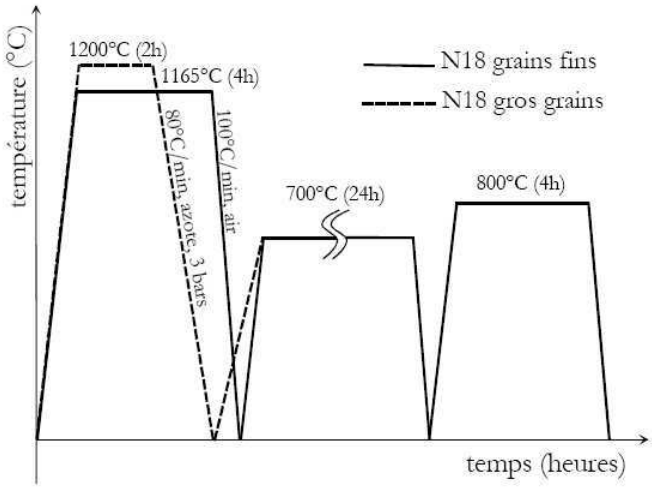


Figure 78 : Traitement industriel standard subsolvus (grains fins) et traitement supersolvus (gros grains) du N18 [Sansoz, 2000].

3.3.1.2 Le René 88

Le René 88 DT a été développé par Krueger pour General Electric **[Krueger, 1990]**, lors d'une recherche programmée sur quatre ans. Les objectifs de cette étude étaient de réduire de 50% la vitesse de propagation de fissures en fatigue oligocyclique, d'améliorer la tenue en fluage à 750°C et d'augmenter la contrainte à rupture par rapport au René 95 avec une réduction maximale de 10% de la limite d'élasticité. Vingt-trois nuances expérimentales avaient été étudiées. L'étude a été menée en plusieurs étapes. La phase expérimentale concluait qu'un traitement supersolvus et une fraction faible à moyenne de γ'_{II} étaient nécessaires pour atteindre les objectifs visés i.e. les meilleures performances en propagation de fissure ainsi qu'une meilleure résistance à la fissuration lors de la trempe. Des alliages contenant une fraction plus importante de γ' auraient une meilleure tenue en fluage et en traction ainsi qu'une meilleure résistance à la propagation de fissure mais seraient plus sensibles à la fissuration lors de la trempe. Les critères déterminants pour les inventeurs du René 88 DT ont donc été la résistance à la fissuration lors de la trempe ainsi que la densité de l'alliage (environ 8,3).

Le René 88 se caractérise par une bonne résistance à la fatigue oligocyclique à 650°C qui est attribuée à une taille de grain relativement grande (15 à 30 µm) et à une fraction massique de la phase γ' faible à moyenne (42,5% en masse) [**Wlodek, 1992 ; Huron, 2000]**. Cette fraction massique modérée de la phase γ' est considérée comme déterminante dans la résistance à la fissuration lors de la trempe. La microstructure de cet alliage est stable au regard de la précipitation des phases TCP. La phase σ n'est pas observée et la phase μ précipite pour des conditions de vieillissement sévères : Wlodek la met en évidence après un vieillissement de 6300 heures mené à 760°C sous une contrainte de 276 MPa.

Des changements sensibles sont à noter entre les compositions du René 95 et le René 88. Le taux de niobium a ainsi été diminué car il semble que la substitution d'aluminium par le niobium au-delà d'une certaine valeur augmente la sensibilité à la fissuration lors de la trempe [**Krueger, 1992c**] et la teneur en cobalt a été réévaluée à la hausse pour diminuer cette sensibilité.

Les seules données mécaniques concernant le René 88 proviennent du brevet déposé pour ce matériau (*Tableau 13*). De ce fait, le CDM et la Snecma ont décidé de mener une étude microstructurale et mécanique sur deux galets numérotés 144 et 165 d'un matériau représentatif du René 88 industriel utilisé par GE. Afin de le distinguer, il est dénommé 88-AA.

Les poudres utilisées ont été pulvérisées en tour ("atomisation argon"). Le tamisage a été effectué pour obtenir une granulométrie moyenne de 53 µm. Le filage et le forgeage, ce dernier à une vitesse constante de 2.10^{-3} s^{-1}, ont été réalisés à une température subsolvus de 1050°C après un maintien de 40 min à 1060°C **[Ponnelle, 2002],** par Snecma.

Suite à l'optimisation des paramètres de compactage et filage, la gamme appliquée à la barre 165 est très proche de la gamme industrielle, et donc sensée être représentative de l'état de l'alliage élaboré dans les conditions industrielles standards. La seule différence avec la gamme optimale porte sur la vitesse de filage. La comparaison microstructurale de cette barre avec la gamme optimale a été réalisée et permet de conclure à une équivalence de matériau. La barre 144 a présenté une fissuration lors de son filage, l'origine de cette fissuration remontant au compactage du containeur.
La chute de barre 165 a donc été considérée comme représentative de l'alliage René 88 industriel pour notre étude **[Ponnelle, 2002].**

Les compositions du N18 et du René 88 sont rappelées dans le *Tableau 13*.

	Ni %	Cr %	Co %	Mo %	W %	Al %	Ti %	Nb %	Hf %	C ppm	B ppm	Zr ppm
N18-AA (% at.)	54,47	12,39	14,92	3,79	0	9,03	5,09	0	0,14	700	780	180
N18-ET (% at.)	54,89	12,02	14,84	3,78	0	9,06	5,09	0	0,14	700	800	300
René88 (% at.)	55,88	17,89	12,83	2,42	1,27	4,53	4,49	0,44	0	1500	800	200
88-AA (% at.)	55,6	18,12	13,03	2,43	1,27	4,31	4,49	0,44	0	1900	900	300
88-ET (% at.)	55,8	17,85	12,5	2,42	1,26	4,79	4,61	0,44	0	2100	900	300

Tableau 13 : Compositions atomiques des alliages N18-AA [Ducrocq, 1992], René 88 [Krueger, 1990], de l'alliage 88-AA [Données Snecma], des alliages de référence de l'étude N18-ET et 88-ET.

3.3.2 Caractérisation microstructurale

3.3.2.1 Microstructure initiale

Les deux principales différences dans l'élaboration sont d'une part, le mode d'obtention des poudres (Atomisation Argon vs Electrode Tournante), d'autre part le mode de densification, un seul filage étant réalisé dans le cas de l'étude. Les étapes de chacun des deux procédés d'élaboration sont listées dans le *Tableau 14*.

Procédé « Atomisation Argon »	Procédé « Electrode Tournante »
- Mélange et fusion par induction sous vide (VIM) des éléments purs ou pré-alliés, obtention de lingots, - Pulvérisation des lingots par atomisation argon, - Tamisage des poudres < 53 µm, - Mise en container (acier inox), - Compaction isostatique à chaud, - Filage, - Forgeage isotherme.	- Mélange et fusion par induction sous vide (VIM) des éléments purs ou pré-alliés, obtention de lingots, - Pulvérisation des lingots par électrode tournante, - Tamisage des poudres entre 63 et 200 µm, - Mise en container (acier XC10), - Filage.

Tableau 14 : Procédés d'élaboration étudiés.

L'atomisation argon (AA) consiste à faire éclater par un jet de gaz haute pression le mélange pré-allié en fusion. Les gouttelettes formées sont refroidies très rapidement et récupérées en bas de la tour d'atomisation. A contrario, dans le cadre de la technique de l'électrode tournante, le mélange métallique pré-allié n'est fondu que localement, en pointe de l'électrode et les gouttelettes de liquide sont éjectées par force centrifuge. Les lingots ayant une composition chimique hétérogène, les poudres obtenues par électrode tournante seront de composition plus hétérogène que celles obtenues par atomisation argon.

Les micrographies de l'alliage 88-AA et de l'alliage 88-ET après élaboration (*Figure 79 et Figure 80*) permettent de visualiser les conséquences de l'hétérogénéité de composition sur la microstructure.

Dans le cas de **l'alliage 88-AA**, nous observons en effet une microstructure assez homogène tant en taille de grain qu'en répartition des précipités primaires de la phase γ'. En revanche, nous pouvons distinguer une microstructure beaucoup moins homogène dans le cas de l'alliage 88-ET qui présente deux grands types de zones différentes : la première caractérisée par une petite taille de grain et une forte fraction de précipités primaires γ', l'autre caractérisée par une plus grande taille de grain et une plus faible fraction de γ'_I.

L'observation de la micrographie MEB obtenue à plus fort grandissement (*Figure 81a*) ainsi que celle obtenus en MET sur l'alliage 88-AA (*Figure 81b*) permettent de révéler :

- une distribution hétérogène mais restreinte en gamme de la taille de grain de la matrice γ (de 0,5 µm à 5 µm),
- la présence de petits précipités intragranulaires (précipitation lors du refroidissement),
- une forte fraction volumique de gros (de 0,1 à 1,5 µm) précipités γ' (primaires) intergranulaires résultant d'une température de forgeage inférieure à la température de solvus,
- la présence de carbures souvent accolés aux grains de γ' intergranulaires.

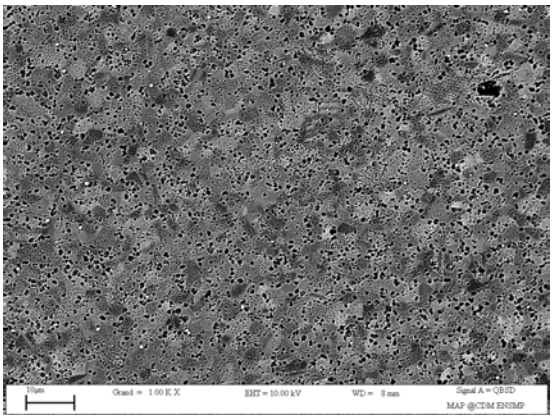


*Figure 79 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'**alliage 88-AA** forgé.*

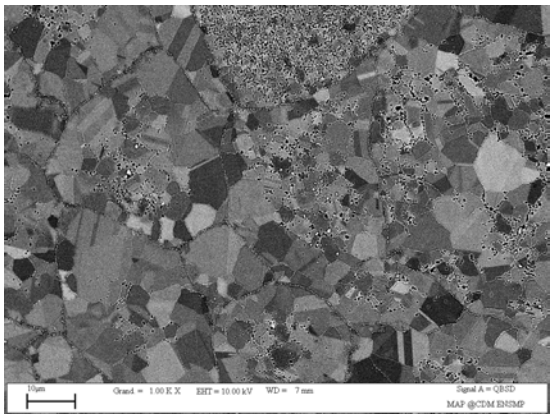
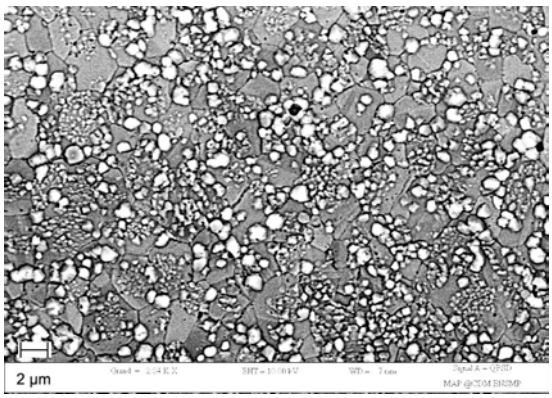
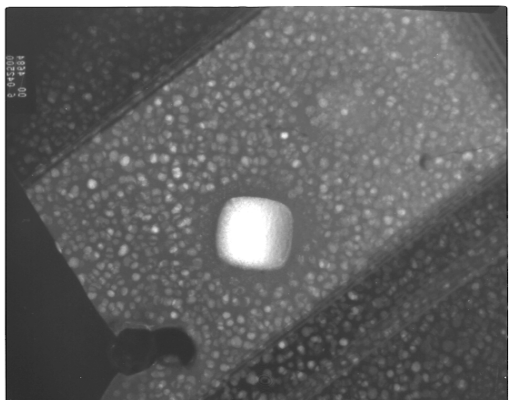


*Figure 80 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'**alliage 88-ET** filé.*



a

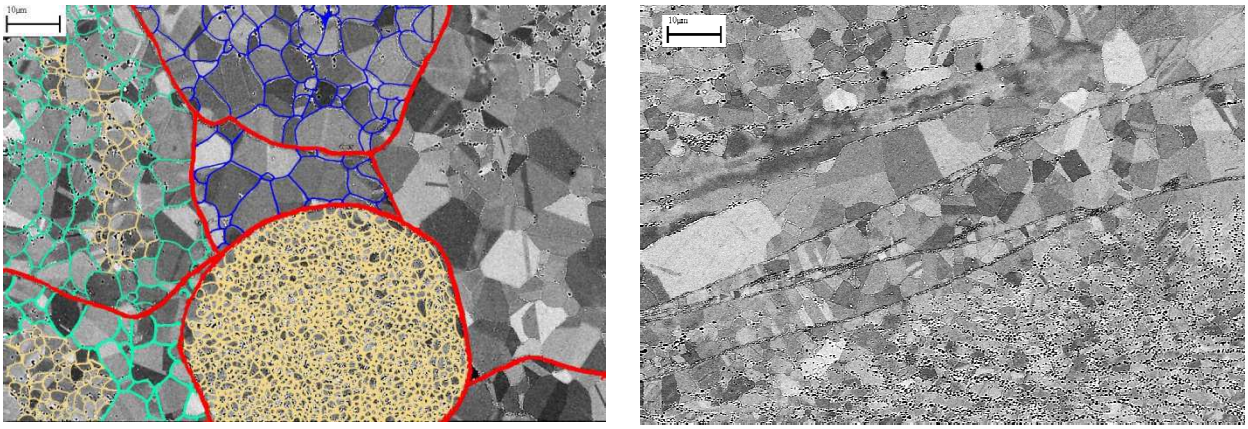


b

*Figure 81 : Micrographies de l'**alliage 88-AA** "brut de forgeage" :*

a/ en microscopie électronique à balayage (électrons rétrodiffusés et contraste inversé),

b/ en microscopie électronique en transmission, champ sombre, g= 3 0 0 $_{\gamma'}$



a **b**

*Figure 82 : Micrographies en microscopie électronique à balayage (électrons rétrodiffusés) d'une coupe axiale (a) et d'une coupe longitudinale (b) de l'**alliage 88-ET** après filage subsolvus.*

Les microstructures observées à plus fort grandissement sur **l'alliage 88-ET** après densification par filage sont inhomogènes dans les directions axiales et longitudinales (*Figure 82*). La microstructure met clairement en évidence la direction de filage (*Figure 82b*). Les anciens grains de poudre, étirés dans la direction du filage, sont limités par des chapelets de précipités γ'. On note aussi la présence d'alignements de γ' plus ou moins perpendiculaires au sens du filage : ils proviennent sans doute de la structure dendritique des poudres. Les anciens joints de poudre semblent assez largement "décorés" par des amas de γ' ou de très petits grains de γ entourés par une quantité importante de γ' sur une largeur d'environ 1 µm.

On distingue dans une proportion à peu près égale, deux types de zones, chaque zone correspondant à une ancienne particule de poudre (*Figure 83*) :

- un premier type de zone (« zone supersolvus ») caractérisée par de gros grains équiaxes de γ (entre 2 et 20 µm) et très peu de précipités γ' primaires intergranulaires ou de plaquettes de phase η,

- un second type de zone (« zone subsolvus ») caractérisée par de petits grains (0,5 à 7 µm), une forte fraction de gros précipités γ' primaires (100 à 600 nm).

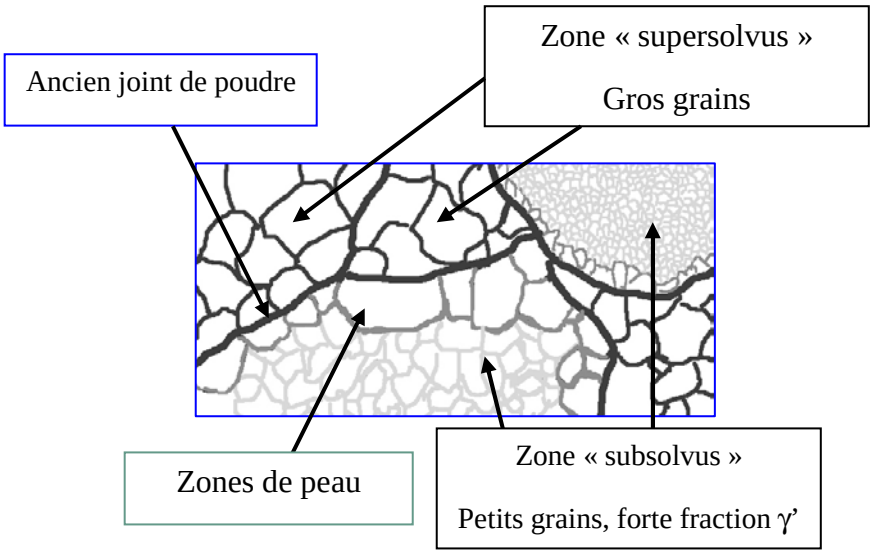


Figure 83 : Schématisation de la microstructure hétérogène de l'alliage 88-ET après filage.

A la périphérie des zones subsolvus, on observe une zone de transition dite « zone de peau » de 5 à 15 µm d'épaisseur, pauvre en γ' primaires et composée de grains de taille intermédiaire (10 µm environ).

On observe également une forte concentration de précipités γ' et de carbures aux anciens joints des grains de poudre. Il apparaît également un second niveau d'hétérogénéité, celle de la taille de grain, au sein de chacune des zones. Les caractéristiques de chacune des deux zones sont rappelées dans le *Tableau 15*.

Zone « supersolvus »			Zone « subsolvus »		
Taille de grain		Précipités γ' primaires	Taille de grain		Précipités γ' primaires
Min 2 µm	Max 15 µm	Très faible fraction	Min 0,5 µm	Max 3 µm	Forte fraction 100 à 500 nm

Tableau 15 : Caractéristiques de chacune des zones de l'alliage 88-ET.

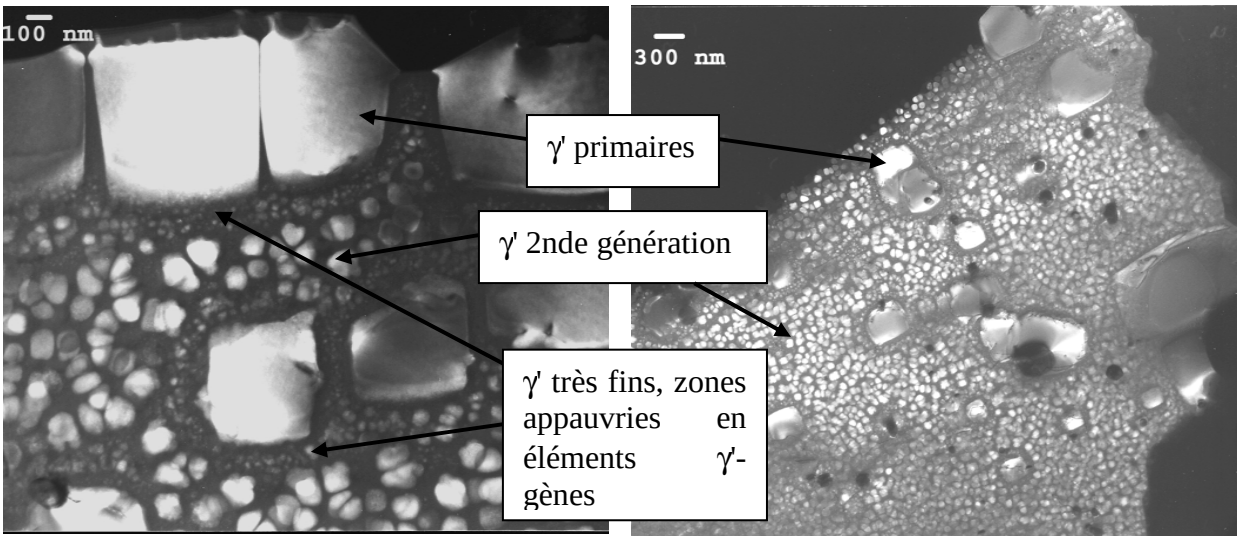


*Figure 84 : Micrographies en microscopie électronique en transmission de l'**alliage 88-ET** après filage subsolvus. (Champ sombre, g= 3 0 0)*

En microscopie électronique en transmission effectuée sur des lames minces de l'alliage 88-ET après filage, on observe la présence de trois types de précipités γ' :

- de gros γ' primaires de 300 à 500 nm, qui présentent une morphologie cubique,
- des précipités de seconde génération de 50 à 150 nm,
- une population de très petits γ' de 20 nm environ "entourant" les gros γ' primaires (*Figure 84*). Ces zones correspondent à un appauvrissement en éléments γ' -gènes. Cette dernière population semble être postérieure à la précipitation des γ' de seconde génération.

Le procédé de pulvérisation par électrode tournante provoque une hétérogénéité de composition chimique entre les grains de poudre – ce qui ne se produit pas avec le procédé AA, le mélange étant porté à l'état liquide avant pulvérisation ; des grains de poudre de compositions chimiques différentes donneront naissance à des précipités de la phase γ' de composition et donc de température de solvus différentes. Au cours du filage, certains grains passent au-delà de leur température « intrinsèque » de solvus ce qui induit une croissance du grain γ (zones dite « supersolvus »).

On estime à environ 50°C les écarts extrêmes de températures de solvus entre les différentes particules de la poudre initiale. On peut schématiser le phénomène de la manière suivante :

Filage à Ts–25°C

Hétérogénéité chimique des grains de poudre ⇒ Différentes températures de solvus de la phase γ' ⇒ Zones localement "supersolvus"

3.3.2.2 Microstructure après traitement thermique

Nous avons pu observer au paragraphe précédent la microstructure de l'alliage 88-ET après élaboration par Electrode Tournante puis densification par filage. La microstructure apparaissait fortement hétérogène mettant en évidence le rôle clé du mode d'élaboration (AA vs ET).

Nous nous intéressons ici à la microstructure après les deux traitements thermiques complets (remise en solution, trempe, revenu) subsolvus et supersolvus des alliages 88-AA et 88-ET d'une part et après le traitement subsolvus des alliages N18-AA et N18-ET d'autre part.

Le traitement thermique subsolvus découle du traitement industriel standard appliqué au N18-AA. Le traitement thermique supersolvus est celui appliqué industriellement à l'alliage 88-AA **[Wlodek, 1996].** Les trois étapes de chacun des deux traitements sont présentées dans le *Tableau 16*.

L'influence des paramètres du traitement thermique sur les propriétés ainsi que le choix des traitements thermiques de l'étude sont étudiés dans le chapitre 4.

	Remise en solution	Refroidissement	Revenu
Traitement **supersolvus**	Totale : 1150°C/1h (Ts+15°C)	140°C/min → ambiante	760°C/8h
Traitement **subsolvus**	Partielle : 1110°C/4h (Ts-25°C)	100°C/min → ambiante	750°C/24h

Tableau 16 : Paramètres des traitements thermiques utilisés dans l'étude pour l'alliage 88-ET.

3.3.2.2.1 Traitement thermique subsolvus

Après le traitement subsolvus, on note les caractéristiques suivantes :

Alliage 88-AA (*Figure 85 et Figure 87*) :

- une microstructure fortement maclée,
- une taille de grain relativement homogène même si des zones de gros grains (∅ > 10 µm) sont observées localement,
- des précipités γ' primaires majoritairement intergranulaires,
- des précipités γ' secondaires de forme sphérique à cuboïdale (∅ ≈100-150 nm),
- des précipités γ' tertiaires sphériques (∅ ≈40 nm) entre les précipités secondaires.

Alliage 88-ET (*Figure 86 et Figure 88*):

- une microstructure fortement hétérogène :
    - les anciens joints de poudre restent bien visibles et définissent des zones à l'intérieur desquelles on observe des grains de petite taille ainsi qu'une forte précipitation γ' primaire intragranulaire,
    - des zones où les grains ont crû (5 µm) et dans lesquels on observe quelques macles,

- des précipités γ' primaires intergranulaires ET intragranulaires,
- des précipités γ' secondaires de forme sphérique à cuboïdale (∅ ≈100-150 nm),
- des précipités γ' tertiaires sphériques (∅ ≈40 nm) entre les précipités secondaires.

On constate donc une plus forte hétérogénéité de microstructure à l'échelle de la taille de grain et des précipités γ' primaires sur l'alliage 88-ET par rapport à l'alliage 88-AA. La microstructure à l'échelle des précipités γ' secondaires et tertiaires est identique, hormis autour des précipités γ' primaires intragranulaires dans l'alliage 88-ET où l'on constate un appauvrissement en précipités γ' tertiaires **(***Figure 88***).**

Par comparaison avec la microstructure après filage (*Figure 82*), on note que le traitement thermique subsolvus conduit à une amélioration de l'homogénéité de la microstructure de l'alliage 88-ET mais que les limites de grains de poudres restent toutefois bien visibles dans beaucoup de zones. On distingue encore les deux zones « sub » et « supersolvus » même si les différences de tailles de grain notamment sont moins marquées. La microstructure des zones « supersolvus » de l'alliage 88-ET est comparable à celle de l'alliage 88-AA traité supersolvus.

Par ailleurs, on observe une microstructure homogène de l'alliage N18-ET traité subsolvus, très comparable à celle de l'alliage N18-AA (*Figure 90 à Figure 93*).

L'hétérogénéité de microstructure est nettement plus marquée, après le traitement subsolvus, sur l'alliage 88-ET que sur le N18-ET et que sur l'ensemble des nuances expérimentales élaborées par électrode tournante et filage (voir par exemple *Figure 89*, la micrographie de l'alliage expérimental MP1).

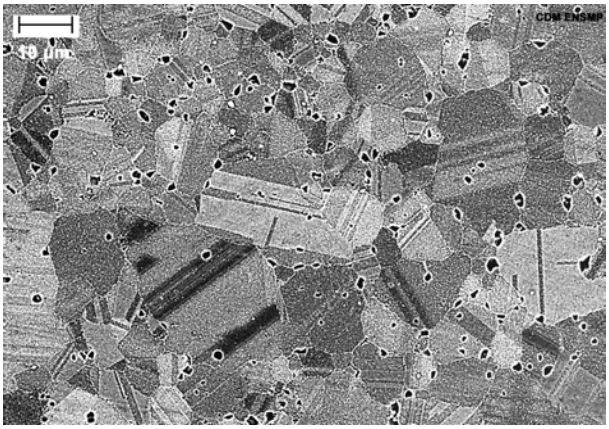


*Figure 85 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'alliage **88-AA** traité **subsolvus**.*

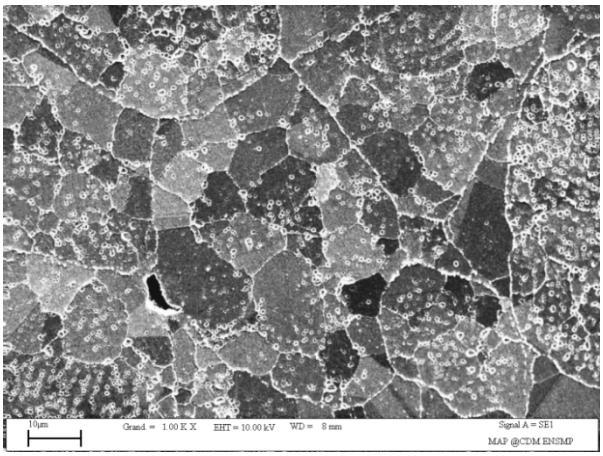


*Figure 86 : Micrographie MEB (électrons secondaires) de l'alliage **88-ET** traité **subsolvus**.*

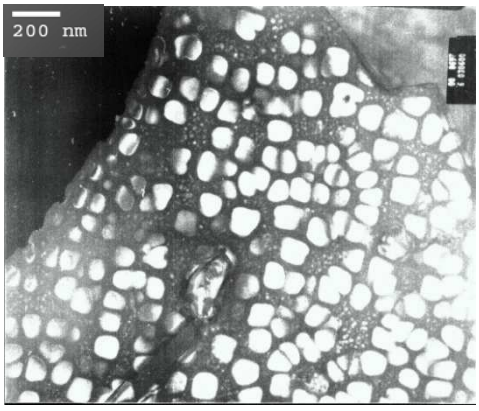


*Figure 87 : Micrographie MET de l'alliage **88-AA** traité **subsolvus**.*

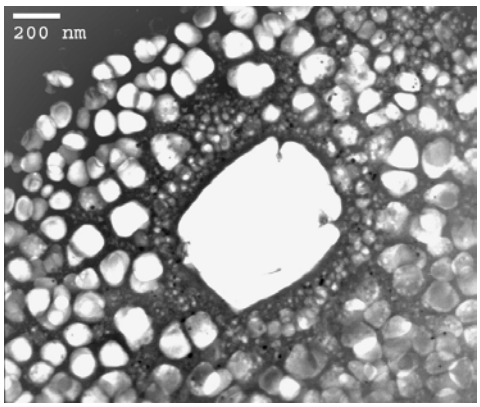


*Figure 88 : Micrographie MET de l'alliage **88-ET** traité **subsolvus**.*

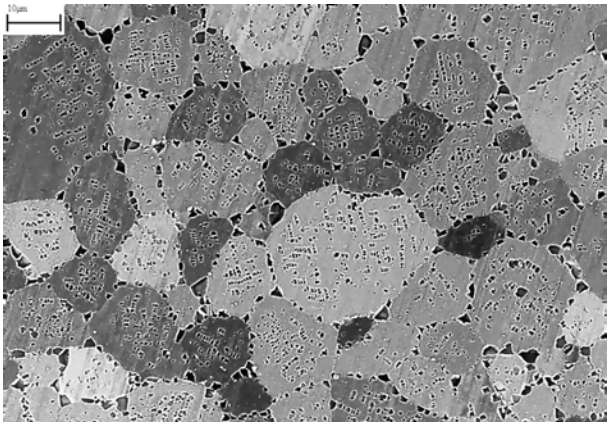


*Figure 89 : Micrographie MEB (électrons secondaires) de l'**alliage expérimental MP1** traité **subsolvus.***

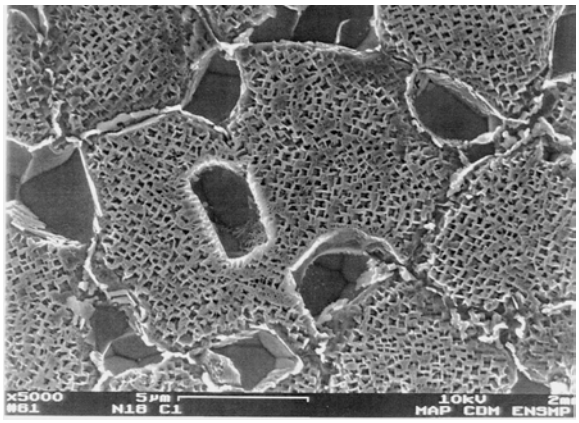


*Figure 90 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'alliage **N18-AA** traité suivant le traitement thermique industriel **subsolvus. [Clad, 1996]***

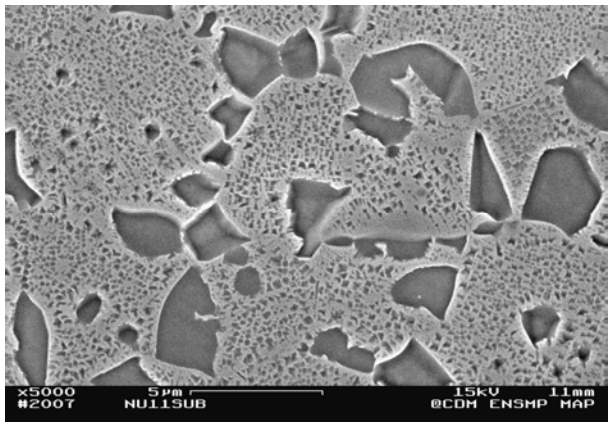


*Figure 91 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'alliage **N18-ET** traité **subsolvus.***

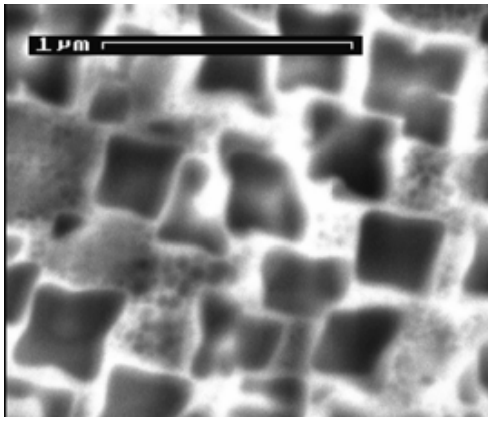


*Figure 92 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'alliage **N18-AA** traité suivant le traitement thermique industriel **subsolvus.** **[Sansoz, 2000]***

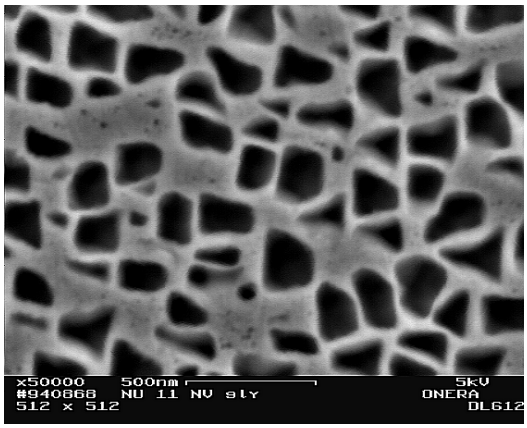


*Figure 93 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'alliage **N18-ET** traité **subsolvus. [Locq, 2002c]***

3.3.2.2.2 Traitement thermique supersolvus

Après le traitement thermique supersolvus, les microstructures des alliages 88-AA (*Figure 94 et Figure 96*) et 88-ET (*Figure 95 et Figure 97*) sont équivalentes et présentent les caractéristiques suivantes :

- une microstructure homogène, fortement maclée,
- une taille de grain relativement petite (15 µm),
- des précipités γ' secondaires et tertiaires de taille (respectivement 130 nm et 20 nm en moyenne) et de forme identiques.

Dans le cas du N18-AA supersolvus (*Figure 98*), on observe une taille de grain et de précipités γ' secondaires plus importante (50 µm et 300 nm respectivement) **[Sansoz, 2000].** Dans le cas du traitement thermique supersolvus, on constate donc une très bonne homogénéisation de la microstructure de l'alliage 88-ET, la rendant comparable à celle de l'alliage 88-AA.

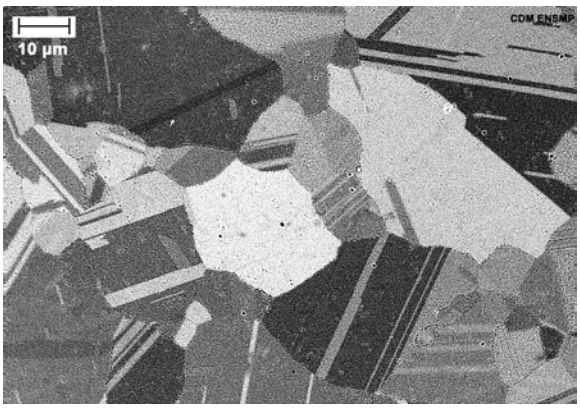


*Figure 94 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'alliage **88-AA** traité supersolvus.*

*Figure 95 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'alliage **88-ET** traité supersolvus.*

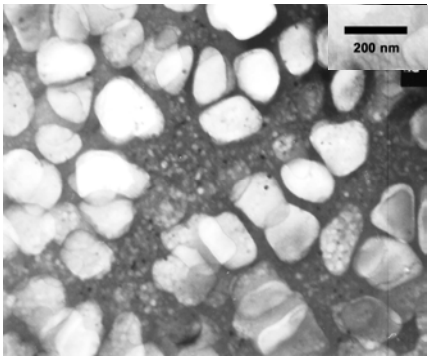


*Figure 96 : Micrographie MET de l'alliage **88-AA** traité supersolvus.*

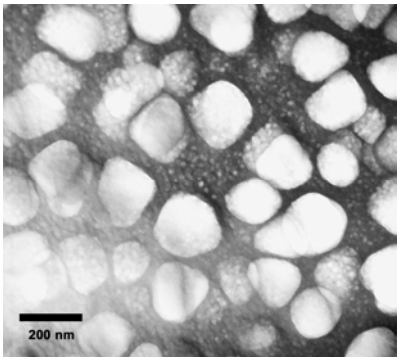


*Figure 97 : Micrographie MET de l'alliage **88-ET** traité supersolvus.*

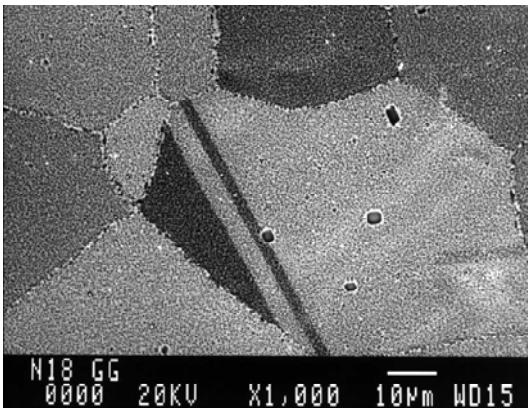


*Figure 98 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'alliage **N18-AA** traité **supersolvus [Sansoz, 2000].***

Taille de grain (µm)	88-AA	88-ET	N18-AA	N18-ET
TT SUB	5	6	5 à 11	5
TT SUPER	15	15	50 à 60	TT non testé

*Tableau 17 : Taille de grain en µm des différents alliages de référence pour les deux traitements thermiques étudiés. **[Wlodek, 1992 ; Lautridou 1994 ; Sansoz 2000]***

	N18		88		MP1	
élaboration	AA	ET	AA	ET	Visée	Mesurée (ET)
[C]	700	790	2100	1900	1200	1230

Tableau 18 : Taux de carbone en ppm atomique pour chaque alliage selon son mode d'élaboration. Pour MP1, la concentration « visée » est la concentration théorique, la concentration « mesurée » est celle obtenue après ICPAES (Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy) sur copeau.

3.3.2.2.3 Conclusion de la caractérisation microstructurale

Si l'on considère les **concentrations en carbone** des différents alliages, on observe un taux élevé pour l'alliage 88, un taux faible pour le N18 et un taux intermédiaire pour les alliages expérimentaux (*Tableau 18*).

On constate d'une part qu'un traitement thermique subsolvus, effectué après une élaboration par Electrode Tournante, ne suffit pas à homogénéiser la microstructure de l'alliage présentant un fort taux de carbone, contrairement au même traitement thermique effectué après une élaboration par Atomisation Argon. En revanche, les microstructures des alliages présentant une concentration de carbone faible sont homogénéisées après un traitement thermique subsolvus soit après une élaboration par Atomisation Argon soit par Electrode Tournante. Pour les concentrations intermédiaires, on peut donc prévoir que la microstructure sera plus homogène après élaboration par Atomisation Argon qu'après élaboration par Electrode Tournante. On constate d'autre part que pour un traitement thermique supersolvus, les microstructures sont homogénéisées quel que soit le taux de carbone. En revanche, dans les cas des alliages à faible concentration en carbone, on observe un important grossissement de la taille de grain contrairement aux alliages à taux de carbone fort ou intermédiaire ce qui est généralement rapporté dans la littérature **[Sims, 1987] :** le carbone, qui précipite sous forme de carbures, joue un rôle important dans l'ancrage des joints de grain (cf. 2.1.3.1.).

Rappelons que la composition du René 88 a été optimisée pour un traitement thermique supersolvus, passant notamment par une forte concentration de carbone pour éviter une croissance excessive de la taille de grain – et par voie de conséquence une baisse des propriétés mécaniques notamment en traction et fatigue.

Si l'on compare les microstructures correspondant aux deux modes d'élaboration, après traitement thermique, nous constatons que :

- le traitement thermique homogénéise la microstructure après élaboration par Electrode Tournante, de manière satisfaisante si l'on compare à la microstructure obtenue après une élaboration par Atomisation Argon, **excepté dans le cas du traitement thermique subsolvus appliqué à l'alliage 88-ET**,

- les tailles de grain sont équivalentes,

- les populations de γ' secondaires et tertiaires sont équivalentes en termes de taille et de forme, quel que soit le traitement thermique appliqué,

- après le traitement thermique subsolvus, l'alliage 88-ET comprend plus de précipités primaires intragranulaires que l'alliage 88-AA.

En conclusion, après le traitement thermique, les microstructures des alliages de référence sont comparables entre les deux modes d'élaboration (AA et ET) excepté pour l'alliage 88 après le traitement subsolvus.

3.3.3 Caractérisation mécanique

3.3.3.1 Traction

Des essais de traction ont été réalisés dans les mêmes conditions sur les alliages 88-ET et 88-AA. Les essais ont été réalisés à 1,7 10^{-3} s^{-1} à 20°C, 650°C et 700°C. Les deux traitements thermiques ont été testés. Sur les graphes ci-après (*Figure 99 à Figure 101*) les courbes des deux alliages pour chacune des températures sont présentées.

Sur chaque graphe, les résultats pour les deux traitements thermiques sont présentés. Les courbes en rouge correspondent au traitement thermique supersolvus (SUPER), les courbes en bleu au traitement thermique subsolvus (SUB). Les courbes en traits gras correspondent à l'alliage 88-ET (voie expérimentale). Les courbes en traits fins correspondent à l'alliage 88-AA (voie industrielle).

Nous nous attachons ici à comparer les résultats obtenus pour les deux voies d'élaboration et ce, pour chaque traitement thermique. L'influence du traitement thermique sur les propriétés mécaniques sera étudiée dans le chapitre 4.

On constate tout d'abord l'homogénéité des résultats entre l'alliage 88-AA issu d'une pulvérisation par "atomisation argon" (AA) et l'alliage 88-ET issue d'une pulvérisation par "électrode tournante" (ET).

A 20°C, les courbes correspondant au traitement thermique SUB sont superposées pour les alliages AA et ET. Pour le traitement SUPER, on constate, tant dans le domaine élastique que dans le domaine plastique, un comportement identique, l'écrouissage étant légèrement inférieur et la ductilité légèrement supérieure dans le cas de l'alliage 88-ET.

A 650°C et 700°C, on observe un phénomène identique concernant les alliages traités SUB : les courbes sont superposées jusqu'à environ 5% de déformation, il y a ensuite un décrochement de la courbe correspondant à l'alliage 88-AA. Ce comportement n'est pas observé dans le cas de l'alliage 88-AA traité supersolvus. Cette différence résulte du fait que les éprouvettes d'essais de l'alliage 88-AA ne proviennent pas du même galet forgé pour le traitement subsolvus d'une part et pour le traitement supersolvus d'autre part. En effet, les essais portant sur le traitement subsolvus ont été effectués au CDM sur des éprouvettes usinées après découpage dans le galet issu du forgeage de la barre 144 qui a présenté une fissuration lors de son filage, l'origine de cette fissuration remontant au compactage du containeur (cf. 3.3.1.2).

Les essais portant sur le traitement supersolvus ont été réalisés par Snecma sur des éprouvettes provenant d'un autre galet issu de la barre 165, après optimisation des paramètres de compactage et de filage, ne présentant pas de fissuration **[Ponnelle, 2002].**

A 650°C et 700°C, concernant le traitement thermique supersolvus :

- A 700°C, l'allure des courbes est identique même si le durcissement est légèrement inférieur pour l'alliage 88-ET,

- A 650°C, on observe une rupture fragile précoce de l'alliage 88-ET et les parties plastiques des courbes des deux alliages AA et ET ne se superposent pas. On peut supposer un défaut ou la présence d'une fissure dans l'éprouvette de l'alliage 88-ET.

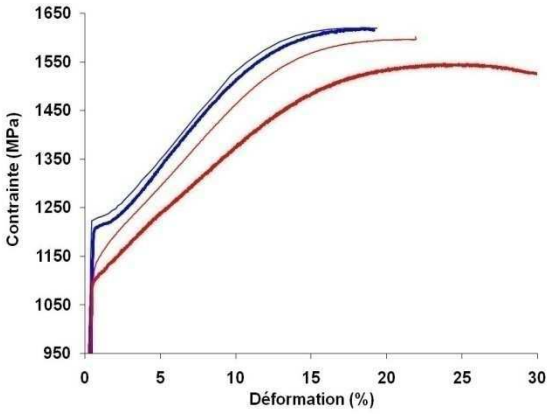


Figure 99 : Courbe conventionnelle de traction à 20°C, 1,7 10^{-3} s^{-1}. (Données extensomètre)

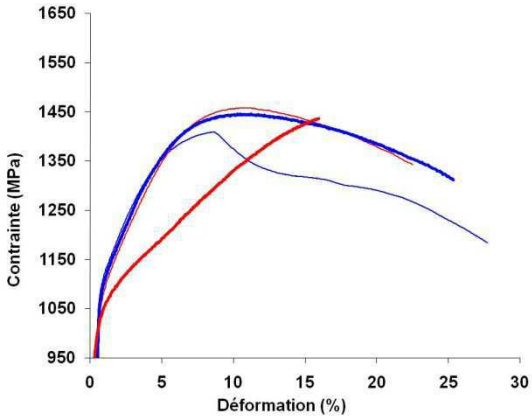


Figure 100 : Courbe conventionnelle de traction à 650°C, 1,7 10^{-3} s^{-1}. (Données extensomètre)

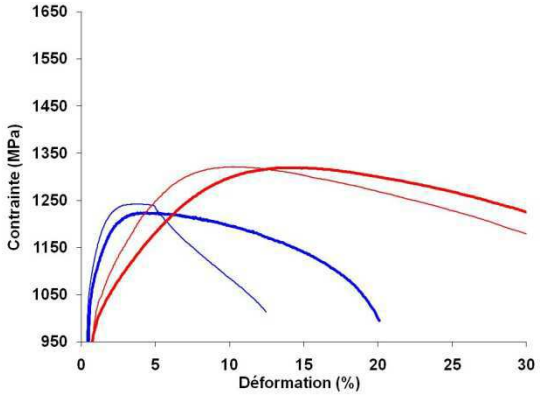
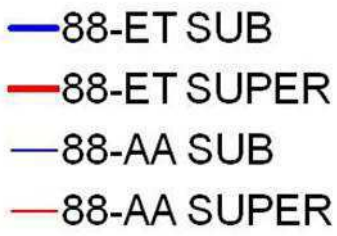


Figure 101 : Courbe conventionnelle de traction à 700°C, 1,7 10^{-3} s^{-1}. (Données extensomètre)



Si l'on compare les deux traitements thermiques, on observe que les limites d'élasticité à 0,2% des alliages traités subsolvus sont meilleures que celles des alliages traités supersolvus et ce aux trois températures d'essais ; la microstructure "petit grain" présente logiquement une meilleure limite d'élasticité que la microstructure "gros grain".

À température ambiante, la résistance maximale des alliages à "petit grain" est supérieure à celle des alliages à "gros grain". Toutefois, on observe une inversion des données à haute température : à 650°C, les valeurs de R_m sont identiques pour les deux traitements thermiques et à 700°C, les valeurs obtenues sur la microstructure "gros grain" sont supérieures à celles correspondant à une microstructure "petit grain".

20℃	88-AA SUB	88-ET SUB	ΔR (%)	88-AA SUPER	88-ET SUPER	ΔR (%)
R0,2	1226	1208	**1,5**	1110	1093	**1,5**
Rm	1627	1618	**0,6**	1578	1544	**2,2**
A%	21	18		22	32	

650℃	88-AA SUB	88-ET SUB	ΔR (%)	88-AA SUPER	88-ET SUPER	ΔR (%)
R0,2	1089	1080	**0,8**	1036	1003	**3,2**
Rm	1409	1445	**2,6**	1458	1436	**1,5**
A%	27	25		22	14	

700℃	88-AASUB	88-ET SUB	ΔR (%)	88-AA SUPER	88-ET SUPER	ΔR (%)
R0,2	1072	1063	**0,8**	1013	975	**3,8**
Rm	1242	1224	**1,4**	1321	1320	**0,1**
A%	12	20		35	30	

Tableau 19 : Récapitulatif des valeurs des limites d'élasticité, des contraintes maximales (en MPa) et des allongements à rupture (en %) pour les alliages 88-AA et 88-ET, pour chacun des deux traitements thermiques étudiés.

Afin de comparer de manière quantitative les résultats obtenus sur les deux modes d'élaboration, on décide de comparer les valeurs des limites d'élasticité à 0,2% (*Tableau 19*). Il s'agit d'une valeur caractéristique facilement comparable d'un alliage à l'autre et très reproductible. On décide d'un critère arbitraire de 5% de différence entre les deux modes d'élaboration afin de valider la pertinence des résultats obtenus sur l'alliage élaboré par électrode tournante.

Même s'il est plus difficile de comparer les valeurs des R_m ici, du fait de la fissuration de trois éprouvettes, nous procédons au même type de calcul comparatif en conservant le même critère arbitraire de 5%.

Les résultats sont trop dispersés sur l'allongement à rupture pour pouvoir être comparés. On constate une bonne ductilité de manière générale ce qui semble démontrer une bonne densification par la procédure expérimentale.

Les valeurs de $R_{0,2}$ et R_m de l'alliage 88-AA sont toujours supérieures à celle de l'alliage 88-ET, quel que soit le traitement thermique considéré, subsolvus ou supersolvus, excepté pour le R_m obtenu à 650°C pour un traitement subsolvus où la valeur est supérieure pour l'alliage 88-ET. Le critère de validité est établi en considérant un delta inférieur ou égal à 5%. Les différences calculées s'échelonnent entre 0,1 et 3,8%.

3.3.3.2 Fluage

Des essais de fluage ont été menés sur les alliages 88-AA et 88-ET dans les mêmes conditions, soit **sous 550 MPa à 700°C**, après chacun des deux traitements thermiques étudiés (subsolvus et supersolvus).

Initialement, les conditions d'essais de fluage avaient été établies pour permettre de comparer les déformations plastiques atteintes au bout de 400h. Les essais devaient donc être interrompus vers 500h. Ce fut le cas pour l'essai mené sur l'alliage N18-ET (testé uniquement après un traitement subsolvus). En revanche, les essais sur les alliages 88-AA et 88-ET ont été poursuivis au-delà de 400h. En effet, l'essai réalisé, en premier dans l'ordre chronologique, dans les mêmes conditions sur une des nuances expérimentales (MP1), montrait une déformation quasi nulle après 500h. De ce fait, nous avons décidé de prolonger cet essai ainsi que ceux portant sur les alliages 88-AA et 88-ET jusqu'à rupture, dans la mesure du possible.

Nous présentons ici les résultats obtenus d'abord après un traitement subsolvus puis après un traitement supersolvus.

Afin de procéder à une comparaison entre les alliages AA et ET, hormis l'allure des courbes de déformation, nous comparons les durées pour obtenir une déformation plastique de 0,2% ($t_{0,2}$) et la vitesse à cette déformation ($v_{0,2}$). Nous comparons également les déformations plastiques à 400h et les temps à rupture, quand ils sont disponibles.

3.3.3.2.1 Après un traitement subsolvus

Les courbes correspondant aux alliages traités **subsolvus**, 88-ET, 88-AA et N18-ET sont présentées sur la *Figure 102*. L'essai sur le N18-ET – mené à l'ONERA - a été interrompu à 500h, l'étude prévoyant initialement une comparaison des alliages sur un temps court de fluage. Sur la *Figure 102a*, la courbe de déformation jusqu'à rupture du N18-AA est présentée. Un zoom sur les 600 premières heures des essais correspond à la *Figure 102b*.

Les courbes correspondant aux alliages 88-ET et 88-AA sont très proches jusqu'à 600h. Le fluage tertiaire est ensuite beaucoup plus long et progressif dans le cas de l'alliage 88-ET. La vitesse de déformation à un temps donné est légèrement supérieure pour l'alliage 88-AA en comparaison de l'alliage 88-ET. Les temps à rupture ne sont pas si différents (1235h pour AA, 1970h pour ET) même si les performances de l'alliage ET sont meilleures : temps à rupture et ductilité supérieures.

Il ne faut pas oublier que l'essai correspondant à l'alliage 88-AA a été mené sur une éprouvette provenant d'un galet fissuré (cf. 3.3.3.1). D'autre part, nous ne disposons que d'un seul essai par lot de matière et on ne peut donc pas présager la reproductibilité des résultats.

On constate que les performances des alliages 88, quel que soit le mode d'élaboration, sont supérieures à celle de l'alliage N18, alors que la composition de l'alliage 88 est optimisée, dans le cas du René 88, pour un traitement supersolvus. A mode d'élaboration équivalent (ET), les vitesses de déformation, pour un temps donné, sont plus faibles dans le cas de l'alliage 88.

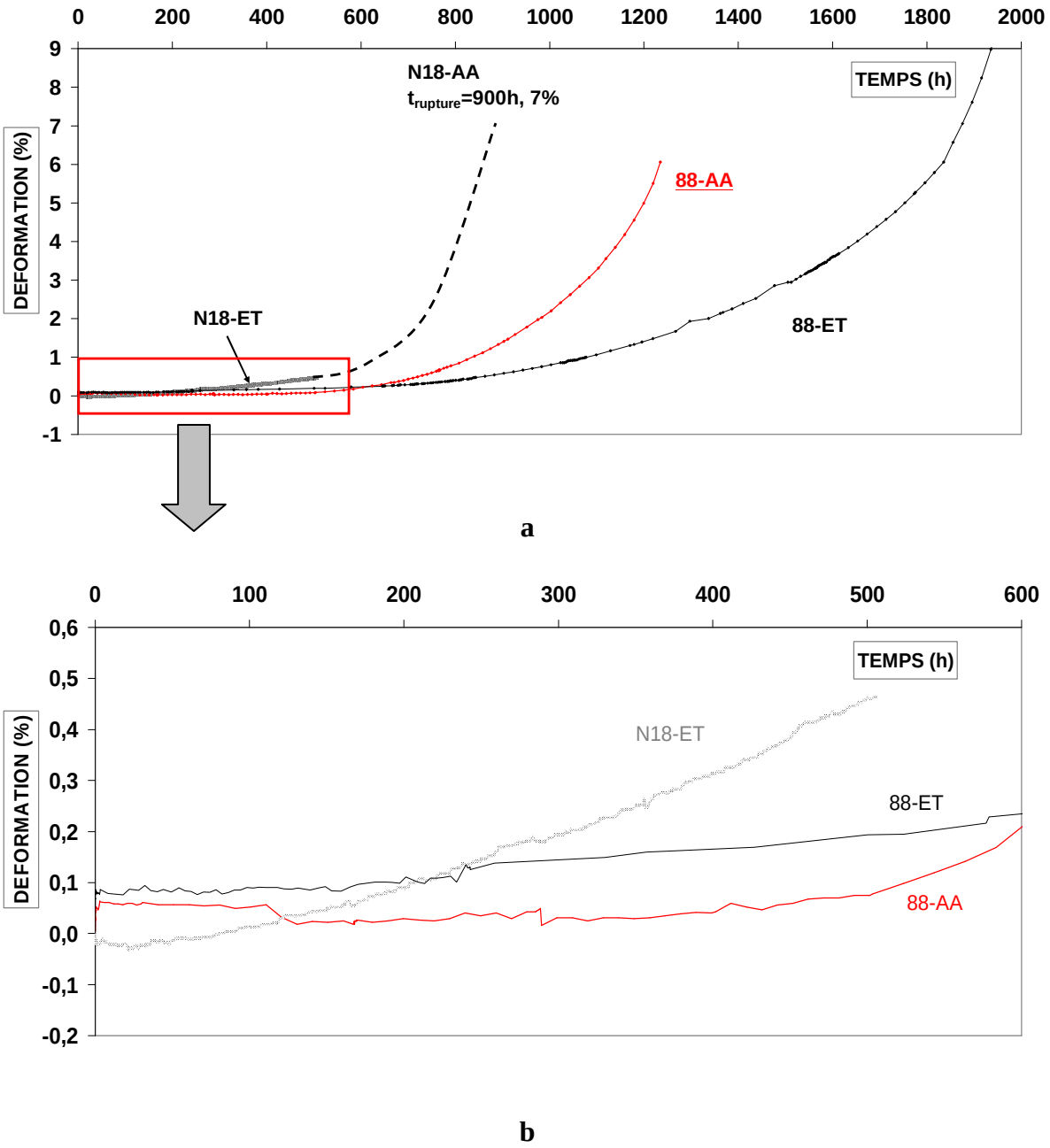


*Figure 102 : (a) Courbe de déformation plastique en fonction du temps obtenue en fluage à 700°C sous 550 MPa pour les alliages 88-AA, 88-ET et N18-ET traités **subsolvus**, (b) Zoom des 600 premières heures d'essai.*

3.3.3.2.2 Après un traitement supersolvus

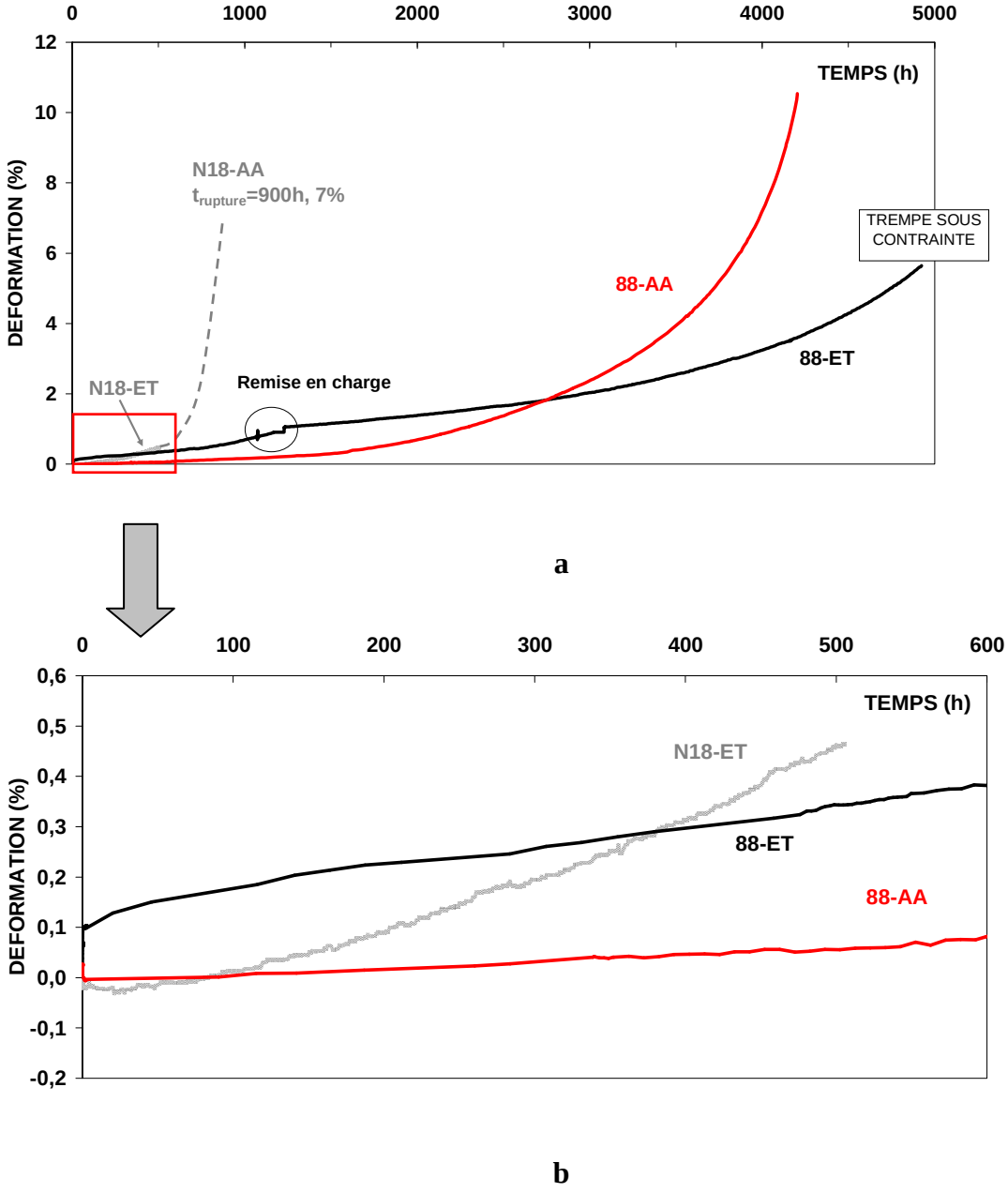


Figure 103 : (a) Courbe de déformation plastique en fonction du temps obtenue en fluage à 700°C sous 550 MPa pour les alliages 88-AA, 88-ET traités ***supersolvus*** *et N18-ET traité subsolvus, (b) Zoom des 600 premières heures d'essai.*

	88-ET SUB	88-AA SUB	88-ET SUPER	88-AA SUPER	N18-ET
t0,2 (h)	585	600	150	1200	340
v0,2 (s-1)	1 E-09	5 E-09	<1E-09	1 E-09	3,5 E-09
def 400h (%)	0,125	0,04	0,3	0,05	0,27
tr (h)	1970	1235	> 4900 h	4200	

Tableau 20 : Valeurs caractéristiques en fluage des alliages 88 et N18 après traitements thermiques subsolvus et supersolvus (le N18 est traité subsolvus).

Sur la *Figure 103* correspondant aux résultats en fluage des nuances 88-AA et 88-ET après un **traitement supersolvus**, les résultats pour la nuance N18-ET – ainsi que la courbe complète en déformation du N18-AA- sont aussi présentés afin de comparer les performances en fluage des deux alliages pris comme référence, le N18 d'une part, le René 88 d'autre part. Pour rappel, le N18-ET et le N18-AA sont traités subsolvus.

On note tout d'abord des vitesses de déformation clairement inférieures pour les deux alliages 88, traités supersolvus, par rapport à celle du N18-ET (*Tableau 20*). L'effet de la taille de grain est ici notable : 5 µm pour le N18-ET subsolvus, 15 µm pour les alliages 88 supersolvus.

La courbe correspondant à l'alliage 88-ET présente un décrochement vers 1100h. Ceci est dû à la remise en charge effectuée sur l'éprouvette suite à un dysfonctionnement du four conduisant à l'interruption de l'essai. Malgré cela, comme pour le traitement subsolvus, les résultats sont meilleurs pour l'alliage 88-ET que pour l'alliage 88-AA : temps à rupture supérieur, vitesse de déformation inférieure. A contrario, jusqu'à 2700h, la déformation plastique de l'alliage 88-AA reste toujours inférieure à celle de l'alliage 88-ET. Le fluage tertiaire est beaucoup plus long et progressif dans le cas de l'alliage 88-ET.

3.3.3.2.3 Conclusion de la caractérisation mécanique

Les résultats obtenus sur l'alliage 88-ET, tant après un traitement subsolvus qu'après un traitement supersolvus, démontrent la qualité de la densification par électrode tournante ce qui conduit à des résultats en termes de fluage tout à fait représentatifs, comparativement à l'alliage 88-AA.

Nous avons vu précédemment que la microstructure de l'alliage 88-ET restait particulièrement inhomogène après un traitement subsolvus, contrairement à l'alliage N18-ET par exemple, et à tous les autres alliages expérimentaux de l'étude comme nous le verrons dans le chapitre 5. Malgré cela, les résultats sont pertinents, démontrant l'influence prépondérante de la composition et de la qualité de la densification sur les propriétés en traction et en fluage.

Les résultats obtenus sur les alliages de référence issus des deux modes de pulvérisation traités (AA ou ET) sont proches, notamment en traction où les différences, concernant la limite d'élasticité et la résistance maximale, sont inférieurs à 5%. En fluage, les résultats obtenus sur l'alliage 88-AA semblent confirmer la fissuration initiale lors de son filage (cf. 3.3.1.2). Si l'on compare le temps à rupture obtenu sur l'alliage 88-ET à celui du René88-DT en fluage sous 550 MPa à 700°C (*Tableau 11*) on conclue à une bonne concordance des résultats.

Ainsi, les résultats obtenus sur les alliages expérimentaux développés dans notre étude (et issus d'une pulvérisation par électrode tournante) pourront être directement comparés aux alliages de référence et une projection des résultats après élaboration industrielle - comprenant une pulvérisation par atomisation argon – sera donc possible.

CHAPITRE 4

4 INFLUENCE DU TRAITEMENT THERMIQUE

4 INFLUENCE DU TRAITEMENT THERMIQUE 107

4.1 Influence de la température de remise en solution 110
4.1.1 Influence sur la taille de grain 110
4.1.1.1 Détermination des températures de solvus de la phase γ' 112
4.1.1.2 Autres paramètres influençant la taille de grain 115
4.1.2 Influence sur les propriétés mécaniques en traction et fluage 116
4.1.2.1 Traction 117
4.1.2.2 Fluage 118
4.1.2.3 Conclusion : optimisation de la taille de grain 123

4.2 Influence de la vitesse de refroidissement 126
4.2.1 Influence sur la microstructure 126
4.2.1.1 Influence sur la taille des précipités γ' 127
4.2.1.2 Influence sur la forme des précipités γ' 130
4.2.1.3 Évolution des précipités 132
4.2.2 Influence sur les propriétés mécaniques 133
4.2.2.1 Traction 133
4.2.2.2 Fluage 135
4.2.3 Trempe indirecte 137

4.3 Influence du revenu 143

4.4 Effet du vieillissement en service 146
4.4.1 Influence sur la microstructure 146
4.4.2 Influence sur les propriétés mécaniques 148
4.4.2.1 Traction 148
4.4.2.2 Fluage 149

4.5 Conclusion et récapitulatif des traitements thermiques utilisés dans l'étude 151
4.5.1 Traitement thermique supersolvus 151
4.5.2 Traitement thermique subsolvus 155
4.5.3 Récapitulatif 157
4.5.4 Conditions de simulation de vieillissement choisies dans l'étude 157

Nous avons vu au chapitre 2 que la formulation de nouvelles compositions découlait de la connaissance acquise sur le rôle des éléments d'alliage dans les propriétés mécaniques des superalliages. Les outils utilisés sont des estimations a priori des propriétés, estimations effectuées à partir des concentrations de chacun des éléments d'alliage. En outre, les critères de sélection de nouvelles compositions sont établis en regard de l'influence de tel ou tel élément sur les propriétés de l'alliage. On a vu au chapitre 2 (cf. 2.1.), l'influence des éléments d'alliage sur la microstructure et les propriétés mécaniques notamment en traction, fluage et propagation de fissure.

Toutefois, la composition n'est pas le seul paramètre influant sur les propriétés. Il y a également le mode d'élaboration, dont nous avons parlé au chapitre 3 (cf. 3.2.) afin de valider le protocole établi pour cette étude. Une densification imparfaite, des défauts d'élaboration (inclusions…) peuvent conduire à des propriétés mécaniques insatisfaisantes. Il y a aussi le traitement thermique qui influe de façon majeure, peut-être de façon prépondérante à la composition, sur les propriétés mécaniques. Le traitement thermique joue en effet un rôle déterminant sur la taille de grain et la répartition des différentes populations de précipités γ'. Pour rappel, dans les superalliages base nickel pour disques, trois populations de phase γ' coexistent : leur dénomination (primaire, secondaire, tertiaire) provient des trois grandes étapes du traitement thermique :

- Persistance d'une population primaire lors la remise en solution **partielle** de la phase γ' (effectuée à une température inférieure à la température de solvus de la phase γ', T_S), cette population est complètement dissoute lors d'une remise en solution totale de la phase γ' (effectuée à une température supérieure à T_S),
- Précipitation d'une population secondaire intragranulaire lors du refroidissement,
- Précipitation, en général en « fin » de refroidissement, d'une population plus fine (tertiaire) intragranulaire et grossissement lors du ou des revenus.

Le schéma de la *Figure 104* permet de visualiser les trois types de précipités γ' dans le cas d'un traitement subsolvus.

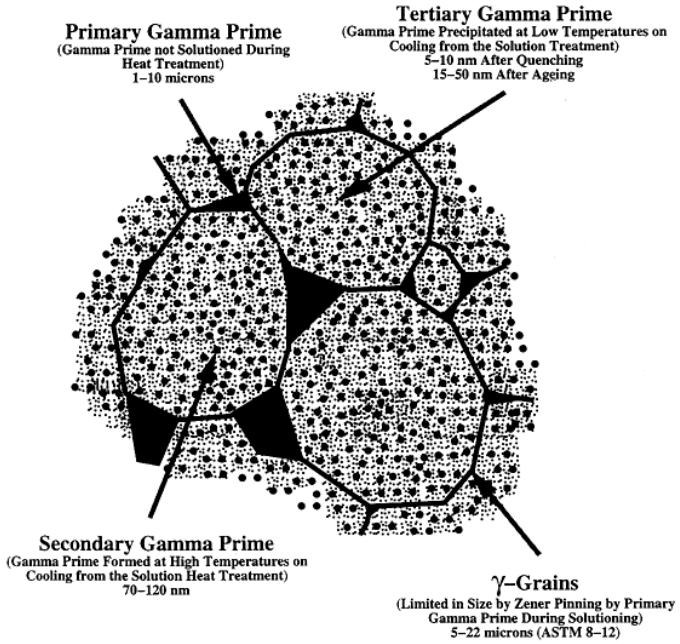


Figure 104 : Schéma de la structure de l'U720 Li.
[Jackson, 1999]

Dans cette étude, le N18 et le René 88 ont été choisis comme alliages de référence. Leurs traitements thermiques industriels ne sont pas identiques et diffèrent notamment par leur température de remise en solution qui est inférieure à celle du solvus de la phase γ' dans le cas du N18 (remise en solution subsolvus), et supérieure dans le cas du René 88 (remise en solution supersolvus). Nous avons pu constater sommairement dans le chapitre 3 (**cf. 3.3.**) l'impact différent des traitements thermiques sur la microstructure des alliages et par delà sur leurs propriétés mécaniques.

Il s'agit tout d'abord dans ce chapitre de mieux comprendre l'influence du traitement thermique sur la microstructure et les propriétés mécaniques.
Le traitement thermique comprend trois étapes successives : la remise en solution, la trempe, le revenu. Il est donc primordial de comprendre l'influence des paramètres liés à ces trois étapes : la température et la durée de la **remise en solution**, la vitesse de **refroidissement,** et la température et la durée du **revenu** sur la microstructure d'une part et sur les propriétés mécaniques d'autre part.
Industriellement, la remise en solution est soit subsolvus soit supersolvus. La trempe est réalisée par immersion dans un bain d'huile souvent précédée d'un refroidissement à l'air pulsé. En laboratoire, la vitesse de refroidissement est contrôlée afin de s'approcher au mieux des conditions industrielles. Le revenu est effectué à des températures comprises entre 650 et 850°C. Il peut être simple ou double.

Il s'agit ensuite de valider les traitements thermiques optimaux à appliquer aux nuances expérimentales après élaboration, dans le cadre de cette étude de développement d'un nouveau superalliage aux propriétés améliorées en comparaison de celles du N18.
Les traitements thermiques du N18 et du René 88 (*Tableau 21*) nous servent de référence, comme leurs compositions ont servi de référence pour la formulation des nouvelles compositions.

	Remise en solution	Refroidissement	Revenu
René 88 : Traitement **supersolvus**	Totale : 1150°C/1h (Ts+15°C)	140°C/min → ambiante	760°C/8h
N18 : Traitement **subsolvus**	Partielle : 1170°C/4h (Ts-25°C)	100°C/min → ambiante	700°C/24h + 800°C/4h

Tableau 21 : Traitements thermiques appliqués industriellement au René 88 et au N18.

Les résultats exposés ici s'appuient d'une part sur ceux présents dans la littérature, d'autre part sur l'étude réalisée au Centre des Matériaux sur l'alliage 88-AA - un galet forgé d'alliage 88 n'ayant subi aucun traitement thermique ultérieur a été fourni par Snecma **[Ponnelle, 2002]** - de composition identique au René 88 **[Krueger, 1990]** et sur l'alliage 88-ET, élaboré par Electrode Tournante comme les alliages expérimentaux.

Dans la suite du propos, nous distinguerons le traitement de la remise en solution : l'utilisation du terme "traitement supersolvus" par exemple indiquera que l'ensemble des trois étapes a été effectué alors que l'utilisation de "remise en solution supersolvus" indiquera que seules les deux premières étapes auront été réalisées.

4.1 Influence de la température de remise en solution

Le traitement de remise en solution permet d'homogénéiser la microstructure de γ', formée au cours de l'élaboration – de la fin de la solidification jusqu'au refroidissement après forgeage, présente notamment aux joints de grain sous forme de gros précipités. Ces précipités sont partiellement ou totalement dissous en fonction de la température appliquée, supérieure ou inférieure à leur température de solvus (Ts). On distingue donc deux grands types de remise en solution :

- Le traitement **subsolvus** effectué en deçà de la température de solvus de la phase γ' (Ts). Dans ce cas, seule une fraction de la phase γ' précipitée lors du forgeage est dissoute : il y a remise en solution **partielle**. La population encore présente, majoritairement intergranulaire, est dite primaire. Elle se présente sous forme de précipités massifs de taille comprise entre 500 nm et 2 µm qui ancrent les joints de grain et empêchent l'augmentation excessive de la taille de grain. On parle alors d'alliages "grain fin". La fraction de phase γ' remise en solution précipite de façon plus fine et homogène lors du refroidissement.
- Le traitement **supersolvus** effectué au-delà de la température de solvus de la phase γ' (Ts) et en deçà de la température de solidus. La différence entre ces deux températures est appelée fenêtre de remise en solution. Une fenêtre de remise en solution trop étroite du fait d'une température de solvus trop élevée ou d'une température de solidus trop basse rend difficile ce type de remise en solution. Toute la population de phase γ' précipitée lors du forgeage est dissoute : il s'agit d'une remise en solution **totale**. Les alliages sont définis comme étant "grain moyen" ou "gros grain", l'augmentation de la taille de grain étant alors fonction de la concentration, de la distribution et de la morphologie des autres particules intergranulaires (carbures, nitrures, oxydes…) **[Mons, 1994].**

4.1.1 Influence sur la taille de grain

La croissance de la taille de grain en fonction de la température de remise en solution est liée à la diminution de la fraction de phase γ' précipitée aux joints de grain. Ainsi, lors d'un traitement subsolvus, plus la température de traitement sera proche de la température de solvus de la phase γ', moins la fraction de phase γ' intergranulaire sera importante et plus la taille de grain sera grande. Cette évolution concomitante a été observée pour plusieurs superalliages : par **Jackson [1999]** (*Figure 105*) sur l'Udimet 720Li forgé et par Locq **[Locq, 2000**] (*Figure 106*) sur le NR3 MdP filé forgé.

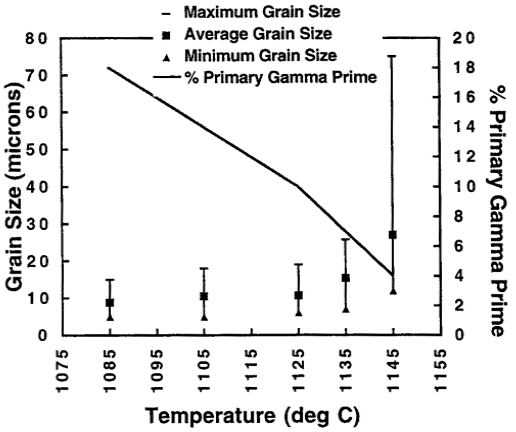


Figure 105 : Évolution comparée de la fraction volumique des précipités γ' primaires et de la taille de grain en fonction de la température de remise en solution de l'U720Li [Jackson, 1999].

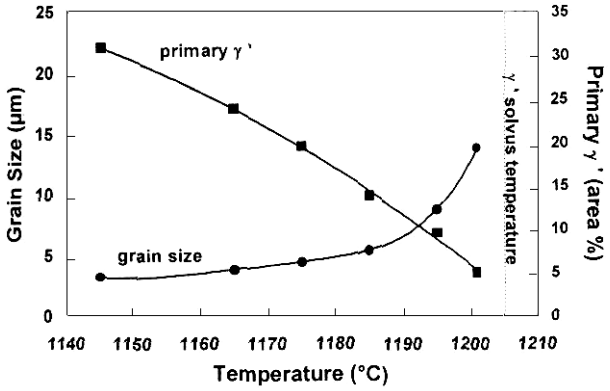


Figure 106 : Évolution comparée de la fraction volumique des précipités γ' primaires et de la taille de grain en fonction de la température de remise en solution du NR3 [Locq, 2000].

Un traitement de remise en solution de chaque type a été appliqué à l'alliage 88-AA afin de caractériser les deux microstructures. Le traitement subsolvus a été effectué à Ts-25°C (1110°C), le traitement supersolvus à Ts+15°C (1150°C). Les tailles de grain sont respectivement égales à 5 et 15 µm en moyenne. (*Figure 107*). Pour un traitement supersolvus équivalent, la taille de grain du René 88 indiquée dans la littérature varie de 10 à 60 µm. **[Wlodek, 1996 ; Kissinger, 1996 ; Huron, 2000 ; Krueger, 1992]**

Les différences relevées peuvent provenir de légères différences de compositions (cf. 2.1.3 « rôle des éléments B, C, Hf, Zr ») ou bien de conditions de forgeage différentes.

a) T<Ts ***b) T>Ts***

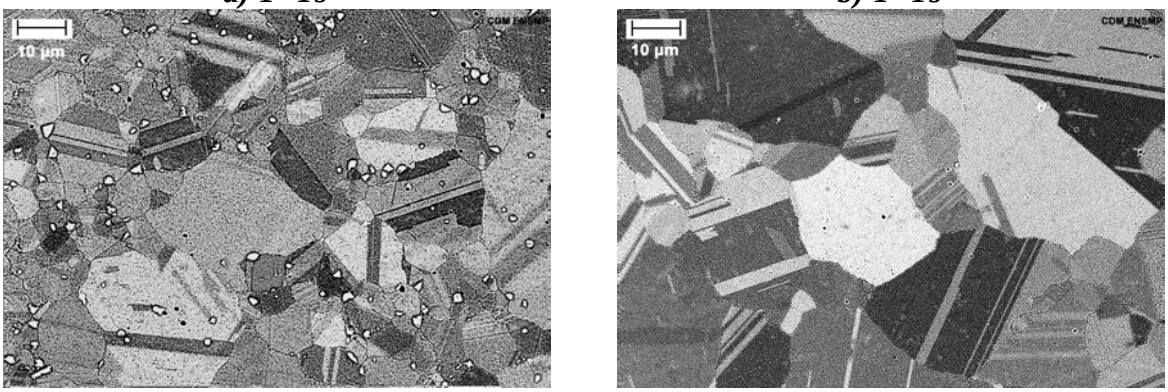


Figure 107 : Micrographies MEB de l'alliage 88-AA après un traitement
a) subsolvus (Ø=5µm), b) supersolvus (Ø=15µm).

4.1.1.1 Détermination des températures de solvus de la phase γ'

L'évolution simultanée de la fraction volumique intergranulaire de phase γ' et de la taille de grain sert de base à une méthode de détermination par métallographie de la température de solvus de la phase γ':

- la température de solvus est estimée par l'utilisation de formules issues de régressions linéaires effectuées sur des superalliages de composition et de température de solvus connues. Dans cette étude, nous utilisons la formule proposée par Paintendre **[1986]**:

$$Ts= 1005 – 2,5Co - 5,3Cr + 9Mo + 14W + 13,3Al + 26,1Ti + 12,7Nb$$

  où Ts est exprimée en °C et Co, Cr, Mo, W, Al, Ti, Nb sont les concentrations atomiques de chacun des éléments dans la composition globale de l'alliage.

- Différents traitements thermiques sont effectués à des températures de part et d'autre du solvus estimé, la taille de grain est mesurée pour chaque traitement.

- Le point d'inflexion de la courbe d'évolution de la taille de grain en fonction de la température du traitement appliqué constitue la valeur de la température de solvus de la phase γ'.

Dans le cadre de la présente étude, une évolution similaire a été constatée dans le cas de l'alliage 88-AA. Six échantillons ont été traités pendant 1h sous air aux températures suivantes : 1110°C, 1120°C, 1130°C, 1135°C, 1140°C, 1150°C (*Figure 112*). L'évolution de la taille de grain et de la fraction surfacique de γ' primaires en fonction de la température de remise en solution est reportée sur la *Figure 108*. La température de solvus de la phase γ' primaire de l'alliage 88-AA est évaluée à environ **1135°C**.

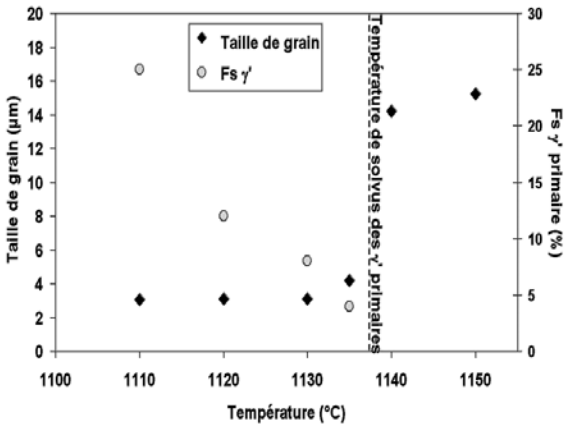


Figure 108 : Évolution de la taille de grain et de la fraction surfacique de l'alliage 88-AA en fonction de la température de remise en solution.

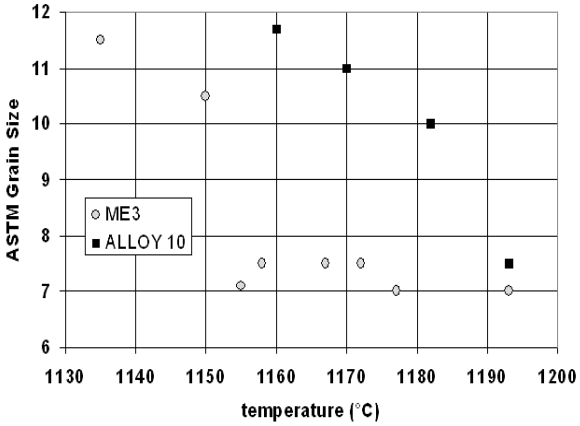


Figure 109 : Évolution de la taille de grain des alliages ME3 et Alloy10 en fonction de la température de remise en solution. D'après [Gabb, 2003]

C'est ce que l'on constate également sur l'alliage ME3 (Ts ≈ 1155°C) et de l'Alloy 10 (Ts comprise entre1180 et 1190°C) (*Figure 109*) **[Gabb, 2003],** la croissance de grain étant très nette une fois la température de solvus atteinte.

Toutefois, pour certains alliages, cette croissance de grain peut être moins nette comme dans le cas du N18 (*Figure 110*) ou le SMO43 (*Figure 111*) ; l'observation de la dissolution de la phase γ' primaire reste bien évidemment le critère principal d'identification de la température de solvus.

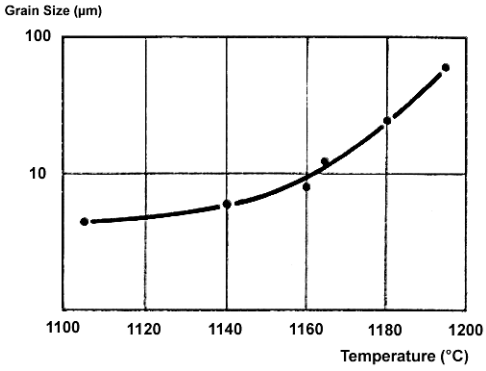


Figure 110 : Évolution de la taille de grain de l'alliage N18 en fonction de la température de remise en solution. [Lautridou, 1994].

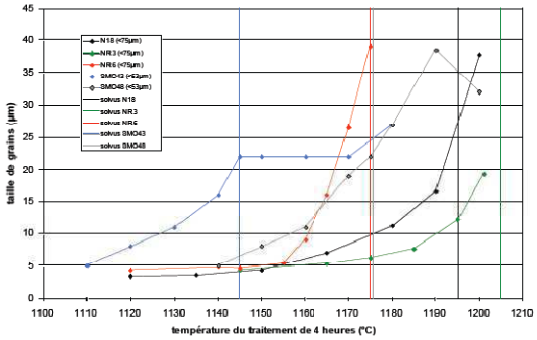
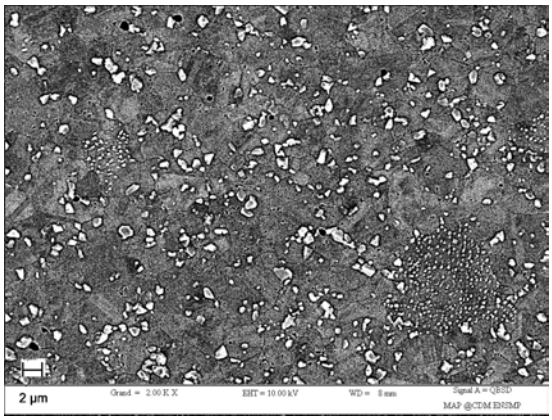
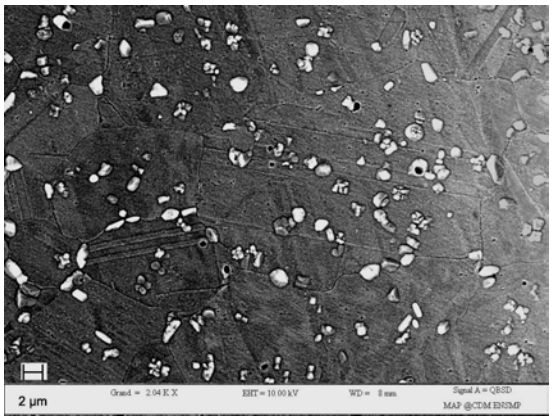


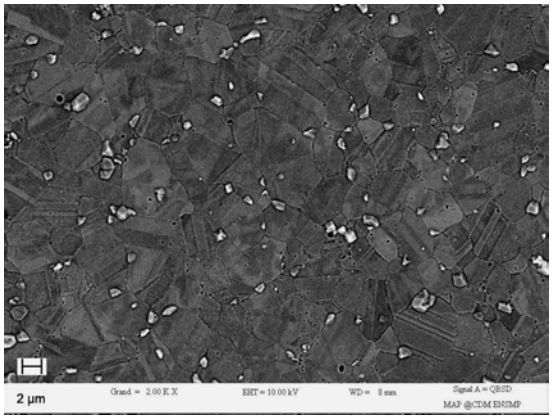
Figure 111 : Évolution de la taille de grain en fonction de la température de remise en solution pour différents superalliages. Les températures de solvus sont représentées par des verticales. [Nazé, 2007]



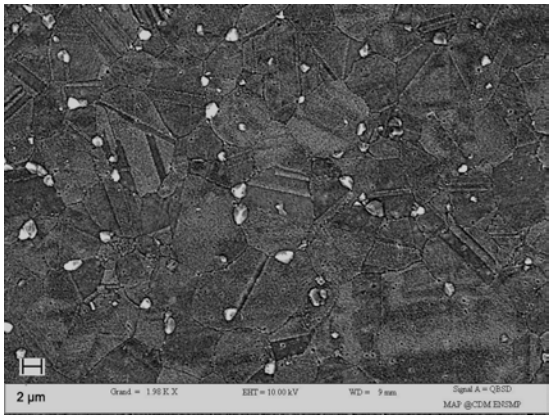
(a) 1110°C/ 1h/ air



(b) 1120°C/ 1h/ air



(c) 1130°C/ 1h/ air



(d) 1135°C/ 1h/ air

(e) 1140°C/ 1h/ air

(f) 1150°C/ 1h/ air

Figure 112 : Micrographies en Microscopie Électronique à Balayage (électrons rétrodiffusés) de l'alliage 88-AA traité thermiquement sous air pendant une heure à différentes températures. (Le contraste des images a été inversé, la phase γ' apparaît en blanc)

4.1.1.2 Autres paramètres influençant la taille de grain

La croissance de grain lors de la remise en solution ne dépend pas uniquement de la température appliquée. En effet, le forgeage conditionne également la taille de grain. Cette opération est effectuée dans le domaine superplastique i.e. pour des vitesses de déformation lentes à des températures généralement inférieures au solvus de la phase γ'. En fonction de ces deux paramètres, une certaine quantité de déformation et donc de dislocations va être produite et stockée ou non pendant le forgeage, ce qui va avoir un effet direct sur la recristallisation durant le traitement de remise en solution. Ainsi, pour des conditions différentes de température et de vitesse durant le forgeage, la réponse du matériau peut varier pour un même traitement de remise en solution **[Blankenship, 1996].**

Jain [2000], dans son étude, met en évidence les effets couplés de la recristallisation dynamique au cours du forgeage et de la recristallisation statique après forgeage :

- plus la température de forgeage de l'Udimet 720 est haute, plus la taille de grain est élevée, à température de remise en solution identique, notamment dans le cas d'une remise en solution supersolvus, la taille de grain étant identique après le forgeage à celle d'origine,
- plus la vitesse de forgeage est lente, plus la taille de grain après la remise en solution est grande.

Lors du traitement thermique supersolvus, on peut alors observer dans des zones trop écrouies, une croissance de grain anormale. Ce phénomène a été observé sur le René 88 tant par **Blankenship [1996]** que **Huron [2000].** Ce dernier montre qu'il existe une vitesse critique de déformation, dépendante de la température : elle sera d'autant plus élevée que la température sera haute (*Tableau 22*). **Soucail [1995]** trouve la même dépendance sur le N18 (*Tableau 23*) même si les températures sont plus hautes, la fraction volumique de γ' du N18 (55%) étant plus importante que celle du René 88 (42%).

Temperature (degrees C)	Strain Rates for Critical Grain Growth (/sec)
954	0.00244-0.01
982	0.00288-0.0128
1010	0.008-0.04
1038	0.010-0.05
1066	0.0256-0.07

Tableau 22 : Domaines de vitesse de déformation en fonction de la température pour lesquels on observe une croissance anormale de grain dans le René 88. [Huron, 2000]

Temperature (°C)	$\dot{\varepsilon}_c$ (s^{-1})
1100	3.5×10^{-3}
1120	8×10^{-3}
1140	1×10^{-2}

Tableau 23 : Vitesses de déformation critiques en fonction de la température pour lesquelles on observe une croissance anormale de grain dans le N18. [Soucail, 1995]

L'alliage 88-AA de cette étude a été forgé à 1060°C (Ts- 75°C) à une vitesse de forgeage de 2 10^{-3} s^{-1} : on n'observe pas de croissance de grain anormale. Cette observation s'accorde donc avec les résultats obtenus par Huron sur le René 88.

Pour des conditions de forgeage et un traitement supersolvus identiques, les différences de taille de grain peuvent s'expliquer par des teneurs en carbone différentes (cf. 2.1.3.1). En effet, après un traitement thermique supersolvus, les seuls précipités intergranulaires permettant de limiter la taille de grain sont les carbures dont la quantité est fonction de la teneur en carbone de l'alliage. Ainsi, **Kissinger [1996]** trouve sur le René 88 une taille de grain de 22 à 30 µm pour une teneur massique en carbone de 0,043% tandis que Wlodek **[1996]** la détermine pour le même alliage à 60 µm pour une teneur en carbone de 0,03% en masse.

L'alliage 88-AA présente une concentration massique en carbone proche de 0,04 %. La taille de grain observée est donc en accord avec les résultats de la littérature.

4.1.2 Influence sur les propriétés mécaniques en traction et fluage

Pour comprendre l'influence de la taille de grain sur les propriétés mécaniques de l'alliage, il est intéressant de remplacer la notion de "taille de grain" par celle de "joint de grain". Les joints de grain peuvent, soit agir comme des obstacles au mouvement des dislocations, on observe alors un effet **durcissant**, soit au contraire offrir des chemins préférentiels de déformation, il y a alors un effet **adoucissant**. La prépondérance de l'un ou l'autre de ces deux effets antagonistes va dépendre de la température. A faible température, l'effet durcissant sera majoritaire donc plus la taille de grain sera petite, plus les joints de grain seront nombreux plus la résistance sera grande. La loi de Hall-Petch s'applique : la limite d'élasticité (contrainte d'écoulement σ) est inversement proportionnelle à la racine carrée du diamètre moyen des grains.

$$\sigma=\sigma_0 + kd^{-1/2}$$

A haute température, les mécanismes de déformation intergranulaire seront d'autant plus favorisés que la « densité » de joints de grain (soit la surface des joints ramenée au volume correspondant) sera grande. C'est pour cette raison qu'en général, une microstructure "grain fin" est recherchée quand on privilégie la résistance aux fortes contraintes à basse et moyenne température notamment en traction et en fatigue (matériau "haute résistance") alors qu'une microstructure "gros grain"est essentielle en fluage à haute température (matériau "haute température").

4.1.2.1 Traction

Des essais de traction ont été effectués sur l'alliage 88-AA traité suivant les deux voies subsolvus et supersolvus. Ces essais ont été réalisés à une vitesse de 1,7 10^{-3} s^{-1} à 20, 650 et 700°C. Les mêmes essais ont été menés dans les mêmes conditions sur des éprouvettes de l'alliage 88-ET. Les valeurs de la limite d'élasticité à 0,2% (*Figure 113*) ainsi que la résistance maximale (*Figure 114*) pour ces deux alliages sont présentées et comparées à celles correspondant aux données de la littérature sur le René 88. Les colonnes pleines correspondent au traitement thermique subsolvus, les colonnes ajourées concernent le traitement thermique supersolvus, en gris foncé pour les données de l'alliage 88-AA, et en gris clair pour l'alliage 88-ET. Les colonnes hachurées correspondent aux données bibliographiques.

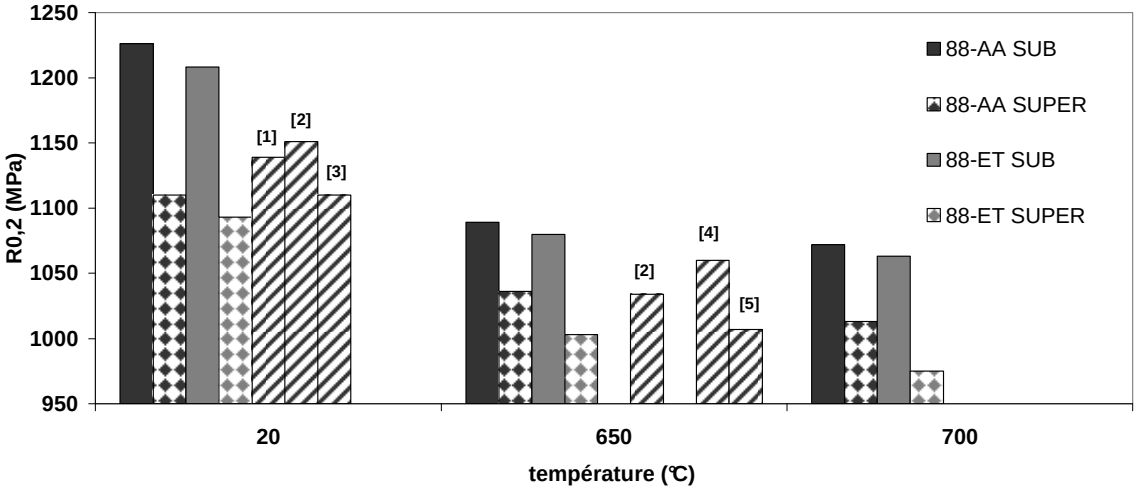


Figure 113 : Évolution de la limite d'élasticité à 0,2% en traction de l'alliage 88-AA, de l'alliage 88-ET traités subsolvus et supersolvus et du René 88 (supersolvus) en fonction de la température. [1]=[Mao,2000], [2]=[Krueger, 1990], [3]=[Krueger, 1992], [4]=[Kissinger, 1996], [5]=[Huron, 1996b]

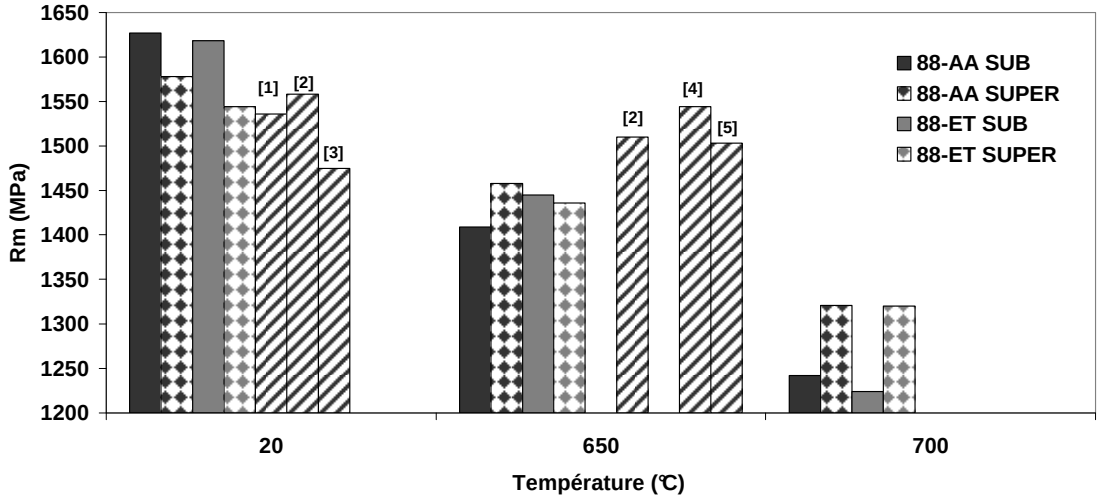


Figure 114 : Évolution de la résistance maximale en traction de l'alliage 88-AA, de l'alliage 88-ET traités subsolvus et supersolvus et du René 88 (supersolvus) en fonction de la température. [1]=[Mao,2000], [2]=[Krueger, 1990], [3]=[Krueger, 1992], [4]=[Kissinger, 1996], [5]=[Huron, 1996b]

On constate tout d'abord l'homogénéité des résultats, d'une part entre les données de la littérature et celles obtenues sur les alliages 88-AA et 88-ET, d'autre part entre l'alliage 88-AA et l'alliage 88-ET (cf. 3.3.).
Les limites d'élasticité à 0,2% des alliages traités subsolvus sont plus élevées que celles des alliages traités supersolvus et ce aux trois températures d'essais. La microstructure "petit grain" présente une meilleure limite d'élasticité que la microstructure "gros grain".
À température ambiante, la résistance maximale des alliages à "petit grain" est supérieure à celle des alliages à "gros grain". Toutefois, on observe une inversion de ces caractéristiques à haute température : à 650°C, les valeurs de Rm sont identiques pour les deux traitements thermiques et à 700°C, les valeurs obtenues sur la microstructure "gros grain" sont supérieures à celles correspondant à une microstructure "petit grain". On observe ainsi une transition de comportement à 650°C.
Le comportement précédemment décrit ne se retrouve pas de façon aussi évidente dans le cas du N18 même si la tendance semble être la même à haute température (*Figure 115*); en effet à 750°C, la résistance à rupture paraît légèrement supérieure pour la microstructure « gros grain ». Toutefois, la taille de grain ne semble pas avoir d'influence sur la limite d'élasticité à 0,2% ni sur la résistance à rupture à température ambiante et à 650°C **[Lautridou, 1994].**

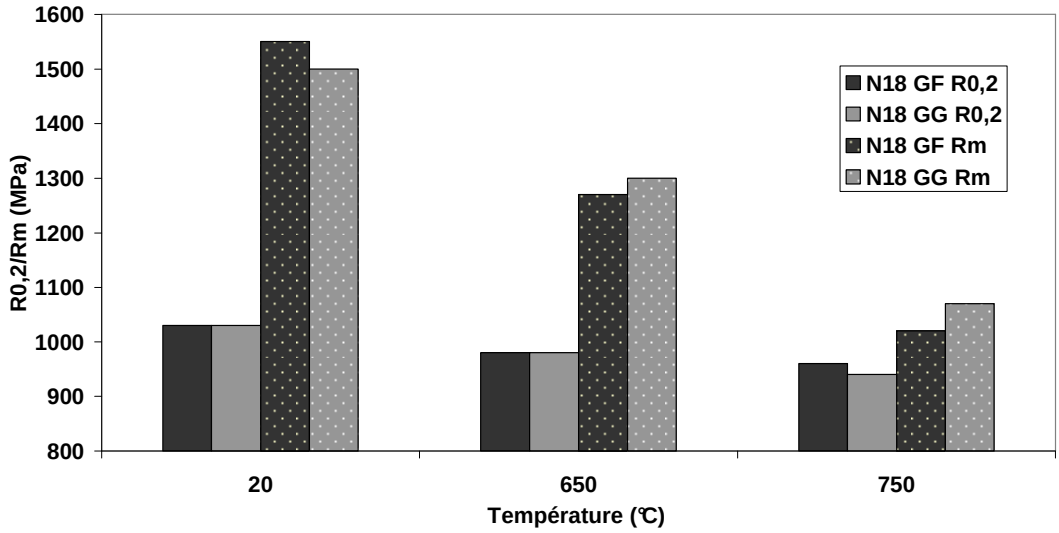


Figure 115 : Évolution de la limite d'élasticité à 0,2% et de la résistance à rupture en traction du N18 grain fin (12 µm) et gros grain (60 µm) en fonction de la température. D'après [Lautridou, 1994]

4.1.2.2 Fluage

4.1.2.2.1 Contrainte/Taille de grain

Des essais de fluage ont été menés à rupture sur les deux microstructures de l'alliage 88-AA. À 700°C, trois contraintes ont été testées sur les deux microstructures : 550, 650 et 800 MPa. Les courbes reliant la déformation plastique au temps des six essais sont présentées sur la *Figure 116*. Pour des contraintes faibles, on observe un temps à rupture quatre fois supérieur avec une microstructure "gros grain" par rapport à la microstructure "grain fin". Plus la contrainte est élevée, moins la différence de comportement est importante : sous 800 MPa, les deux courbes de fluage correspondant aux deux microstructures sont superposées.

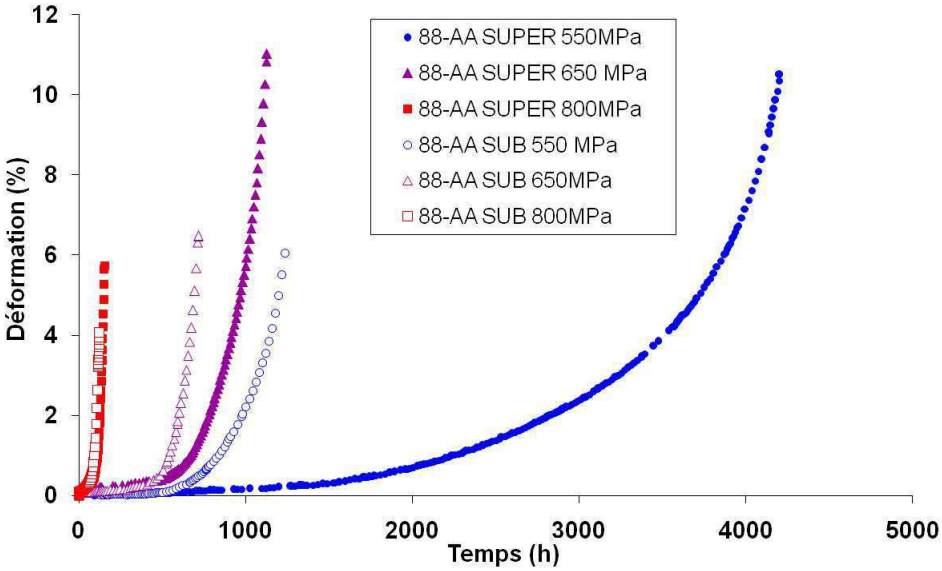


Figure 116 : Comparaison des courbes de fluage à 700°C sous 550, 650 et 800 MPa de l'alliage 88-AA traité subsolvus (88-AA SUB, marques évidées) et traité supersolvus (88-AA SUPER, marques pleines).

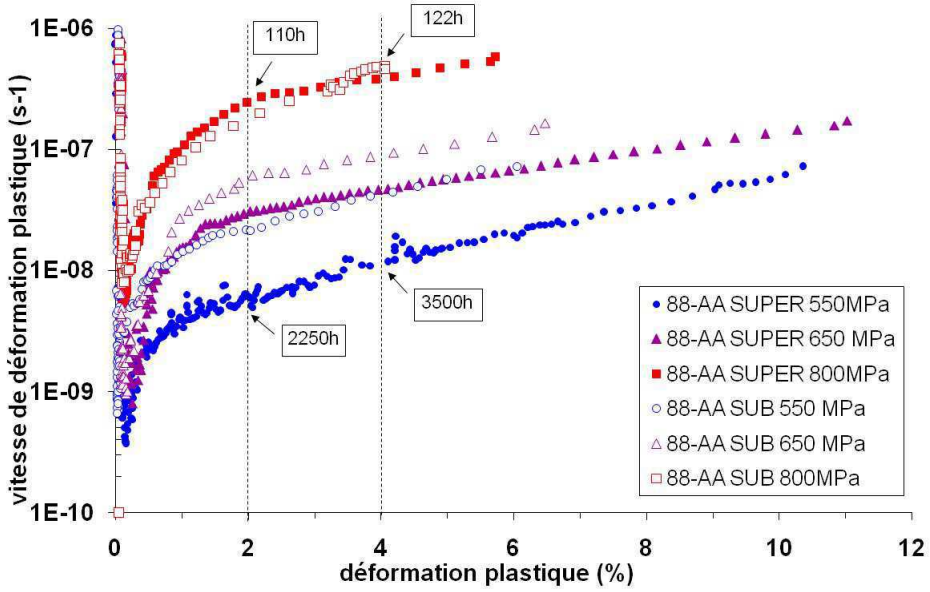


Figure 117 : Évolution de la vitesse de déformation plastique en fonction de la déformation plastique à 700°C sous 550, 650 et 800 MPa de l'alliage 88-AA traité subsolvus (88-AA SUB, marques évidées) et traité supersolvus (88-AA SUPER, marques pleines). Repère semi-log.

La représentation de l'évolution des vitesses de déformation plastique en fonction de la déformation plastique correspondant à ces différents essais (*Figure 117*) permet de constater d'une part que plus la contrainte est importante, plus la vitesse est grande, d'autre part qu'à basse contrainte la vitesse de déformation plastique est plus faible dans le cas d'une microstructure "gros grain" alors qu'à forte contrainte, les vitesses correspondant aux deux microstructures sont équivalentes ce qui montre que le mécanisme de fluage par glissement de dislocations devient prépondérant par rapport au mécanisme de fluage par glissement aux joints de grain. À 700°C, c'est entre 650 et 800 MPa que le mécanisme de fluage par glissement des dislocations devient prépondérant (*Figure 118*).

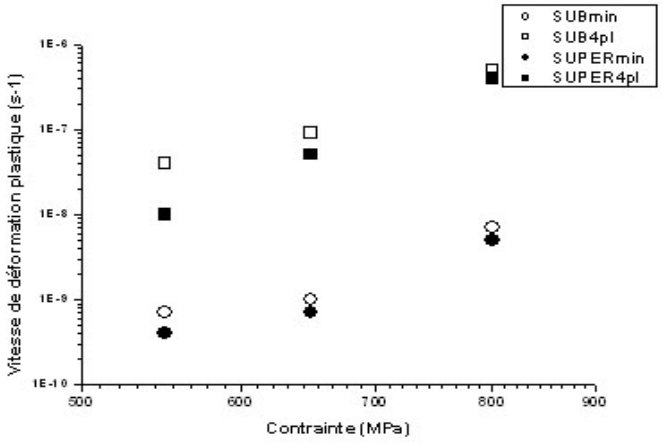


Figure 118 : Vitesses de déformation plastique minimales et mesurées à 4% de déformation plastique de l'alliage 88-AA traité subsolvus (SUB, marques évidées) et supersolvus (SUPER, marques pleines) en fonction de la contrainte de fluage à 700°C.

Pour les mêmes conditions de fluage (700°C/800 MPa) appliquées à différentes microstructures du N18, **Lautridou [1994]** observe aussi un temps à rupture identique quelle que soit la taille de grain *(Figure 119)* alors que sous 700 MPa à la même température, le temps à rupture est d'autant plus élevé que la taille de grain est grande. Pour le N18, à 700°C, c'est donc entre 700 et 800 MPa que le mécanisme de fluage-dislocation devient prépondérant.

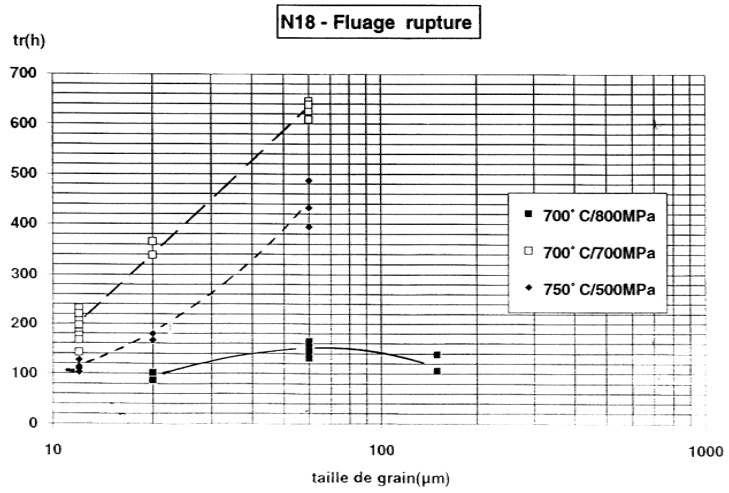


Figure 119 : Évolution du temps à rupture en fonction de la taille de grain du N18 pour différentes conditions de fluage. [Lautridou, 1994]

4.1.2.2.2 Mécanismes mis en jeu

A haute température et faible contrainte, la déformation plastique se produit aux joints de grain ce qui réclame une forte participation des phénomènes de diffusion ; c'est le « **fluage diffusionnel** ». Dans ce cas la vitesse de déformation minimale de fluage est une puissance négative de la taille de grain :

$\dot{\varepsilon} = Ad^{-n}$ avec $\dot{\varepsilon}$, la vitesse de déformation stationnaire et *d*, la taille de grain

Plus la taille de grain sera grande, plus la vitesse de déformation du stade secondaire sera faible et plus le temps à rupture sera grand si l'on considère que les mécanismes mis en jeu dans la déformation restent inchangés dans la plage de température et de contrainte considérée (loi de Monkman-Grant : $\dot{\varepsilon}s$ .t_r=cste).

Deux modèles différents sont fréquemment utilisés pour décrire le fluage diffusionnel :

- Le modèle de Nabarro-Herring (1950) utilisé pour les très hautes températures considère que la vitesse de déformation stationnaire est contrôlée par la diffusion en volume à l'intérieur des grains :

  $$\dot{\varepsilon} = Bd^{-2}$$

  Ce mécanisme n'est rencontré dans les superalliages base nickel qu'à très hautes températures (> 1000°C) **[Merceron, 2000**].

- Le modèle de Coble (1963) utilisé pour les hautes températures considère que la vitesse de déformation stationnaire est contrôlée par la diffusion intergranulaire :

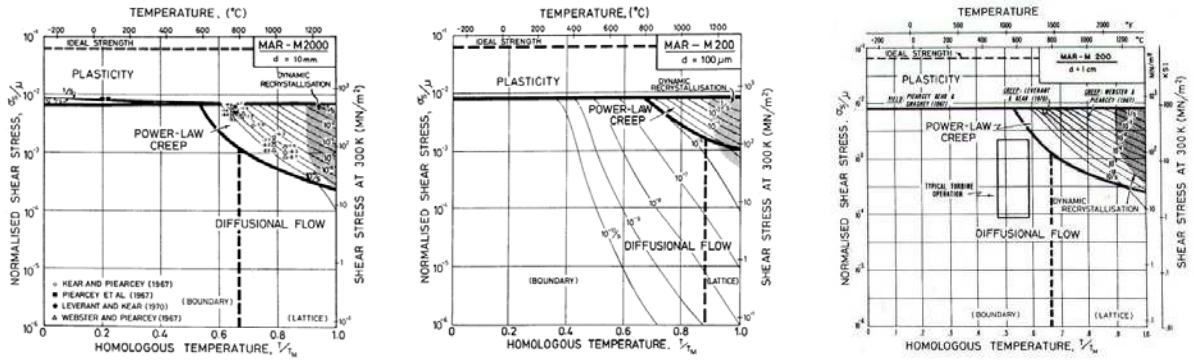
  $$\dot{\varepsilon} = Cd^{-3}$$

  [Ashby, 1980] [Saint-Antonin, 1995]

Le fluage diffusionnel s'accompagne de **glissement intergranulaire** afin d'accommoder la déformation aux joints de grain. Le mécanisme "diffusionnel" contrôlé par la diffusion aux joints de grains (modèle de Coble) prédomine dans le cas de l'alliage 88-AA à 700°C pour des contraintes inférieures à 650 MPa.

Si on augmente la contrainte, la déformation plastique est réalisée principalement et plus rapidement par le mouvement des dislocations que par la diffusion intergranulaire. Dans ce cas, la vitesse de déformation stationnaire de fluage est indépendante de la taille de grain. C'est ce que l'on observe à 700°C, pour des contraintes supérieures à 650 MPa dans le cas de l'alliage 88-AA. C'est le domaine de la "loi-puissance", la vitesse de déformation stationnaire est proportionnelle à la contrainte appliquée : $\dot{\varepsilon} = A\sigma^n$

Frost et Ashby ont proposé, en 1982 **[Frost, 1982]** une « carte » (dite désormais « d'Ashby »), permettant de visualiser l'ensemble des mécanismes de déformation en fonction de la contrainte et de la température, construite pour une taille de grain donnée d'un matériau donné. Les seules cartes réalisées sur des superalliages concernent le superalliage Mar-M200 [**Leverant, 1970**] réalisées pour plusieurs tailles de grain (10 µm, 100 µm, 1 cm) (*Figure 120*). Pour des conditions de contrainte et de température données, les mécanismes prédominants dans la déformation en fluage seront ainsi différents pour deux tailles de grain différentes d'un alliage de même composition. La comparaison des 3 cartes indique que le domaine de fluage-dislocation est le moins étendu dans le cas d'une taille de grain de 100 µm.



taille de grain de **10 µm** taille de grain de **100 µm** taille de grain de **10 mm**

Figure 120 : Carte des mécanismes de déformation du superalliage MAR-M200 [Frost, 1982]

En tenant compte des différents mécanismes de déformation en fluage (fluage aux joints de grain ou fluage par dislocations), Lasalmonie et Strudel suggèrent une représentation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de la taille de grain (*Figure 121*). En s'appuyant sur les résultats obtenus sur différents superalliages base nickel polycristallins, ils montrent qu'à haute température, il existe une taille de grain optimale pour laquelle la vitesse de déformation stationnaire en fluage est minimale. Ils proposent de tenir compte du rôle antagoniste du joint de grain, soit comme élément de durcissement, soit comme chemin privilégié de déformation pour exprimer la vitesse de déformation stationnaire en fluage. À contrainte constante, la taille de grain nécessaire pour obtenir la vitesse de déformation la plus faible est d'autant plus grande que la température appliquée est grande. À température constante, la taille de grain nécessaire pour obtenir la vitesse de déformation la plus basse est d'autant plus petite que la contrainte appliquée est basse **[Lasalmonie, 1986].**

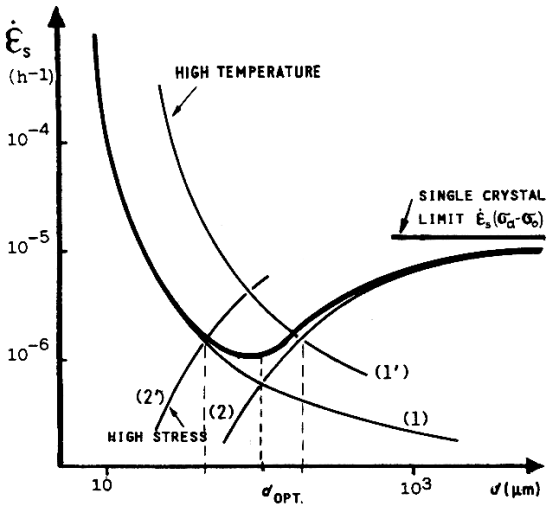


Figure 121 : Mise en évidence d'une taille de grain optimale pour laquelle la vitesse de déformation stationnaire en fluage est minimale. [Lasalmonie, 1986]

4.1.2.3 Conclusion : optimisation de la taille de grain

Il apparaît clairement que la taille de grain optimale va dépendre de la sollicitation exercée sur le superalliage :

- En **traction**, une faible taille de grain est préférable pour assurer une meilleure limite d'élasticité ainsi qu'une résistance à la fatigue oligocyclique satisfaisante,

- En **fluage**, une grande taille de grain assure une plus faible vitesse de déformation ainsi qu'un temps à rupture plus élevé dans le cas d'une sollicitation à haute température sous des contraintes faibles à moyennes. Pour des contraintes supérieures, les vitesses et les temps à rupture sont identiques quelle que soit la taille de grain. C'est ce que l'on constate sur l'alliage 88-AA à 700°C pour des contraintes supérieures à 650 MPa.

Les sollicitations thermiques et mécaniques appliquées sur le disque varient en fonction du régime moteur appliqué. Il est donc crucial d'effectuer une remise en solution adaptée sur le matériau du disque. La traduction de ces sollicitations en termes de contrainte et de température sera différente d'un point à l'autre du disque. En effet, une très bonne tenue en fluage ainsi qu'à la propagation de fissure avec temps de maintien pour des températures supérieures à 650°C est requise à la périphérie du disque tandis qu'une haute résistance en traction et en fatigue oligocyclique à des températures comprises entre 450 et 600°C est nécessaire au niveau du moyeu. Comme nous l'avons vu, les bonnes propriétés en fluage sous des contraintes faibles à moyennes sont associées à une grande taille de grain, celles en traction et fatigue pour des températures moyennes à une petite taille de grain. Une microstructure uniforme conduit donc à un compromis de propriétés depuis le centre jusqu'à l'extérieur du disque. La microstructure optimale consisterait donc en une microstructure à grains fins au centre doublée d'une microstructure à gros grains à la périphérie. Ce sont les matériaux « à gradient de propriétés » ou « à gradient de microstructures ».

L'obtention de cette microstructure duale (*dual alloy microstructure*) passe par des traitements de remise en solution spécifiques. Leur développement commence au début des années 90 **[Hyzak, 1988]** : la technique proposée consiste à immerger partiellement la périphérie du galet forgé dans un bain porté à une température supérieure à celle du solvus du superalliage, l'ensemble de la pièce est traité en maintenant celle-ci en rotation **(***Figure 122***).**

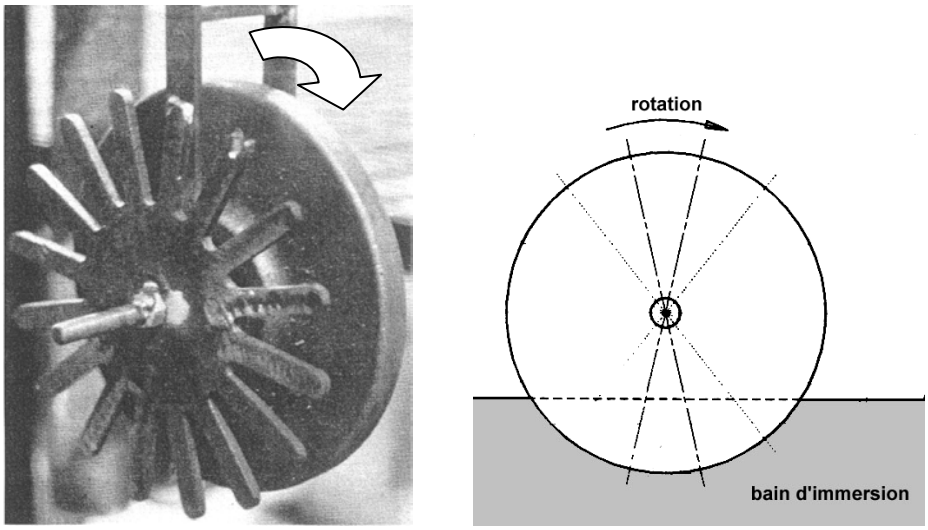


Figure 122 : Procédé d'immersion partielle d'un galet forgé dans une solution supersolvus permettant l'obtention d'une microstructure duale. D'après [Hyzak, 1988]

D'autres montages développés depuis **[Mathey, 1994], [Gayda, 2003b]** utilisent l'existence du gradient thermique qui existe naturellement entre le cœur et la périphérie d'un galet quand celui-ci est placé dans une enceinte portée à haute température. En augmentant artificiellement ce gradient, il est possible de conserver une température subsolvus au cœur du galet tout en portant la périphérie à une température supersolvus (*Figure 123*).

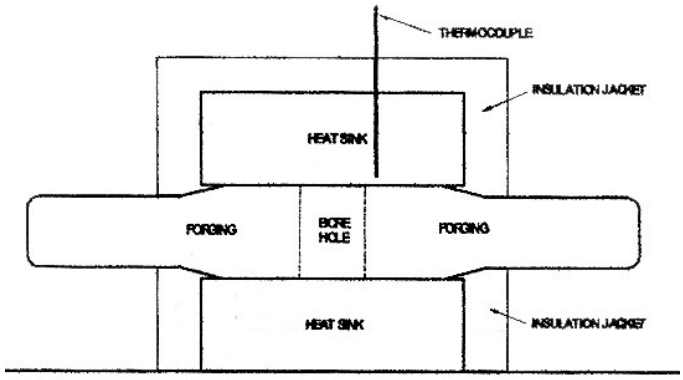


Figure 123 : Dispositif de traitement thermique permettant l'obtention d'une microstructure duale sur un galet forgé. [Gayda, 2004]

La NASA a développé un alliage capable de supporter les deux types de microstructures et de présenter les propriétés requises pour chacune des deux tailles de grain. Il s'agit d'un alliage hybride entre l'alliage René 104 (ME3) à bas solvus, développé conjointement par General Electric, Pratt & Wittney et la NASA **[Gayda, 2003a]**, pour améliorer la forgeabilité en augmentant la fenêtre de remise en solution et l'alliage 10, riche en éléments réfractaires afin d'augmenter la résistance et la tenue en fluage, développé par Honeywell Engines & Systems **[Merrick, 2002]**. L'alliage résultant, le LSHR (*Low Solvus High Refractory*) combine le bas solvus du René 104 tout en conservant la haute résistance de l'Alloy 10. Cet alliage traité suivant le DMHT (*Dual Microstructure Heat Treatment*) présente une amélioration notable de l'ensemble des propriétés mécaniques requises comparativement au même alliage à microstructure homogène "petit grain" ou "gros grain" **[Gayda, 2004].**

Le traitement de remise en solution n'influe pas seulement sur la taille de grain. Comme son nom l'indique (partiellement), il s'agit d'une remise en solution de la phase γ' précipitée pendant l'élaboration. Plus la température sera élevée, plus la fraction remise en solution sera élevée, plus la fraction de précipités secondaires et tertiaires, après refroidissement et revenu, sera grande.

Nous avons vu ici le rôle de la température de remise en solution en nous intéressant à son influence sur la taille de grain ou plus exactement la « densité de joints de grain par unité de volume ». Mais cette densité n'est qu'un paramètre du facteur "Propriétés des joints de grain". La chimie des joints définie par exemple par la densité et la composition des borures et carbures en est un autre. Sa géométrie aussi. En conséquence, modifier les conditions de remise en solution influence les propriétés des joints de grain *notamment* leur densité.

Pour autant, les propriétés des joints peuvent être aussi influencées par d'autres facteurs, notamment par la vitesse de refroidissement. Citons pour exemple le cas des joints de grain dentelés, géométrie recherchée pour augmenter la résistance à la fissuration et obtenue via un refroidissement très lent après une remise en solution totale **[Strudel, 1983 ; Loyer Danflou, 1992]**. Cette séquence permet en effet d'obtenir une précipitation de plus gros précipités au niveau des joints de grain ; ce qui a pour effet de "denteler" les joints tout en assurant la précipitation homogène de précipités secondaires au cœur des grains assurant un durcissement optimal par précipitation **[Kearsey, 2000]**.

De plus, isoler le seul paramètre "densité de joints de grain" est lui-même délicat. En effet, comme nous l'avons vu, la taille de grain est étroitement corrélée à la fraction de phase γ' précipitée lors de l'élaboration qui est remise en solution lors du traitement thermique. Plus cette fraction sera importante, plus celle des précipités secondaires (et tertiaires) sera importante, modifiant ainsi l'impact du durcissement par précipitation. En faisant un parallèle avec le facteur "propriétés des joints de grain", on peut considérer que la fraction de phase γ' secondaire précipitée n'est qu'un paramètre du facteur "propriétés des précipités γ' secondaires". Leur taille ainsi que leur distribution en sont d'autres, grandement déterminés par la vitesse de refroidissement. Ce point est approfondi dans le paragraphe suivant.

4.2 Influence de la vitesse de refroidissement

4.2.1 Influence sur la microstructure

La vitesse de refroidissement lors de la trempe qui suit la remise en solution est un facteur déterminant la taille et la répartition des précipités secondaires de phase γ' dans le superalliage.

Vu la masse et l'épaisseur d'une ébauche de disque, les vitesses de refroidissement ne seront pas les mêmes en tout point de la pièce. Les vitesses varient depuis 100°C/min environ au cœur du disque jusqu'à plus de 500°C/min en périphérie **(***Figure 124***).** Il en résulte des microstructures de γ' différentes.
Les populations secondaires (et tertiaires) sont présentes quelle que soit la remise en solution. La taille et la morphologie des précipités dits **secondaires** ou **de refroidissement** (cooling γ') dépendent de la vitesse à laquelle est refroidi l'alliage après la remise en solution.
Après forgeage, l'ébauche du disque subit plusieurs usinages ôtant les parties les plus externes qui sont les plus exposées aux refroidissements rapides.

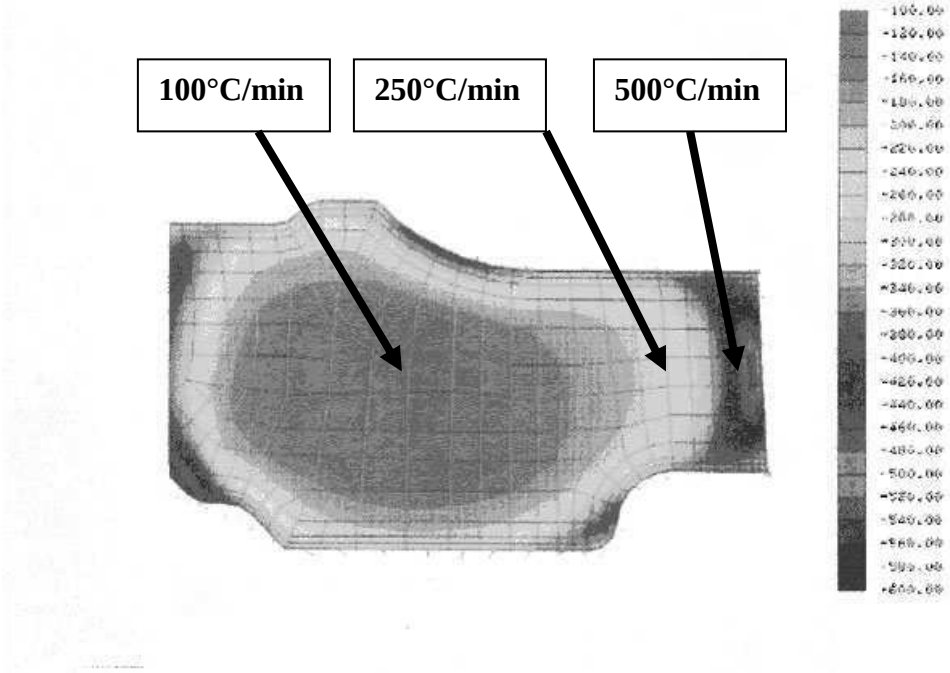


Figure 124 : Carte des iso-valeurs de vitesse de refroidissement, calculées pour une ébauche de disque en N18. [Mons, 1994]

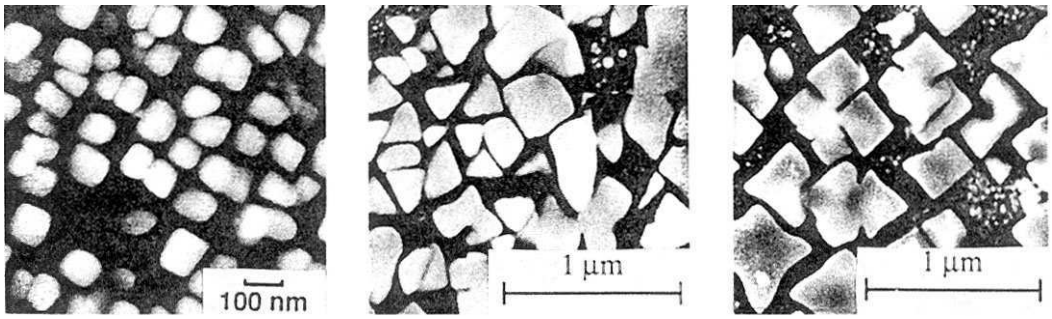
4.2.1.1 Influence sur la taille des précipités γ'

En fonction de la vitesse de refroidissement, on observe une évolution de la taille et de la morphologie des γ' secondaires. La *Figure 125* présente les différentes microstructures de refroidissement obtenues dans le cas de l'alliage N18 après une remise en solution subsolvus. Nous avons testé différentes vitesses de refroidissement sur l'alliage 88-AA après une remise en solution supersolvus. Les micrographies correspondantes sont présentées sur la *Figure 126*. Les tailles des précipités γ' secondaires varient de 80 nm pour un refroidissement à l'air jusqu'à 260 nm pour un refroidissement contrôlé à 20°C/min. La taille relevée après ce traitement appliqué à l'alliage 88-AA correspond à celle observée sur le René 88 par Wlodek pour une vitesse de 140°C/min **[Wlodek, 1996]** (*Figure 127*) et par Sarosi pour une vitesse de 200°C/min **[Sarosi, 2004]** (*Figure 128*).

Plus la vitesse de trempe est lente, plus la taille des précipités secondaires est grande. Cette évolution de la taille des précipités γ' de refroidissement avec la vitesse se retrouve quel que soit le superalliage considéré : elle a été entre autres observée sur le René 95 **[Bhowal, 1990],** sur l'Udimet 720 **[Jackson, 1999]** et sur une variante du RR1000 **[Mitchell, 2004] (***Figure 129*).

L'évolution de la taille des précipités secondaires en fonction de la vitesse de refroidissement est reportée pour plusieurs alliages sur la *Figure 130*. Les points correspondant aux vitesses 20°C/min et 140°C/min appliquées à l'alliage 88-AA après une remise en solution supersolvus y figurent également. Ces résultats sont en accord avec la courbe tracée par Wlodek pour le René 88 traité selon la même voie supersolvus.
Les pentes sont pratiquement les mêmes pour chacun des alliages ce qui indique une sensibilité similaire à la vitesse de refroidissement. On n'observe pas du reste une rupture de pente : la cinétique reste identique quelle que soit la vitesse entre 50°C/min et 1000°C/min. L'évolution pour les alliages René 88 et Astroloy est pratiquement identique.

Toutefois, pour une vitesse de refroidissement donnée, la taille des γ' secondaires sera donc variable d'un alliage à l'autre : elle sera d'autant plus grande que la fraction volumique est importante (*Tableau 24*). Les tailles de précipités γ' secondaires les plus grandes s'observent dans l'alliage N18, les plus petites dans les alliages René 88 et Astroloy. La taille observée pour l'alliage René 95 est intermédiaire.

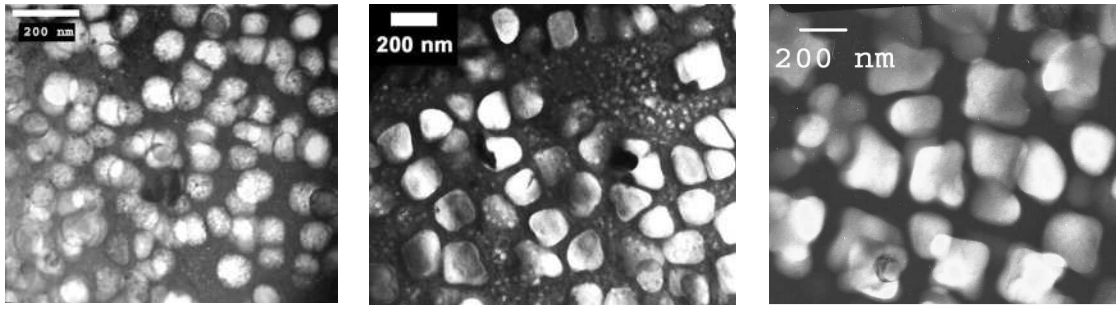


(a) 550°C/min
50 nm, équiaxe

(b) 100°C/min
300 nm, cuboïde

(c) 30°C/min
500 nm, "octocube"

Figure 125 : Influence de la vitesse de refroidissement après une remise en solution subsolvus sur la taille et la morphologie des γ' secondaires du N18. [Wlodek, 1992]



(a) Refroidissement à l'air
80 nm,
sphérique

(b) 140°C/min
130 nm,
équiaxe à tendance cuboïdale

(c) 20°C/min
260 nm,
"cuboïde"

Figure 126 : Influence de la vitesse de refroidissement après une remise en solution supersolvus sur la taille et la morphologie des γ' secondaires de l'alliage 88-AA (micrographies MET).

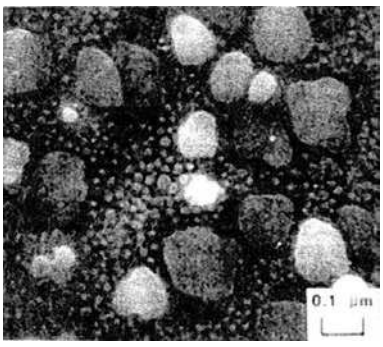


Figure 127 : Microstructure du René 88 après remise en solution supersolvus et refroidissement à 140°C/min. [Wlodek, 1996]

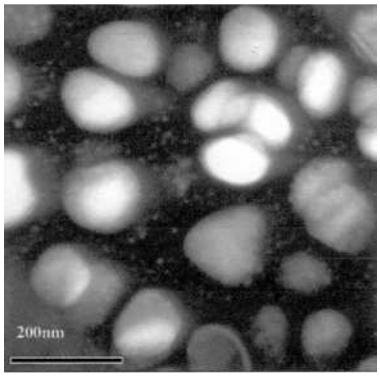
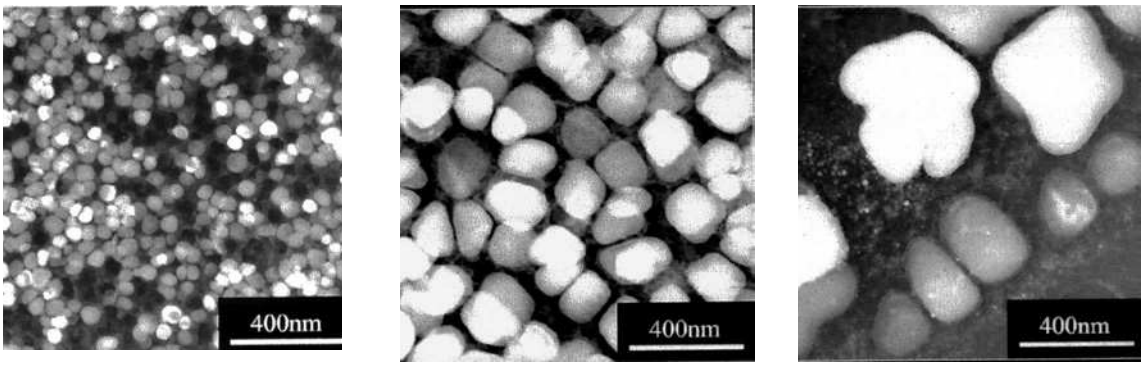


Figure 128 : Microstructure du René 88 après remise en solution supersolvus et refroidissement à 200°C/min. [Sarosi, 2004]



(a) 600-900°C/min 50 nm (b) 60-120°C/min 170 nm (c) 6°C/min 370 nm

Figure 129 : Influence de la vitesse de refroidissement après une remise en solution supersolvus sur la taille et la morphologie des γ' secondaires du variant UC02 de l'alliage RR1000. [Mitchell, 2004]

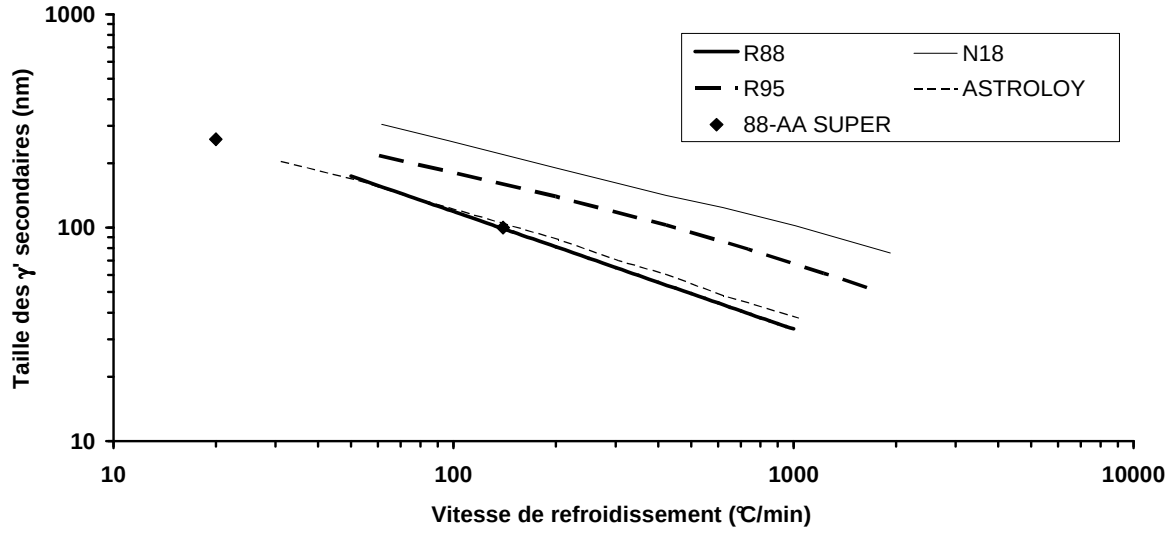


Figure 130 : Évolution de la taille des précipités γ' secondaires avec la vitesse de refroidissement pour les alliages Astroloy, N18, René 95 et René 88 et 88-AA. [Guedou, 1992], [Wlodek, 1996]

	F γ' (%)	∅γ' (140°C/min)
René88	42	100 nm
ASTROLOY	45	100 nm
R95	45 à 50	160 nm
N18	55	220 nm

Tableau 24 : Fraction volumique de γ' et taille des précipités secondaires de différents superalliages commerciaux pour une vitesse de refroidissement de 140°C/min.

4.2.1.2 Influence sur la forme des précipités γ'

Les morphologies des précipités secondaires évoluent en fonction de la vitesse de refroidissement comme nous le montre l'observation des *Figures 125 et 126*. On passe d'une morphologie sphérique aux vitesses rapides de trempe à des précipités en octocubes à des vitesses lentes. Cette évolution morphologique en fonction de la vitesse de refroidissement a été observée sur différents alliages : sur le N18 **[Wlodek, 1992]**, sur le René 88 **[Mao, 2002] [Wlodek, 1996]**, sur l'Udimet 720 **[Mao, 2001]**.
Notons toutefois que les morphologies observées sur le René 88 à des vitesses faibles (30°C/min) sont différentes pour Mao et Wlodek **(***Figure 131a et 131b***)**. Mao nous présente une micrographie de précipités secondaires cuboïdes tandis que Wlodek, dans les mêmes conditions, obtient une microstructure quasiment « dendritique » (« *almost a dendritic morphology* », **[Wlodek, 1996]**). Les observations que nous avons effectuées sur l'alliage 88-AA après une vitesse de refroidissement de 20°C/min (*Figure 131c*) sont proches de celles de Mao.

La séquence de changement de forme des précipités de refroidissement a été décrite par **Ricks & al [1983]** (*Figure 132*)**.** Ces auteurs ont pratiqué des maintiens de différentes durées à une température inférieure de 20°C à la température de solvus de différents alliages, notamment sur l'Udimet 720. On peut considérer que la technique utilisée par ces auteurs permet d'observer les microstructures de refroidissement en s'affranchissant d'un dispositif de refroidissement contrôlé. En effet, on peut considérer qu'une trempe très lente va consister à une exposition beaucoup plus longue à une température donnée comprise dans le domaine de précipitation de la phase γ' qu'une trempe très rapide. En fonction du temps d'exposition à cette température subsolvus, ils observent différentes morphologies des précipités de refroidissement.

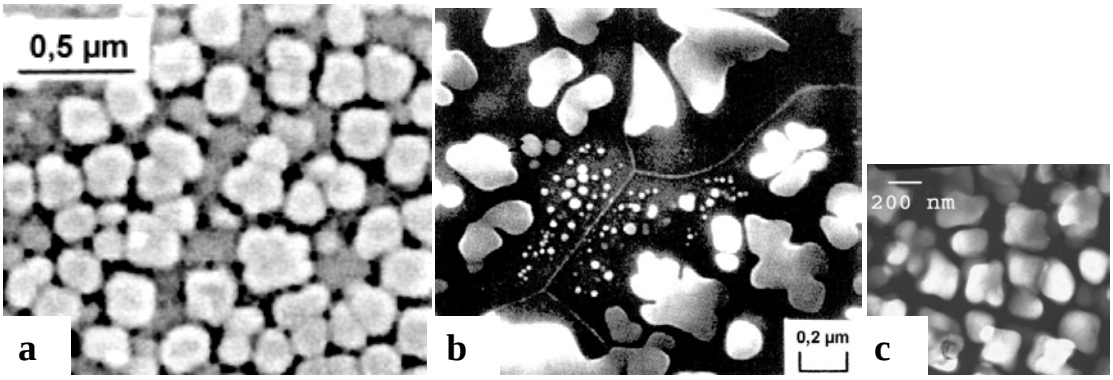


Figure 131 : Morphologie des précipités γ' de refroidissement après une remise en solution totale à 1150°C de l'alliage René 88 suivie par un refroidissement de : a) 27°C/min [Mao, 2002], b) 30°C/min [Wlodek, 1996] et c) de l'alliage 88-AA refroidi à 20°C/min.

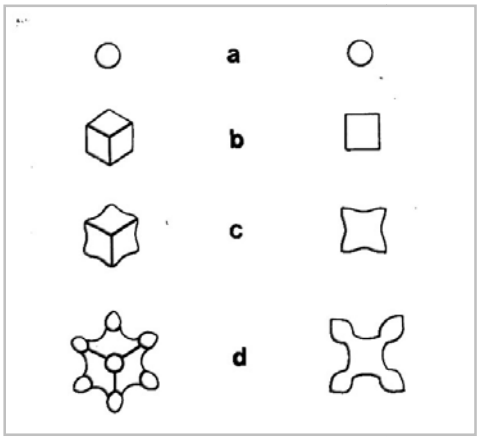


Figure 132 : Évolution de la morphologie des précipités γ' de refroidissement en fonction de la vitesse de refroidissement :

a - vitesses rapides (> 500°C/min),

b et c - vitesses intermédiaires (50°C/min<vitesse<500°C/min),

d - vitesses lentes (<50°C/min).

D'après [Ricks, 1983]

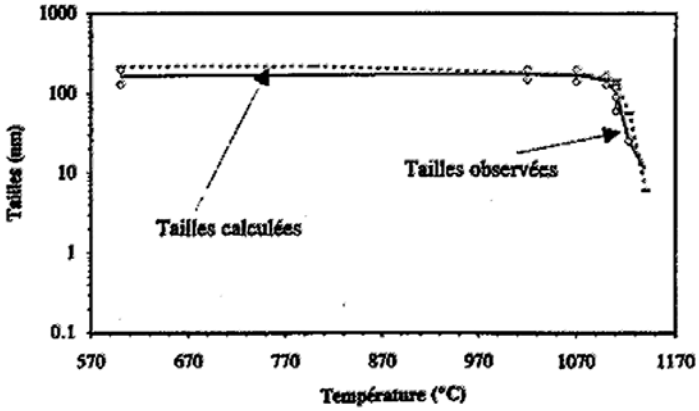


Figure 133 : Évolution des tailles calculées et expérimentales des précipités γ' dans le N18 lors du refroidissement à 180°C/min après une remise en solution subsolvus [Gayraud, 1995].

Gayraud s'est intéressé à l'évolution de la microstructure du N18 lors du refroidissement depuis 1165°C à une vitesse de 180°C/min en réalisant des hypertrempes à différentes températures comprises entre 1165 et 1020°C. Il montre ainsi qu'à 1100°C, les précipités présentent déjà une forme cuboïdale avec une taille de 120 à 130 nm et qu'à 1070°C, la taille observée (200 nm) est identique à celle observée à la fin du processus de refroidissement. Pour des températures inférieures à 1070°C, la taille des précipités n'évolue plus guère **(***Figure 133***) [Gayraud, 1995].**

Même si la séquence d'évolution de la forme des précipités de refroidissement est identique pour tous les superalliages, on constate, pour les alliages N18 et 88-AA, que la transition entre deux morphologies n'a pas lieu à la même vitesse. Par exemple, pour des vitesses de l'ordre de 100°C/min, les précipités secondaires observés dans l'alliage 88-AA sont toujours sphériques avec une certaine tendance cuboïde tandis que ceux observés dans l'alliage N18 sont plus fortement cubiques.
Si l'on compare les alliages N18 et 88-AA, on observe donc, pour une vitesse de refroidissement donnée, des différences de taille et de morphologie. Les précipités secondaires sont plus gros et passent d'une morphologie à l'autre (sphérique-cubique, cubique-octocube) à des vitesses plus élevées dans le cas du N18. En premier lieu, on peut s'intéresser aux chemins de refroidissement suivis par les deux alliages. Le N18 subit un traitement subsolvus depuis 1165°C (Ts-25°C) tandis que le René 88 est traité suivant une voie supersolvus depuis une température égale à 1150°C (Ts+15°C). **Bhowal [1990]** a montré sur le René 95 que plus la température de remise en solution est élevée, plus, pour une même vitesse de refroidissement, la taille des précipités secondaires est grande. **Locq [2000]** fait le même constat que l'alliage NR3. Toutefois, les compositions des alliages étudiés étant différentes, il faut considérer d'autres facteurs.

4.2.1.3 Évolution des précipités

En fait, les deux paramètres, taille et morphologie, dépendent à la fois de la sursaturation en éléments γ'-gènes et du misfit γ/γ' (défini par la relation : $\delta=2\,(a\gamma'-a\gamma)/a\gamma$.
En considérant une germination de type homogène en solution solide, **Mao [2001]** explique l'effet antagoniste de ces deux facteurs sur la taille des précipités :

$$\Delta G=\underbrace{(4/3)\pi r^3(G\gamma'-G\gamma)}_{\text{Terme volumique}}+\underbrace{4\pi r^2\Gamma}_{\text{Terme surfacique}}$$

avec Gγ' et Gγ les enthalpies libres des phases γ et γ' et Γ, l'énergie interfaciale γ/γ'

D'une part, le terme volumique constitue l'énergie motrice de la précipitation de la phase γ'. La propension de l'alliage à former cette phase peut s'estimer grâce au calcul de la fraction de phase γ' à partir de la composition de l'alliage, notamment des concentrations en éléments γ'-gènes. Globalement, elle est d'autant plus importante que les concentrations en éléments γ'-gènes sont élevées.

D'autre part, le terme surfacique constitue un frein à la réaction. Plus l'énergie interfaciale, c'est à dire le misfit entre les deux phases, sera grande, plus la réaction sera coûteuse en énergie. Ricks montre que plus la valeur absolue du misfit γ/γ' est faible, plus la transition sphérique/ cubique a lieu pour des vitesses faibles **[Ricks, 1983]**.

Les observations faites sur les microstructures de refroidissement des alliages N18 et René 88 correspondent à ces différents résultats. En effet, si l'on considère d'une part la somme des éléments γ-gènes, elle atteint 14% at. dans l'alliage N18 contre moins de 10% dans le René 88. D'autre part, les valeurs du misfit, déterminées à température ambiante par diffraction des rayons X pour les alliages N18 et René 88, sont respectivement égales à –0,3% **[Wlodek, 1992]** et +0,05% **[Wlodek, 1996].**

De plus, on observe que plus le refroidissement est rapide, plus la fraction volumique de γ' précipitée est faible. Mao constate ainsi une diminution d'environ 10% de la fraction volumique entre des vitesses de 25°C/min et 175°C/min. Plus la vitesse est grande, moins les précipités ont le "temps" de grossir, la croissance des précipités étant contrôlée par la diffusion des éléments γ'-gènes (*Figure 134*).

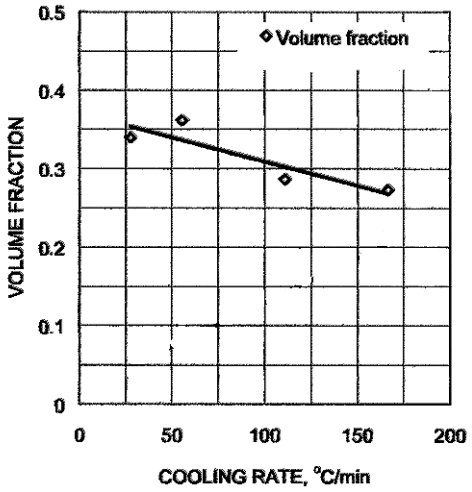


Figure 134 : Évolution de la fraction volumique de γ' avec la vitesse de refroidissement dans le René 88.

[Mao, 2002]

4.2.2 Influence sur les propriétés mécaniques

En modifiant les conditions de précipitation des γ' secondaires, la vitesse de refroidissement influence les propriétés mécaniques de l'alliage. On considérera ici l'influence de la vitesse dans les parties massives du disque (où la vitesse est d'environ 100°C/min, cf. *Figure 124*).

4.2.2.1 Traction

Plus la vitesse de refroidissement est grande, plus les précipités sont petits et dispersés de façon homogène, et, à fraction volumique de γ' équivalente, plus la dureté moyenne de l'alliage est élevée (*Figure 135*).

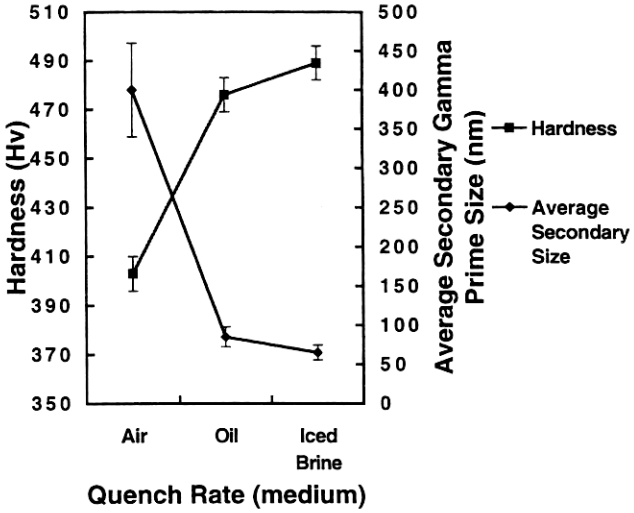


Figure 135 : Évolution de la taille des précipités γ' secondaires et de la dureté de l'alliage (U720Li) en fonction de la vitesse de refroidissement. [Jackson, 1999]

Les auteurs s'accordent sur l'élévation de la résistance en traction avec la vitesse de trempe. Cet effet est relevé par **Guédou [1992]** sur le N18 : il observe une élévation de plus de 200 MPa de la limite d'élasticité et de la résistance à la rupture à 650°C pour des vitesses allant de 10 jusqu'à 1000°C/min (*Figure 136*). **Mao [2002]** constate les mêmes effets sur le René 88 après des essais de traction réalisés à température ambiante après différentes vitesses de refroidissement. Il note un effet plus marqué sur la limite d'élasticité que sur la résistance à la rupture (*Figure 137*).

Bhowal notait déjà un effet plus marqué de la vitesse de trempe sur la limite d'élasticité que sur la résistance à rupture sur le René 95 pour des essais de traction réalisés à 650°C **[Bhowal, 1990].**

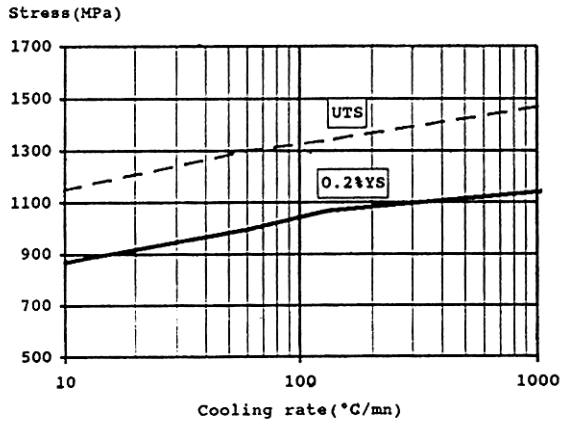


Figure 136 : Effet de la vitesse de refroidissement sur la limite d'élasticité à 0,2% (0,2%YS) et sur la résistance à rupture (UTS) en traction à 650°C du N18. [Guedou, 1992]

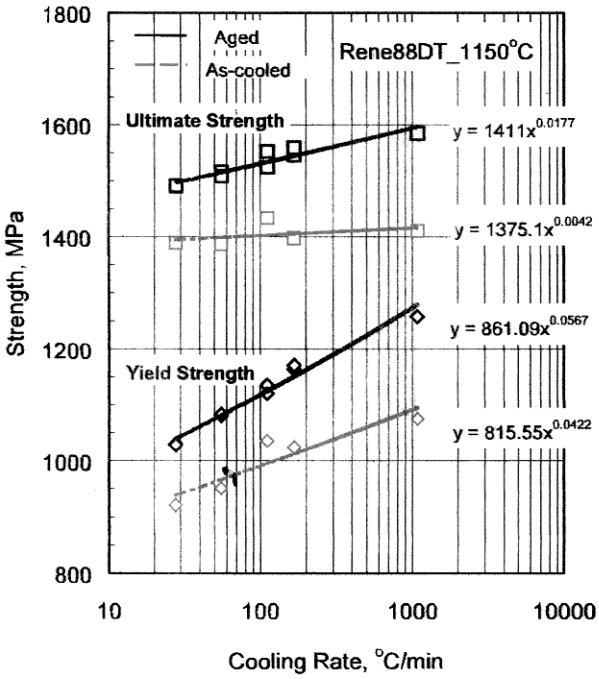


Figure 137 : Effet de la vitesse de refroidissement sur la limite d'élasticité (Yield Strength) et la résistance à rupture en traction (Ultimate Strength) à 20°C du René 88. [Mao, 2002]

4.2.2.2 Fluage

Plus la vitesse de refroidissement est élevée, plus les précipités sont fins et rapprochés, plus l'espacement entre deux précipités est réduit. De ce fait, en fonction de la vitesse de trempe, les mouvements des dislocations seront différents et le comportement en fluage modifié. **Bhowal [1990]** observe, sur le René 95, un effet notable de la vitesse de refroidissement sur la résistance en fluage. Après avoir procédé à trois vitesses de refroidissement différentes (50°C/min, 200°C/min, 660°C/min), il réalise des essais de fluage à 650°C sous 850 MPa (*Figure 138*). Les courbes pour les vitesses 200 et 660°C/min sont quasiment identiques, la vitesse de déformation stationnaire étant plus élevée pour 200°C/min. En revanche, le comportement de l'alliage pour une vitesse de 50°C/min est totalement différent : on observe en effet une augmentation d'un facteur 10 de la déformation et de la vitesse en fluage primaire. La déformation mesurée après 400h est supérieure à 0,5% tandis que pour les trempes plus rapides elle est égale à environ 0,05%, soit dix fois moins (*Figure 139*).

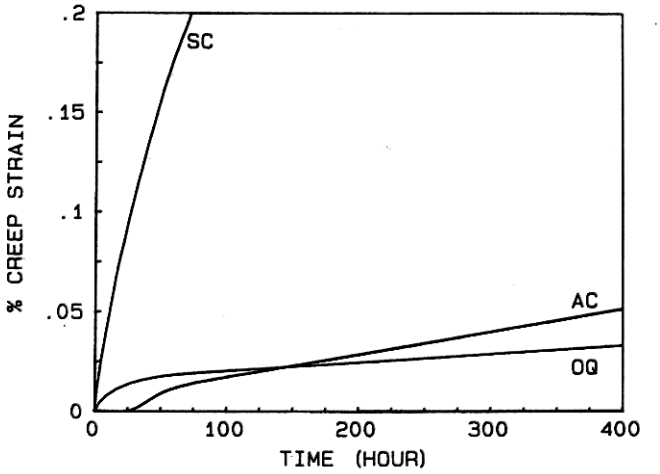


Figure 138 : Courbes de fluage (650°C/850 MPa) du René 95 pour trois vitesses de refroidissement (OQ=Oil Quench=660°C/min, AC=Air Cooling=200°C/min, SC=Slow Cooling=50°C/min) après une remise en solution subsolvus à 1135°C [Bhowal, 1990].

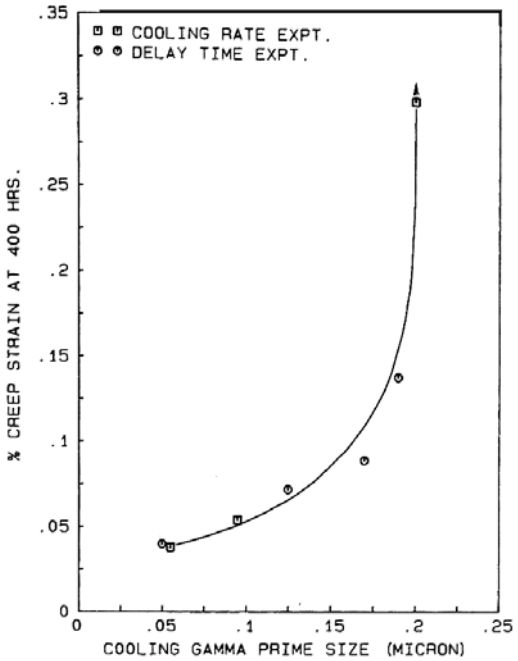


Figure 139 : Effet de la taille des précipités de refroidissement après une remise en solution subsolvus à 1135°C sur la déformation en fluage à 400h du René 95 sous 850 MPa à 650°C. [Bhowal, 1990]

Des essais en fluage-rupture ont été menés également sous 965 MPa à 650°C (*Figure 140*). Bhowal constate une diminution d'un facteur 10 du temps à rupture entre un refroidissement rapide (660°C/min) et un refroidissement lent (50°C/min). Cet auteur met en évidence un changement de mécanisme de déformation en fluage avec la vitesse de trempe. Pour des hautes vitesses de trempe, on obtient un faible espacement entre précipités ce qui impose leur cisaillement (*Figure 141a*).

Au contraire, quand les vitesses sont faibles, l'espacement entre précipités est plus important, les précipités plus gros, ce qui facilite le mécanisme de contournement et de création de boucles d'Orowan autour des précipités (*Figure 141b*). Nous reviendrons sur ces deux principaux mécanismes de déformation des superalliages dans le chapitre 6.

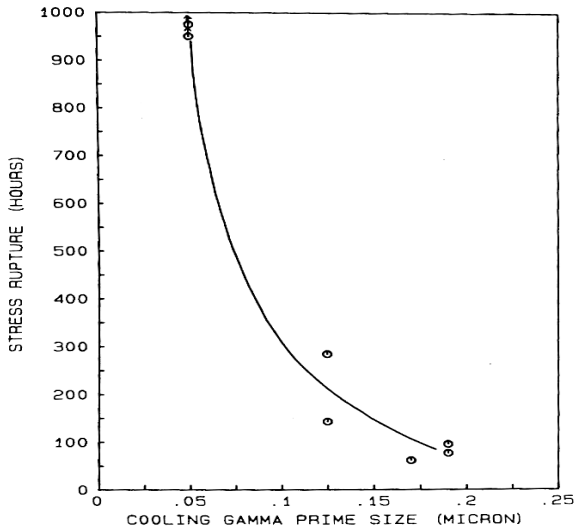
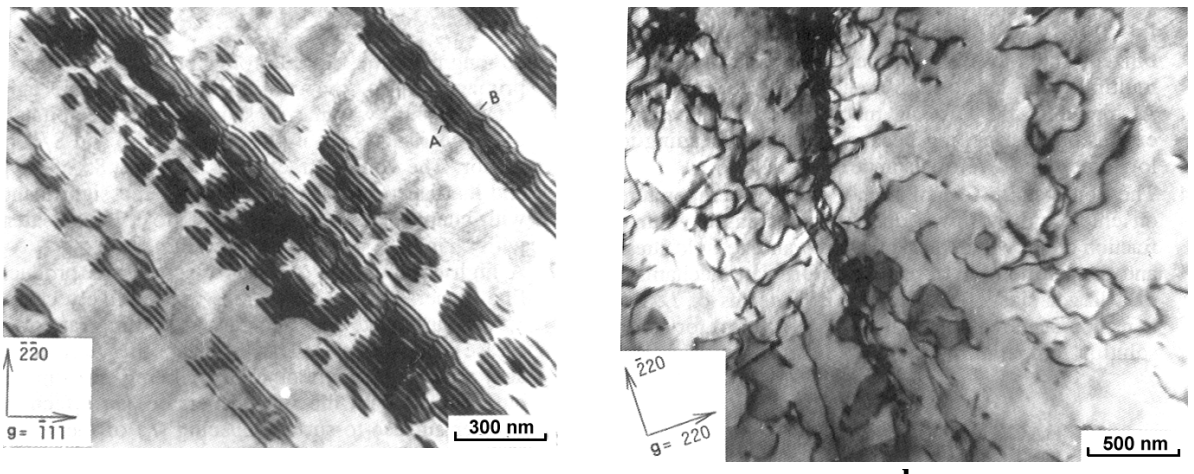


Figure 140 : Effet de la taille des précipités de refroidissement après une remise en solution subsolvus à 1135°C sur le temps à rupture en fluage sous 965 MPa à 650°C du René 95. [Bhowal, 1990]



a **b**

Figure 141 : Micrographies MET illustrant deux modes de déformation en fluage à 650°C en fonction de la vitesse de refroidissement du René 95 [Bhowal, 1990] :

a - Vitesse rapide (660°C/min) : cisaillement des précipités et formation de défauts d'empilement (direction du faisceau $[1\,\bar{1}\,2]$*),*

b - Vitesse lente (50°C/min) : contournement d'Orowan (direction du faisceau $[001]$*).*

4.2.3 Trempe indirecte

Dans le cas du René 88, Krueger conseille une vitesse de refroidissement de 140°C/min (considérée au cœur du disque) afin de garantir les propriétés mécaniques de l'alliage sans risque de fissuration lors de la trempe **[Krueger, 1992].** En effet, plus les vitesses de refroidissement sont rapides, plus les gradients de température à l'intérieur du disque sont grands et plus les contraintes internes résiduelles sont fortes au risque de conduire à une fissuration lors de l'immersion dans le bain d'huile **[Furrer, 2003].** Industriellement, la trempe des pièces se fait la plupart du temps dans un bain d'huile (*oil quench*).
Pour garantir le refroidissement à une vitesse effective de l'ordre de 140°C/min, la trempe du disque est précédée d'un refroidissement à l'air ventilé (*fan air cooling*) qui permet de diminuer les températures de surface et ainsi de diminuer le gradient thermique au sein de la pièce. Il en résulte une courbe de refroidissement en deux étapes, différentes selon la localisation dans le disque.
Dans le cas des disques en René 88 traités à une température supersolvus de 1150°C pendant une heure, on obtient la séquence de vitesses suivante :

- Au cœur du disque : 16°C/min puis 95°C/min,
- À la périphérie du disque : 110°C/min puis 445°C/min **[Kissinger, 1996].**

Le N18 subit aussi une trempe en deux temps. Rappelons qu'à composition égale, les risques de tapure de trempe sont plus importants après une remise en solution supersolvus qu'après un traitement subsolvus. En effet, dans le cas d'une remise en solution totale des précipités γ' primaires, les joints de grain sont affaiblis et les risques de fissuration intergranulaire accrus. Toutefois, dans le cas d'une remise en solution partielle qui garantit une certaine résistance des joints de grain grâce à la présence des précipités primaires, c'est au contraire un affaiblissement de la matrice qui se produit, ce qui peut conduire à une fissuration transgranulaire d'autant plus facilitée que la fraction volumique de la phase γ' est importante **[Mao, 2000].**

Le délai passé à l'air à la sortie du four de traitement thermique, permet d'éviter les trop grandes contraintes internes résiduelles qui conduiraient à la fissuration. Ce délai doit cependant être défini avec précaution. En effet, comme nous l'avons vu précédemment, une vitesse de refroidissement trop lente conduit à une baisse des propriétés en traction et en fluage via le grossissement excessif des précipités secondaires. Optimiser le délai à l'air revient à définir précisément la température de transition à laquelle le changement de mode de refroidissement doit être effectué. Dans le cas du René 88, le délai à l'air préconisé est de 2 minutes [**Krueger, 1990].**

Pour comprendre l'influence du délai à l'air sur la microstructure de précipités secondaires, des trempes en deux temps ont été réalisées sur l'alliage 88-AA en reproduisant les conditions de trempe du cœur du disque. Il a été considéré que la vitesse perçue lors du refroidissement à l'air était de 20°C/min et celle lors de la trempe à l'huile de 140°C/min. Pour garantir l'homogénéité du traitement, les échantillons ont été maintenus 1h à 1110°C avant la remise en solution puis portés à la température supersolvus de 1150°C (Ts+15°C) pendant 1h. Par la suite, deux chemins de refroidissement ont été suivis : d'une part, une température de transition de 1110°C, correspondant à un "délai" de 2min, d'autre part, une température de transition de 1050°C, correspondant cette fois à un "délai" de 5 min. L'ensemble des traitements réalisés est schématisé sur la *Figure 142*.

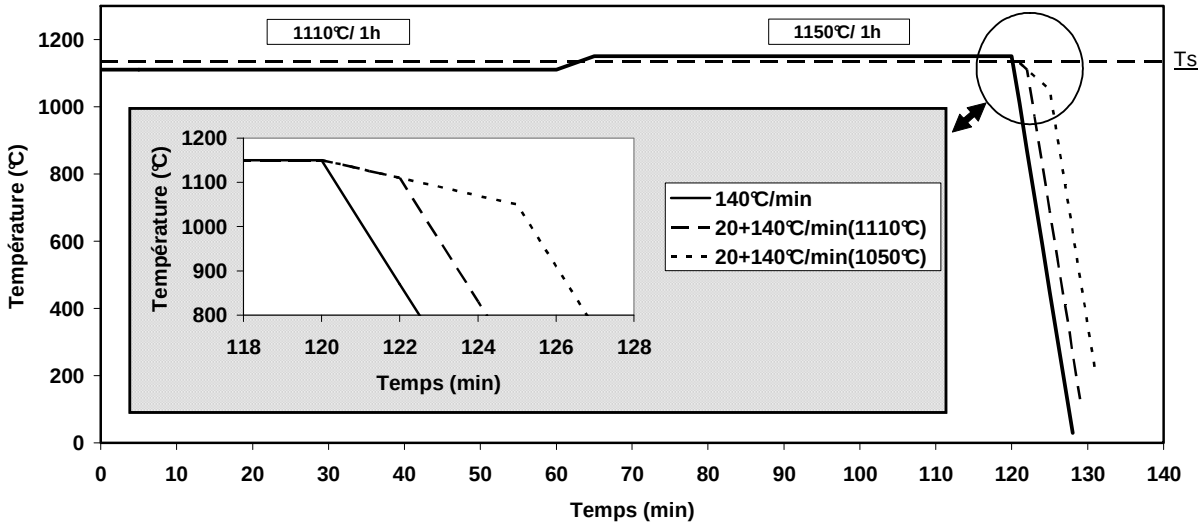
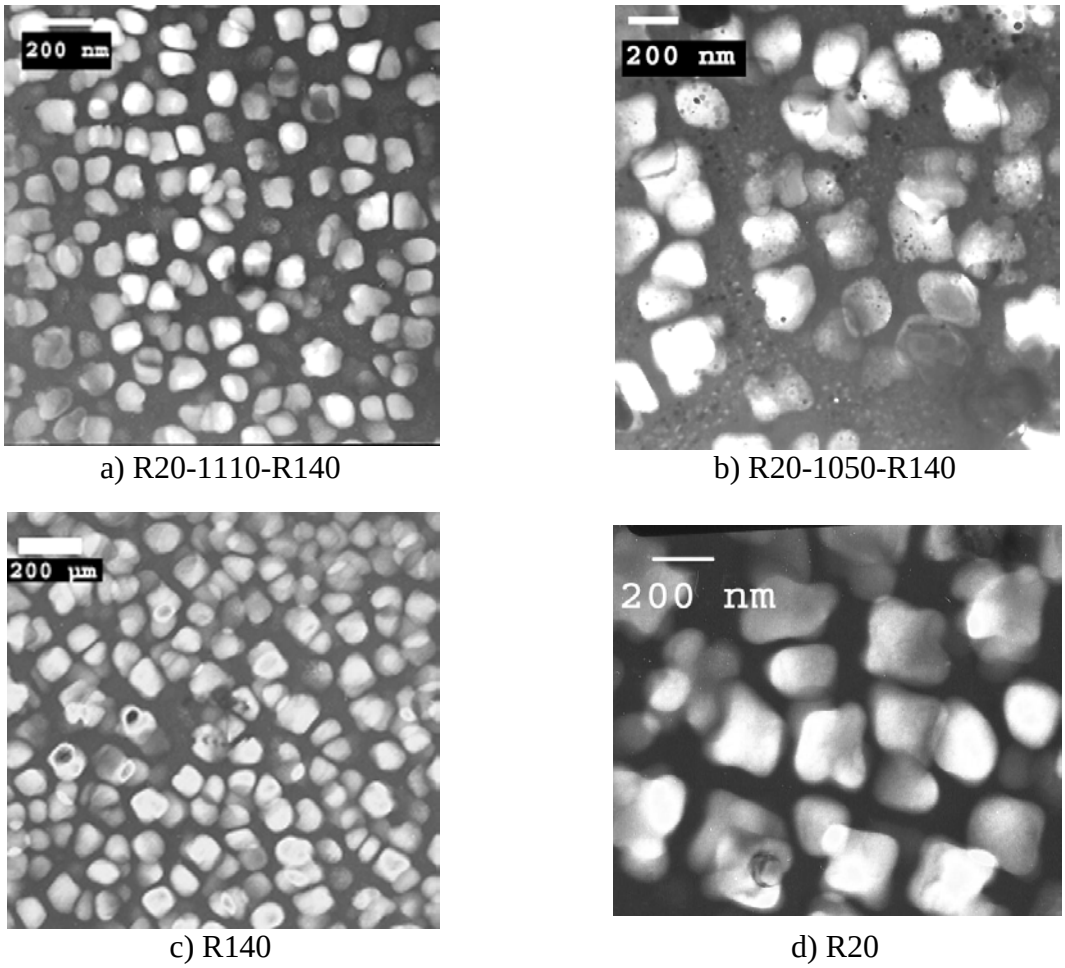


Figure 142 : Différentes étapes du traitement thermique (supersolvus) appliqué à l'alliage 88-AA.

Les micrographies obtenues en microscopie électronique en transmission sont présentées sur la *Figure 143a* pour le premier chemin de refroidissement R20-1110-R140 (refroidissement à 20°C/min jusqu'à 1110°C puis refroidissement à 140°C/min) et sur la *Figure 143b* pour le second chemin de refroidissement R20-1050-R140 (refroidissement à 20°C/min jusqu'à 1050°C puis refroidissement à 140°C/min).

Des essais ont été réalisés sur des échantillons d'alliage 88-AA suivant un refroidissement unique de 140°C/min (R140) et 20°C/min (R20). Les micrographies correspondantes sont présentées dans les *Figure 143c* et *143d*.



a) R20-1110-R140 b) R20-1050-R140

c) R140 d) R20

Figure 143 : Microstructure de l'alliage 88-AA traité supersolvus et trempé selon différents chemins de refroidissement :

a) 20°C/min jusqu'à 1110°C puis 140°C/min (R20-1110-R140),
b) 20°C/min jusqu'à 1050°C puis 140°C/min (R20-1050-R140),
c) 140°C/min (R140),
d) 20°C/min (R20).

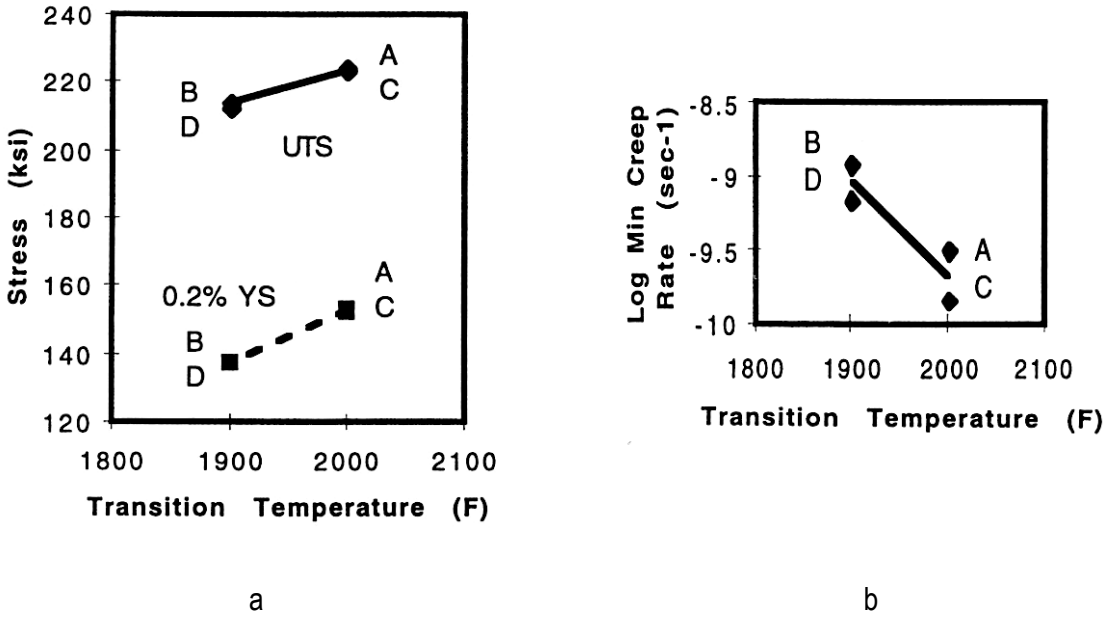
Dans le cas d'une température de transition de 1110°C, soit 40°C en deçà de la température de remise en solution et 25°C en dessous de la température de solvus de l'alliage, les précipités secondaires sont assez fins (100 nm) et sont équiaxes avec une tendance cuboïdale. La microstructure de refroidissement est équivalente à celle obtenue après un refroidissement de 140°C/min.

La micrographie correspondant à la température de transition de 1050°C montre au contraire des précipités beaucoup plus gros (260 nm) en octocubes, exactement comme dans le cas d'un refroidissement continu à 20°C/min.

On peut tirer deux enseignements de ces résultats. D'une part, il semble qu'une baisse d'un ΔT de 40°C depuis la température de remise en solution à une vitesse plus faible n'ait pas d'influence sur la microstructure de refroidissement à 140°C/min. Il y a un retard de la germination de 25°C par rapport à la température de solvus. D'autre part, le fait que les microstructures après un refroidissement lent de 20°C/min soient équivalentes à celles obtenues après le refroidissement en deux temps avec une température de transition inférieure de 100°C à la température de remise en solution est en accord avec les observations faites par **Gayraud [1995]** sur le N18. Cet auteur montre en effet que la taille et la morphologie finales des précipités secondaires sont atteintes après 95°C de refroidissement. (*Figure 133*)

Kissinger a procédé à des essais de refroidissement en deux temps sur le René 88 après une remise en solution supersolvus standard de 1150°C **[Kissinger, 1996].** Pour se rapprocher des conditions réelles du traitement thermique industriel des pièces, il tient compte du temps de transfert entre le four de remise en solution jusqu'au refroidissement par air ventilé puis du temps de transfert jusqu'au bain d'huile, et réalise donc un refroidissement lent d'un peu plus de trois minutes avant la trempe plus rapide soit une température de transition égale à 1093°C en considérant une vitesse de 17°C/min pour le premier refroidissement et une vitesse de 200°C/min pour le second régime de refroidissement.

Afin de déterminer le paramètre jouant essentiellement sur les propriétés mécaniques, il réalise deux autres types de tests. D'une part, il effectue le même type de refroidissement en deux temps mais avec une température de transition plus basse (1037°C), correspondant à un délai de plus de 6 minutes soit le double du délai de la première expérience. D'autre part, il modifie la vitesse du premier refroidissement, passant de 17°C/min à 4°C/min sans modifier ni les températures de transition (1093 et 1037°C) ni la vitesse du deuxième refroidissement.
Il en conclut que le paramètre important n'est pas tant la vitesse du premier refroidissement que la température à laquelle a lieu la transition entre les deux vitesses. Il montre en effet que, quelle que soit la vitesse initiale de refroidissement (4 ou 17°C/min), la limite d'élasticité et la résistance à rupture à 650°C sont d'autant plus grandes et la vitesse de déformation en fluage stationnaire sous 850 MPa à 650°C est d'autant plus faible que la température de transition est élevée (*Figure 144*). Aucune influence n'est relevée sur la propagation de fissure en fatigue à 400°C et 650°C. En revanche, en propagation de fissure en fatigue-fluage avec un temps de maintien de 90s à 650°C, il trouve une vitesse de fissuration plus importante pour la température de transition la plus élevée (*Figure 145*).



a b

Figure 144 : Influence, dans le cas du René 88, de la température de transition entre le premier refroidissement (17°C/min) et le second (200°C/min) après une remise en solution supersolvus sur :

a - la limite d'élasticité à 0,2% (0,2%YS) et la résistance à rupture (UTS) à 650°C,

b - la vitesse stationnaire de fluage à 650°C sous 850 MPa [Kissinger, 1996].

(Température de transition : 1093°C pour les traitements A et C, 1037°C pour les traitements B et D)

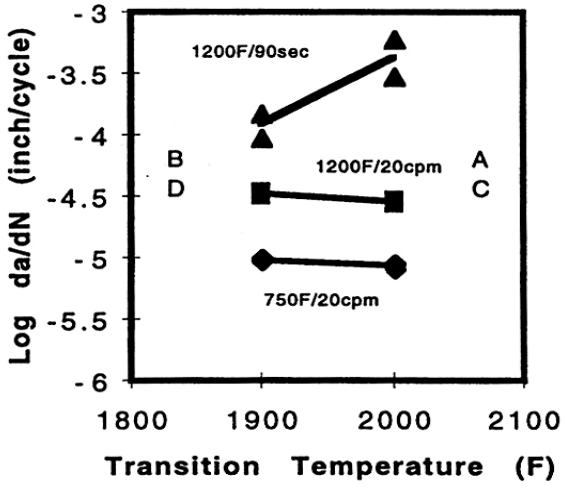


Figure 145 : Influence de la température de transition entre le premier refroidissement (17°C/min) et le second (200°C/min) sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue à 400°C et 650°C (20 cpm) et en fatigue-fluage (temps de maintien de 90s) à 650°C.

(Température de transition : 1093°C pour les traitements A et C, 1037°C pour les traitements B et D) [Kissinger, 1996]

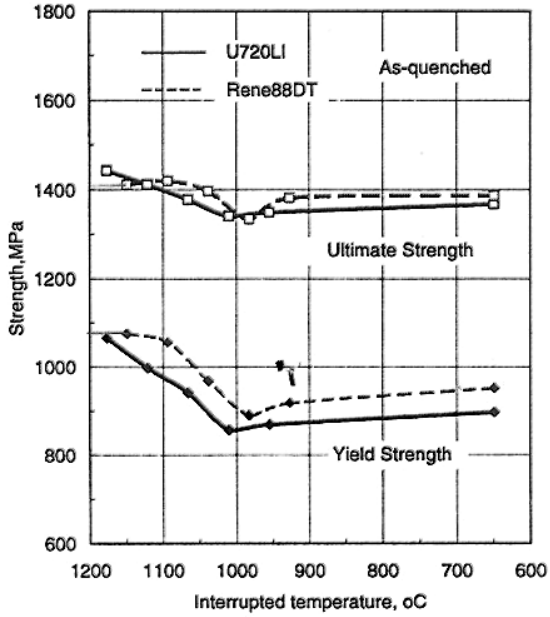


Figure 146 : Influence de la température de transition entre le premier refroidissement (55°C/min) et le second (1000°C/min) sur la limite d'élasticité à 0,2% (0,2%YS) et la résistance à rupture (UTS) du René 88 et de l'U720Li à 20°C. [Mao, 2001]

Mao [2001] a procédé aussi à des refroidissements en deux temps sur le René 88 ainsi que sur l'U720Li. Il élargit la gamme de températures de transition testées : 1093°C, 1037°C (deux températures expérimentées par Kissinger) ainsi que 982°C et 927°C. L'intervalle entre chacune de ces températures est de 55°C (100°F). Les vitesses utilisées sont toutefois différentes : le premier refroidissement est réalisé à 55°C/min, le second à 1000°C/min. Il exprime la taille des précipités secondaires de chacun des deux alliages étudiés par une fonction linéaire de la température de transition :

$d\gamma' = -3{,}24.10^{-4} \times T + 0{,}421$ avec un coefficient de détermination $R^2 = 0{,}98$ pour le René 88

$d\gamma' = -2{,}24.10^{-4} \times T + 0{,}397$ avec $R^2 = 0{,}96$ pour l'Udimet 720 Li

avec $d\gamma'$, la taille des précipités secondaires, exprimée en µm et T, la température de transition en °C.

Comme Kissinger, il constate une augmentation de la résistance en traction quand la température de transition passe de 1037°C à 1093°C. Toutefois, pour des températures de transition plus basses, la relation entre la résistance à la rupture et la limite d'élasticité et la température de transition n'est plus linéaire (*Figure 146*). À 20°C, Il existe un minimum de résistance à la traction pour une température de transition d'environ 1000°C, et ce pour les deux alliages étudiés.

Bhowal [1990] s'est intéressé à l'influence du délai à l'air sur les propriétés en fluage du René 95. Le premier refroidissement est caractérisé par une vitesse de 200°C/min, le second par une vitesse de 660°C/min correspondant respectivement à une trempe à l'air et à une trempe à l'huile. Il constate que plus le délai est grand i.e. plus la température de transition est basse, plus le fluage primaire est important, plus la vitesse de déformation stationnaire est grande (*Figure 147*), et plus le temps à rupture en fluage est faible.

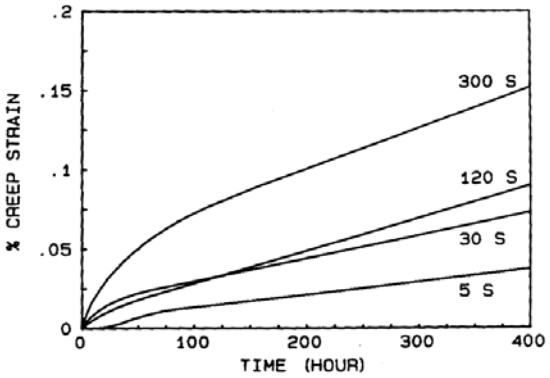


Figure 147 : Courbes de fluage (650°C/850 MPa) du René 95 pour différents délais à l'air (correspondant à une vitesse de 200°C/min) entre 5 et 300s avant un refroidissement à l'huile (660°C/min).

[Bhowal, 1990]

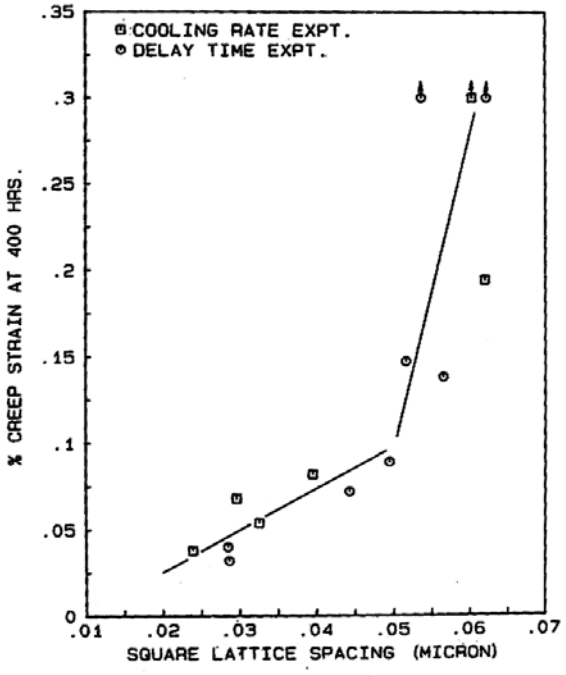


Figure 148 : Déformation plastique du René 95 au bout de 400h de fluage sous 850 MPa à 650°C en fonction de l'espacement entre précipités secondaires pour différentes vitesses de refroidissement et différents délais à l'air. [Bhowal, 1990]

Il relie le temps à rupture à l'espacement entre précipités mesuré après les différents tests de refroidissement simple ou en deux temps qu'il a pratiqués sur le René 95. Il montre qu'augmenter le délai à l'air revient au même résultat que diminuer la vitesse de refroidissement lors d'une trempe directe i.e. à augmenter la distance entre précipités : plus la distance inter particules est grande, plus le contournement par les dislocations est facilité lors de la déformation ce qui conduit à une augmentation de la déformation au bout de 400h de fluage sous 850 MPa à 650°C. Il identifie ainsi une transition entre les mécanismes de déformation pour une largeur de couloir de 50 nm (*Figure 148*).

4.3 Influence du revenu

La troisième population de γ', dans l'ordre chronologique de précipitation, est constituée par les précipités tertiaires. Leurs dimensions (10 à 50 nm) réclament généralement l'utilisation du MET pour être observables et mesurables. La population tertiaire précipite à des températures inférieures au domaine de précipitation de la population secondaire : entre 870°C et 600°C pour le N18 **[Gayraud, 1995 ; Wlodek, 1992**] et le René 88 **[Wlodek, 1996].** Si le refroidissement après la remise en solution est effectué jusqu'à température ambiante, la population tertiaire commence à précipiter pendant la trempe. Dans ce cas, la taille des tertiaires est petite (de l'ordre de 15 nm pour une vitesse de 100°C/min pour le René88) et n'est pas aussi fortement dépendante de la vitesse de refroidissement que celle des précipités secondaires (*Figure 149*).

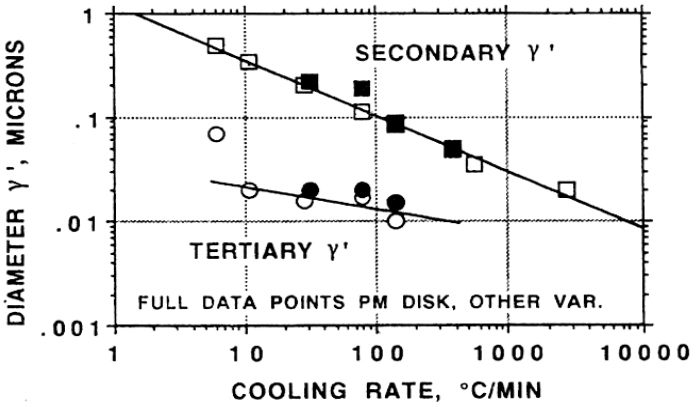


Figure 149 : Évolution de la taille des précipités secondaires et tertiaires en fonction de la vitesse de refroidissement après la remise en solution supersolvus du René88. [Wlodek, 1996]

La cinétique de formation des précipités tertiaires étant plus lente que celle des secondaires, la sursaturation en éléments γ'-gènes est beaucoup moins importante après la formation des secondaires, on procède donc à des traitements de revenu pour permettre le complément de germination et/ou le grossissement des précipités tertiaires. **Mao [2001]** montre que l'influence du revenu sur les propriétés mécaniques est d'autant plus importante que la vitesse de refroidissement est grande (*Figure 137*).

Le plus souvent, on utilise un double revenu. Dans le cas du N18, on effectue un premier palier à 700°C pendant 24h de façon à favoriser une germination plus abondante et un second palier à 800°C pendant 4h, suivis tous deux par un refroidissement à l'air, après une remise en solution subsolvus à 1165°C et un refroidissement contrôlé à 100°C/min.
Le deuxième revenu est généralement effectué à une température plus élevée que le premier pour permettre le grossissement des précipités tertiaires. Ces doubles revenus se justifient pleinement si le refroidissement après la remise en solution n'est pas effectué jusqu'à température ambiante : dans ce cas, pour permettre la germination de toute la population tertiaire, il faut procéder à un maintien à une température assez basse du domaine de précipitation et poursuivre par un maintien à plus haute température pour permettre leur grossissement. Dès lors que le refroidissement est effectué jusqu'à température ambiante, le double revenu ne se justifie plus, seul le second reste nécessaire [**Locq, 2000b]**.

Le revenu conduit à une homogénéisation de la taille des précipités tertiaires et, par delà, si l'on considère une distance inchangée entre précipités tertiaires, à une augmentation de la dureté de l'alliage. Une plus grande dureté est corrélée à une plus grande résistance en traction. De ce fait, on optimise le temps et la température du revenu en recherchant le maximum de dureté.
Wlodek, remettant en cause la pratique du double revenu sur le N18, effectue sur cet alliage des traitements de mono-revenu à différentes températures (de 600 à 1000°C) pour différentes durées (de 1 à 100h). Il observe une dureté maximale dès 4 heures passées à 766°C (*Figure 150*).

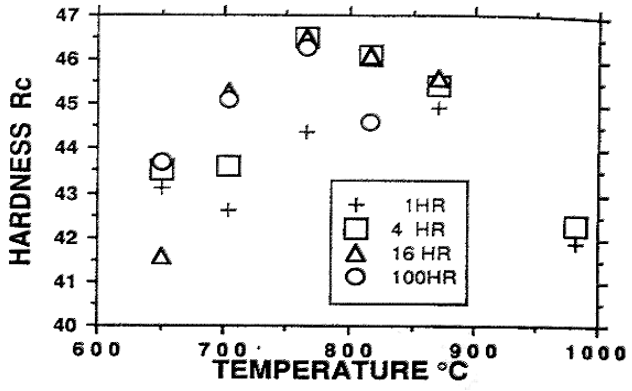


Figure 150 : Évolution de la dureté du N18 en fonction de la température et de la durée de revenu. [Wlodek, 1992]

Jackson [1999] remet lui aussi en question la pertinence du double revenu (650°C/24h + 760°C/16h) pratiqué sur l'Udimet 720Li. Il détermine un mono-revenu optimisé de 700°C pendant 24h. Les duretés des deux types de revenus sont équivalentes. Par contre, la taille moyenne des précipités tertiaires est plus petite dans le cas du simple revenu (30nm) que dans le cas du double revenu (60 nm). À remise en solution et vitesse de refroidissement équivalentes, il relève des propriétés en traction à température ambiante et à 600°C identiques pour les deux types de revenu, voire légèrement meilleures dans le cas du mono-revenu en ce qui concerne la limite d'élasticité à 0,2% (*Figure 151*). Le comportement en fluage sous 180 MPa à 700°C est meilleur après le mono-revenu optimisé.

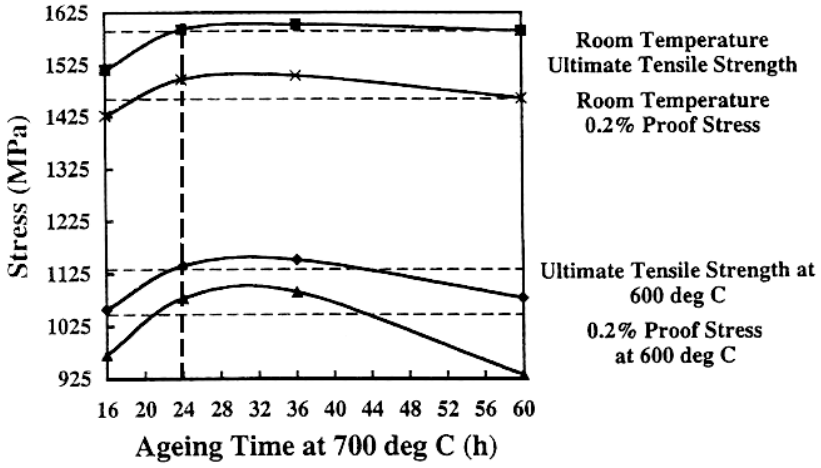


Figure 151 : Limite d'élasticité à 0,2% et résistance à rupture à 600°C et 20°C de l'Udimet 720Li pour différentes durées de mono-revenu à 700°C (traits pleins) et pour le double revenu 650°C/24h + 760°C/16h (tirets) après une remise en solution et un refroidissement identique. [Jackson, 1999]

Locq [**2000a**] montre, à température de remise en solution et vitesse de refroidissement identiques, l'intérêt d'un mono-revenu pratiqué à 750°C pendant 4 heures sur les propriétés en fluage à 700°C sous 700 MPa de l'alliage NR3 par rapport à un double revenu (*Figure 152*).

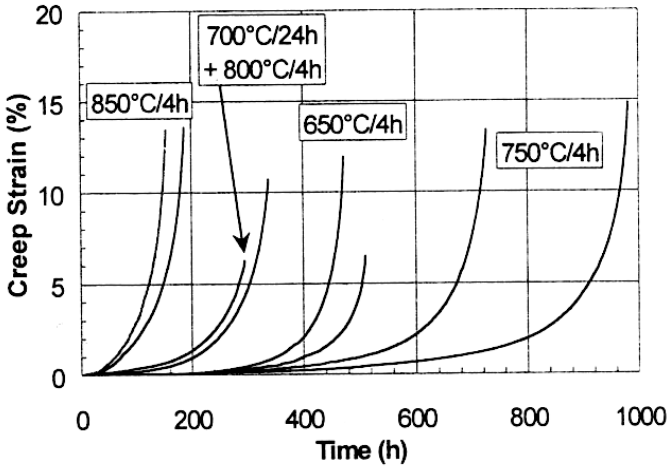


Figure 152 : Influence du type (mono/double) et de la température de revenu (4h) sur le comportement en fluage à 700°C sous 700 MPa de l'alliage NR3 après une remise en solution subsolvus (1145°C/4h). [Locq, 2000a]

4.4 Effet du vieillissement en service

4.4.1 Influence sur la microstructure

La microstructure des superalliages, si elle est soumise à une température élevée et/ou à une contrainte, est susceptible, comme pour d'autres alliages, d'évoluer au cours du temps, ce qui n'est pas sans conséquence sur les propriétés mécaniques. On cherche donc à connaître, a priori, la microstructure pour des temps longs d'utilisation en service des pièces. En laboratoire, on procède donc à des essais de vieillissement accéléré car il est impossible, notamment dans le cas d'une application civile, d'effectuer des essais de durée réelle. On utilise donc des équivalences temps-température comme, par exemple, celle de type Larson-Miller.
Dans le cas des superalliages, on s'intéresse plus particulièrement à l'évolution de la microstructure des γ', notamment celle de la population tertiaire, et à l'apparition des phases TCP. Après de nombreux essais de vieillissement, avec ou sans contrainte appliquée, pour des températures comprises entre 600 et 1000°C et pour des durées variant de 1 à 6400h, et, pour chacun de ces essais, un examen attentif de la microstructure, Wlodek établit un diagramme TTT de précipitation de phase pour les alliages N18 **[Wlodek, 1992]** et René 88 **[Wlodek, 1996].** Les deux diagrammes correspondant sont respectivement représentés sur les *Figure 153* et *Figure 154*. On y observe que plus le temps de vieillissement est long, plus la température de solvus des précipités γ' tertiaires et celle, dans le cas du N18, de début de précipitation des phases TCP σ et μ, sont basses.

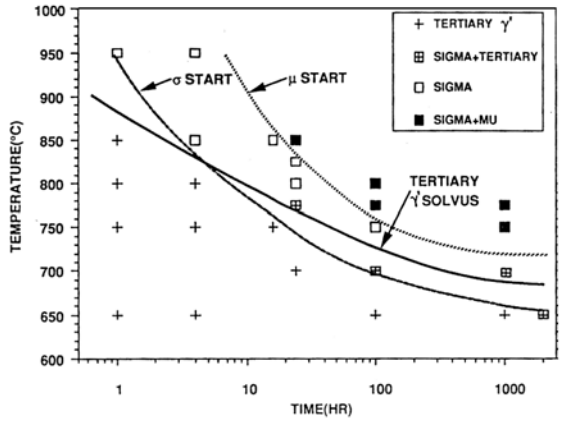


Figure 153 : Représentation schématique des conditions de temps et de température des différentes réactions de formation des phases TCP (σ et μ) et de dissolution des précipités γ' tertiaires dans le N18. [Wlodek, 1992]

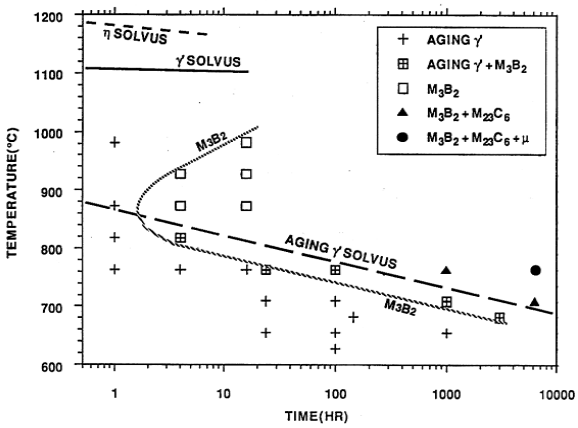


Figure 154 : Représentation schématique des conditions de temps et de température des différentes réactions de formation des carbures et de dissolution des précipités γ' tertiaires dans le René 88. [Wlodek, 1996]

Wlodek, dans une représentation utilisant le paramètre de Larson-Miller avec une constante égale à 25, représente ainsi l'évolution du diamètre des précipités secondaires et tertiaires dans le René 88 (*Figure 155*). À température donnée, il constate une augmentation du diamètre des précipités en fonction du temps d'exposition. La dissolution des tertiaires est observée pour un paramètre P égal à 29. La fraction volumique des précipités secondaires ne semble pas évoluer en fonction du temps et de la température du revenu. Toutefois, Wlodek observe une augmentation de leur taille dans le cas du René 88 alors que **Raujol [2004]** constate que la taille des précipités secondaires du NR3 reste constante avec le temps à 700°C et 750°C.

L'augmentation de la taille des tertiaires avec la température de revenu s'accompagne d'une diminution de leur fraction volumique (*Figure 156*). Dans le cas du N18, Wlodek observe, pour des revenus de 1000h, simultanément à cette diminution, une augmentation de la fraction volumique de phases TCP en fonction de la température de revenu. Sur le même alliage, **Flageolet [2005]** observe aussi cette évolution concomitante en fonction du temps de revenu effectué à 785°C (*Figure 157* et *Figure 158*).

Selon Flageolet, avec l'augmentation de la température ou du temps d'exposition dans le N18, on obtient dans un premier temps une augmentation de la taille des tertiaires et une diminution de leur fraction volumique et dans un second temps la dissolution des tertiaires avec une précipitation des phases TCP (σ et/ou μ).

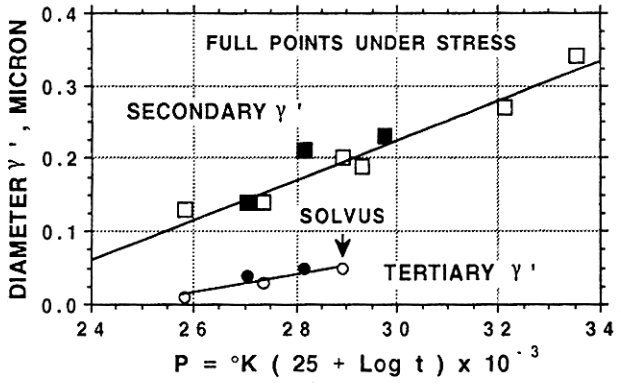


Figure 155 : Évolution du diamètre des précipités γ' secondaires et tertiaires en fonction du paramètre P prenant en compte le temps et la température de vieillissement (C=25) dans le René 88 (T, la température exprimée en K et t, le temps en h). [Wlodek, 1996]

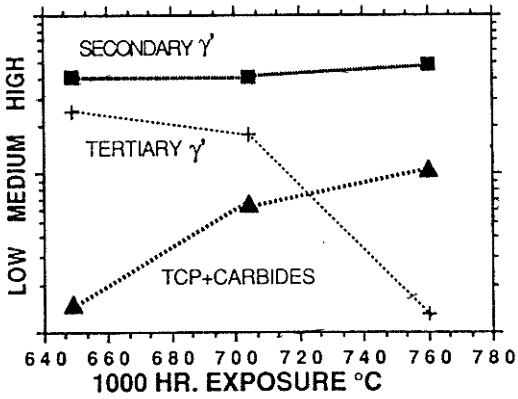


Figure 156 : Fractions volumiques des populations secondaires et tertiaires de γ' et de phases TCP du N18 en fonction de la température de revenu après 1000h d'exposition. [Wlodek, 1992]

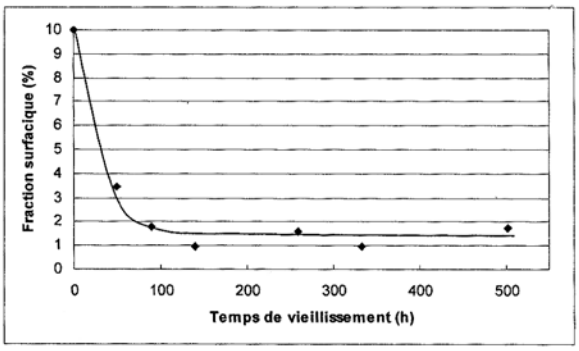


Figure 157 : Évolution de la fraction surfacique de précipités γ' tertiaires dans l'alliage N18 en fonction du temps de vieillissement à 785°C. [Flageolet, 2005]

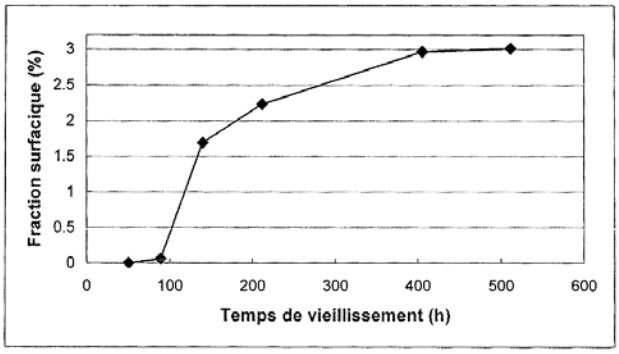


Figure 158 : Évolution de la fraction surfacique de phases TCP dans l'alliage N18 en fonction du temps de vieillissement à 785°C. [Flageolet, 2005]

4.4.2 Influence sur les propriétés mécaniques

Deux thèses ont porté sur l'influence du vieillissement sur les propriétés en fluage et en fatigue-fluage du N18 d'une part [**Flageolet, 2005**] et sur la résistance au fluage du NR3 d'autre part [**Raujol, 2004**]. Ces deux études montrent l'importance des précipités tertiaires dans les performances en fluage des superalliages base nickel. Nous nous appuierons ici sur ces travaux.

4.4.2.1 Traction

La limite d'élasticité à 0,2% ainsi que la résistance à rupture du NR3 vieilli 500h à 800°C sont inférieures de plus de 50 MPa à celles du NR3 standard (*Figure 159*). Les différences observées sur le N18 après 300h de vieillissement à 800°C sont de l'ordre de 30 MPa (*Figure 160*).

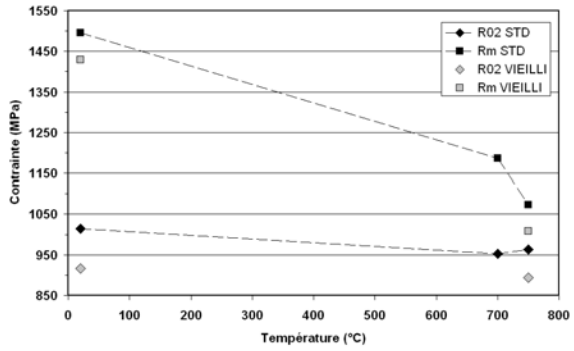


Figure 159 : Valeurs de $R_{0,2}$ et R_m pour le NR3 standard et vieilli 500 h à 800°C (3,3.10^{-4} s^{-1}) à 20°C, 700°C et 750°C. D'après [Raujol, 2004]

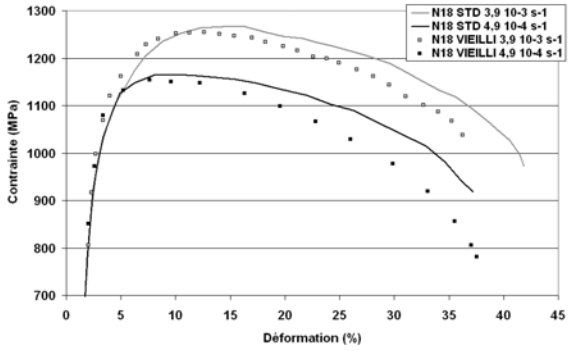


Figure 160 : Courbes de traction du N18 standard et vieilli 300 h à 800°C pour deux vitesses de déformation (3,9.10^{-3} s^{-1} et 4,9.10^{-4} s^{-1}). D'après [Flageolet, 2005]

4.4.2.2 Fluage

Raujol montre que le vieillissement de 500h à 800°C du NR3 conduit à une baisse du temps nécessaire pour atteindre 0,2% de déformation en fluage à 700°C et cette baisse est d'autant plus importante que la contrainte appliquée est élevée (*Figure 161*). En effet, sous 500 MPa, ce temps est divisé par 2,5 alors que sous 650 MPa, cette durée est 60 fois moins élevée après le vieillissement (6h contre 356h).

Sous cette même contrainte, l'auteur montre que la vitesse de déformation est multipliée par 80 entre l'état non vieilli et l'état vieilli. Flageolet constate que le vieillissement de 300h à 800°C appliqué au N18 a pour conséquence, à 700°C sous 775 MPa, une baisse de la durée de vie en fluage d'un facteur 2,5 environ (*Figure 162*) et une augmentation de la vitesse de déformation.

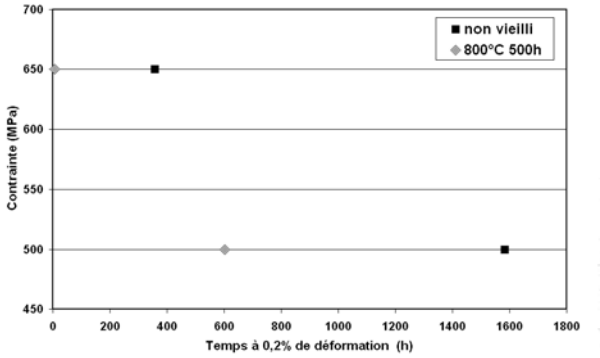


Figure 161 : Temps à 0,2% de déformation en fluage sous 500 et 650 MPa à 700°C du NR3 supersolvus non vieilli et vieilli pendant 500h à 800°C. D'après [Raujol, 2004]

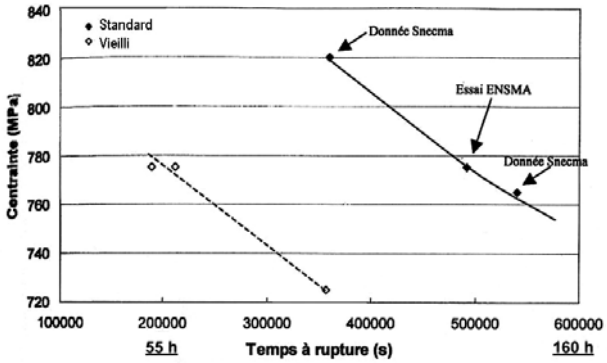


Figure 162 : Temps à rupture en fluage pour différentes contraintes à 700°C du N18 subsolvus non vieilli et vieilli pendant 300h à 800°C. [Flageolet, 2005]

Les vitesses de déformation observées sont d'autant plus grandes que le vieillissement est important, notamment sous forte contrainte : un changement de mécanisme de déformation entre l'état non vieilli et l'état vieilli explique cette forte augmentation. En effet, pour des matériaux non vieillis, on observe majoritairement des mécanismes de cisaillement de précipités. En revanche, pour des matériaux fortement vieillis, on n'observe plus de précipités tertiaires ce qui a pour conséquence de libérer les couloirs entre les précipités secondaires : le mécanisme majoritaire est le contournement (*Figure 163*). Il est d'autant plus prépondérant que la contrainte appliquée est forte.

Dans le cas du N18, après 300h de vieillissement à 800°C, il reste encore des tertiaires dans les couloirs de matrice entre les précipités secondaires, on observe alors la présence des deux mécanismes : le cisaillement, qui se traduit par la présence de défauts d'empilement dans la matrice γ et les précipités γ', et le contournement mis en évidence par la présence de boucles d'Orowan autour des précipités secondaires (*Figure 164*).

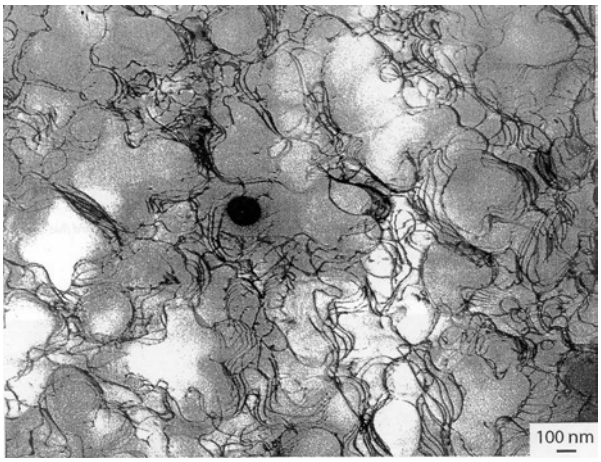


Figure 163 : Paysage à 0,2% de déformation d'un échantillon de NR3 vieilli 500h à 800°C flué sous 650 MPa à 700°C. [Raujol, 2004]

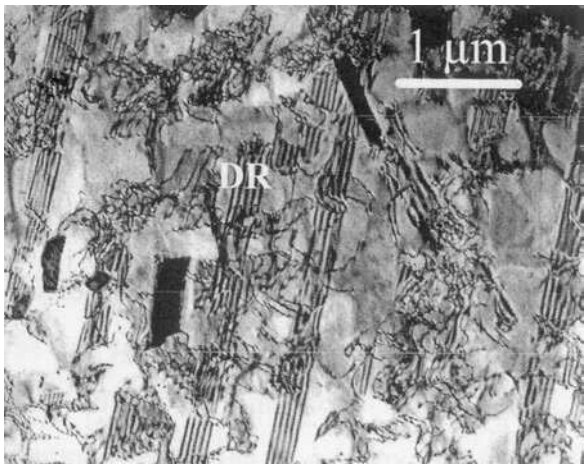


Figure 164 : Paysage à 2% de déformation d'un échantillon de N18 vieilli 300h à 800°C flué sous 775 MPa à 700°C. [Flageolet, 2005]

La comparaison de ces deux études remet quelque peu en cause le rôle des phases TCP sur la diminution des propriétés mécaniques, notamment en fluage, avec le temps de maintien aux températures de service. En effet, la baisse des propriétés du N18 a toujours été imputée à la précipitation σ et µ : Guédou indiquait par exemple une diminution d'un facteur 3 à 8 – en fonction de la contrainte appliquée, entre 450 et 900 MPa et de la température de l'essai, 650 ou 700 °C - du temps pour atteindre 0,2% de déformation en fluage du fait de la précipitation de ces phases **[Guedou, 1992].** Or, les observations faites par Raujol sur le NR3, un alliage stable vis à vis de la précipitation de ce type de phase **[Duquenne, 1998],** rejoignent celles effectuées par Flageolet sur le N18 : la baisse de la tenue en fluage avec le vieillissement résulte de l'activation du mécanisme de contournement d'Orowan du fait de la dissolution des précipités tertiaires. Les phases TCP sont provisoirement mises hors de cause quant à leur influence sur la vitesse de fluage. Toutefois, leur rôle délétère sur la durée de vie via un amorçage et un endommagement précoce n'est pas écarté.

4.5 Conclusion et récapitulatif des traitements thermiques utilisés dans l'étude

Nous avons abordé les différentes étapes du traitement thermique qui influencent deux paramètres clés des propriétés microstructurales et par delà, les propriétés mécaniques : la taille de grain ainsi que la taille et la distribution des populations de précipités γ' des superalliages base nickel, notamment du René 88 et N18 ainsi que de l'alliage 88-AA et de l'alliage 88-ET.

Nous avons décidé d'appliquer, à chacun de nos alliages expérimentaux, les deux types de traitement thermique appliqués aux alliages de référence : un traitement thermique supersolvus découlant directement de celui appliqué industriellement au René 88 d'une part, un traitement thermique subsolvus d'autre part, aux paramètres légèrement modifiés par rapport au traitement du N18. La dénomination vient de la température choisie lors de la remise en solution.

Nous présentons ci-dessous comment ont été validés les paramètres choisis pour chacun des deux traitements thermiques.

Remarque : Deux valeurs de vitesses de refroidissement ont été utilisées en fonction du type de traitement thermique. Dans chacun des cas, les vitesses choisies dans l'étude correspondent à celles perçues ***au cœur du disque.***

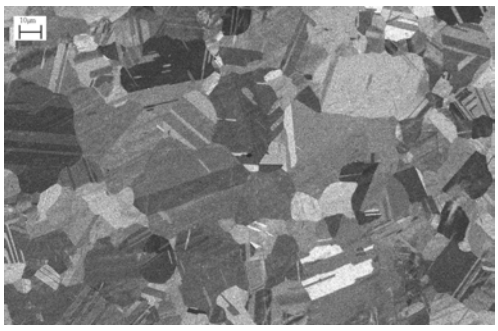
4.5.1 Traitement thermique supersolvus

Le traitement thermique appliqué industriellement aux ébauches de disque en René 88 est le suivant :

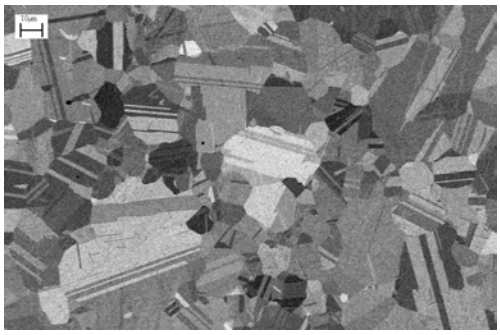
Préchauffe	Remise en solution	Refroidissement	Revenu
1 à 2h à T<Ts **[Krueger, 1990]**	1150°C/1h (Ts+15°C)	Délai de 2 à 5 min à l'air, Trempe à l'huile	760°C/8h, Trempe à l'air

Les paramètres du traitement thermique industriel du René 88 ont été testés sur l'alliage 88-AA.

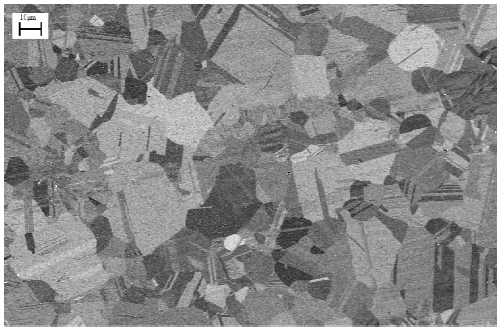
La préchauffe préconisée dans le cadre du traitement thermique des ébauches de disque **[Krueger, 1990]** pour assurer l'uniformité de la température dans ces pièces massives n'a pas été appliquée aux échantillons et aux ébauches d'éprouvettes dans le cadre de notre étude expérimentale. Au préalable, nous avons toutefois validé qu'elle n'avait aucun impact sur une éventuelle croissance du grain en procédant à différentes préchauffes en faisant varier température et durée (*Figure 165*).



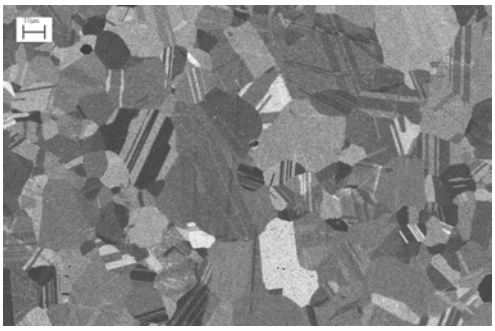
a) Préchauffe 1110°C/1h, Ø = 16 µm



b) Préchauffe 1110°C/ 8h, Ø = 14 µm



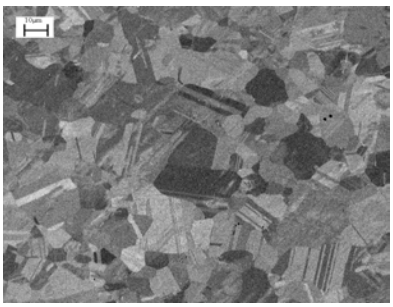
c) Préchauffe 1120°C/ 1h, Ø =16 µm



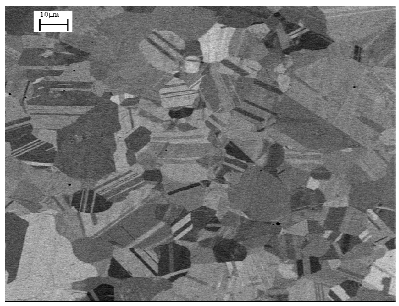
d) Préchauffe 1050°C/ 8h, Ø = 16 µm

Figure 165 : Micrographies MEB en électrons rétrodiffusés de l'alliage 88-AA après préchauffe a, b, c ou d et remise en solution à 1150°C pendant 1h.

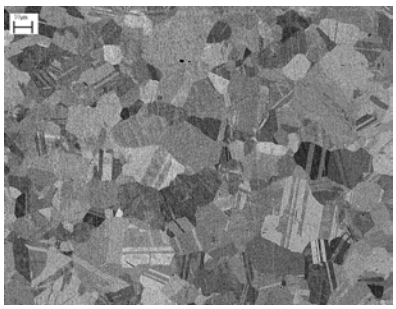
De la même façon, différentes durées de **remise en solution supersolvus** ont été testées sur l'alliage 88-AA (*Figure 166*) : la taille de grain du matériau n'évolue plus pour des maintiens prolongés au delà d'1h.



RST 1h, Ø = 14.1 µm



RST 2h, Ø =13.4 µm



RST 4h, Ø =13.6 µm

Figure 166 : Micrographies MEB en électrons rétrodiffusés de l'alliage 88-AA pour différentes durées de remise en solution totale (RST) à 1150°C.

Dans le cadre du traitement thermique industriel du René 88, le **refroidissement** est réalisé via une trempe à l'huile précédée d'une trempe à l'air afin d'éviter le phénomène de fissuration dans les pièces massives, le refroidissement étant plus lent à l'air (20°C/min) que dans l'huile (140°C/min). Comme nous l'avons vu précédemment, la température de transition entre les deux fluides va directement influer sur la taille des précipités γ' secondaires.

La taille optimale des précipités γ' secondaires est de 100 nm correspondant à l'optimum des propriétés mécaniques **[Krueger, 1992]** : elle est obtenue, dans les pièces massives, après un délai à l'air de 2 min ce qui correspond à une température de transition trempe à l'air/ trempe à l'huile de 1110°C (pour une remise en solution à Ts+15°C soit 1150°C). Les éprouvettes de petite taille ne se fissurent pas pendant la trempe à l'huile. Après remise en solution supersolvus, elles sont donc refroidies de manière contrôlée à 140°C/min, ce qui permet d'obtenir, comme nous l'avons vu précédemment, une taille de précipités γ' de 100nm, équivalente à celle obtenue pour un double refroidissement à une température de transition de 1110°C.

Le revenu appliqué industriellement au René 88 consiste en un maintien de 8 heures à 760°C alors que Wlodek, dans son étude consacrée à cet alliage, trouvait un pic de dureté pour 785°C. Ce mono-revenu est en fait le même que celui réalisé sur le René 95 et n'a pas été remis en question lors du développement du René 88 **[Krueger, 1992]** sans doute du fait de sa valeur particulière exprimée en degrés Fahrenheit (1400°F)…
Sur l'alliage 88-AA, différentes températures ont été testées entre 650°C et 850°C pour un revenu d'une durée fixée à 8 heures, après une remise en solution supersolvus à 1150°C d'une heure et un refroidissement contrôlé à 140°C/min. La courbe reliant la dureté à la température de revenu est présentée sur la *Figure 167*. Le maximum de dureté est obtenu pour une température d'environ 770°C i.e. entre la température utilisée de façon standard et celle préconisée par Wlodek.
Des essais de même type ont été effectués sur la nuance expérimentale optimisée MP1. Les résultats figurent sur le même graphe. On observe que le maximum de dureté pour cet alliage est décalé vers de plus hautes températures par rapport à l'alliage 88-AA et se situe à une température de 800°C.
Toutefois, pour permettre les comparaisons les plus nombreuses possibles avec les alliages de référence et notamment le René 88 via l'alliage 88-ET, il a été décidé de procéder au revenu standard du René 88, donc à une température de 760°C pendant 8h.

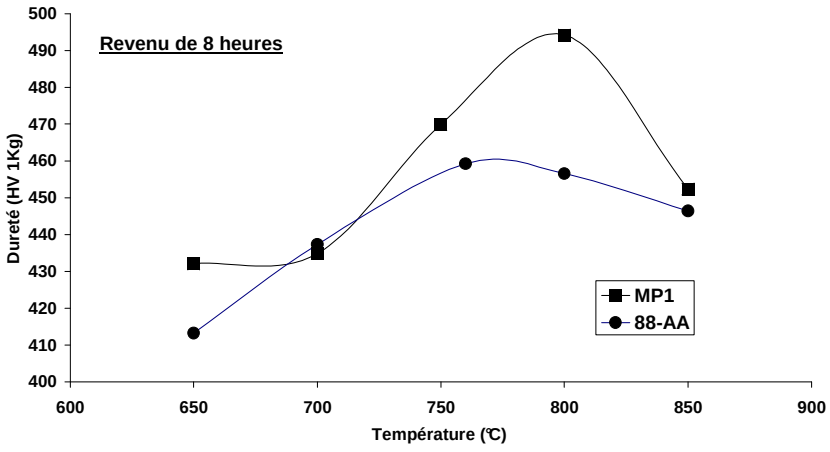


Figure 167 : Influence de la température d'un revenu de 8h sur la dureté de l'alliage expérimental MP1 et de l'alliage 88-AA après des remises en solution supersolvus respectivement à 1195°C/1h et 1150°C/1h et un refroidissement contrôlé à 140°C/min.

L’ensemble des paramètres du traitement thermique supersolvus du René 88 est présenté dans la *Figure 168*.

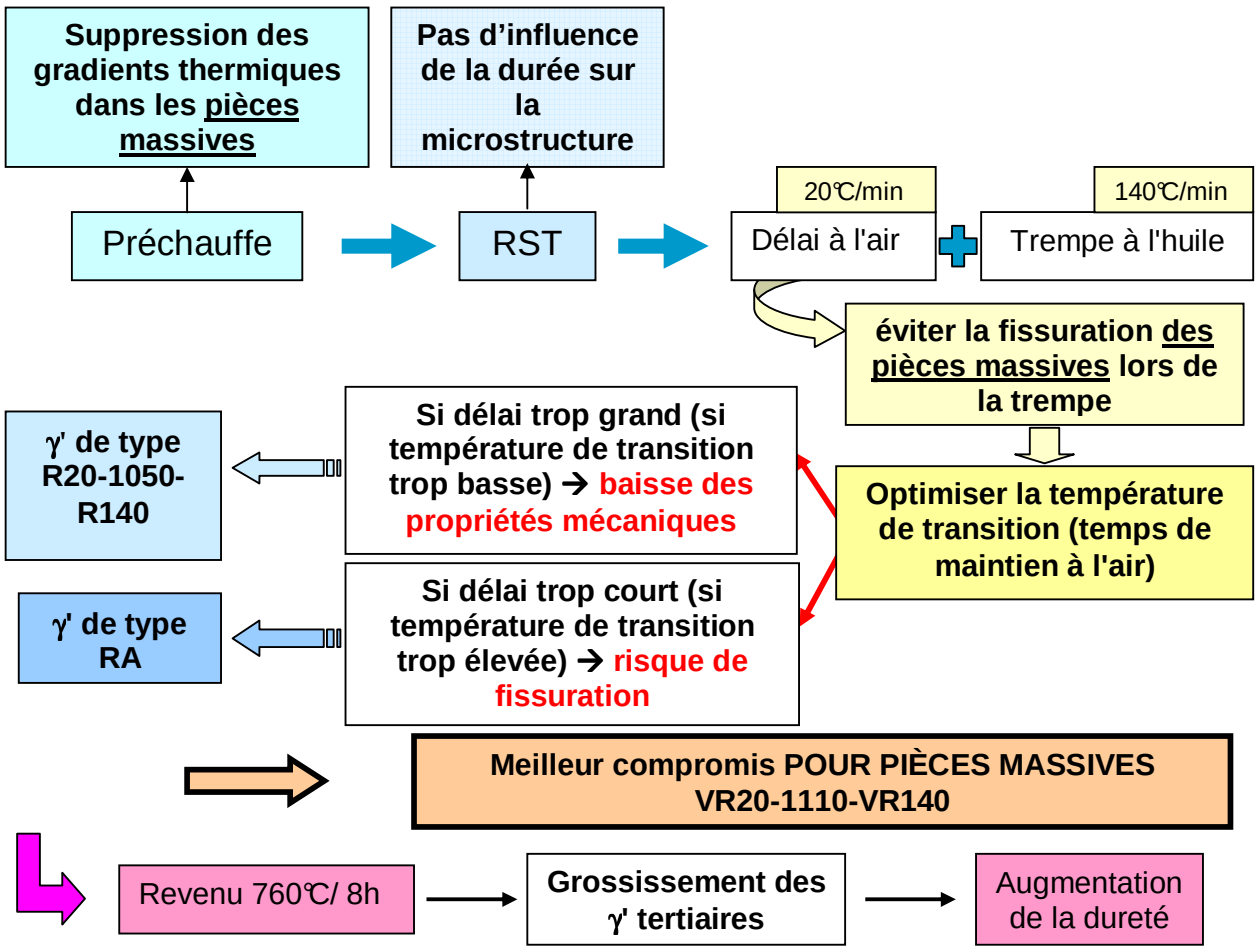


Figure 168 : Validation des paramètres du traitement thermique du René 88 appliqué à l'alliage 88-AA, à l'alliage de référence 88-ET et aux alliages expérimentaux.

Le traitement dit "**supersolvus**" se caractérise donc par :

- une remise en solution d'**1 heure** à une température supérieure de 15°C à la température de solvus de la phase γ' de l'alliage (**Ts+15°C**),
- une vitesse de refroidissement contrôlée à **140°C/min**,
- un mono-revenu effectué à **760°C** pendant **8 heures.**

4.5.2 Traitement thermique subsolvus

Pour chacune des barres filées obtenues on évalue si la densification est correcte grâce à des observations en microscopie optique d'un échantillon prélevé au centre de la barre. Si l'on vérifie l'absence de défauts de filage (trous, brûlures…), la barre est découpée en ébauches cylindriques écroûtées (environ 5 ébauches par barre) qui subissent alors le traitement thermique suivant :

- une remise en solution partielle subsolvus de 4 heures à une température inférieure de 25°C à la température de solvus de la phase γ' de l'alliage (Ts-25°C),
- une vitesse de refroidissement contrôlée à 100°C/min,
- un **mono-revenu** effectué à 750°C pendant 24 heures.

Ce traitement thermique découle directement de celui appliqué au N18 « grain fin » (cf. 3.3.1.1.) en ce qui concerne les conditions de remise en solution partielle (Ts -25°C/4h) et de refroidissement (100°C/min correspondant à la vitesse « ressentie » au cœur du disque).

En revanche, les conditions de revenu sont différentes. En effet, pour le N18, il s'agit industriellement d'un double revenu en deux étapes (700°C/24h puis 800°C/4h). Le choix du revenu unique découle des études antérieures réalisées par Locq sur l'alliage NR3 **[Locq, 2000a],** qui montre, à température de remise en solution et vitesse de refroidissement identiques, l'intérêt, outre sa praticité, d'un mono-revenu sur les propriétés en fluage de l'alliage NR3 par rapport à un double revenu (cf. 4.3). Cette orientation est conservée dans le cadre de notre étude expérimentale.

Locq réalise ainsi des essais de dureté pour différentes températures de revenu entre 650°C et 850°C pendant deux durées différentes, 4h et 24h sur la nuance NU1 **[Locq, 2002c]**. Cette nuance constitue la référence de base de l'étude ; en effet, sa composition découle de celle du N18 avec une fraction de phase γ' diminuée (41% contre 58%). Les résultats sont présentées sur la *Figure 169*. Le maximum de dureté est obtenu pour une durée de 24h et une température de 700°C. Toutefois, cette "proto-nuance" est exempte des substitutions du Mo par le W, du Ti par le Nb ou le Ta, qui font l'objet d'une autre partie de l'étude. Ces substitutions améliorent les propriétés en traction et en fluage en durcissant l'alliage ; elles modifient donc également la dureté. De ce fait, des essais de dureté ont été effectués sur la nuance NU9, qui comprend, par rapport à la nuance NU1, une substitution de 1% at. du titane par du niobium, ce qui a pour effet d'augmenter le durcissement de la phase γ'. À 700°C, la dureté de cet alliage est plus importante que celle de NU1, du fait de l'augmentation du durcissement de la phase γ', à fraction volumique de phase γ' équivalente. On constate aussi que le maximum de dureté est atteint pour une température de revenu de 750°C (*Figure 169*). Une durée de 24h semble augmenter sensiblement la dureté à cette même température. De plus, un temps de revenu plus long sera privilégié par les industriels ; en effet, il permet de mieux détentionner les contraintes résiduelles internes apparues dans les pièces massives lors de la trempe à l'huile.

Des essais de dureté complémentaires sur les nuances optimisées MP1 et MP3, comprenant plusieurs types de substitutions, ainsi que sur l'alliage 88-ET, ont été réalisés afin de valider ces conditions. Les résultats sont présentés sur la *Figure 170*. Le pic de dureté est observé pour chacun de ces alliages à 750°C.

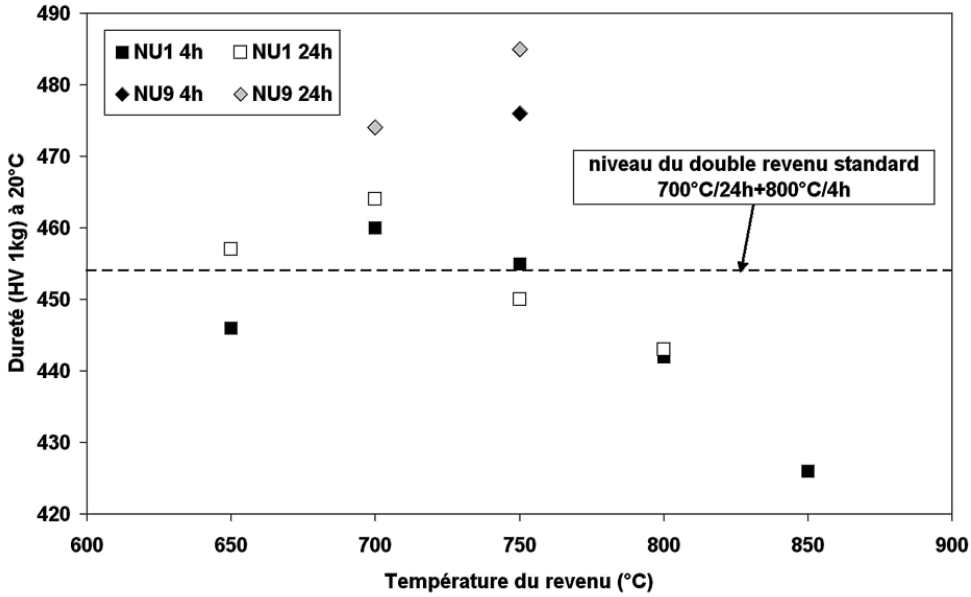


Figure 169 : Influence du temps et de la température de revenu sur l'alliage NU1 après une remise en solution à 1145°C/24h et un refroidissement contrôlé à 100°C/min. Comparaison avec l'alliage NU9 (substitution de 1% de l'aluminium par du niobium). [Locq, 2002c]

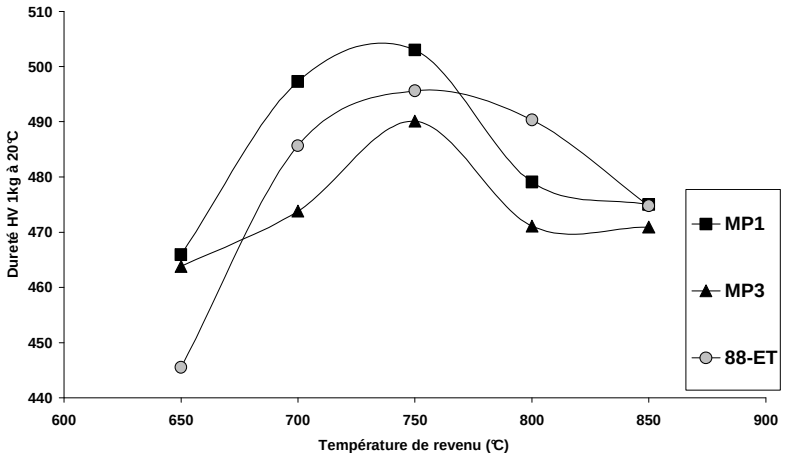


Figure 170 : Influence de la température de revenu de 24 h sur la dureté des alliages expérimentaux MP1 et MP3 et de l'alliage 88-ET après une remise en solution à Ts-25°C/4h et un refroidissement contrôlé à 100°C/min.

4.5.3 Récapitulatif

Les deux traitements thermiques utilisés dans l'étude sont les suivants :

- Le traitement dit "**subsolvus**" se caractérise par :
    - une remise en solution de **4 heures** à une température inférieure de 25°C à la température de solvus de la phase γ' de l'alliage (**Ts-25°C**),
    - une vitesse de refroidissement contrôlée à **100°C/min**,
    - un mono-revenu effectué à **750°C** pendant **24 heures.**

Le traitement thermique subsolvus des ébauches d'éprouvettes d'essais mécaniques a été réalisé à l'ONERA. Les remises en solution sont effectuées sous argon dans un boîtier dit de refroidissement. En effet, après le traitement de remise en solution, le boîtier retiré du four et remisé sur une brique réfractaire permet d'assurer le refroidissement contrôlé des ébauches qu'il contient (1 à 2 en fonction du diamètre de l'ébauche) à une vitesse de 100°C/min. Les traitements de revenu sont effectués soit à l'ONERA soit au CDM.
Ce traitement a été appliqué systématiquement à toutes les nuances expérimentales de l'étude, aux alliages de référence élaborés dans les mêmes conditions et à l'alliage 88-AA.

- Le traitement dit "**supersolvus**" (dont les paramètres sont identiques à ceux appliqués industriellement au René 88) se caractérise par :
    - une remise en solution d'**1 heure** à une température supérieure de 15°C à la température de solvus de la phase γ' de l'alliage (**Ts+15°C**),
    - une vitesse de refroidissement contrôlée à **140°C/min**,
    - un mono-revenu effectué à **760°C** pendant **8 heures.**

Le traitement thermique supersolvus des ébauches d'éprouvettes d'essais mécaniques a été réalisé à la SNECMA. Les ébauches sont placées directement dans un four muni d'un dispositif de refroidissement contrôlé (émission de jets d'argon). Les traitements de revenu sont effectués dans le même four sous argon.
Ce traitement a été appliqué à l'alliage 88-AA, à l'alliage de référence de composition identique au René 88 mais élaboré par électrode tournante (88-ET) et à certaines nuances expérimentales.

4.5.4 Conditions de simulation de vieillissement choisies dans l'étude

Les conditions d'étude de l'influence du vieillissement sur la microstructure des alliages expérimentaux sont les suivantes : **750°C pendant 500 heures**. Elles découlent d'observations qualitatives effectuées par l'ONERA en microscopie électronique à transmission sur l'alliage NR3 après différentes durées de vieillissement à 700, 750 et 800°C **[Marty, 1998]**. Les conditions choisies correspondent à un maintien de 10000h à 700°C selon une équivalence temps-température de type Larson-Miller. Des observations en microscopie électronique à balayage sont effectuées systématiquement, après le vieillissement, sur les alliages expérimentaux ainsi que sur les alliages de référence afin de valider la présence ou l'absence des phases TCP. Des observations plus fines au microscope électronique en transmission ont été réalisées sur quelques alliages expérimentaux.

CHAPITRE 5

5 CARACTERISTIQUES PHYSIQUES, MICROSTRUCTURALES ET MECANIQUES

5 CARACTERISTIQUES PHYSIQUES, MICROSTRUCTURALES ET MECANIQUES 159

5.1 Caractéristiques physiques 161

5.2 Caractéristiques microstructurales 162
5.2.1 Température de solvus 162
5.2.2 Microstructure « post filage » 165
5.2.3 Microstructure standard 167
5.2.3.1 Traitement thermique subsolvus 168
5.2.3.2 Traitement thermique supersolvus 172
5.2.4 Microstructure vieillie 176

5.3 Caractéristiques mécaniques 179
5.3.1 Traction 179
5.3.1.1 Après un traitement subsolvus 179
5.3.1.2 Après un traitement supersolvus 181
5.3.1.3 Synthèse des essais de traction 183
5.3.2 Propagation de fissure 183
5.3.2.1 Après un traitement subsolvus 184
5.3.2.2 Après un traitement supersolvus 186
5.3.3 Fluage 188
5.3.3.1 Essais sous 550 MPa à 700°C 188
5.3.3.2 Essais sous 650 et 700 MPa à 700°C 192
5.3.3.3 Synthèse 199

5.4 Synthèse des résultats 202

Dans cette étude, cinq alliages expérimentaux ont été explorés. La définition des nouvelles compositions répondant au cahier des charges industriel a été présentée dans le chapitre 2. Les alliages ont été élaborés selon le protocole expérimental commun à l'ONERA et au CDM, défini dans le chapitre 3. Ils ont ensuite été traités selon les deux traitements thermiques subsolvus et supersolvus dont les paramètres ont été étudiés dans le chapitre 4.

Dans ce chapitre, les résultats concernant les alliages expérimentaux et l'alliage de référence 88-ET, testés selon le programme d'essais décrit au Chapitre 3 (3.1), sont présentés puis une synthèse est réalisée en regard des spécifications industrielles et des choix initialement effectués en termes de compositions.

Nous présentons les résultats obtenus sur les alliages expérimentaux et les alliages de référence selon le plan de caractérisation présenté dans le Chapitre 3 (3.1.2.2. et 3.1.2.3). Les résultats obtenus sur les alliages de référence sont comparés, dans la mesure du possible, à ceux obtenus sur les alliages de référence élaborés selon le même protocole (3.2), notamment avec l'alliage 88-ET étudié au CDM.

Les compositions des alliages expérimentaux ainsi que celles des alliages de référence N18-ET et 88-ET sont rappelées dans le *Tableau 25*.

%at.	N18-ET	R88-ET	MP3	MP1	AD5	AD7	AD8
Ni	54,89	55,80	54,94	54,69	55,19	56,39	56,09
Cr	12,02	17,85	14	14	13,5	13	13
Co	14,84	12,50	15	15	15	15	15
Mo	3,78	2,42	**3**	2,5	2,2	2,2	***2***
W	0	1,26	***0,8***	**1,5**	1,3	***0,8***	1,2
Al	9,06	4,79	***4,5***	6	6,3	6,3	6
Ti	5,09	4,61	**6,5**	5	5,7	5	5,5
Nb	0	0,44	**1**	**1**	0,5	0,6	0,5
Ta	0	0	0	0	0	**0,4**	**0,4**
Hf	0,14	0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
C	0,07	0,210	0,120	0,120	0,12	0,12	0,12
B	0,08	0,090	0,095	0,095	0,095	0,095	0,095
Zr	0,03	0,030	0	0	0	0	0
Ti+Al+Nb+Ta	14,15	9,84	12	12	12,5	12,3	12,4
Ti+Nb+Ta	5,09	5,05	7,50	6	6,2	6,0	6,4
(Ti+Nb+Ta)/Al	0,56	1,05	1,67	1	0,98	0,95	1,07
Ti/Al	0,56	0,96	1,44	0,83	0,90	0,79	0,92
Nb/Al	0	0,09	0,22	0,17	0,08	0,10	0,08
Ta/Al	0	0	0	0	0	0,06	0,07
Nb/Ti	0	0,10	0,15	0,20	0,08	0,10	0,08
Ta/Ti	0	0	0	0	0	0,08	0,07
Mo+W	3,78	3,68	3,75	4	3,50	3,00	3,20
W/Mo	0	0,52	0,25	0,60	0,59	0,36	0,60

Tableau 25 : Compositions visées (% at.) des alliages MP, AD et des alliages de référence N18 et René 88.

5.1 Caractéristiques physiques

	Densité (g/cm^3)	$F_{\gamma'}$ (%)	T_s (°C)	FRS (°C)
N18-ET	7,96	54	1214	13
88-ET	8,3	41	1130	95
MP1	8,33	47,8	1178	54
AD5	8,25	48,7	1188	50
AD7	8,29	48,9	1184	76
AD8	8,33	48,8	1200	46

Tableau 26 : Caractéristiques métallurgiques des alliages expérimentaux MP1, AD5, AD7 et AD8 et des alliages de référence N18-ET et 88-ET. Densité : moyenne des densités obtenues par estimation, calcul géométrique, mesure par double pesée (cf. 2.2.1.1), Fraction de phase γ' : Fγ'= 7,8 + 3,5Al + 2,92Ti + 4,38 (Nb + Ta), Température de solvus et fenêtre de remise en solution (FRS) : mesures ATD sur les alliages filés.

Les alliages expérimentaux présentent une **fraction volumique de phase γ'** ($F_{\gamma'}$) comprise entre 48 et 49%, soit une fraction maîtrisée dans la fourchette haute de l'objectif initial (cf. 2.2.2.3.) : la somme des concentrations atomiques des éléments γ'-gènes passe en effet de plus de 14% dans le N18 à 12% pour les alliages expérimentaux. Les fractions de phase γ' des alliages AD sont légèrement supérieures à celle de l'alliage MP1, conformément aux objectifs visés lors de la seconde phase de l'étude : pour y parvenir, la somme des éléments γ'-gènes a été légèrement augmentée.

Les **densités** des alliages expérimentaux sont du même ordre que celle du René88 (8,3). L'augmentation de ce paramètre par rapport à celui du N18 s'explique notamment par la présence du tungstène de masse atomique de 184 u (absent de la composition du N18) en substitution du molybdène (masse atomique de 96 u) pour renforcer le durcissement de solution solide (cf. chapitre 2) ainsi que par une plus faible concentration des éléments « légers » γ'-gènes Al et Ti. La densité de l'alliage MP1 conçu lors de la première phase, étant légèrement supérieure aux objectifs fixés, on a cherché à la diminuer dans la phase 2 : la concentration en tungstène a été revue à la baisse, notamment dans l'alliage AD7 et la concentration en aluminium rehaussée comparativement aux éléments de durcissement de la phase γ'. On obtient des densités maîtrisées en deçà de 8,3 pour les alliages AD5 et AD7. Toutefois, celle de l'alliage AD8 est équivalente à celle de l'alliage MP1. Elle a pour origine trois paramètres juxtaposés : la substitution d'une partie du titane par du tantale (masse atomique de 181 grammes) couplée à celle du molybdène par le tungstène et un rapport $\frac{Ti + Nb + Ta}{Al}$ >1, contrairement à celui des autres alliages expérimentaux où ce rapport est inférieur ou égal à 1.

Les **températures de solvus** des alliages expérimentaux sont comprises entre 1175 et 1200°C, de 15 à 40°C inférieures à celle du N18-ET. Ces valeurs sont cohérentes si l'on considère les fractions de phase γ' (54% pour le N18, 48-49% pour les alliages expérimentaux).
En outre, on voit bien ici l'influence du chrome, et dans une moindre mesure, celle du cobalt (cf. 2.1.1.1.), éléments participant à la diminution de la température de solvus. Les températures de solvus des alliages de la seconde phase de l'étude (alliages AD) sont légèrement supérieures à celle de l'alliage MP1 : leur fraction de phase γ' est légèrement supérieure, avec une somme totale en éléments γ'-gènes (hors aluminium) supérieure, et leur concentration en chrome légèrement inférieure par rapport à celles du MP1.
Conformément aux objectifs industriels, les fenêtres de remise en solution sont bien supérieures (46-76°C) à celle du N18 (13°C) mais restent inférieures à celle du René 88, l'alliage de référence pour ce paramètre qui présente une fraction de phase γ' plus faible que celles des alliages expérimentaux (41% vs 48%).
La température de solidus de l'alliage MP1 est équivalente à celle du N18, en revanche celles des alliages AD sont plus élevées, notamment celles des alliages AD8 et AD7 (1260°C) possiblement du fait de la présence de Ta dans ces deux alliages.

5.2 Caractéristiques microstructurales

5.2.1 Température de solvus

	ATD sur poudre	Calcul CDM	Calcul ONERA	Valeur corrigée	ATD sur filé	Données biblio
N18-ET	1223	1191	1198	1195	1214	1195 **[Clad, 1996]**
88-ET	1155	1108	1089	1130	1130	1135 (88-AA)
MP1	1192	1160	1160	1175	1178	
AD5	1199	1173	1173	1175	1188	
AD7	1199	1151	1163	1161	1184	
AD8	1202	1163	1178	1175	1200	

Tableau 27 : Températures de solvus caractéristiques des alliages expérimentaux et des alliages de références établies suivant différentes méthodes : ATD sur poudre : second chauffage, Calcul CDM et Calcul ONERA : cf. 2.2.1.4.

Avant de se pencher sur les caractéristiques microstructurales des alliages expérimentaux après le filage, nous nous intéressons à la détermination de la température de solvus des précipités γ' primaires (*Tableau 27*), paramètre indispensable dans la détermination des paramètres d'élaboration d'une part et ceux du traitement thermique d'autre part. La mise en œuvre d'une gamme thermomécanique précise sur les superalliages nécessite en effet la connaissance de cette température de solvus, généralement déterminée par la méthode métallographique (cf. 4.1.1.1.), qui est la plus précise. Or, dans notre étude, ces alliages « n'existant pas » encore avant la densification, seule la température de solvus déterminée par Analyse Thermique Différentielle (ATD) sur les poudres est disponible.

Il a déjà été expliqué (cf. 3.3.2.1.) que les poudres produites par électrode tournante présentent des différences de composition entre particules, et par conséquent une précipitation de γ' non homogène à l'échelle de la particule même. Ces différences locales de composition résultent d'une part des hétérogénéités de solidification du lingot dans lequel est usinée l'électrode et d'autre part de la provenance plutôt interdendritique des gouttes éjectées par l'ET. Il serait donc plus rigoureux de considérer, plutôt qu'une température de solvus de γ' bien déterminée, une fourchette de températures qui couvrirait la gamme de températures de solvus qui résulte de ces hétérogénéités. Le sommet du pic de la courbe d'ATD est généralement pris comme valeur de la température de solvus de l'alliage alors qu'il ne correspond en réalité qu'à la température moyenne de solvus de tous les grains de poudre constituant l'échantillon.

Par ailleurs, l'expérience a montré qu'il était indispensable, sur une poudre métallique, de procéder à un premier chauffage de l'échantillon juste en dessous de la température de solidus avant de pouvoir enregistrer des courbes exploitables lors des chauffages ultérieurs. Il faut garder en tête qu'un tel échantillon est constitué de grains de poudre ayant subi une trempe depuis l'état liquide et que cette poudre n'a pas été compactée. Le point de transformation ainsi repéré aux chauffages ultérieurs se situe à une valeur de température stable qui est choisie comme température de solvus ATD pour l'alliage sous forme de poudre. Cette valeur est corrigée en fonction des valeurs connues (alliages de référence), d'un étalonnage établi par comparaison entre les solvus ATD sur poudres et les solvus déterminés par métallographie sur des échantillons extraits de barres filées d'alliages expérimentaux étudiés antérieurement à l'ONERA **[Locq, 1999**] ainsi qu'en fonction des températures calculées (issues de corrélation sur d'autres superalliages commerciaux et expérimentaux) **[Paintendre, 1986 ; Vasseur, 1993].** La valeur de solvus ainsi corrigée pour chaque alliage est la valeur retenue pour la définition de la température de filage et la température de traitement thermique de remise en solution.

Notons cependant que d'une part, l'opération de filage concerne des poudres brutes de pulvérisation, c'est-à-dire n'ayant jamais subi de chauffage au-delà du solvus. C'est donc la température de solvus déterminée au premier chauffage en ATD qu'il serait logique de retenir dans la définition de la température de filage si sa mesure présentait une reproductibilité et une fiabilité suffisante ce qui n'est pas le cas du fait de la mauvaise conduction de chaleur entre les grains de poudre. D'autre part, la correction de la valeur ATD sur poudre en fonction de mesures réalisées sur des alliages densifiés se justifie par le fait qu'il s'agit également de définir la température de traitement de remise en solution de l'alliage filé.

En résumé, le choix de la mesure de la température de solvus γ' par ATD au second chauffage des poudres et la correction de cette température en fonction de données obtenues sur des matériaux filés permettent d'accéder à une température de filage et de traitement de remise en solution qui représente le meilleur compromis face à la dispersion de la température de solvus γ' qui résulte des hétérogénéités de composition des poudres ainsi que d'une conduction de chaleur moins bonne dans la poudre que dans l'alliage densifié. Mais cela reste un compromis. Concernant les alliages expérimentaux, les valeurs corrigées de la température de solvus des γ' sont inférieures de 17 à 38°C à celles déterminées par ATD au second chauffage des poudres, au-delà du liquidus.

Le filage est effectué à T_s-25°C, T_s étant donc la température corrigée de solvus de la phase γ'. Une fois les alliages élaborés, la température de solvus des γ' est déterminée par ATD au second chauffage sur le matériau filé. Sur les alliages NR [**Locq, 1999**], les températures de solvus déterminées par la méthode métallographique sont inférieures de 10 à 15 °C au solvus déterminé par ATD sur poudre. Sur les alliages expérimentaux de cette étude, les températures de solvus déterminées par ATD sur le matériau filé sont inférieures de 11 à 15°C aux températures déterminées sur les poudres (excepté pour l'alliage AD8 où la différence n'est que de 2°C). Ces résultats nous poussent à croire que les résultats que l'on pourrait obtenir en mesurant la température de solvus par métallographie sur les alliages expérimentaux – non réalisé dans cette étude – sont très proches de ceux obtenus par ATD sur matériau filé. On peut donc raisonnablement considérer les températures de solvus obtenues par ATD sur matériau filé comme les températures de solvus caractéristiques de l'alliage. Les valeurs corrigées utilisées pour l'élaboration et le traitement thermique correspondent donc aux températures de solvus caractéristiques des alliages MP1 et 88-ET puisque l'on constate une excellente corrélation entre la température corrigée et la valeur obtenue par ATD pour ces deux alliages. En revanche, les températures mesurées sur matériau filé par ATD sont supérieures de 13 à 25°C aux températures corrigées pour les alliages AD et l'alliage de référence N18-ET, la plus grande différence concernant l'alliage AD8.

Considérant la température de solvus déterminée par ATD sur matériau filé comme intrinsèque à l'alliage, il apparaît que la densification a bien été effectuée à T_s-25°C pour l'alliage MP1 ainsi que pour l'alliage de référence 88-ET, considérant ici T_s comme la température de solvus intrinsèque à la composition de l'alliage. En revanche, pour les alliages AD, il apparaît que le filage a été effectué dans une fourchette comprise entre Ts-38°C à Ts-50°C ; des différences entre températures obtenues par ATD sur filé et les valeurs corrigées utilisées pour conduire ce filage sont comprises entre +13 et +25°C, la plus grande différence s'observant dans le cas de l'alliage AD8.

5.2.2 Microstructure « post filage »

Les microstructures « post–filage » des alliages sont présentées sur la *Figure 171*.

Dans le cas de l'alliage MP1, on observe une microstructure hétérogène caractérisée par deux types de zones, dites « subsolvus » et « supersolvus », déjà observées sur l'alliage 88-ET (cf. 3.3.2.1) même si les limites entre les deux zones sont moins marquées que dans l'alliage de référence où les joints de poudre étaient encore clairement visibles. Dans les zones « subsolvus », on observe de gros précipités γ' primaires aux joints de grain et des précipités plus petits intragranulaires, cette population étant beaucoup moins présente dans les zones supersolvus.
Nous avons déjà expliqué au chapitre 3 que le procédé de pulvérisation par électrode tournante provoque une hétérogénéité de composition chimique entre grains de poudre ; des grains de poudre de compositions chimiques différentes donneront naissance à des précipités de la phase γ' de composition et de fraction volumique différentes, donc de températures de solvus différentes. Au cours du filage, certains grains passent au-delà de leur température « intrinsèque » de solvus ce qui permet une croissance du grain γ (zones dite « supersolvus »).

Les microstructures des alliages AD ne présentent pas de zones supersolvus, sinon très localement. C'est l'alliage AD5 qui présente la microstructure la plus homogène : on observe une microstructure de petits grains (2 – 10 µm) ainsi que des précipités primaires intra et intergranulaires. On note à certains endroits des alignements de précipités γ', provenant vraisemblablement de la structure dendritique des poudres. Les alliages AD7 et AD8 présentent une microstructure moins homogène. La distribution des précipités γ' dans l'alliage AD7 est moins homogène que dans l'alliage AD5 : on note clairement différents alignements de précipités essentiellement intergranulaires. Sur la figure représentant une micrographie en coupe axiale de l'alliage AD8, on identifie clairement un grain de poudre. On y observe également, des zones où la taille de grain est plus petite que celle de l'alliage AD5.

L'analyse de ces micrographies nous montre que les alliages AD, contrairement à l'alliage MP1 et à l'alliage de référence 88-ET, ont été élaborés à une température strictement inférieure à la température de solvus intrinsèque à leur composition. C'est l'alliage AD5 qui présente la microstructure la plus homogène après l'élaboration par filage. Si l'on considère l'hypothèse émise précédemment (cf. supra), il aurait donc été filé à une température de T_s - 38°C (avec Ts intrinsèque à l'alliage). L'alliage MP1, aurait été élaboré à une température de T_s-28°C. Nous avons constaté que ce delta de température par rapport au solvus, du fait de l'hétérogénéité des poudres, n'est pas suffisant pour empêcher localement le développement de zones supersolvus. A l'inverse, les observations faites sur les alliages AD7 et AD8, respectivement filés à T_s-44°C et Ts-50°C, nous montrent qu'un filage effectué à une température trop basse par rapport au solvus entraîne une homogénéisation imparfaite de la microstructure.

Les alliages expérimentaux n'ont donc pas été élaborés strictement dans les mêmes conditions de température définies a priori à T_s-25°C.

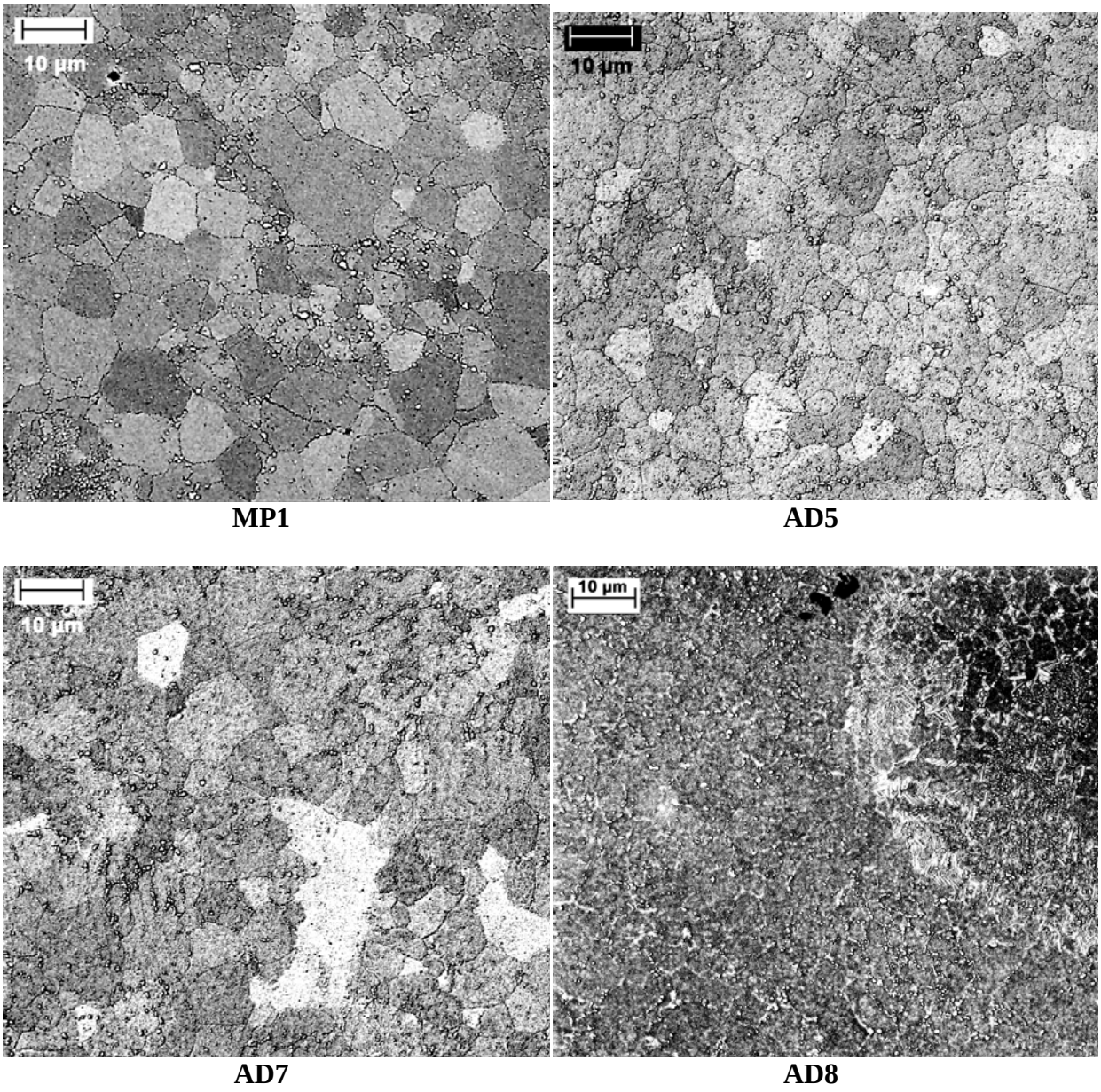


Figure 171 : Microstructure post-filage des alliages expérimentaux MP1, AD5, AD7 et AD8. (Micrographies MEB au contraste inversé : les phases précipitées apparaissent en blanc)

5.2.3 Microstructure standard

L'analyse des microstructures « post filage » a montré que les alliages expérimentaux n'avaient pas tous été filés à une température de T_s – 25°C du fait de la détermination, a priori, des températures de solvus. L'alliage MP1 ainsi que l'alliage de référence 88-ET ont été filés à une température d'environ T_s-25°C. En revanche, les alliages AD, développées dans la seconde phase, auraient été filés à des températures respectivement égales à T_s-38°C et T_s-50°C. A ce stade, nous ne pouvons appréhender dans quelle mesure ces différences influencent les propriétés des alliages après traitement thermique complet d'autant plus que les températures d'élaboration et de traitement thermique sont liées à la composition de l'alliage.
Dans ce paragraphe, les caractéristiques microstructurales après traitement thermique complet sont présentées pour chacun des alliages. Pour rappel, les alliages expérimentaux ainsi que l'alliage de référence 88-ET ont été traités suivant deux traitements thermiques, subsolvus et supersolvus, qui sont schématisés sur la *Figure 172*. Les paramètres utilisés pour chacun des traitements thermiques sont présentés pour chaque alliage dans le *Tableau 28*.

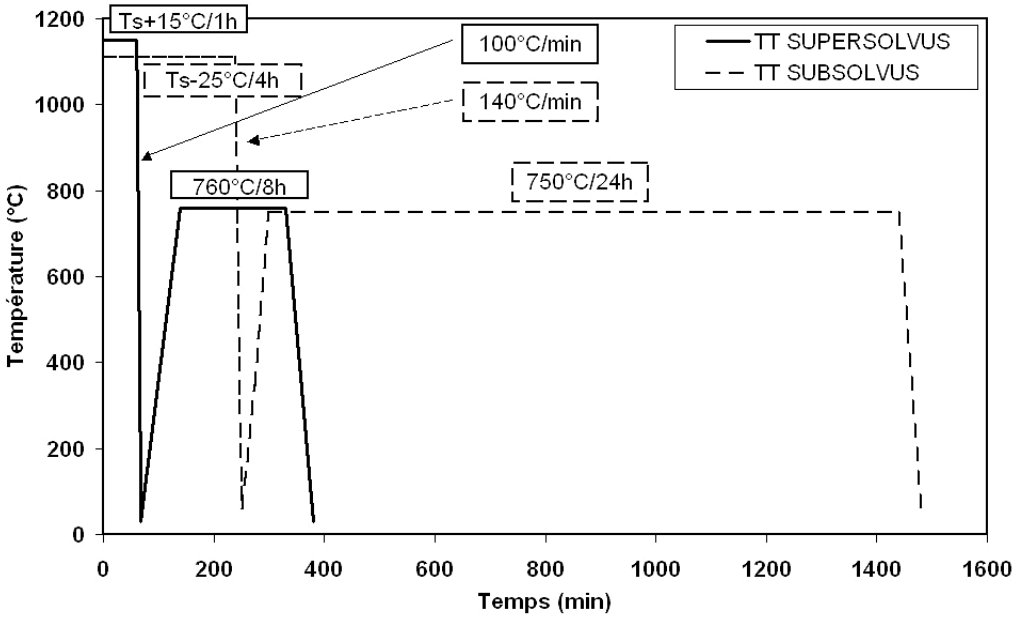
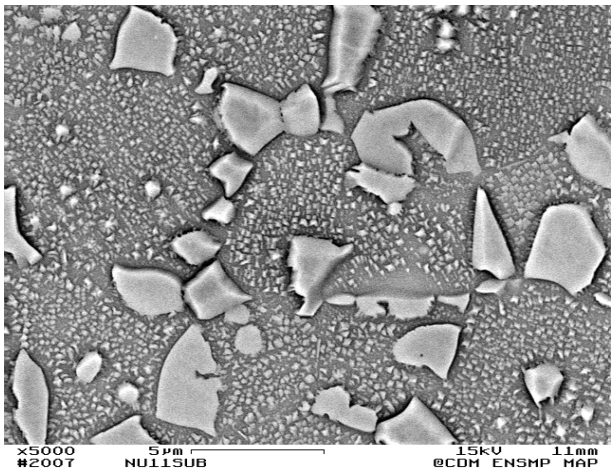


Figure 172 : Schéma des traitements thermiques subsolvus et supersolvus appliqués aux alliages de l'étude.

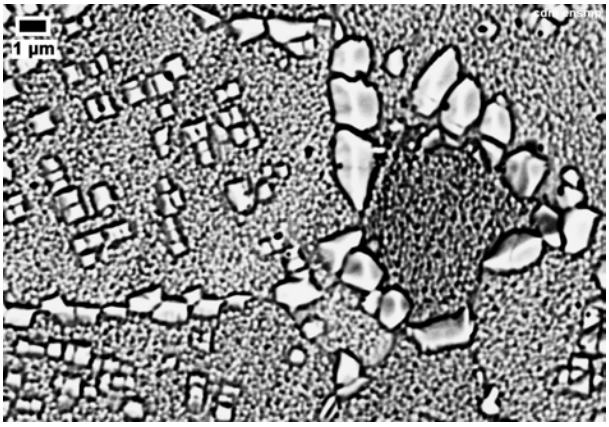
	T_s corrigée	T_s ATD filé	T° RSP (TT SUB)	T° RST (TT SUPER)
N18-ET	1195	1214	1170	
88-ET	1130	1130	1105	1150
MP1	1175	1178	1150	1195
AD5	1175	1188	1150	1195
AD7	1161	1184	1140	1185
AD8	1178	1200	1150	1195

Tableau 28 : Températures de solvus et températures de remises en solution (partielle et totale) appliquées aux alliages expérimentaux et aux alliages de référence.

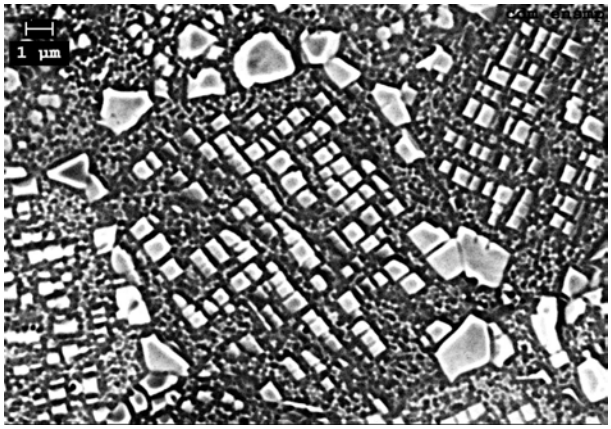
5.2.3.1 Traitement thermique subsolvus



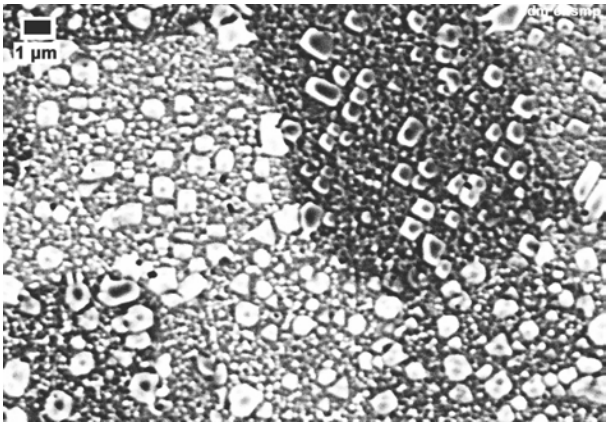
N18-ET



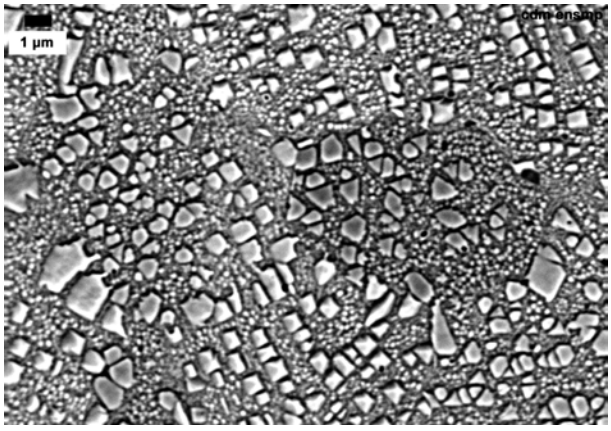
MP1



AD5



AD7



AD8

Figure 173 : Micrographies MEB (X5000) de l'alliage de référence N18-ET et des alliages expérimentaux traités ***subsolvus.***

	$\phi\gamma$ (µm)	$\phi\gamma$'I (µm)	$\phi\gamma$'II (nm)	$\phi\gamma$'III (nm)
N18-ET	5	1-3	200	30-50
88-ET	6	0,5 -1	110	20-40
MP1	6-10	Inter : 1 – 2 Quelques Intra : 0,5 – 1	180	30-50
AD5	6-10	Inter : 1 – 2 Intra : 0,5 – 1	170	30-50
AD7	6-10	Inter et intra : 0,5 - 1	140	30-50
AD8	6-10	Inter et intra : 0,5 - 1	170	30-50

Tableau 29 : Taille de grain ($\phi\gamma$) et taille des précipités γ' ($\phi\gamma'$) des alliages expérimentaux et des alliages de référence traités ***subsolvus.***

Les microstructures de l'état subsolvus standard des alliages expérimentaux et de l'alliage de référence N18-ET sont présentées sur la *Figure 173*. L'alliage N18-ET est pris comme référence pour le traitement thermique subsolvus, la composition de l'alliage N18 ayant été développée pour être adaptée à ce type de traitement. Sa microstructure se caractérise par une taille de grain de 5 µm, la présence de gros précipités γ' primaires aux joints de grain et de quelques rares précipités primaires intragranulaires. Les précipités secondaires d'une taille moyenne de 200 nm sont de forme cubique, les précipités tertiaires, de forme quasi sphérique, ont une taille de 30 à 50 nm.

Les tailles de grain des alliages expérimentaux (*Tableau 29*) sont de l'ordre de 6-10 µm (ASTM 10-12). La taille de grain est légèrement supérieure à celle des alliages de référence mais elle reste maîtrisée, conformément aux objectifs de l'étude dans le cas d'un traitement subsolvus, garantissant ainsi de bonnes propriétés en traction et en fatigue.

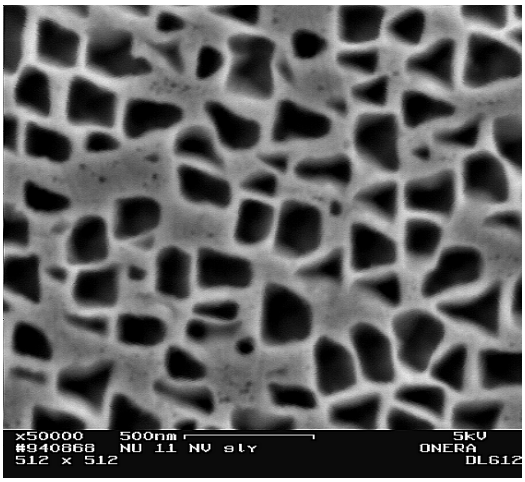
Dans l'alliage MP1, les précipités primaires sont majoritairement intergranulaires et présentent une taille d'environ 1 à 2 µm, plus petite que dans l'alliage N18-ET. On note également la présence de précipités primaires intragranulaires cubiques moins gros (0,5 à 1 µm) distribués aléatoirement à l'intérieur du grain et présentant une tendance à se regrouper en alignements, ce qui minimise l'énergie d'interaction élastique avec la matrice **[Strudel, 1983].** Dans l'alliage AD5, on observe le même type de microstructure avec une distribution systématique des précipités primaires intragranulaires selon ce "pavage" relativement régulier, distribution que l'on retrouve également dans l'alliage AD8 et dans une moindre mesure dans l'alliage AD7. Dans l'alliage AD8, la population intergranulaire devient minoritaire. Dans l'alliage AD7, on n'observe plus ou très peu de gros γ' primaires intergranulaires. Les précipités visibles aux joints de grain semblent présenter la même taille et une morphologie proche de la population intragranulaire.

Les filages des alliages AD7 et AD8 auraient été effectués à une température inférieure de 40 à 50°C en deçà du solvus (cf. supra) ; nous expliquons mal l'absence de gros précipités γ' primaires intergranulaires.

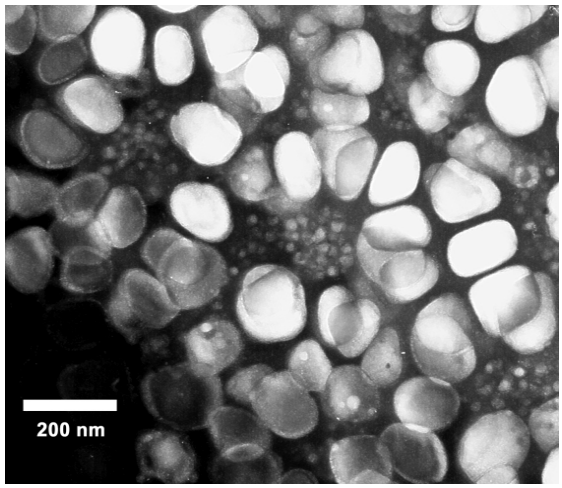
La taille et la forme des précipités γ' secondaires et tertiaires sont identiques dans les quatre alliages expérimentaux (*Figure 174*). Ceci démontre la maîtrise des paramètres du traitement thermique.
La taille et la forme des γ' secondaires dépendent fortement de la valeur du misfit γ-γ' et de la fraction volumique de γ' mais aussi de la vitesse de refroidissement après la remise en solution (cf. 4.2.), qui est identique pour tous les alliages expérimentaux (100°C/min), celles-ci sont logiquement semblables : forme quasi cubique, taille d'environ 170 nm. On note que les tailles des γ' secondaires des alliages expérimentaux sont intermédiaires entre celles relevées sur le N18-ET et le 88-ET en accord avec les fractions volumiques de phase γ' de chacun des alliages : à traitement thermique équivalent, plus la fraction volumique de phase γ' est grande, plus la taille des précipités γ' est grande.

La taille des précipités γ' tertiaires dépend des conditions de revenu (cf. 4.3.), identiques pour les alliages expérimentaux (750°C/24h) : sphériques, taille entre 30 et 50 nm.

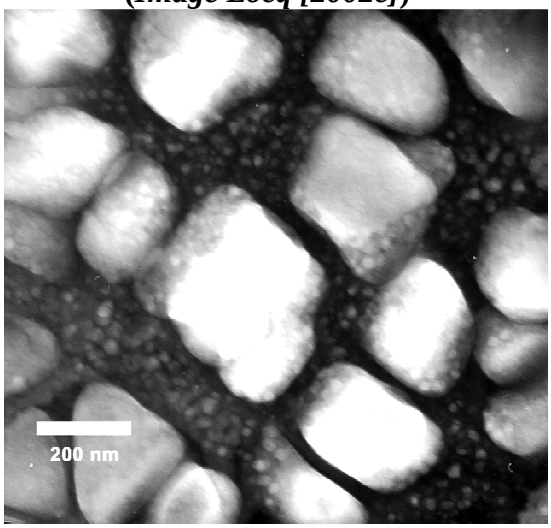
Après le traitement subsolvus, la microstructure intragranulaire des alliages expérimentaux est donc caractérisée par une distribution trimodale en termes de précipités γ' : gros précipités intragranulaires, précipités secondaires, précipités tertiaires. La microstructure de l'alliage AD5 après le traitement subsolvus se distingue de celles des autres alliages expérimentaux par le pavage régulier et systématique des gros précipités intragranulaires.



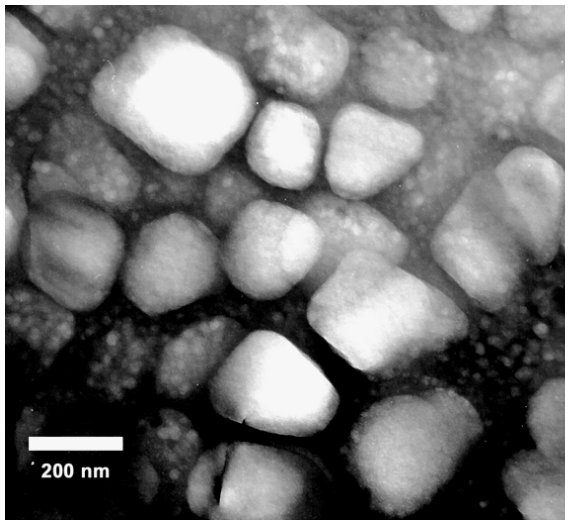
N18-ET
(*Image Locq [2002c]*)



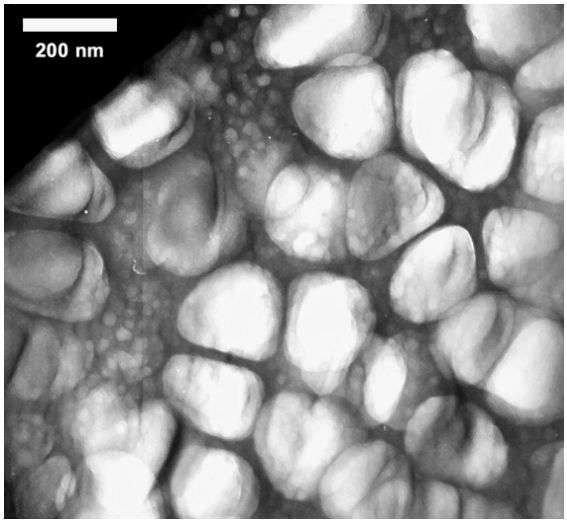
88-ET



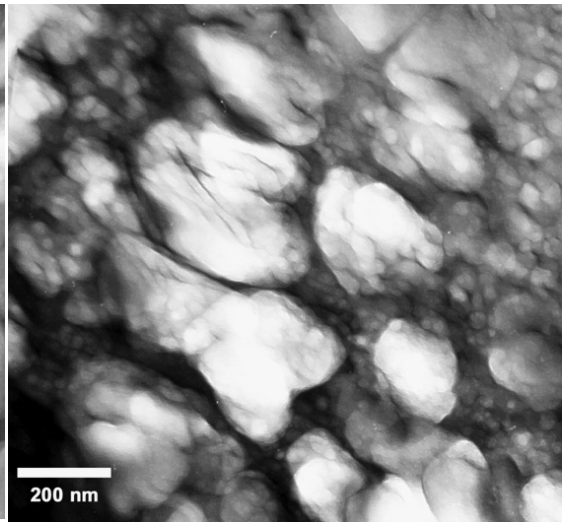
MP1



AD5



AD7



AD8

*Figure 174 : Micrographie MEB de l'alliage de référence N18-ET et Micrographies MET (x69000) de l'alliage de référence 88-ET et des alliages expérimentaux traités **subsolvus**.*

5.2.3.2 Traitement thermique supersolvus

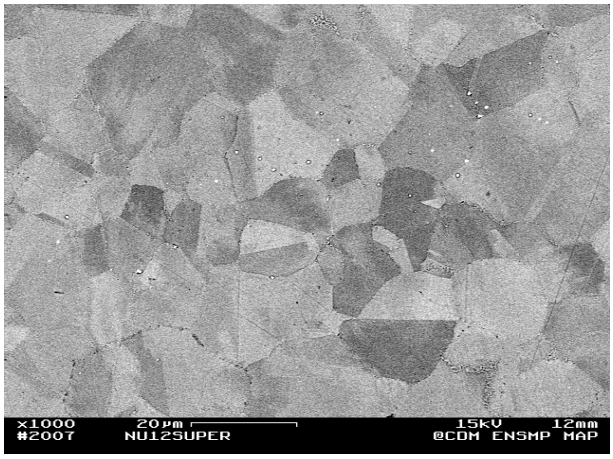
	ϕγ (µm)	ϕγ'II (nm)	ϕγ'III (nm)
N18-AA [Sansoz]	50	300	Pas de donnée
88-ET	15	130	20-40
MP1	46	200	20-50
AD5	38	300	20-50
AD7	31	250	20-50
AD8	37	180	20-50

Tableau 30 : taille de grain et taille des précipités γ' des alliages expérimentaux et des alliages de référence traités ***supersolvus****.*

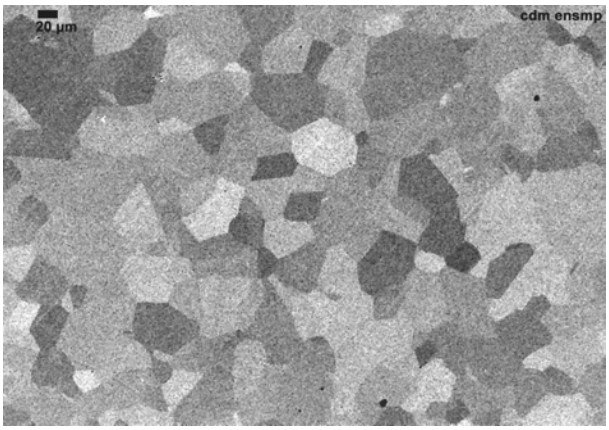
Les microstructures de l'état supersolvus standard des alliages expérimentaux et de l'alliage de référence 88-ET sont présentées sur la *Figure 175*. L'alliage 88-ET est pris comme référence pour le traitement thermique supersolvus, la composition de l'alliage René88 ayant été développée pour être adaptée à ce type de traitement. Sa microstructure se caractérise par une taille de grain de 15 µm, des précipités γ' secondaires (taille moyenne de 130 nm) de forme sphérique à tendance cuboïde et des précipités γ' tertiaires sphériques de taille comprise entre 20 et 40 nm.

La taille de grain (*Tableau 30*) des alliages expérimentaux (30 à 50 µm) est 2 à 3 fois supérieure à celle de l'alliage de référence 88-ET (15 µm). Cette différence est à corréler au taux de carbone présent dans les alliages. Il est deux fois plus important dans l'alliage 88 que dans les nuances expérimentales. Le carbone forme des carbures avec les éléments comme le chrome ou le molybdène. Ils se forment préférentiellement aux joints de grain ce qui conduit à un ancrage plus important lors de la remise en solution à haute température.

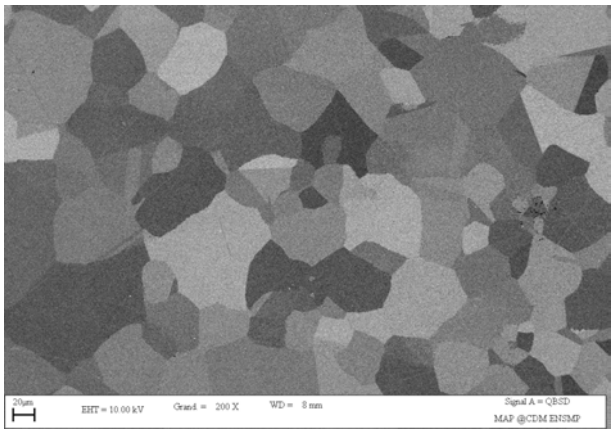
Dans les alliages AD7 et AD8 on constate une précipitation éparse aux joints de grain de précipités γ' intergranulaires plus gros que les précipités secondaires intragranulaires (*Figure 176b et Figure 177a*). Il s'agit vraisemblablement de γ' primaires qui n'ont pas complètement été remis en solution. On n'observe pas ce phénomène dans les alliages MP1 et AD5 (*Figure 177b*). Localement, il est également observé des zones qui n'ont pas franchi le solvus de la phase γ' (*Figure 176a*). On y voit alors une précipitation de type primaire associée à une faible taille de grain. Ces observations sont à relier à la température effective de la remise en solution. Comme nous l'avons vu (cf. 5.2.1), les températures intrinsèques de solvus des alliages AD sont supérieures de 13 à 25°C en comparaison des températures choisies après correction, contrairement à l'alliage MP1 où la température choisie correspond à la température intrinsèque de solvus. La remise en solution totale est effectuée 15°C au-delà de la température de solvus corrigée ; pour l'alliage AD5, la différence entre température intrinsèque et température corrigée est de 13°C, une remise en solution totale des précipités γ' est donc bien effectuée, mais à une température réelle supérieure d'environ 12°C. En revanche, pour les alliages AD7 et AD8 où les différences sont respectivement de 23 et 25°C, le traitement réalisé est donc effectué à une température proche de la température intrinsèque de solvus, ce qui explique la présence des γ' primaires intergranulaires et des zones « grain fin » observées.



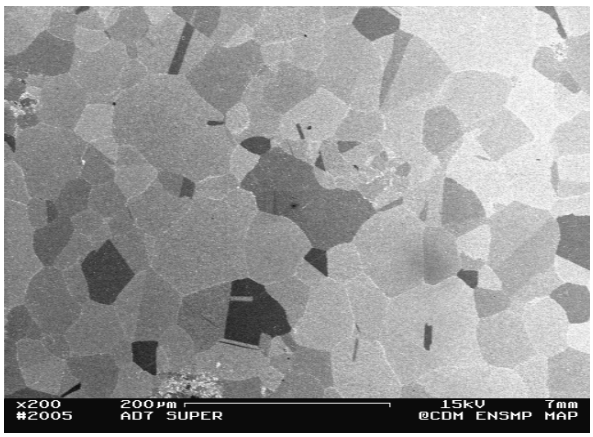
88-ET



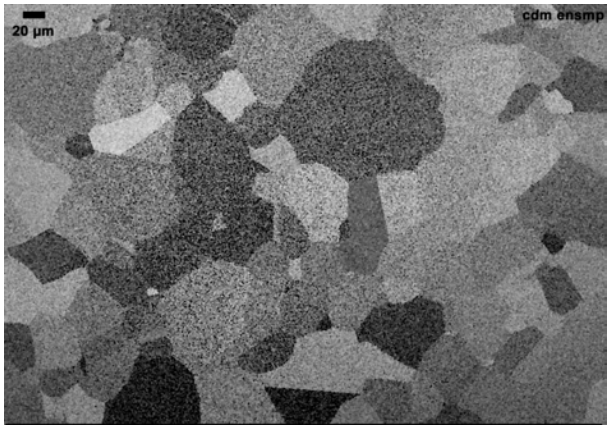
MP1



AD5

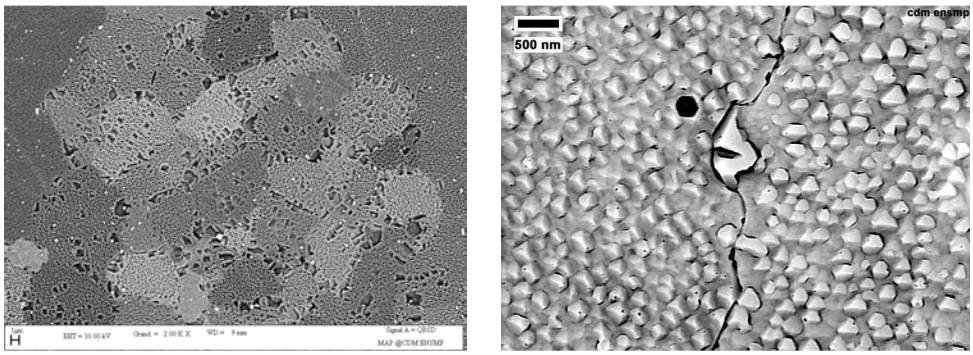


AD7



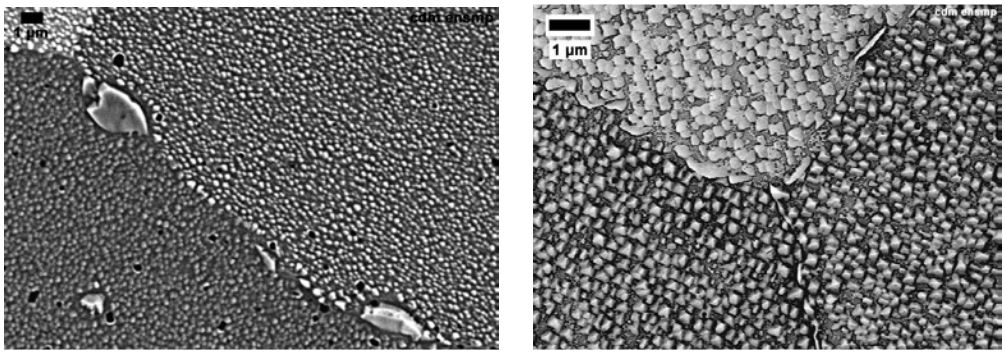
AD8

*Figure 175 : Micrographies MEB de l'alliage de référence 88-ET et des alliages expérimentaux traités **supersolvus**. Attention, l'échelle correspond à un grandissement 5 fois plus important pour l'alliage 88-ET.*



a **b**

*Figure 176 : Micrographies MEB de l'alliage AD7 traité **supersolvus** à deux grandissements (a) X1000 et b) X20000).*



a **b**

*Figure 177 : Micrographies MEB des alliages a) AD8 (X5000) et b) AD5(X10000) traités **supersolvus**.*

Les tailles des précipités γ' secondaires intragranulaires sont comprises entre 180 et 300 nm, soit une taille plus importante que ceux de l'alliage de référence 88-ET, en accord avec la fraction de phase γ'. Contrairement au cas du traitement subsolvus, on observe des différences de taille et de forme de ces précipités γ' secondaires entre les différents alliages expérimentaux (*Figure 178*). On observe des précipités γ' cubiques et octocubiques dans les microstructures des alliages MP1 et AD5. Les γ' secondaires sont plus gros dans l'alliage AD5 (300nm) que dans l'alliage MP1 (200 nm). Dans l'alliage AD7, les γ' secondaires présentent une taille intermédiaire de 250 nm et sont plutôt sphériques même si l'on observe quelques octocubes. L'alliage AD8 présente une microstructure de γ' secondaires qui se démarque des autres alliages expérimentaux : les précipités sont plus petits (180 nm) et présentent une forme sphérique à tendance cuboïde. Contrairement aux alliages AD7 et AD8, la remise en solution pour l'alliage AD5 est effectuée largement au-dessus de la température de solvus ; tout le γ' est donc remis en solution. Les précipités γ' secondaires sont donc plus gros.

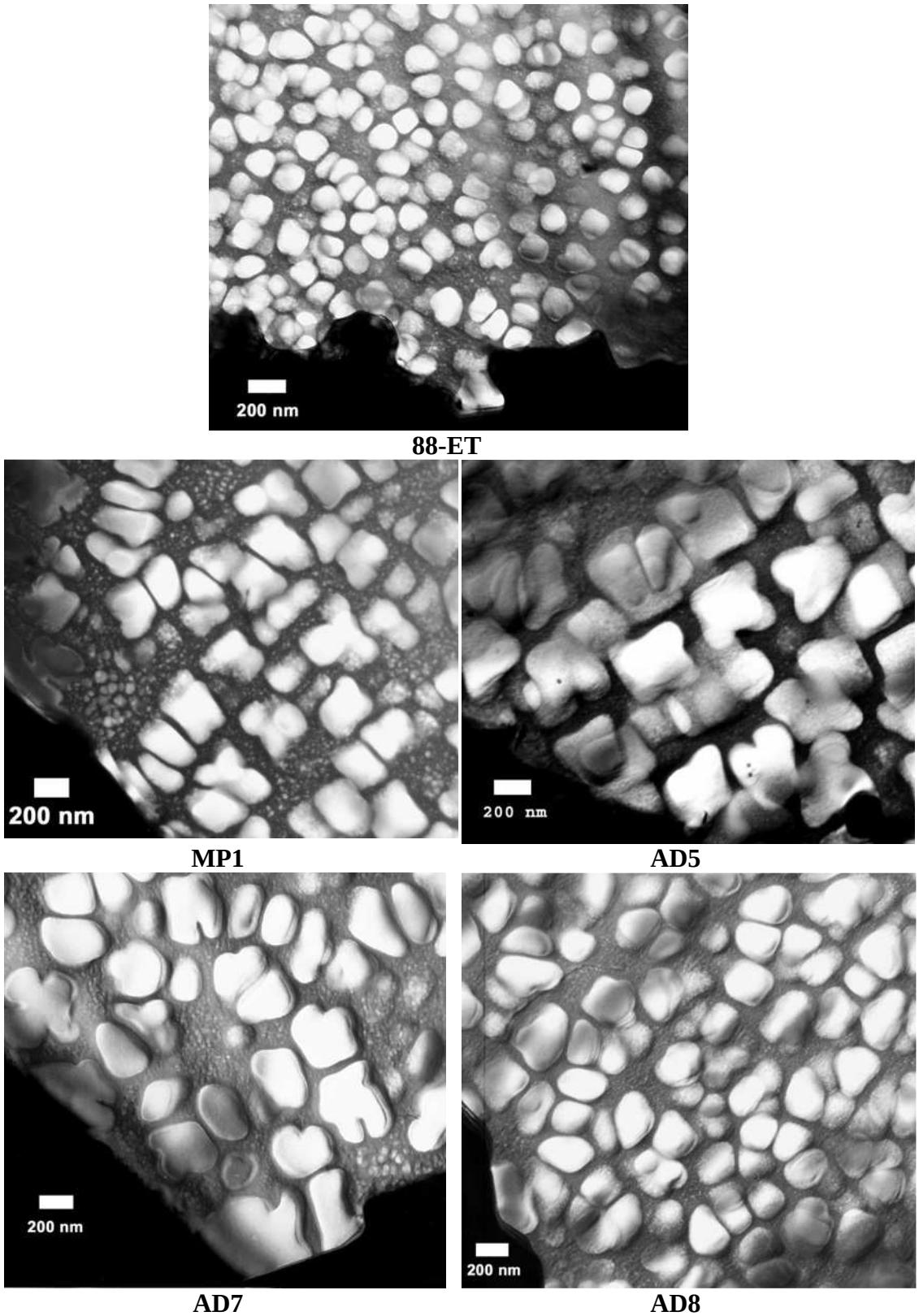


Figure 178 : Micrographies MET (x30600) de l'alliage de référence 88-ET et des alliages expérimentaux traités ***supersolvus****.*

5.2.4 Microstructure vieillie

	Md_γ (eV)	TCP observées
N18-ET	0,934	xxx
88-ET	0,935	ε
MP1	0,925	xx
AD5	0,917	O
AD7	0,909	O
AD8	0,910	O

Tableau 31 : Caractéristiques de stabilité chimique des alliages expérimentaux et des alliages de référence de l'étude (x, présence, ε, traces, O, absence. (Pour le calcul du Md, cf. 2.2.1.3)

Des essais de vieillissement ont été effectués à 750°C à des durées variant de 350 à 500h sur les alliages de référence N18-ET et 88-ET (cf. 2.2.1.3) et les alliages expérimentaux après un traitement subsolvus.

Pour rappel concernant les alliages de référence, on observe une forte précipitation intergranulaire de phases TCP dans l'alliage N18-ET **(***Figure 72*) tandis que l'alliage 88-ET (*Figure 73*) en est exempt en accord avec les résultats obtenus sur les alliages commerciaux N18 et René 88 **[Guédou, 1992 ; Wlodek, 1992].**

L'alliage MP1, après un vieillissement prolongé pendant 450h à 750°C présente une précipitation continue de phases TCP aux joints de grain (*Figure 179*). La valeur du paramètre Md calculé sur la composition de cet alliage est de 0,925 : elle se situe donc légèrement au-delà de la limite de stabilité choisie dans le cadre de cette étude (0,92).
Dans les alliages AD, notamment AD7 et AD8, les concentrations des éléments W, Mo, Cr, promoteurs des phases TCP, ont été diminuées par rapport à la composition de l'alliage MP1 (cf. 2.2.2.3.2.) ce qui conduit à l'obtention d'un paramètre Md plus bas et cette fois en deçà de la limite de stabilité (*Tableau 31*).
Les trois alliages AD ont été vieillis à 750°C pendant 350h pour tester leur stabilité à long terme. L'observation des micrographies correspondantes (*Figure 179*) permet effectivement de constater l'absence de phases TCP. On relève quelques liserés épars de carbures, notamment dans les alliages AD7 et AD8.

Ces résultats montrent que la limite de stabilité définie à $\overline{Md_\gamma} \leq 0,92$ est un critère pertinent concernant la gamme de compositions des alliages expérimentaux définis dans cette étude.

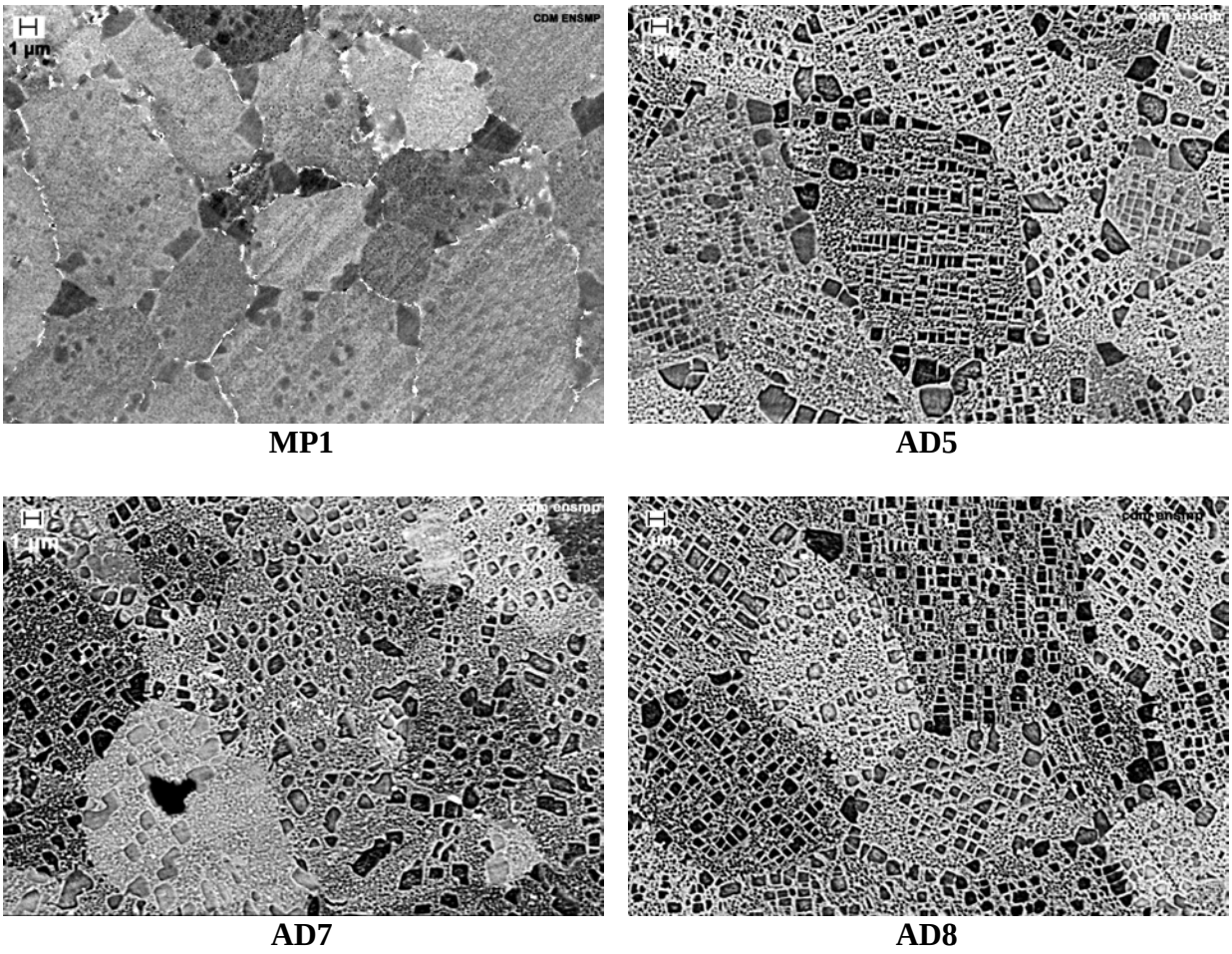


Figure 179 : Micrographies MEB (électrons rétrodiffusés) de l'alliage MP1 après remise en solution partielle (Ts-25°C/4h, 100°C/min) et vieillissement à 750°C/450h et des alliages AD après remise en solution partielle (Ts-25°C/4h, 100°C/min) et vieillissement à 750°C/350h.

Le *Tableau 32* présente une vue d'ensemble des microstructures présentées dans cette étude.

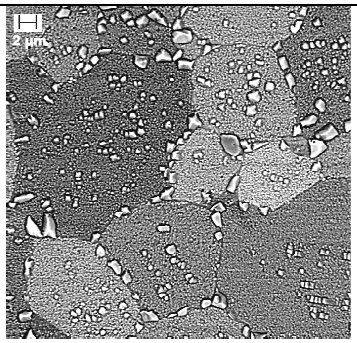
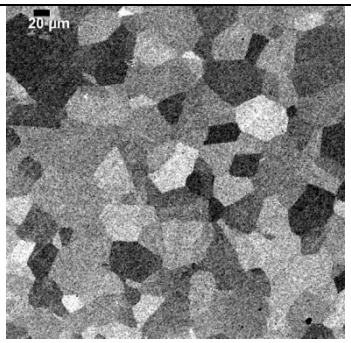
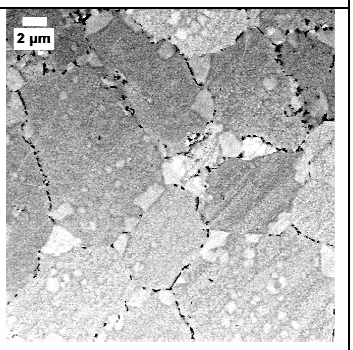
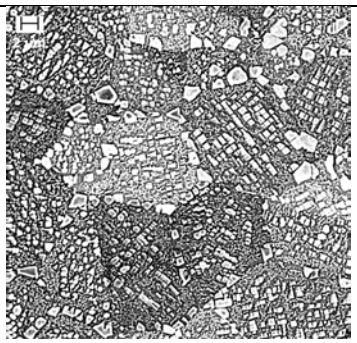
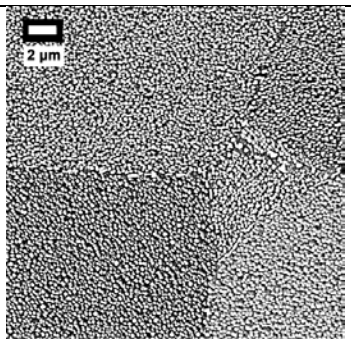
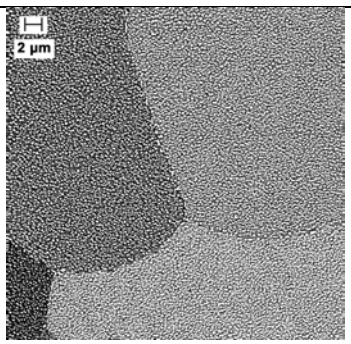
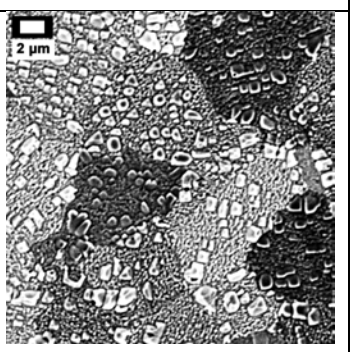
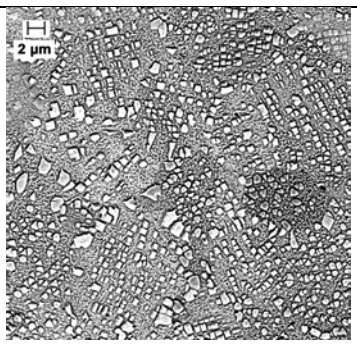
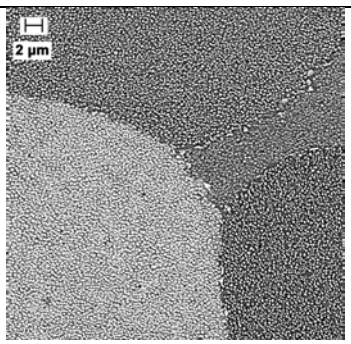
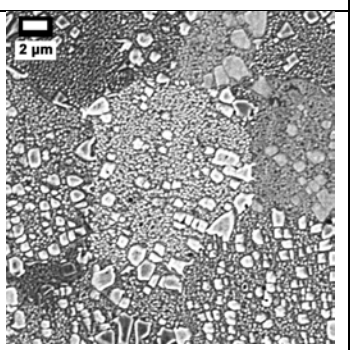
	SUB	SUPER	VIEILLIE
MP1			
AD5			
AD7			
AD8			

Tableau 32 : Récapitulatif des microstructures des alliages expérimentaux : après un traitement subsolvus (SUB), après un traitement supersolvus (SUPER), après un vieillissement suivant une remise en solution subsolvus (VIEILLIE).

5.3 Caractéristiques mécaniques

L'objectif de l'étude consiste en l'invention d'une nouvelle composition de superalliages. Pour y parvenir, une évaluation sommaire des caractéristiques mécaniques en traction et en fluage est réalisée. Des essais de propagation de fissure sont également réalisés sur les alliages les plus « prometteurs ». Pour chaque composition d'alliage, les deux traitements thermiques (subsolvus et supersolvus) sont caractérisés.

Les essais de traction sont réalisés à température ambiante, 650 et 700°C.
Lors de la première partie de l'étude, les conditions de fluage ont été définies à 700°C sous 550 MPa mais certaines nuances expérimentales ont présenté des déformations trop faibles pour pouvoir discriminer les compositions entre elles. En conséquence, lors de la seconde partie de développement, la contrainte d'essai a été relevée à 650 MPa. Dans une phase très amont de développement d'alliage, les conditions optimales d'essai sont difficiles à prévoir exactement. Toutefois, l'élévation de la contrainte en cours d'étude montre que les spécifications initiales en tenue au fluage sont largement atteintes dès la première partie.
Notons ici que les allongements à rupture des alliages expérimentaux relevés tant en traction qu'en fluage démontrent une bonne qualité d'élaboration et d'une ductilité correcte, contrairement à l'alliage expérimental MP3 (cf. 2.1.4.2.).

5.3.1 Traction

Pour rappel (cf. 3.1.2.3.), tous les essais ont été menés à une vitesse de déplacement de la traverse de 2mm/min soit une vitesse de déformation de 1,7 10^{-3} s^{-1}. Trois températures ont été testées conformément au programme d'étude commun ONERA/CDM.

5.3.1.1 Après un traitement subsolvus

Les essais concernant l'alliage N18-ET ont été menés à l'ONERA sans extensomètre. Afin de pouvoir comparer les résultats des alliages expérimentaux avec cet alliage de référence, nous présentons les courbes avec les données calculées à partir du déplacement de la traverse, les essais à l'ONERA n'étant pas instrumentés en extensomètre sur les éprouvettes.

L'observation de l'allure générale des courbes (*Figure 180*) nous montre tout d'abord que les alliages expérimentaux développent, à 20 et 650°C, des propriétés en traction supérieures ou égales à celles de l'alliage de référence N18-ET : l'alliage MP1 présente les plus hautes limites d'élasticité et résistance maximale, l'alliage AD7 les plus faibles, les courbes des alliages AD5 et AD8 sont intermédiaires entre celles des alliages MP1 et AD7. A 700°C, la tendance change concernant la résistance maximale : l'alliage AD8 présente la plus forte valeur, l'alliage AD5 la plus faible, les alliages MP1 et AD7 présentent des valeurs intermédiaires.

L'analyse plus précise des valeurs des écarts plastiques (EP) de chaque alliage testé, reportées dans le *Tableau 33* en regard des spécifications industrielles pour la nouvelle composition pour application Haute Résistance (alliage HR), nous montre qu'à 20°C, l'écart plastique le plus grand est relevé sur l'alliage N18-ET. Aucun alliage expérimental n'atteint la spécification proposée à 20°C, soit 510 MPa. En revanche, à haute température, les écarts plastiques des alliages MP1 et AD sont supérieurs à celui du N18-ET.

A 650°C, l'écart plastique de la nuance AD7 présente la plus basse valeur de tous les alliages expérimentaux, inférieure à la spécification industrielle (425 MPa) tandis que les écarts plastiques des alliages MP1 et AD5 sont respectivement égaux à 473 et 458 MPa à cette température. A 700°C, la tendance s'inverse par rapport aux résultats obtenus à 650°C : les alliages AD8 et AD7 présentent les écarts plastiques les plus importants, ceux des alliages MP1 et AD5 sont les plus faibles avec une différence de 118 MPa entre les alliages AD8 et AD5.
Il est à noter que les allongements à rupture des alliages AD sont, à toutes températures, supérieurs à celui de la nuance MP1. On constate également que, quelle que soit la température, la limite d'élasticité à 0,2% des alliages AD est plus faible que celle de l'alliage MP1 ce qui va dans le sens inverse du fait que plus la fraction de phase γ' est élevée, plus la limite d'élasticité est grande, la fraction de phase γ' étant légèrement supérieure dans les alliages AD (cf. 5.1).

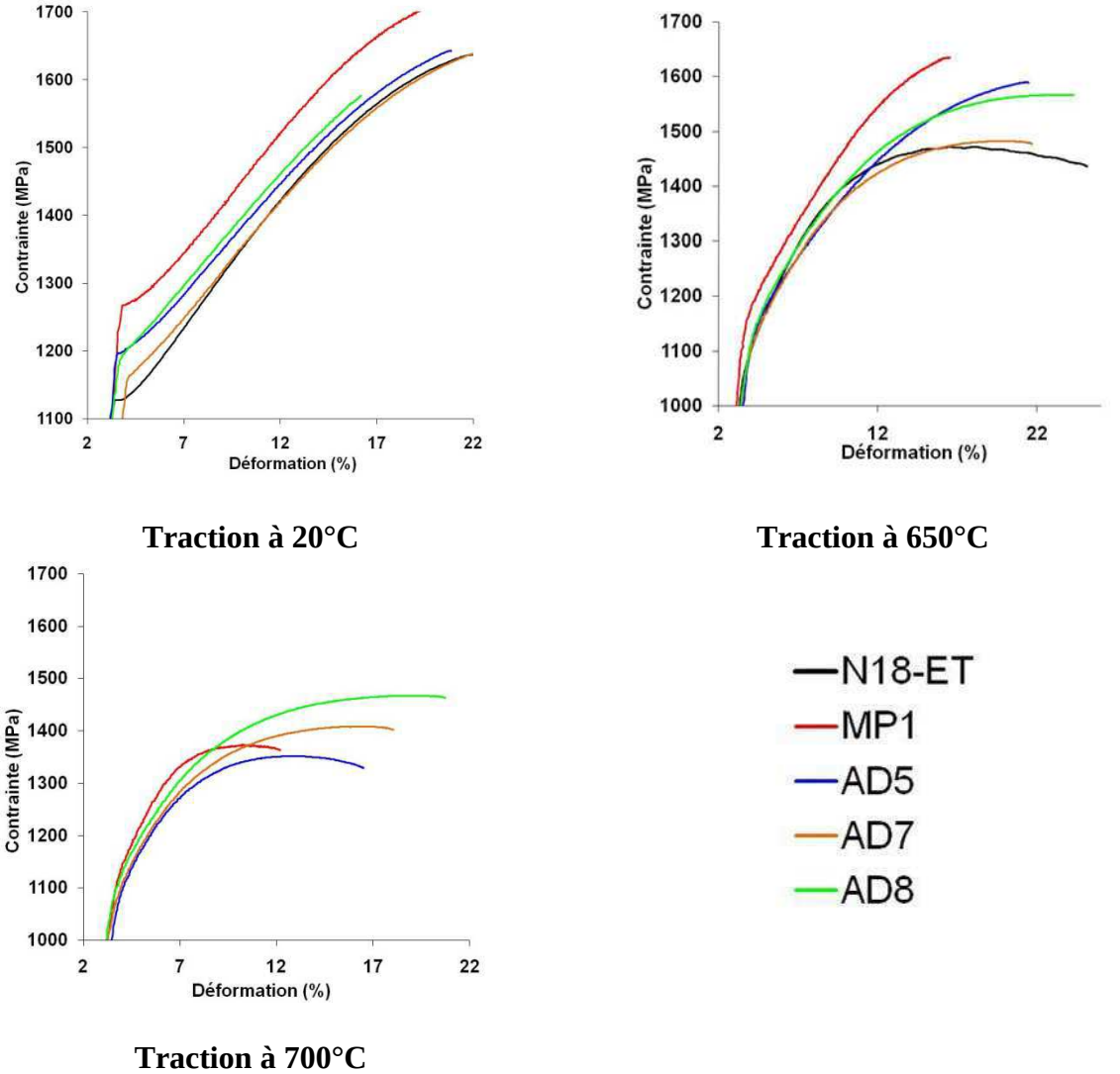


*Figure 180 : Courbes de traction (Données « traverse ») des alliages expérimentaux MP1 et AD traités **subsolvus** 20, 650 et 700°C et de l'alliage expérimental N18-ET traité **subsolvus** à 20 et 650°C.*

	20°C				650°C				700°C			
	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP
Spécif. HR	1020	1530		510	975	1400		425		1200		
N18-ET	1130	1633	16,5	503	1067	1474	19,7	399				
88-ET	1211	1618	16,6	407	1091	1445	19	354	1080	1224	13,4	144
MP1	1270	1715	15	445	1162	1635	11	473	1119	1373	8	254
AD5	1198	1643	16	445	1132	1590	16	458	1103	1351	12	248
AD7	1166	1641	16	475	1067	1482	17	415	1070	1408	14	338
AD8	1194	1577	11	383	1122	1567	20	445	1101	1467	16	366

Tableau 33 : Caractéristiques mécaniques en traction des alliages expérimentaux et des alliages de référence traités ***subsolvus*** *(déformations calculées à partir du déplacement de la traverse, pour comparaison avec N18-ET, pas d'essai à 700°C sur N18-ET).*

5.3.1.2 Après un traitement supersolvus

Les résultats obtenus sur les alliages expérimentaux traités supersolvus sont comparés à ceux obtenus sur l'alliage de référence 88-ET traité thermiquement de la même manière. Les courbes conventionnelles (données extensomètre) obtenues sur les alliages testés aux trois températures sont reportées sur la *Figure 181*.

Les valeurs de $R_{0,2}$, R_m, EP de tous les alliages expérimentaux (*Tableau 34*) sont supérieures aux spécifications demandées sauf l'écart plastique à 20°C toujours inférieur aux spécifications, quel que soit l'alliage considéré, ce qui est identique aux résultats obtenus après un traitement subsolvus.

On note que l'alliage MP1 présente la plus haute limite d'élasticité quel que soit le traitement thermique et quelle que soit la température de l'essai. En revanche, l'écart plastique de cet alliage est le plus faible comparativement aux alliages AD (malgré un R_m plus haut à 650°C) notamment en température.

On s'intéresse ici plus particulièrement aux résultats obtenus à 700°C, le traitement supersolvus correspondant à l'orientation « Haute Température ». A cette température, la résistance maximale ($R_{m)}$ de tous les alliages est supérieure à celle de l'alliage 88-ET, celle de l'alliage AD5 étant la plus élevée. Seuls les alliages AD5 et AD7 présentent un écart plastique supérieur à celui de l'alliage de référence. L'alliage AD8 est plutôt performant à 650°C mais ses propriétés baissent à 700°C, c'est la tendance contraire à celle observée après un traitement subsolvus.

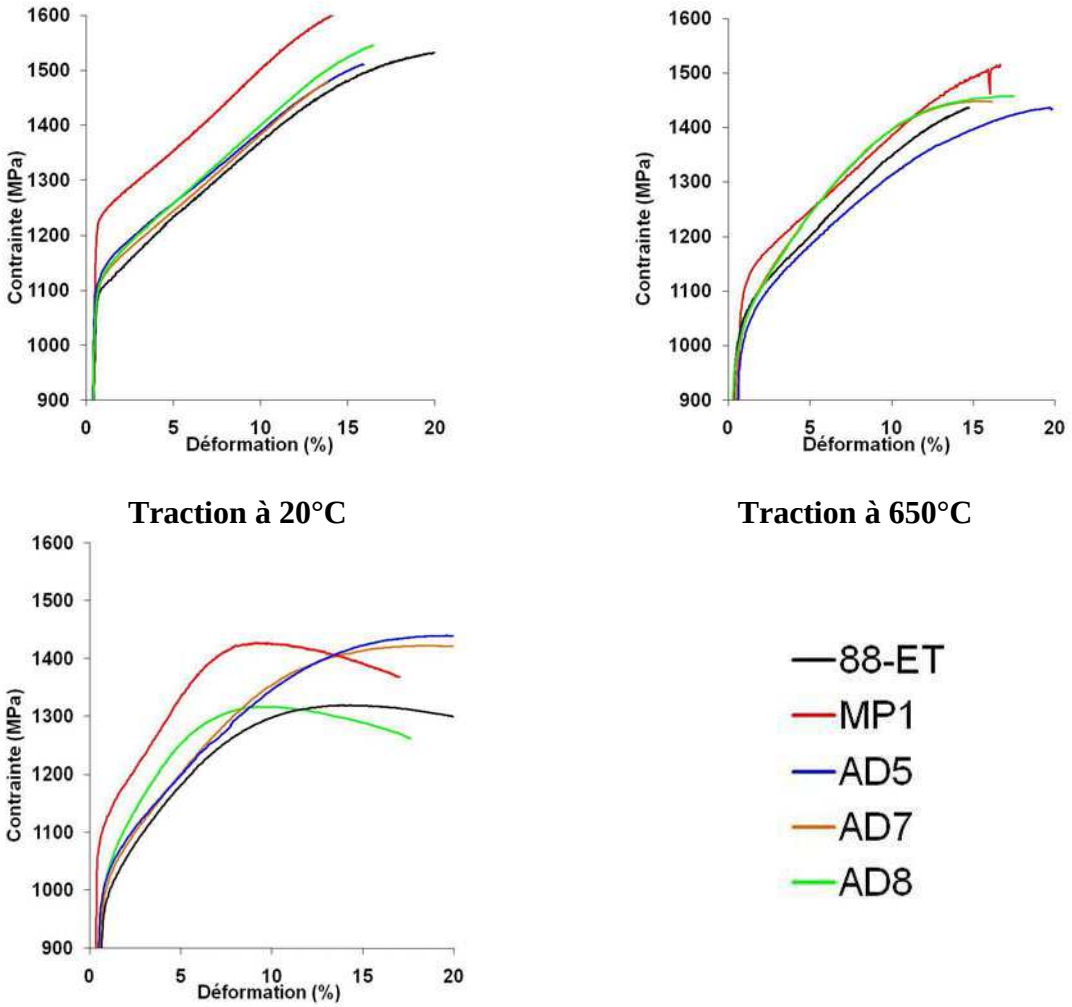


*Figure 181 : Courbes de traction (Données « extensomètre ») des alliages expérimentaux MP1 et AD et de l'alliage expérimental 88-ET traités **supersolvus** à 20, 650 et 700°C.*

	20°C				650°C				700°C			
	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP
Spécif. HT	970	1480		510	925	1350		425		1300		
88-ET	1093	1544	31	451	1003	1436	14	433	975	1320	30	345
MP1	1225	1635	16	410	1090	1515	16	425	1095	1428	16	333
AD5	1113	1511	15	398	987	1436	19	449	999	1440	19	441
AD7	1103	1478	16	375	988	1449	15	461	996	1423	21	427
AD8	1099	1545	16	446	1000	1460	17	460	991	1317	17	326

*Tableau 34 : Caractéristiques mécaniques en traction des alliages expérimentaux et de l'alliage de référence 88-AA traités **supersolvus** (déformations calculées à partir du déplacement de l'extensomètre).*

5.3.1.3 Synthèse des essais de traction

En termes de résistance maximale (R_m) et d'écart plastique (EP), les meilleurs alliages après un traitement **subsolvus** sont MP1 et AD5 à 650°C et l'alliage AD8 à 700°C. L'inversion des tendances entre 650 et 700°C montre l'enjeu en termes de gain des propriétés à haute température ; nous avions déjà observé (cf. 4.1.2.1) la baisse de la résistance maximale de l'alliage 88-ET entre 650 et 700°C notamment après un traitement subsolvus (*Figure 114*).

Suivant ces mêmes critères, après un traitement **supersolvus**, l'ensemble des alliages expérimentaux développent des propriétés à 650°C supérieures à celles de l'alliage de référence 88-ET et que les spécifications industrielles. A 700°C, l'alliage AD5 se distingue par des propriétés supérieures.

L'objectif de l'étude est de choisir une composition permettant d'atteindre des propriétés mécaniques supérieures à celles de l'alliage N18 quel que soit l'objectif (« Haute Résistance » ou « Haute Température ») choisi, celui-ci dépendant notamment du traitement thermique (subsolvus ou supersolvus) appliqué. Les résultats obtenus en traction montrent que le meilleur compromis en termes de composition selon ces critères conduit au choix des alliages AD5 et AD8, l'alliage MP1 se classant troisième.

5.3.2 Propagation de fissure

Les essais de propagation de fissure ont été menés à Snecma Villaroche après la phase de caractérisation mécanique en traction et fluage. Du fait des retards de l'étude, ils n'ont concerné que les alliages expérimentaux présentant des propriétés physiques, microstructurales et des propriétés mécaniques en traction et en fluage répondant aux spécifications définies en début d'étude (cf. 2.2.2.1). Ainsi, concernant les alliages expérimentaux du CDM, seuls les alliages MP1, AD5 et AD8 ont été testés.
De plus, le protocole initial de l'essai a été modifié. En effet, deux types d'essais étaient initialement prévus à 650°C : un essai de fatigue "cycle sinus" sans temps de maintien, à une fréquence de 0,5 Hz et un essai de fatigue-fluage "trapèze 10-300-10" avec un temps de maintien de 300s. La modification consiste à effectuer un essai double sur une seule éprouvette : pour chaque éprouvette d'alliage, l'essai commence par le "cycle sinus" puis, une fois la droite de Paris ($\frac{da}{dN} = C\Delta K^m$) atteinte, on poursuit par l'essai "trapèze 10-300-10".

Les essais ont concerné les alliages expérimentaux MP1, AD5 et AD8 et l'alliage de référence 88-ET traités subsolvus et supersolvus ainsi que l'alliage N18-ET traité suivant deux voies subsolvus : le traitement subsolvus dit standard, appliqué à toutes les nuances de cette étude, et le traitement subsolvus appliqué industriellement au N18 (*Tableau 35*).

Traitement thermique subsolvus industriel	Traitement thermique subsolvus utilisé dans l'étude expérimentale
1165°C/4h 100°C/min Double revenu 700°C/24h puis 800°C/4h	1170°C/4h 100°C/min Monorevenu 750°C/24h

Tableau 35 : Rappel des deux traitements thermiques subsolvus appliqués au N18-ET dans le cadre des essais de fissuration menés à 650°C.

L'alliage N18 est l'alliage « petit grain » (traitement subsolvus) reconnu comme particulièrement performant dans la tenue à la propagation de fissure sans temps de maintien. L'alliage René 88DT, alliage « grain moyen » (traitement supersolvus) *tolérant au dommage*, est performant dans la résistance à l'amorçage en fatigue. Les résultats correspondant aux alliages traités subsolvus d'une part et supersolvus d'autre part sont présentés en deux parties distinctes. Les résultats obtenus sur les alliages expérimentaux y sont respectivement comparés aux alliages de référence N18-ET et 88-ET.

5.3.2.1 Après un traitement subsolvus

Les essais concernant les alliages traités subsolvus sont présentés sur la *Figure 182* pour la partie « sinus » et sur la *Figure 183* pour la partie « trapèze ». Les résultats des essais effectués sur le N18 industriel (N18-AA) apparaissent en traits pleins. Les résultats correspondant au N18-ET traité suivant le traitement thermique subsolvus commun à l'étude expérimentale (SUB) d'une part et traité suivant le traitement thermique subsolvus appliqué industriellement au N18-AA (INDUS) d'autre part sont représentés en noir respectivement par des marques en disques pleins et des marques en disques évidés. Il apparaît que les résultats obtenus sur le N18-ET « subsolvus industriel » sont cohérents avec la courbe correspondant au N18-AA « subsolvus industriel » : les courbes de la partie « fatigue » sont superposées, celle du N18-ET de la partie « fatigue-fluage » légèrement décalée de moins de 10^{-6} m/cycle vers des vitesses plus hautes, à ΔK identiques, par rapport à celle du N18-AA. Ces résultats confirment la qualité de l'élaboration choisie dans cette étude expérimentale et la validité de la comparaison entre alliages expérimentaux et alliages de référence « ET » (cf. 3.3.). En revanche, les résultats correspondant au N18-ET « subsolvus étude » sont singuliers notamment dans la partie « fatigue fluage » où les vitesses, à ΔK identiques, sont supérieures de presque deux décades à ceux du N18-AA « subsolvus industriel ». Ils sont à relier à une erreur du mode opératoire de traitement thermique « subsolvus étude » qui a été réalisé *après* usinage des éprouvettes et non sur ébauches avant usinage. Ces résultats ne sont donc pas représentatifs et ne seront pas utilisés pour la comparaison avec les résultats des alliages expérimentaux. On se réfère donc ici aux résultats obtenus sur les alliages N18-ET et N18-AA « subsolvus industriel ».
Les résultats des alliages expérimentaux MP1 AD5 et AD8 sont présentés. Les résultats correspondant à l'alliage de référence 88-ET (disques gris) sont présentés également ; en effet, cet alliage constitue le référent premier de l'étude menée au CDM.

Concernant les résultats obtenus en fatigue, à ΔK identiques (entre 20 et 30 MPa$\sqrt{m}$), les alliages expérimentaux ainsi que l'alliage de référence 88-ET se situent dans la même gamme de vitesse que l'alliage N18-ET « subsolvus industriel ». Les alliages AD5 et AD8 se décalent légèrement vers des vitesses inférieures (*Tableau 36*).

En fatigue-fluage (ΔK entre 25 et 50 MPa$\sqrt{m}$), les courbes des alliages expérimentaux sont superposées à celle de l'alliage de référence 88-ET. Les alliages AD5 et AD8 se décalent légèrement vers des vitesses inférieures. En revanche, à ΔK équivalent, les vitesses de propagation de fissure sont supérieures à celle de l'alliage N18-ET « subsolvus industriel ».

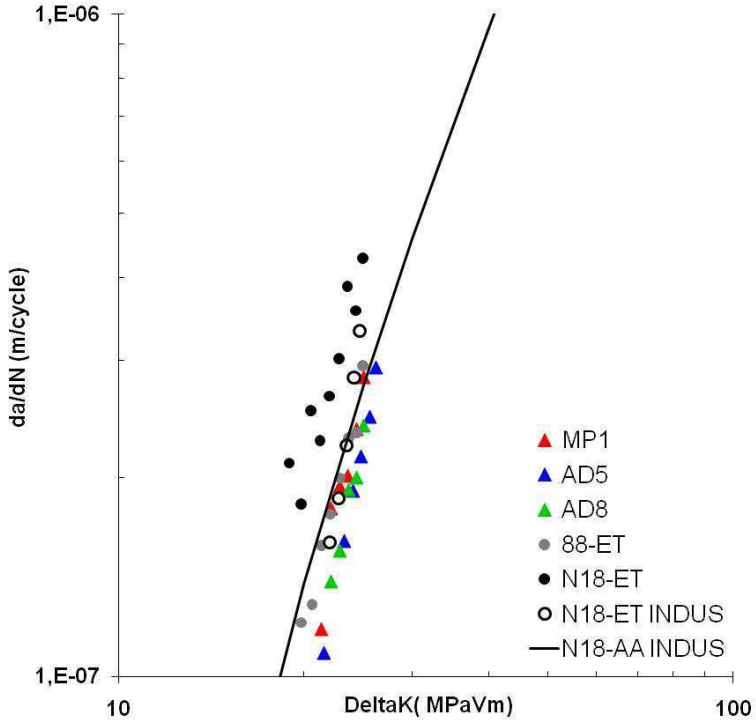


*Figure 182 : Courbes de propagation de fissure (partie Sinus, 0,5 Hz) à 650°C des alliages expérimentaux MP1, AD5 et AD8, des alliages de référence 88-ET traités **subsolvus**, de l'alliage de référence N18-ET traité selon deux voies subsolvus, SUB (« standard » de l'étude) et INDUS (« standard » industriel) et du N18-AA traité subsolvus suivant le standard industriel.*

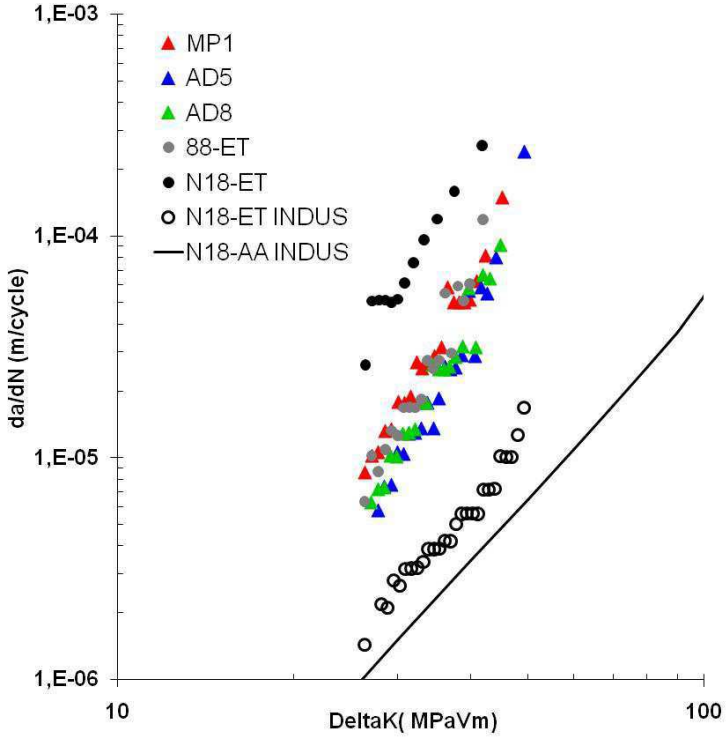


*Figure 183 : Courbes de propagation de fissure (partie « trapèze » 10-300-10, 0,5 Hz) à 650°C des alliages expérimentaux MP1, AD5 et AD8, des alliages de référence 88-ET traités **subsolvus**, de l'alliage de référence N18-ET traité selon deux voies subsolvus, SUB (« standard » de l'étude) et INDUS (« standard » industriel) et du N18-AA traité subsolvus suivant le standard industriel.*

	SINUS ΔK=**22**MPaVm	TRAPEZE ΔK=**35**MPaVm
N18-ET (sub indus)	1,60E-07	3,90E-06
88-ET	1,80E-07	2,80E-05
MP1	1,50E-07	2,80E-05
AD5	1,20E-07	1,40E-05
AD8	1,30E-07	2,40E-05

*Tableau 36 : Vitesse de propagation de fissure à 650°C en fatigue (« sinus ») et fatigue-fluage (« trapèze ») pour les alliages expérimentaux, l'alliage de référence 88-ET traités « **subsolvus** étude » et pour l'alliage de référence N18-ET traité « **subsolvus** industriel ».*

	SINUS ΔK=**22**MPaVm	TRAPEZE ΔK=**35**MPaVm
88-ET	1,50E-07	7,90E-06
MP1	8,50E-08	3,70E-06
AD5	3,50E-08	3,20E-06
AD8	1,10E-07	3,90E-06

*Tableau 37 : Vitesse de propagation de fissure à 650°C en fatigue (« sinus ») et fatigue-fluage (« trapèze ») pour les alliages expérimentaux et l'alliage de référence 88-ET traités « **supersolvus** étude ».*

5.3.2.2 Après un traitement supersolvus

Les essais concernant les alliages traités supersolvus sont présentés sur la *Figure 184* pour la partie « sinus » et sur la *Figure 185* pour la partie « trapèze ». Les résultats des alliages expérimentaux MP1, AD5, AD8 et de l'alliage de référence 88-ET sont présentés ainsi que les résultats disponibles sur le René 88 en sollicitation de type fatigue. Dans la littérature, aucun résultat d'essai en fatigue fluage 10-300-10 à 650°C n'est disponible sur le René 88.

L'observation des courbes obtenues sur les alliages expérimentaux confirme leurs bonnes performances en comparaison de l'alliage de référence 88-ET. En effet, tant en fatigue (ΔK entre 15 et 25 MPa√m) qu'en fatigue-fluage (ΔK entre 25 et 50 MPa√m), leurs vitesses de propagation de fissure sont plus faibles, à ΔK équivalent, que celles de l'alliage 88-ET. Les courbes des alliages MP1 et AD8 sont superposées tandis que celle correspondant à l'alliage AD5 se décale vers des vitesses inférieures.

Si l'on compare les deux traitements thermiques en considérant la vitesse de propagation de fissure $\frac{da}{dN}$ à un ΔK donné, on constate qu'il y a peu de différence pour les résultats en fatigue, les vitesses étant très légèrement inférieures dans le cas du traitement thermique supersolvus (*Tableau 37*). En fatigue-fluage en revanche on observe des vitesses inférieures d'environ une décade dans le cas du traitement supersolvus par rapport au traitement subsolvus à ΔK=35 MPa√m. Ces résultats sont en accord avec ceux couramment admis indiquant que la diminution de la taille de grain entraîne une augmentation de la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage.

Parmi l'ensemble des alliages expérimentaux, c'est l'alliage AD5 qui présente les vitesses les plus basses, tant après un traitement subsolvus qu'après un traitement supersolvus.

Les résultats obtenus en propagation de fissure se situent au-delà des spécifications du cahier des charges et confirment ainsi la pertinence des compositions expérimentales de cette étude.
Les résultats obtenus sur les alliages traités « subsolvus étude » démontrent une résistance équivalente à celle du N18-ET traité « subsolvus industriel » en propagation de fissure en fatigue. La comparaison étant indirecte en termes de traitement thermique, on soulignera ici l'importance de l'optimisation du traitement thermique pour permettre l'amélioration des propriétés mécaniques (cf. chapitre 4).
Les résultats obtenus sur les alliages traités « supersolvus étude » montrent de meilleures performances en propagation de fissure en fatigue fluage que celles de l'alliage de référence 88-ET.

Les données obtenues en traction et en propagation de fissure démontrent que les compositions choisies conduisent à une optimisation des propriétés tant en « petits grains » (traitement subsolvus, alliage de référence N18) qu'en « grains moyens » (traitement supersolvus, alliage de référence René88DT).

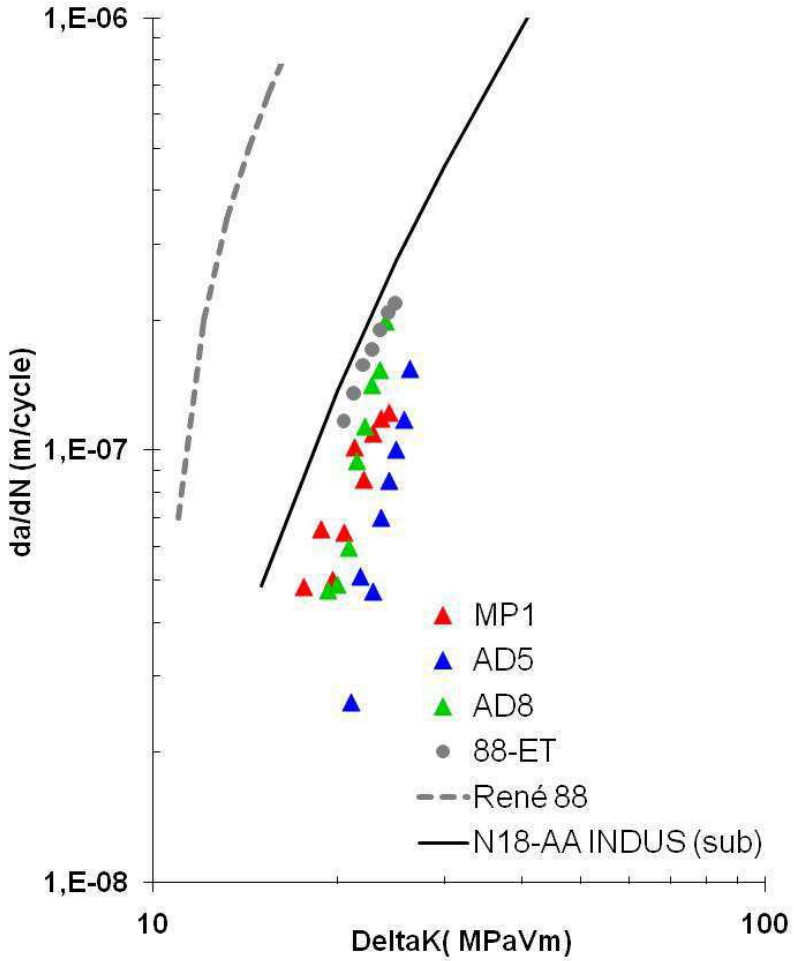


Figure 184 : Courbes de propagation de fissure (partie Sinus, 0,5 Hz) à 650°C des alliages expérimentaux MP1, AD5 et AD8, de l'alliage de référence 88-ET et du René 88 traités ***supersolvus*** *et du N18-AA traité suivant le traitement thermique subsolvus industriel.*

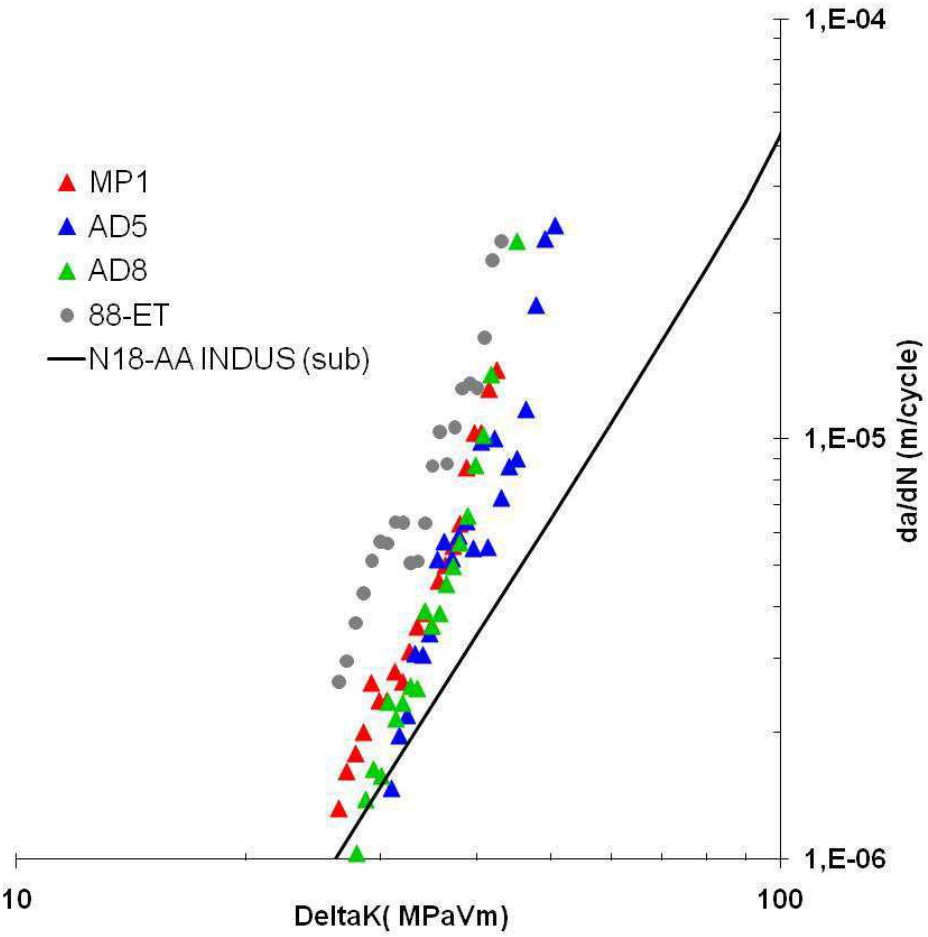


Figure 185 : Courbes de propagation de fissure (partie « trapèze » 10-300-10, 0,5 Hz) à 650°C des alliages expérimentaux MP1, AD5 et AD8, de l'alliage de référence 88-ET traités ***supersolvus*** *et du N18-AA traité suivant le traitement thermique subsolvus industriel.*

5.3.3 Fluage

5.3.3.1 Essais sous 550 MPa à 700°C
Alliage MP1 vs alliage de référence 88-ET

Les essais de fluage sur les alliages de la première phase de l'étude (MP1 et MP3 – pour les résultats concernant MP3, cf. 2.1.4.2.) ont été conduits à 700°C sous 550 MPa. Cette condition avait été définie en cours d'étude par Snecma.

A 700°C sous 550 MPa, on observe une bien meilleure tenue au fluage de l'alliage expérimental que celle de l'alliage de référence 88-ET et ce, pour les deux traitements thermiques appliqués (*Figure 186*) : au bout de 3000h d'essai, l'alliage MP1 n'avait flué que de 0,3%. Aux vues des résultats obtenus sur la nuance MP1, il a donc été décidé de poursuivre l'essai en élevant la contrainte de 100 MPa (cf. 3.1.2.3).

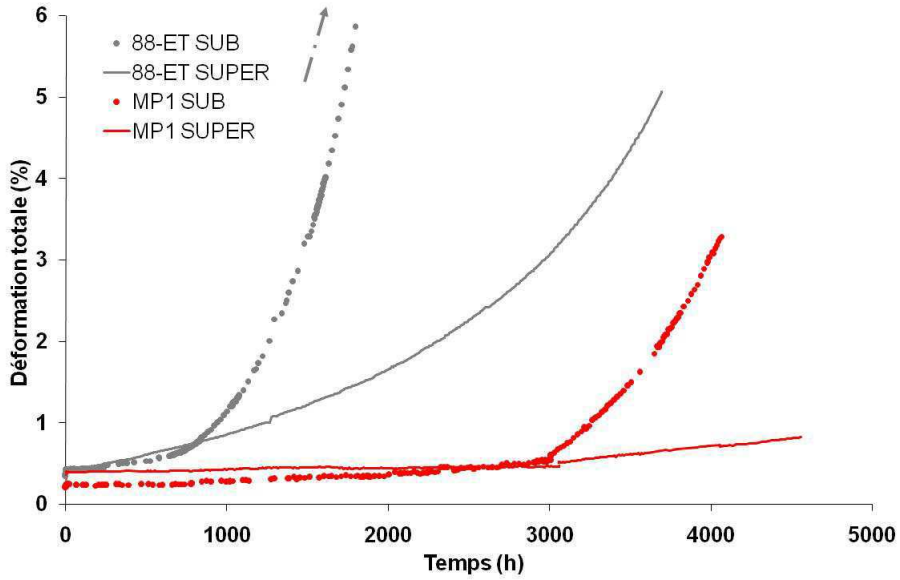


*Figure 186 : Courbes de fluage sous 550 MPa à 700°C de l'alliage expérimental MP1 et de l'alliage de référence 88-ET traités **subsolvus** et **supersolvus**. (Pour l'alliage expérimental, les essais ont été prolongés sous 650 MPa à partir de 3000h d'essai sous 550 MPa)*

Choix de la représentation graphique

Sur les courbes « **déformation/temps** », c'est l'évolution de la **déformation totale** qui est présentée (*Figure 186*). Le temps correspondant à la mise en charge élastique est retranché. La déformation au « temps zéro » correspond donc à la déformation élastique $\frac{\sigma}{E}$, E étant le module d'Young estimé à partir des essais de traction menés à la même température et σ, la contrainte nominale appliquée.

Dans cette étude, on a cherché la représentation graphique la plus pertinente permettant de rendre compte à la fois des changements de régime de déformation et des particularités de nos alliages (déformation nulle ou négative). En première approche, **une représentation linéaire (non logarithmique) de la vitesse de déformation en fonction du temps** a été tracée**. Sur la** *Figure 187***,** on observe les courbes ainsi tracées pour les alliages MP1 et 88-ET, traités suivant les deux voies étudiées (subsolvus et supersolvus) : on voit bien les tendances générales mais les temps de début et de fin de chacun des stades sont très imprécis notamment en début du fluage où la courbe est très dense, de plus cette représentation ne permet pas de visualiser les vitesses minimales pour pouvoir comparer les alliages.
Pour à la fois visualiser les changements de régime et le phénomène de déformation « négative », la représentation de **la déformation totale en fonction du logarithme du temps** a finalement été choisie : sur la *Figure 188*, on observe la courbe ainsi tracée – de 0 à 1 % de déformation totale – pour les alliages MP1 et 88-ET traités subsolvus et supersolvus.

La représentation du **logarithme de la vitesse de déformation en fonction de la déformation** est utilisée dans un second temps (cf. 5.4.1) pour comparer l'influence des traitements thermiques et permettre de déterminer le début du fluage tertiaire.

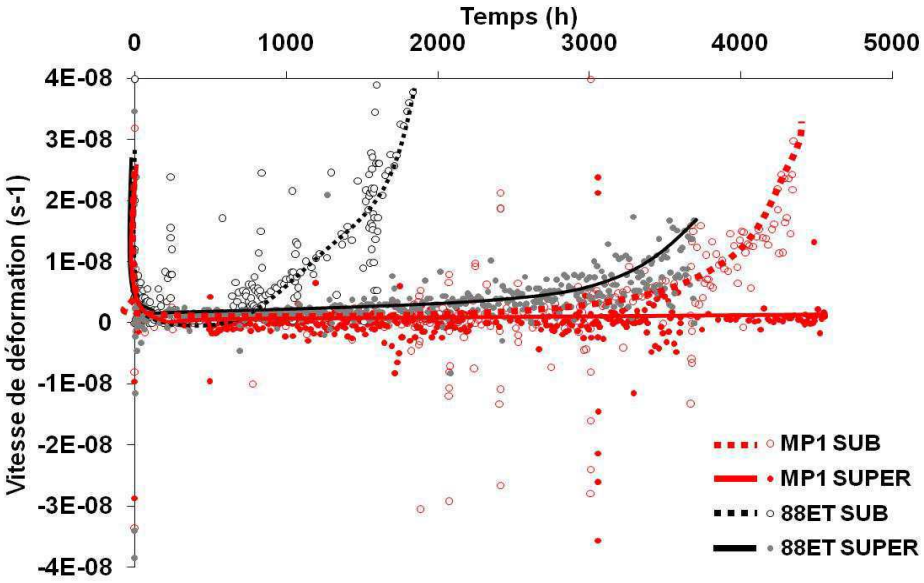


Figure 187 : Vitesse de déformation en fonction du temps en fluage à 700°C sous 550 MPa puis sous 650 MPa (représentation non logarithmique) de l'alliage expérimental MP1 et de l'alliage de référence 88-ET traités ***subsolvus*** *et* ***supersolvus****.*

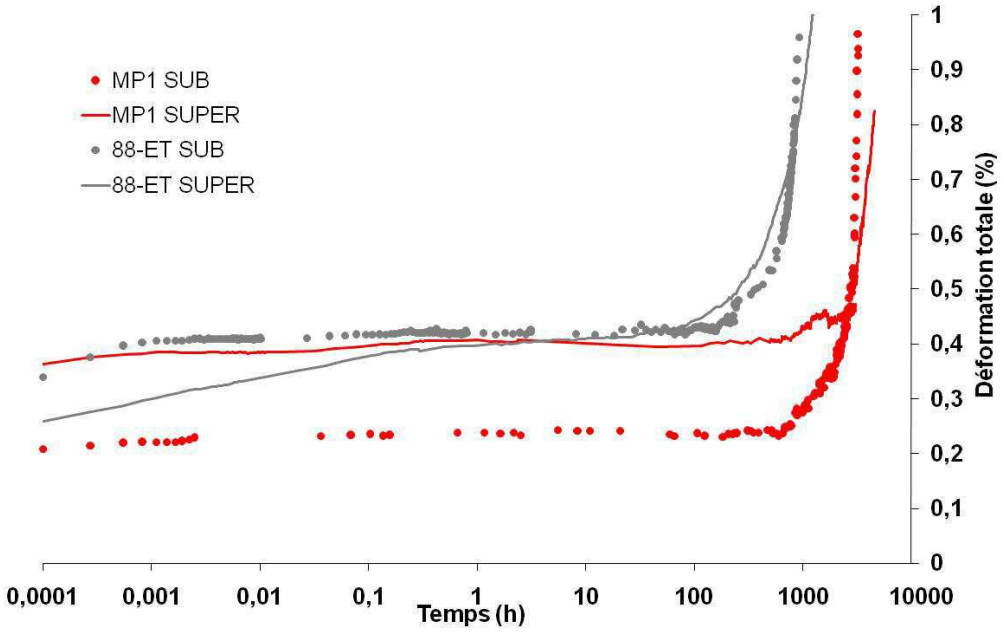


Figure 188 : Courbes de fluage sous 550 MPa à 700°C de l'alliage expérimental MP1, de l'alliage de référence 88-ET traités ***subsolvus*** *et* ***supersolvus****. (Pour l'alliage expérimental MP1, les essais ont été prolongés sous 650 MPa à partir de 3000h d'essai sous 550 MPa) Représentation en logarithme du temps.*

On constate ainsi que la vitesse de déformation de l'alliage MP1 traité **subsolvus** est nulle au cours des 800 premières heures. Entre 800 et 3000h, la vitesse de déformation est constante puis au-delà de 3000h – la contrainte est élevée à 650 MPa - la vitesse augmente avec le temps.
La forme de la courbe de l'alliage 88-ET traité subsolvus est identique à celle de l'alliage MP1 traité subsolvus à deux différences près : on observe d'une part une légère augmentation de la déformation dans les premières minutes de l'essai et d'autre part, l'augmentation de la déformation a lieu beaucoup plus tôt, vers 200h, avec une vitesse de déformation constante jusqu'à environ 500h puis une accélération constante au-delà. Rappelons que la contrainte n'a pas été augmentée dans le cas de cet alliage de référence.

La déformation de l'alliage expérimental MP1 traité **supersolvus** est constante jusqu'à 1000h. Ensuite on observe une légère augmentation de la déformation – la contrainte appliquée est toujours de 550 MPa. Au-delà de 3000h, sous 650 MPa, on observe une augmentation de la déformation plus nette et ce, jusqu'à l'interruption de l'essai après plus de 4500h d'essai, pour une déformation totale de 0,8%. L'alliage de référence 88-ET traité supersolvus présente une vitesse de déformation initiale constante pendant la première heure d'essai. La déformation est ensuite constante jusqu'à 10h. Au-delà, la vitesse augmente continûment.

Aux vues des résultats obtenus sur l'alliage MP1, qu'il soit traité subsolvus ou supersolvus, on constate qu'il était nécessaire d'optimiser les conditions d'essai pour obtenir une déformation appréciable et qui permette de comparer les alliages expérimentaux dans un délai raisonnable. En conséquence, au bout de 3000h de fluage de l'alliage MP1 sous 550 MPa, la contrainte a été relevée de 100 MPa pour être portée à 650 MPa. C'est cette valeur de contrainte qui a ensuite été retenue pour l'évaluation en fluage des nuances AD.

Pour la présentation des résultats des alliages expérimentaux AD on choisit donc pour une première approche les représentations suivantes :

- Déformation totale en fonction du temps,
- Déformation totale en fonction du logarithme du temps.

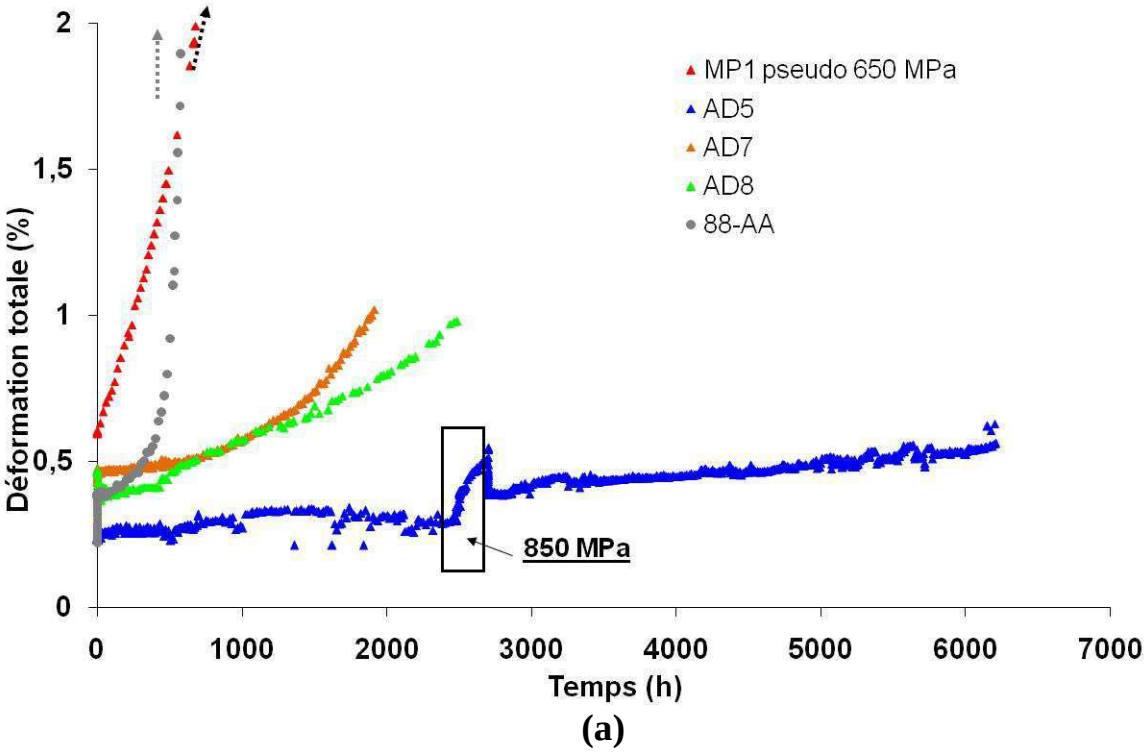
5.3.3.2 Essais sous 650 et 700 MPa à 700°C
Alliages expérimentaux AD vs alliage de référence 88-AA

Les essais de fluage sur les alliages expérimentaux AD ont été menés à 700°C sous 650 MPa (cf. supra) après les deux traitements thermiques. Les alliages MP1, AD5 et AD8 traités supersolvus ainsi que les alliages MP1 et AD7 traités subsolvus ont également été testés à 700°C sous 700 MPa. Un essai supplémentaire sous 750 MPa à 700°C a pu être mené sur l'alliage AD5 traité supersolvus. L'alliage 88-ET n'ayant pas été testé sous ces contraintes, les résultats des alliages expérimentaux ont donc été comparés à ceux de l'alliage de référence 88-AA (cf. 3.3.).

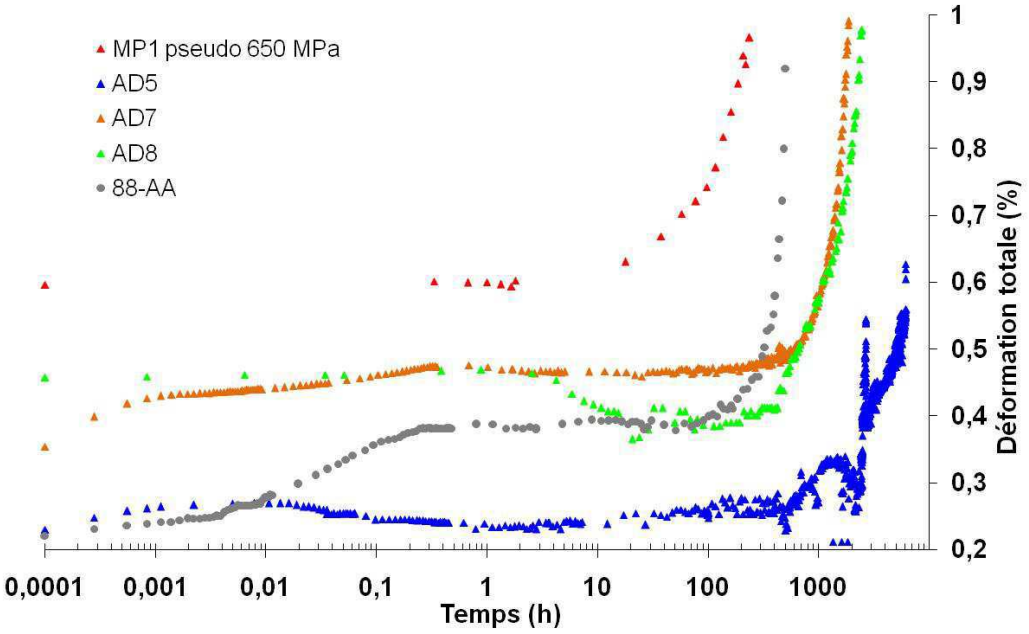
Alliage de référence 88-AA

La courbe de l'alliage 88-AA traité subsolvus testé à 700°C sous 650 MPa est reportée sur la *Figure 189*, celle du même alliage traité supersolvus testé dans les mêmes conditions sur la *Figure 190*. Pour chacune des deux figures, la déformation totale est représentée en fonction du temps (a) et en fonction du logarithme du temps (b).

La déformation en fluage à 700°C sous 650 MPa de l'alliage de référence **88-AA traité subsolvus** en fonction du temps suit une courbe « classique » des superalliages : après une augmentation dans les premières minutes de l'essai (hors mise en charge) correspondant à un stade de fluage primaire, la déformation se stabilise (fluage stationnaire) jusqu'à 100h puis la vitesse de déformation augmente (fluage tertiaire) jusqu'à rupture à 715h pour une déformation totale de 6,8%, soit une déformation $\varepsilon_t - \varepsilon_i$ (avec ε_i, déformation après la mise en charge) au cours de l'essai de 6,6%.
Dans les mêmes conditions de fluage, la déformation totale en fonction du temps de l'alliage de référence **88-AA traité supersolvus** présente une évolution similaire avec cependant une légère décroissance de la déformation (moins de 0,02%) étalée entre 1h et 200h d'essai, s'en suit le fluage tertiaire jusqu'à l'interruption de l'essai au bout de 675h d'essai, la déformation totale étant de 0,96% ($\varepsilon_t - \varepsilon_i$ =0,5%). Toujours à 700°C, un essai a été mené sur l'alliage 88-AA traité supersolvus sous **700 MPa** (*Figure 191*). Dans ces conditions, la phase stationnaire est très courte, le stade tertiaire débutant dès 1h d'essai jusqu'à la rupture au bout de 205h pour une déformation totale de 8,9% ($\varepsilon_t - \varepsilon_i$ =8,3%).

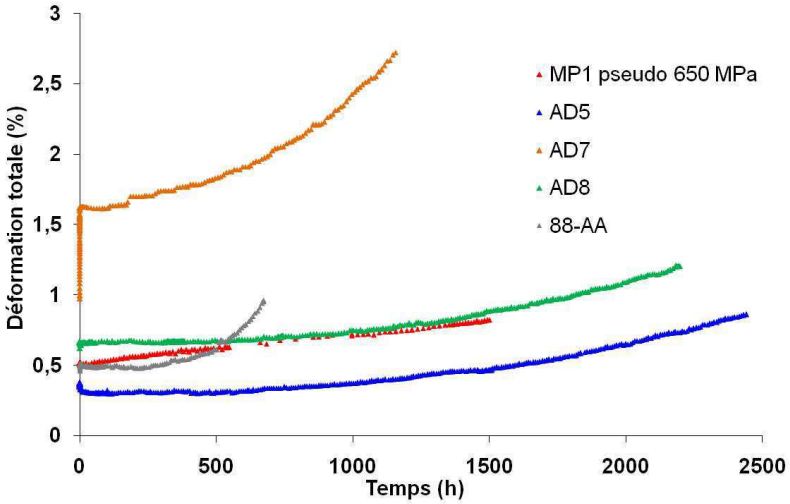


(a)

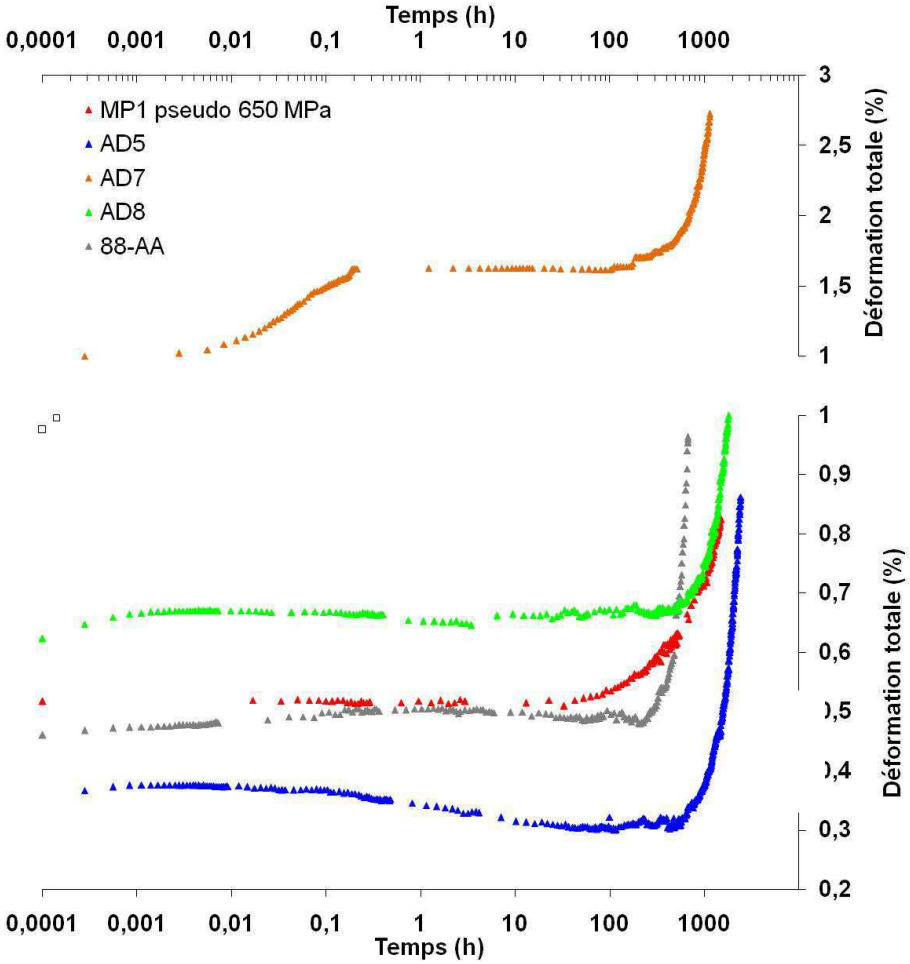


(b)

Figure 189 : Courbes de fluage sous 650 MPa à 700°C des alliages expérimentaux MP1, AD5, AD7, AD8, de l'alliage de référence 88-AA traités ***subsolvus*** *(Pour l'alliage expérimental MP1, le chargement à 650MPa est effectué après 3000h sous 550 MPa à 700°C, pour l'alliage AD5, la contrainte est augmentée à 850 MPa pendant l'essai entre 2500 et 2700h puis rediminuée à 650 MPa).*
(a) Représentation de la déformation totale entre 0 et 2% en fonction du temps.
(b) Représentation de la déformation totale entre 0,2 et 1% en fonction du logarithmique du temps.

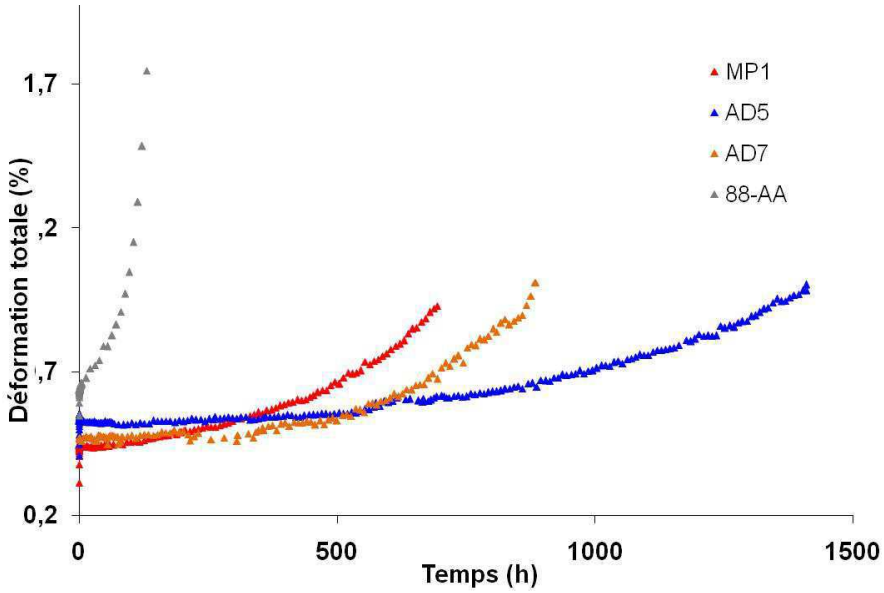


(a)

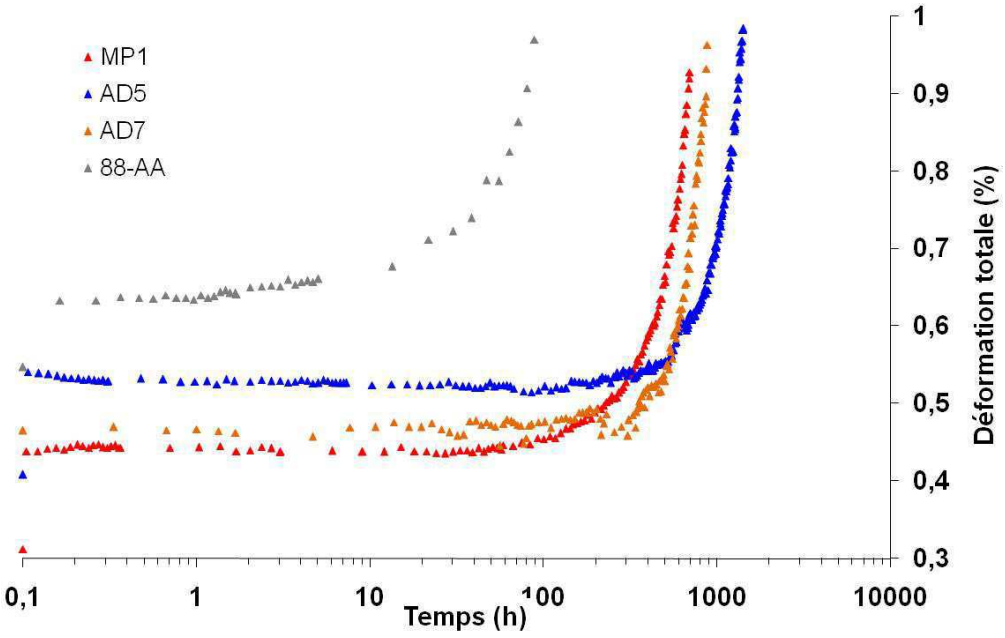


(b)

Figure 190 : Courbes de fluage sous 650 MPa à 700°C des alliages expérimentaux MP1, AD5, AD7, AD8, de l'alliage de référence 88-AA traités ***supersolvus*** *(Pour l'alliage expérimental MP1, le chargement à 650MPa est effectué après 3000h sous 550 MPa à 700°C).*
(a) Représentation de la déformation totale entre 0 et 3% en fonction du temps.
(b) Représentation de la déformation totale entre 0,2 et 3% en fonction du logarithmique du temps.



(a)



(b)

Figure 191 : Courbes de fluage sous 700 MPa à 700°C des alliages expérimentaux MP1, AD5, AD7, de l'alliage de référence 88-AA traités ***supersolvus****.*
(a) Représentation de la déformation totale en fonction du temps.
(b) Représentation de la déformation totale entre 0,2 et 1% en fonction du logarithmique du temps de déformation totale.

Alliage expérimental MP1

Sur les *Figure 189 et Figure 190* apparaissent également les courbes de l'alliage MP1 renommées respectivement « MP1 SUB pseudo 650 MPa » et « MP1 SUPER pseudo 650 MPa » correspondant aux essais menés sous 650 MPa sur l'alliage MP1 après 3000h sous 550 MPa à 700°C (cf. 5.3.3.1).

Dans le cas de l'alliage expérimental traité **subsolvus**, on constate d'abord une vitesse de déformation nulle pendant 10h après l'augmentation de la contrainte de 550 à 650 MPa puis une augmentation de la déformation jusqu'à l'interruption de l'essai après 1050h sous 650 MPa, la déformation totale étant de 3,3%. Pour l'alliage MP1 traité **supersolvus** testé dans les mêmes conditions, le stade stationnaire à vitesse nulle dure 40 heures. L'essai a été interrompu après 1500h sous 650 MPa, la déformation totale est de 0,8%.

L'alliage MP1 traité **subsolvus** a été testé à 700°C sous 700 MPa (*Figure 192*). On observe un fluage stationnaire à vitesse de déformation nulle depuis la fin de la mise en charge jusqu'à 200h d'essai suivi par une augmentation de la déformation jusqu'à l'interruption de l'essai après 1050h et 0,93% de déformation totale. Depuis la fin de la mise en charge, l'alliage s'est donc déformé ($\boldsymbol{\varepsilon_t - \varepsilon_i}$) de 0,5% (déformation initiale de 0,44%). L'alliage MP1 traité **supersolvus** a également pu être testé en fluage dans les mêmes conditions (*Figure 191*). La courbe de fluage se trouve dans la même gamme de déformations que les alliages AD5 et AD7 également testés sous ces conditions, comparativement à l'alliage de référence 88-AA. On observe un stade stationnaire d'environ 40h. L'essai a été interrompu après 700h, la déformation totale est de 0,93%, l'alliage s'est donc déformé ($\boldsymbol{\varepsilon_t - \varepsilon_i}$) d'environ 0,5% (déformation initiale de 0,45%).

Alliages expérimentaux AD

L'**alliage AD5** se distingue clairement parmi les 3 alliages AD. A 700°C sous 650 MPa en effet, pour les deux traitements thermiques testés (subsolvus et supersolvus), cet alliage développe les plus faibles déformations en fonction du temps et les stades de fluage secondaires les plus longs.

Le stade de fluage secondaire se caractérise pour l'alliage AD5 par une **diminution** puis une stabilisation de la déformation en fonction du temps soit une vitesse de déformation négative puis nulle et ce, dans l'état traité subsolvus comme dans l'état traité supersolvus, et pour les deux contraintes d'essai dans le cas du traitement supersolvus. La courbe, selon la représentation de la déformation en fonction du logarithme du temps, se caractérise alors par un creux de déformation, la déformation minimale correspondant à une déformation inférieure à celle du début du stade secondaire.

Après un traitement **subsolvus**, sous 650 MPa, la diminution de la déformation commence quelques secondes après le début de l'essai (hors mise en charge) pour se stabiliser au bout d'1h (*Figure 189*). La déformation en début de stade secondaire est de 0,27%, elle baisse jusqu'à une valeur de 0,23% qui se stabilise jusqu'à 500h d'essai. La déformation augmente alors de moins de 0,1% en 1000h puis diminue de nouveau de 0,05% les 1000 heures suivantes (2500h/0,28%) soit la valeur initiale du fluage secondaire, le matériau ne s'est donc pas déformé. En conséquence, afin d'être en mesure d' « observer de la déformation », il a été décidé d'augmenter la contrainte en deux paliers successifs de 100 MPa jusqu'à 850 MPa pendant 200h puis de redescendre à 650 MPa.

L'essai est interrompu après 6210h, la déformation totale est de 0,56%, l'alliage s'est donc déformé d'environ ($\varepsilon_t - \varepsilon_i$) 0,3%.

Après un traitement **supersolvus**, sous 650 MPa, on observe le même phénomène mais cette fois-ci beaucoup plus étalé dans le temps (*Figure 190*) : la déformation baisse de 0,07% et se stabilise à 100h jusqu'à 500h, soit le même temps qu'après un traitement subsolvus, puis augmente. L'essai est interrompu après 2440h, la déformation totale est de 0,86%, l'alliage s'est donc déformé ($\varepsilon_t - \varepsilon_i$) de 0,5% (déformation initiale 0,37%).

On observe également une diminution de la déformation en fonction du temps de fluage pour l'alliage AD5 traité supersolvus testé sous 700 MPa à 700°C. La déformation passe de 0,55% à 0,51% en 100h. Elle augmente légèrement jusqu'à 500h où elle retrouve son niveau d'origine puis augmente plus franchement. L'essai est interrompu après 1410h, la déformation totale est de 1%, l'alliage s'est déformé ($\varepsilon_t - \varepsilon_i$) de 0,45%.

L'**alliage AD8** a été testé sous 650 MPa à 700°C pour les deux traitements thermiques (*Figure 189 et Figure 190*). Les essais menés sous 700 MPa après chacun des deux traitements thermiques étudiés ont rompu précocement du fait de présence d'acier dans les têtes d'éprouvette (cf. 3.2.2.).

Comme dans le cas de l'alliage AD5, on constate un creux de déformation pour l'alliage AD8 traité **subsolvus**. La diminution commence après 2h d'essai (hors mise en charge), la déformation baisse de presque 0,1%. Le minimum de déformation est atteint à 75h d'essai, le niveau d'origine est retrouvé à 500h puis la déformation augmente plus nettement (début du tertiaire). L'essai est interrompu après 2500h, la déformation totale est alors de 0,98%, l'alliage s'est donc déformé ($\varepsilon_t - \varepsilon_i$) de 0,4% (déformation initiale de 0,47%).

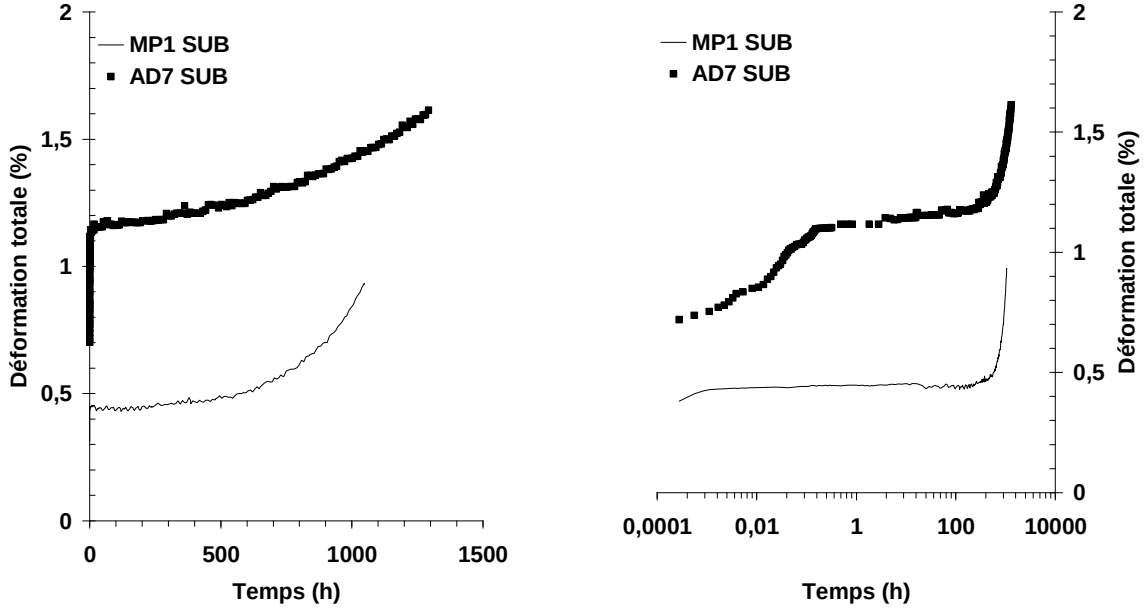
Dans le cas de l'alliage AD8 traité **supersolvus** testé dans les mêmes conditions, on ne remarque qu'une légère baisse (0,02%) entre 1h et 10h d'essai. La déformation est stable jusqu'à 400h, temps à partir duquel elle commence à croître jusqu'à l'interruption de l'essai à 2200h, la déformation totale est de 1,2%, l'alliage s'est donc déformé ($\varepsilon_t - \varepsilon_i$) d'environ 0,5% (déformation initiale de 0,67%).

Les résultats concernant l'**alliage AD7** testé sous 650 MPa à 700°C sont présentés sur la *Figure 189* pour le traitement thermique subsolvus, sur la *Figure 190* pour le traitement thermique supersolvus.
On remarque tout d'abord une grande déformation élastique de mise en charge dans les deux cas de figure. En effet, l'alliage AD7 est l'alliage expérimental le moins rigide de l'ensemble des alliages expérimentaux (*Tableau 38*). On note, dans le cas du traitement thermique supersolvus, une forte déformation pendant le stade primaire correspondant à un accroissement de déformation de 0,6%. On n'observe pas de creux de déformation : la déformation est constante (très légère incurvation) pendant 250h dans le cas du traitement thermique subsolvus, pendant 150h dans le cas du traitement thermique supersolvus. Elle augmente ensuite jusqu'à l'interruption des essais respectivement à 1910h pour une déformation totale de 1% ($\varepsilon_t - \varepsilon_i$ =0,6%) et à 1155h pour une déformation totale de 2,7% ($\varepsilon_t - \varepsilon_i$ =1,7%).

L'alliage AD7 traité subsolvus testé sous 700 MPa à 700°C (*Figure 192*) se caractérise par un fort fluage primaire, une augmentation de 0,4% de la déformation étant relevée. S'en suit une période de fluage stationnaire de 100h caractérisé par une très faible déformation (0,05%) suivie par une augmentation de la déformation jusqu'à l'interruption de l'essai à 1290h pour une déformation totale de 1,6% soit une déformation en cours d'essai ($\varepsilon_t - \varepsilon_i$) de 0,9% (déformation initiale de 0,72%).
Suite à un problème d'enregistrement à la mise en charge, les premières minutes de l'essai sous 700 MPa à 700°C de l'alliage AD7 traité supersolvus n'apparaissent pas sur la courbe correspondante (*Figure 191*). On choisit une déformation initiale arbitraire correspondant à la déformation élastique $\frac{\sigma}{E}$, avec σ =700 MPa et E =150 GPa (*Tableau 38*). La déformation oscille entre 0,46 et 0,49% pendant 250h puis augmente jusqu'à l'interruption de l'essai après 885h pour une déformation totale de 1% ($\varepsilon_t - \varepsilon_i$ =0,55%).

	MP1	AD5	AD7	AD8
Subsolvus	236	216	200	236
Supersolvus	256	184	150	191

Tableau 38 : Valeurs du module d'Young en GPa à 700°C établies par essais de traction (cf. 5.3.1) des alliages expérimentaux traités subsolvus et supersolvus.



(a) (b)

*Figure 192 : Courbes de fluage sous 700 MPa à 700°C des alliages expérimentaux MP1, et AD7 traités **subsolvus**.*

(a) Représentation de la déformation totale entre 0 et 2% en fonction du temps.

(b) Représentation de la déformation totale entre 0 et 2% en fonction du logarithmique du temps.

5.3.3.3 Synthèse

Les essais de fluage menés à 700°C sur les alliages expérimentaux MP1, AD5, AD7, AD8 ainsi que sur les alliages de référence 88-AA et 88-ET nous permettent d'accéder aux résultats suivants (*Tableau 39, Tableau 40 et Tableau 41*) :

- Sous 550 MPa (alliage MP1) :

  - La déformation $\boldsymbol{\varepsilon_t - \varepsilon_i}$ à 400h pour l'alliage MP1 traité subsolvus est largement inférieure à celle des alliages 88-ET et 88-AA,
  - Pour l'alliage MP1 subsolvus, la déformation $\boldsymbol{\varepsilon_t - \varepsilon_i}$ à 400h est inférieure à celle de l'alliage 88-AA mais 5 fois supérieure à celle de l'alliage 88-ET,
  - Le temps d'essai nécessaire pour atteindre une déformation $\boldsymbol{\varepsilon_t - \varepsilon_i}$ de 0,2% ($t_{0,2}$) est bien supérieur pour l'alliage MP1 à ceux estimés sur les alliages de référence, et ce, quel que soit le traitement thermique appliqué. Il est largement supérieur aux spécifications industrielles établies pour le cahier des charges des propriétés en fluage.

	550 MPa				650 MPa			
	ε_i (%)	$\varepsilon_t - \varepsilon_i$ 400h (%)	t(0,2%) $\varepsilon_t-\varepsilon_i$=0,2%	Interruption : Trempe ou rupture	ε_i (%)	$\varepsilon_t - \varepsilon_i$ 400h (%)	t(0,2%) $\varepsilon_t-\varepsilon_i$=0,2%	Interruption : Trempe ou rupture
Spécif. HR			50				30	
N18-ET		0,31	310	Interrompu 500h/0,45%				
88-ET	0,38	0,13	600	Rupture 1970h/11,3%				
88-AA	0,39	0,09	580	Rupture 1230h/6,5%	0,23	0,34	200	Rupture 715h/6,8%
MP1	0,21	0,03	2400h	Poursuite sous 650 MPa	0,6	0,7	130	Rupture 1050h/3,3%
AD5					0,25	0	4100	Interrompu 6210h/0,56%
AD7					0,4	0,09	1070	Interrompu 1910h/1%
AD8					0,46	-0,05	1470	Interrompu 2490h/0,98%

Tableau 39 : Données mécaniques en fluage à 700°C sous 550 et 650 MPa des alliages expérimentaux et des alliages de référence traités ***subsolvus.***

	550 MPa				650 MPa			
	ε_i (%)	$\varepsilon_t - \varepsilon_i$ $_{400h}$ (%)	t(0,2%) $\varepsilon_t-\varepsilon_i=0,2\%$	Interruption : Trempe ou rupture	ε_i (%)	$\varepsilon_t - \varepsilon_i$ $_{400h}$ (%)	t(0,2%) $\varepsilon_t-\varepsilon_i=0,2\%$	Interruption : Trempe ou rupture
Spécif. HT			300				80	
88-ET	0,28	0,28	200	Trempe 4900h/5,6%				
88-AA	0,29	0,05	1170	Rupture 4200h/10,8%	0,47	0,07	530	Trempe 675h/0,96%
MP1	0,38	0,03	>3000	Poursuite sous 650 MPa	0,52	0,09	1100	Trempe 1500h/0,8%
AD5					0,37	-0,07	1800	Trempe 2440h/0,86%
AD7					1	0,77	1 min	Trempe 1155h/2,7%
AD8					0,65	0,02	1430	Trempe 2200h/1,2%

Tableau 40 : Données mécaniques en fluage à 700°C sous 550 et 650 MPa des alliages expérimentaux et des alliages de référence traités ***supersolvus.***

- Sous 650 MPa (alliages AD) :

Les résultats obtenus sur les alliages AD ne peuvent être comparés directement à ceux obtenus sur MP1, cet alliage ayant été d'abord flué sous 550 MPa pendant 3000h avant une augmentation de la contrainte d'essai de 100 MPa. Ils ne peuvent l'être non plus avec ceux correspondant à l'alliage de référence 88-ET, qui n'a pas été testé sous cette contrainte. La comparaison est donc effectuée avec les résultats obtenus sur l'alliage 88-AA. Elle ne peut être qu'indirecte : même si nous avons vu que les résultats des essais étaient proches sous 550 MPa entre les deux alliages de référence (cf. chapitre 3 / validation étude), aucun essai ne peut valider la correspondance des essais sous des contraintes supérieures pour les deux modes d'élaboration. De plus, rappelons que les éprouvettes testées d'alliage 88-AA proviennent d'un galet fissuré (cf. 3.3.3.2.).

La comparaison avec l'alliage industriel René 88 reste difficile, cet alliage étant souvent testé à 650°C et très peu à 700°C. Toutefois, à 700°C, **Huron [1996b]** donne un temps $t_{0,2}$ de 155h pour un essai de fluage réalisé sous 690 MPa après un traitement supersolvus. Pour l'alliage 88-AA, ce temps est estimé à 65h, ce qui irait dans le sens d'un endommagement avant essai, même si la valeur de $t_{0,2}$ permet difficilement de trancher (*Tableau 41*). En revanche, dans le brevet relatif à l'invention du René 88 **[Krueger, 1990],** à 700°C sous 550 MPa pour un traitement supersolvus, on trouve des valeurs de $t_{0,2}$ et t_r (temps à rupture) respectivement égales à 812h et 5888h alors que l'on trouve des valeurs de 1170h et 4200h pour l'alliage 88-AA traité supersolvus : le temps à rupture, plus à même d'indiquer un endommagement éventuel, est inférieur pour l'alliage 88-AA.

- La déformation $\boldsymbol{\varepsilon_t - \varepsilon_i}$ à 400h pour l'alliage AD5 est négative dans le cas du traitement subsolvus et nulle dans le cas du traitement supersolvus,
- Les déformations $\boldsymbol{\varepsilon_t - \varepsilon_i}$ à 400h des alliages AD sont toutes inférieures et les temps $t_{0,2}$ tous supérieurs à ceux correspondant à l'alliage 88-AA et aux préconisations industrielles, excepté pour l'alliage AD7 traité supersolvus présentant sous ces conditions une forte déformation pendant le fluage primaire,
- L'alliage AD5 présente clairement les meilleures caractéristiques ($\boldsymbol{\varepsilon_t - \varepsilon_i}$ à 400h et $t_{0,2}$) pour le traitement supersolvus comparativement aux autres alliages : après 2440h d'essai, $\varepsilon_t - \varepsilon_i$ est de 0,5%,
- Dans le cas du traitement subsolvus, l'alliage AD5 présente d'excellentes caractéristiques : à 400h, $\boldsymbol{\varepsilon_t - \varepsilon_i}$ =0, valeur toutefois supérieure à celle de l'alliage AD8 présentant une déformation négative de 0, 05% mais un temps $t_{0,2}$ presque 3 fois supérieur (4100h) à celui de l'alliage AD5.

- <u>Sous 700 MPa</u> (alliages MP1, AD5 et AD7) :

- L'alliage MP1 traité subsolvus développe une meilleure résistance au fluage sur 1000h que l'alliage traité supersolvus,
- L'alliage AD7 traité subsolvus développe un fort stade de fluage primaire,
- Dans le cas du traitement thermique supersolvus, c'est l'alliage AD5 qui développe les meilleures caractéristiques comparativement aux alliages MP1, AD7 et 88-AA.

	SUB				SUPER			
	ε_i (%)	$\varepsilon_t - \varepsilon_i$ $_{400h}$ (%)	t(0,2%) $\varepsilon_t-\varepsilon_i$=0,2%	Interruption : Trempe ou rupture	ε_i (%)	$\varepsilon_t - \varepsilon_i$ $_{400h}$ (%)	t(0,2%) $\varepsilon_t-\varepsilon_i$=0,2%	Interruption : Trempe ou rupture
Spécif.			20				45	
88-AA					0,63		65	Rupture 205h/8,9%
MP1	0,38	0,08	750	Trempe 1050h/0,93%	0,44	0,15	485	Trempe 700h/0,93%
AD5					0,54	0	1050	Trempe 1410h/1%
AD7	0,72	0,48	1 min	Trempe 1290h/1,6%	0,47	0,05	690	Trempe 885h/1%

Tableau 41 : Données mécaniques en fluage à 700°C sous 700 MPa de l'alliage de référence 88-AA et de l'alliage expérimental AD5 traités supersolvus et des alliages expérimentaux MP1 et AD7 traités subsolvus et supersolvus.

Les alliages AD5, AD8 et MP1 sont, dans l'ordre décroissant, les alliages présentant la meilleure tenue au fluage à la fois en subsolvus et en supersolvus. L'alliage AD7 doit être éliminé des compositions éligibles au regard de ses caractéristiques en fluage notamment du fait d'un très fort fluage primaire. Les résultats obtenus en fluage sont largement supérieurs aux spécifications industrielles, tant pour l'objectif HS (correspondant schématiquement au traitement thermique subsolvus) que l'objectif HR (correspondant schématiquement au traitement thermique supersolvus).

5.4 Synthèse des résultats

Notre étude s'inscrit dans le développement de nouveaux superalliages polycristallins sollicités dans une gamme de températures allant de 500 à 700°C qui doivent être dimensionnés pour répondre à trois propriétés principales : haute tenue en traction et en fatigue, haute résistance en fluage, haute tolérance à l'endommagement. Répondre à ces trois critères nécessite un compromis en termes de composition chimique et de traitements thermomécaniques (élaboration et traitements thermiques).

Nous avons vu au chapitre 1 que le développement de la séquence VIM/VAR d'une part et l'utilisation de la Métallurgie des Poudres d'autre part permettent de limiter les ségrégations chimiques notamment en éléments réfractaires qui conduisent, avec un procédé traditionnel de coulée/forgeage à un endommagement précoce. L'utilisation de ce procédé a permis l'introduction plus importante d'éléments d'addition conduisant à un meilleur renforcement avec en corollaire l'augmentation des propriétés en traction, fatigue et fluage.

Comme nous l'avons vu au chapitre 2 (cf. 2.2.2.), on a cherché dans cette étude à optimiser la composition chimique de nos alliages dont la composition s'inspirait de celle du N18 mais en diminuant la fraction volumique de γ' tout en conservant ou en améliorant les propriétés mécaniques de l'alliage. Ce cahier des charges ambitieux était destiné à répondre aux exigences économiques et environnementales plus grandes demandées aujourd'hui par les motoristes. La recherche d'une nouvelle composition ad hoc a été effectuée dans le cadre d'une collaboration avec l'ONERA. Au total, 22 nouvelles compositions ont été proposées dont 5 par le CDM. L'ensemble des alliages expérimentaux a été élaboré à l'ONERA par VIM/Electrode Tournante (cf. 3.2.1). Le CDM a privilégié l'étude des deux traitements thermiques tandis que l'ONERA s'intéressait de manière plus approfondie à l'influence des éléments d'alliage après un seul traitement thermique (subsolvus).

Les spécifications définies par la Snecma (*Tableau 42*) étaient les suivantes :

- augmentation de la fenêtre de remise en solution pour permettre l'évolution de la microstructure (taille de grain, taille et distribution des précipités γ') en fonction des propriétés mécaniques visées (orientation « Haute Résistance » ou « Haute Température »),
- stabilité métallurgique vis-à-vis de la précipitation des phases TCP pour des temps longs de vieillissement jusqu'à 750°C,
- maîtrise de la densité inférieure à 8,3 (N18 : 8),
- augmentation de l'écart plastique en traction pour accroître la capacité d'écrouissage,
- augmentation de la tenue en fluage et en fatigue jusqu'à 700°C,
- tenue à la propagation de fissure au moins équivalente à celle du N18 qui est l'un des superalliages développant la meilleure résistance en fatigue-fluage à 650°C.

		N18	N19 HR	N19 HT
Survitesse (Rm)	20°C	1510 (**MPa**)	1530	1480
	600°C	1330	1420	1370
	700°C	1120	1200	1300
R0,2	20°C	1025	1020	970
	600°C	990	990	940
Fluage	0,2%/400h/650°C	650	750	750
	0,2%/400h/700°C	280	400	520
	0,2%/400h/750°C			380
Fatigue oligocyclique R=0 Déf. imposée	400-450°C $E\Delta\varepsilon$=1500 MPa	15000 (**cycles**)	20000	12000
	600-650°C $E\Delta\varepsilon$=1500 MPa	4700	20000	10000
	650°C $E\Delta\varepsilon$=1120 MPa	16000	>100000	>100000
	700°C $E\Delta\varepsilon$=1140 MPa		45000	30000
Fissuration	400°C 0,5 Hz ΔK=20 MPa$\sqrt{m}$	$5\ 10^{-5}$ (**m/cycle**)	$5,5\ 10^{-5}$	$5,5\ 10^{-5}$
	650°C 0,5 Hz ΔK=20 MPa$\sqrt{m}$	$2\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-4}$	$2\ 10^{-4}$
	650°C tm=90s ΔK=20 MPa$\sqrt{m}$	$2\ 10^{-4}$	$6\ 10^{-4}$	$4\ 10^{-4}$
Densité		8	<=8,3	<=8,3

Tableau 42 : Spécifications SNECMA Moteurs pour le N19 HR (Haute Résistance) et le N19 HT (Haute Température) formulées par rapport aux données du N18, alliage actuel.

L'analyse des résultats obtenus sur les 5 alliages expérimentaux développés par le CDM au regard des trois premières spécifications listées nous indique que :

- l'alliage MP1 est instable vis-à-vis de la précipitation des phases TCP et sa densité est supérieure à 8,3,
- la densité de l'alliage AD8 est supérieure à 8,3 et sa FRS est la plus faible (46°C) des alliages expérimentaux,
- l'alliage MP3 est instable vis-à-vis des phases GCP (cf. 2.4),
- les alliages AD5 et AD7 sont stables vis-à-vis de la précipitation des phases TCP, présentent une densité inférieure à 8,3 et une FRS supérieure à 50°C.

Concernant les deux alliages répondant aux trois premières spécifications, AD5 et AD7, l'analyse des caractéristiques mécaniques au regard des deux dernières spécifications permet d'observer que :

- Aux trois températures d'essai de traction (20, 650 et 700°C), la limite d'élasticité de l'alliage AD5 est nettement supérieure à celle de l'alliage AD7 après un traitement subsolvus, légèrement supérieure dans le cas d'un traitement supersolvus,
- A 650°C, l'alliage AD5 présente un écart plastique plus important que l'alliage AD7 après un traitement subsolvus, moins important après un traitement supersolvus,
- L'écart plastique de l'alliage AD7 traité subsolvus à 650°C est inférieur aux spécifications (415 vs 425 MPa),
- A 700°C, on observe l'inverse : l'alliage AD5 présente un écart moins important que l'alliage AD7 après un traitement subsolvus, plus important après un traitement supersolvus.
- En fatigue et fatigue-fluage, l'alliage AD7 n'a pas été testé. L'alliage AD5 présente les vitesses de fissuration les plus basses de l'ensemble des alliages testés, tant après un traitement subsolvus qu'un traitement supersolvus, bien inférieures aux vitesses définies dans les spécifications,
- La résistance au fluage à 700°C sous 700 MPa de l'alliage AD5 traité supersolvus est supérieure à celle de l'alliage AD7 traité supersolvus,
- A 700°C, sous 650 MPa, la résistance au fluage de l'alliage AD5 est largement supérieure à celle de l'alliage AD7, pour les deux traitements thermiques étudiés,
- L'alliage AD7 présente un fort fluage primaire dans certaines conditions (traitement supersolvus, sous 650 MPa ; traitement subsolvus sous 700 MPa).

C'est donc l'alliage AD5 qui répond le mieux à l'ensemble des spécifications. Cet alliage, ainsi qu'un alliage de l'ONERA, ont fait l'objet d'un brevet [**Augustins-Lecallier, 2007**].

CHAPITRE 6

6 INTERPRETATION, OBSERVATION, DISCUSSION

6 INTERPRETATION, OBSERVATION, DISCUSSION 205

6.1 Influence de la composition 206

6.2 Influence du traitement thermique 210
6.2.1 Traction 210
6.2.2 Fluage 214

6.3 Mécanismes de déformation à chaud (600-700°C) 219
6.3.1 Coexistence des mécanismes actifs en fluage 219
6.3.2 Mécanismes de déformation intragranulaire 222
6.3.2.1 L'optimisation cisaillement/contournement d'après Gleiter (Figure 203) 222
6.3.2.2 Mécanismes de cisaillement communs à γ et γ' 224
6.3.2.2.1 Dans la direction A-Tw 225
6.3.2.2.2 Dans la direction Tw 228
6.3.2.3 Réexamen de l'optimisation cisaillement/contournement 231
6.3.2.4 Mécanismes de piégeage des dislocations parfaites 235
6.3.3 Conclusion 242
6.3.4 Proposition d'un traitement thermique 243

7 Conclusion et perspectives 245

6.1 Influence de la composition

Afin d'obtenir une fenêtre de remise en solution (FRS) plus large, la fraction de phase γ' a été abaissée ce qui a pour conséquence la baisse de la température de solvus de la phase γ' (T_s). Pour y parvenir, la somme des éléments γ'-gènes (Al, Ti, Nb, Ta) a été diminuée par rapport à celle du N18 (entre 12 et 12,5% vs 14,15% pour le N18). La fraction de phase γ' a ainsi été réduite de 6% par rapport à celle du N18. De plus, la concentration en Cr, qui contribue à la baisse de la température de solvus **(**cf. 2.1.1.2, **[Marty, 1987]),** est augmentée de 1 à 2% par rapport au N18. Les températures de solvus de la phase γ' des alliages expérimentaux sont plus basses de 14 à 36°C que celle du N18. La concentration en Co a été maintenue à 15%at. dans tous les alliages. Pour compenser la perte en durcissement structural lié à une forte fraction de phase γ' (55% dans le N18), la phase γ' a été renforcée par l'augmentation des concentrations en éléments de substitution Ti, Nb et/ou Ta par rapport à celle de Al. Le ratio $\frac{Ti+Nb+Ta}{Al}$ a été quasiment doublé par rapport à celui du N18 pour se rapprocher de la valeur de celui du René 88 (1,05). L'alliage MP3 est une exception sur ce point : afin de tester la limite du rapport $\frac{Ti+Nb}{Al}$ au-delà duquel la phase γ' devient métastable au profit de la phase η, la somme des concentrations en Ti et Nb a été portée à 7,5% (l'alliage ne contient pas de Ta), la valeur de ce ratio atteignant 1,7 dans cet alliage. Les observations effectuées sur l'alliage MP3 montrent une précipitation généralisée de phase η. Le durcissement de la solution solide γ a également été renforcé par l'augmentation de la concentration en Cr et par la substitution d'une partie du Mo par du W.

%at.	N18-ET	R88-ET	MP3	MP1	AD5	AD7	AD8
Ni	54,89	55,80	54,94	54,69	55,19	56,39	56,09
Cr	12,02	17,85	14	14	13,5	13	13
Co	14,84	12,50	15	15	15	15	15
Mo	3,78	2,42	**3**	2,5	2,2	2,2	***2***
W	0	1,26	***0,8***	**1,5**	1,3	***0,8***	1,2
Al	9,06	4,79	***4,5***	6	6,3	6,3	6
Ti	5,09	4,61	**6,5**	5	5,7	5	5,5
Nb	0	0,44	**1**	**1**	0,5	0,6	0,5
Ta	0	0	0	0	0	**0,4**	**0,4**
Hf	0,14	0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
C	0,07	0,210	0,120	0,120	0,12	0,12	0,12
B	0,08	0,090	0,095	0,095	0,095	0,095	0,095
Zr	0,03	0,030	0	0	0	0	0
Ti+Al+Nb+Ta	14,15	9,84	12	12	12,5	12,3	12,4
Ti+Nb+Ta	5,09	5,05	7,50	6	6,2	6,0	6,4
(Ti+Nb+Ta)/Al	0,56	1,05	1,67	1	0,98	0,95	1,07
Ti/Al	0,56	0,96	1,44	0,83	0,90	0,79	0,92
Nb/Al	0	0,09	0,22	0,17	0,08	0,10	0,08
Ta/Al	0	0	0	0	0	0,06	0,07
Nb/Ti	0	0,10	0,15	0,20	0,08	0,10	0,08
Ta/Ti	0	0	0	0	0	0,08	0,07
Mo+W	3,78	3,68	3,75	4	3,50	3,00	3,20
W/Mo	0	0,52	0,25	0,60	0,59	0,36	0,60

Tableau 43 : Compositions visées (% at.) des alliages MP, AD et des alliages de référence N18 et René 88.

	Densité (g/cm3)	$F_{\gamma'}$ (%)	T_s (°C)	FRS (°C)	Md (eV)	Obs. TCP
N18	7,96	54	1214	13	0,934	xxx
AD5	8,25	48,7	1188	50	0,917	o

Tableau 44 : Caractéristiques physiques des alliages N18-ET et AD5-ET.

Les compositions des alliages AD ont été déduites de celle de l'alliage MP1 (Tableau 43). Les propriétés de ce premier alliage expérimental répondaient largement aux spécifications en termes de caractéristiques mécaniques. En revanche, la densité était trop importante et l'alliage n'était pas stable au regard de la précipitation des phases TCP :

- Afin d'obtenir des alliages stables, les concentrations de Cr et de Mo ont été diminuées dans les alliages AD par rapport à celles de l'alliage MP1, la concentration en Co étant maintenue à 15%, identique à celle du N18. Toutefois, la somme de ces éléments dans l'alliage AD5 est quasiment égale à celle de l'alliage N18 – celle des alliages AD7 et AD8 est inférieure – l'alliage AD5 étant pourtant stable malgré une teneur en chrome plus élevée dans cet alliage que dans le N18 (*Tableau 44*). Il semble que la diminution de la concentration en Mo via la substitution d'une partie du Mo par le W contribue grandement à la stabilisation de la microstructure de l'alliage. Le ratio $\frac{W}{Mo}$ de l'alliage AD5 est légèrement supérieur à celui du René 88 (0,59 vs 0,52), alliage stable au regard de la précipitation des TCP, qui présente pourtant une concentration en Cr bien plus importante (17,85%) : l'élément Mo semble donc jouer un rôle prépondérant dans la formation des phases TCP.

- Comparativement au N18, la substitution d'une partie du Mo par du W, l'introduction de 1% de Nb dans l'alliage MP1 ainsi que la diminution de la concentration en Al ont conduit à l'augmentation de la densité de l'alliage (8,33 dans MP1 vs 8 dans N18). L'ajustement de la composition de l'alliage AD5 a permis de diminuer quelque peu la densité de cet alliage (8,25) : la somme des éléments W+Mo est réduite de 0,5%, la concentration en W diminuant de 0,2% mais avec un rapport $\frac{W}{Mo}$ maintenu. D'autre part, la concentration en Nb est abaissée de 0,5% dans l'alliage AD5 comparativement à l'alliage MP1 tandis que la somme des éléments Al+Ti est augmentée de 1%.

- En revanche, l'introduction de Ta dans les alliages AD7 et AD8, la diminution de 1% de la concentration en Cr conjuguées à l'augmentation limitée à moins de 0,5% de la somme Al+Ti ne permettent pas de baisser significativement la densité de ces deux alliages. Celle de l'alliage AD7 est tout juste inférieure à 8,3, la concentration en W ayant été limitée à 0,8%. En conséquence, le ratio $\frac{W}{Mo}$ est presque divisé par deux par rapport à celui de l'alliage MP1.

Les éléments Mo et W ont tendance à augmenter la température de solvus de la phase γ', l'effet étant plus important pour le W (cf. 2.1.1.3, **[Loomis, 1972 ; Marty, 1987]**). L'analyse des résultats obtenus sur trois alliages expérimentaux AD, de fraction de phase γ' équivalente (49%), le confirment : on constate que la température de solvus de l'alliage AD7 est plus basse que celles des deux autres.

C'est effectivement l'alliage AD présentant la concentration en W et le rapport $\frac{W}{Mo+W}$ les plus faibles. La température de solvus de l'alliage AD5 n'est supérieure que de 4°C à celle de l'alliage AD7, le taux de Cr dans AD5 étant supérieur de 0,5%. La concentration en Cr est identique dans les alliages AD7 et AD8, la différence de 16°C entre les températures de solvus de ces deux alliages provient de la concentration en W et du ratio $\frac{W}{Mo+W}$ qui sont plus grands dans AD8.

Les alliages expérimentaux MP1 et AD se distinguent par des propriétés en fluage remarquables, bien supérieures à celles du N18 et du René 88, quel que soit le traitement thermique, subsolvus ou supersolvus, appliqué. La teneur en Co a été maintenue à 15% afin de garder une FRS plus large et de conserver une haute résistance en fluage. Le Mo et le W, éléments efficaces de durcissement de solution solide sont connus pour leur rôle dans la bonne tenue des alliages en traction et fluage. La substitution du Mo par du W – modérée pour maîtriser la densité et ne pas favoriser les TCP – améliore la tenue au fluage (cf. 2.1.3) : le René88 et les alliages expérimentaux MP1 et AD dont les compositions comprennent du W, développent de meilleures propriétés en fluage que le N18, dans lequel il n'y a pas de W. Si l'on considère les résultats des essais de fluage effectués sur les alliages AD, testés dans les mêmes conditions, on constate que c'est l'alliage AD7 qui a la moins bonne tenue au fluage à 700°C sous 650 MPa, quel que soit le traitement thermique appliqué. Comme indiqué précédemment concernant la température de solvus, c'est l'alliage qui a la concentration en W et le ratio $\frac{W}{Mo+W}$ les plus faibles. Néanmoins, cet alliage est meilleur que l'alliage MP1 si l'on observe les résultats obtenus après un traitement supersolvus à 700°C en fluage sous 700 MPa. Le taux de substitution de l'alliage MP1 (0,375) est égal à celui des alliages AD5 et AD8 et supérieur à celui de l'alliage AD7, la concentration en W y est légèrement supérieure à celle des alliages AD5 et AD8 et supérieure de 0,7% à celle de l'alliage AD7. **Locq [2002a],** dans l'étude complémentaire à celle menée au CDM, a mesuré l'influence de cette substitution sur les propriétés en fluage à 700°C sous 550 MPa ; en incrémentant la teneur en W par pas de 0,5% depuis 0,5% jusqu'à 1,5% pour une concentration totale Mo+W maintenue à 4%, il obtient trois alliages de base construits à partir de la composition du N18. Les meilleurs résultats en fluage sont obtenus pour les alliages contenant 0,5% et 1% qui présentent des courbes superposées. L'alliage comprenant 1,5% de W présente des caractéristiques très affaiblies en fluage par rapport à l'alliage de base (*Figure 33c*). Il semble donc que la concentration en W d'une part et le ratio de substitution d'autre part soient les deux critères à considérer de concert pour mesurer l'impact sur les propriétés en fluage, une concentration au-delà de 1,5% en W s'avérant préjudiciable.

Afin de mieux appréhender le comportement en fluage des alliages expérimentaux, notamment les meilleures propriétés, tant pour le traitement subsolvus que le traitement supersolvus, de l'alliage AD5, les concentrations en éléments de durcissement de la phase γ' (Nb et Ta) doivent être considérées, ces éléments étant bénéfiques à la tenue en fluage **[Meng, 1984 ; Paintendre, 1986b ; Telesman, 2004]**.

L'alliage AD5 est celui comprenant le moins de ces éléments (0,5% de Nb, pas de Ta), le taux de substitution $\frac{Nb}{Ti+Nb}$ est égal à 0,08, ces deux valeurs étant moitié moindres que celles des trois autres alliages expérimentaux (Nb+Ta de 0,9 à 1%, taux de substitution de 0,14 à 0,17).

Toutefois, si l'on compare les résultats des alliages AD5 et AD8, les résultats d'AD5 ne sont pas « deux fois meilleurs » surtout après un traitement supersolvus où les résultats sont équivalents. D'ailleurs, dans son étude, Locq montre un optimum de propriétés pour 1% de Nb ou 1% de Ta, pour un rapport de substitution égal à 0,18 soit les valeurs caractéristiques de l'alliage AD7. Il faut donc prendre en compte l'ensemble des éléments impactant les propriétés en fluage : l'alliage AD8 présente une substitution Mo/W ainsi qu'une substitution Ti/Nb équivalentes à AD5, en revanche, ses concentrations en Cr, Mo et W sont légèrement plus faibles et il existe une substitution Ti/Ta.

Parmi les trois alliages expérimentaux testés (MP1, AD5, AD8) en propagation de fissure, c'est l'alliage AD5 qui développe les vitesses de fissuration les plus faibles en fatigue et en fatigue-fluage quel que soit le traitement thermique considéré. La résistance à la fissuration de cet alliage est supérieure à celle de l'alliage de référence 88-ET. La concentration limitée à 0.5% en Nb dans cet alliage permet de s'affranchir de l'effet nocif d'une trop forte concentration de cet élément sur l'augmentation de la vitesse de fissuration démontré notamment dans les études portant sur le René 95 **[Telesman, 2002].**

L'augmentation du durcissement des phases γ et γ', malgré une baisse de la fraction de phase γ', conduit à des limites d'élasticité des alliages expérimentaux supérieures ou égales à celle de l'alliage N18. L'alliage MP1 développe les plus hautes limites d'élasticité, quelle que soit la température d'essai de traction considérée (20, 650, 700°C) et quel que soit le traitement thermique appliqué. A contrario, c'est l'alliage AD7 qui présente les valeurs les plus faibles. Ces résultats sont à corréler avec le taux de W, AD7 présentant le plus faible, MP1 le plus élevé.

L'analyse des résultats en regard des compositions choisies nous a montré que les substitutions conjointes du Mo par W d'une part et de Ti par Nb d'autre part conduisent à une amélioration notable de la tenue en fluage de façon plus avantageuse qu'une substitution d'un seul type. Nous avons pu constater d'autre part que le taux de substitution doit être considéré en même temps que la concentration de l'élément de substitution, les deux valeurs restant toujours modérées pour atteindre un ensemble de propriétés mécaniques et une stabilité chimique satisfaisantes.
Ainsi, parmi les 5 alliages expérimentaux, l'alliage AD5 est caractérisé par :

- des concentrations en W et Nb modérées (respectivement 1,3%at. et 0,5%at.),
- des ratios $\frac{W}{Mo+W}$ et $\frac{Nb}{Ti+Nb}$ limités respectivement égaux à 0,371 et 0,08,
- des concentrations optimisées en Cr (13,5%at.), Al (6,3%at.) et Ti (5,7%at.),

Qui permettent d'obtenir :

- une densité maîtrisée à 8,25,
- une stabilité métallurgique au regard de la précipitation des phases TCP (Md=0,917),
- une fenêtre de remise en solution de 50°C, la plus grande des 3 alliages AD,
- une résistance à la traction correcte, excepté à 700°C après un traitement subsolvus,
- une très bonne tenue à la propagation de fissure,
- une excellente résistance en fluage.

Notons enfin que l'alliage AD5 est l'alliage AD où les ajustements ont été les plus fins, contrairement à AD7 et AD8, l'alliage MP1 ayant constitué une très bonne base.

6.2 Influence du traitement thermique

6.2.1 Traction

Le traitement subsolvus conduisant à une taille de grain plus petite que le traitement supersolvus, les limites d'élasticité des alliages expérimentaux sont systématiquement plus hautes après un traitement subsolvus.

La meilleure résistance à la traction (R_m) de l'alliage AD5 est obtenue à 20 et 650°C pour le traitement thermique subsolvus (*Tableau 45*). En revanche, à 700°C c'est le traitement supersolvus qui conduit à la plus haute résistance. Pour le traitement subsolvus, on constate une chute significative de R_m entre 650 et 700°C (1590 vs 1351 MPa), une légère baisse de la limite d'élasticité concordant avec l'augmentation de la température et donc une baisse sensible de l'écart plastique de plus de 200 MPa entre les deux températures d'essai. A l'inverse, pour le traitement thermique supersolvus, on observe le maintien de la résistance maximale et de l'écart plastique entre les deux températures d'essai.

L'inversion se produit également entre 650 et 700°C pour les alliages 88-ET et MP1 (*Tableau 45*). On note cependant un écart plastique toujours supérieur avec le traitement supersolvus pour l'alliage 88-ET. Concernant les alliages industriels de référence (cf. 4.1.2.1), cette inversion est observée dès 650°C sur l'alliage 88-AA et à 750°C sur le N18-AA **[Lautridou, 1994**].

Pour l'alliage AD7, on observe également une résistance maximale supérieure pour le traitement supersolvus à 700°C mais la différence entre les deux valeurs correspondant aux deux traitements thermiques à cette température est faible (15 MPa) comparativement à la même différence pour l'alliage AD5 (89 MPa). En outre, pour AD7, l'écart plastique est supérieur dans le cas du traitement supersolvus dès 650°C.

Pour l'alliage AD8, la résistance à la traction est toujours supérieure avec un traitement subsolvus, même à 700°C. En revanche, les écarts plastiques sont supérieurs à 20 et 650°C après un traitement supersolvus tandis qu'à 700°C c'est le traitement subsolvus qui conduit à l'écart plastique le plus grand.

On observe donc une chute relative de la résistance maximale entre 650°C et 700°C de l'alliage AD8 traité supersolvus. L'analyse des températures de solvus et des microstructures non déformées nous a permis (cf. supra) de conclure que la remise en solution totale avait été réalisée à une température proche du solvus pour cet alliage. La fraction de phase γ'intragranulaire n'est donc pas aussi optimale que dans les autres alliages expérimentaux, notamment MP1 et AD5 puisqu'il reste des γ' primaires intergranulaires. La fraction de phase et le diamètre des γ' secondaires sont donc plus faibles ce qui conduit à un écrouissage plus faible, notamment à plus haute température (700°C).

	20°C				650°C				700°C			
	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP
AD5 SUB	1198	1643	16	445	1132	1590	16	458	1103	1351	12	248
AD5 SUPER	1113	1511	15	398	987	1436	19	449	999	1440	19	441

	20°C				650°C				700°C			
	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP
MP1 SUB	1270	1715	15	445	1162	1635	11	473	1119	1373	8	254
MP1 SUPER	1225	1635	16	410	1090	1515	16	425	1095	1428	16	333

	20°C				650°C				700°C			
	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP
AD7 SUB	1166	1641	16	475	1067	1482	17	415	1070	1408	14	338
AD7 SUPER	1103	1478	16	375	988	1449	15	461	996	1423	21	427

	20°C				650°C				700°C			
	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP
AD8 SUB	1194	1577	11	383	1122	1567	20	445	1101	1467	16	366
AD8 SUPER	1099	1545	16	446	1000	1460	17	460	991	1317	17	326

	20°C				650°C				700°C			
	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP	$R_{0,2}$	R_m	A%	EP
88-ET SUB	1211	1618	16,6	407	1091	1445	19	354	1080	1224	13,4	144
88-ET SUPER	1093	1544	31	451	1003	1436	14	433	975	1320	30	345

Tableau 45 : Valeurs caractéristiques en traction pour les alliages expérimentaux MP1, AD5, AD7, AD8 et l'alliage de référence 88-ET. Comparaison des deux traitements thermiques subsolvus et supersolvus.

L'examen comparé des faciès de rupture après traction à 650°C à une vitesse de 1,7 10^{-3} s^{-1} de l'alliage AD5 traité subsolvus d'une part, supersolvus d'autre part (*Figure 193*) nous montre que le mode de rupture est essentiellement transgranulaire, un grand nombre de facettes striées étant observé. Par endroits, pour les deux types de traitements, on note la présence de grains de poudre non homogénéisés. Le faciès subsolvus se caractérise par une zone centrale réduite correspondant au mode de rupture transgranulaire et des parois en biseau en périphérie correspondant à la rupture finale du matériau. Pour le faciès supersolvus, la zone à facettes transgranulaires est largement prédominante.

L'observation des faciès à 700°C de l'alliage AD5 (*Figure 194*) permet de constater la présence de plusieurs zones à rupture intergranulaire, apparaissant plus sombres sur la micrographie, situées à la périphérie de l'éprouvette dans le cas du matériau traité subsolvus. En revanche, le faciès supersolvus n'en comporte aucune : il est semblable au faciès du matériau traité supersolvus testé à 650°C. Les observations effectuées sur les alliages MP1, AD7, 88-ET sont identiques : on trouve à chaque fois dans le cas du traitement subsolvus des zones intergranulaires plus ou moins nombreuses à la périphérie de l'éprouvette. On en observe également dans le cas de l'alliage AD7 subsolvus dès 650°C.

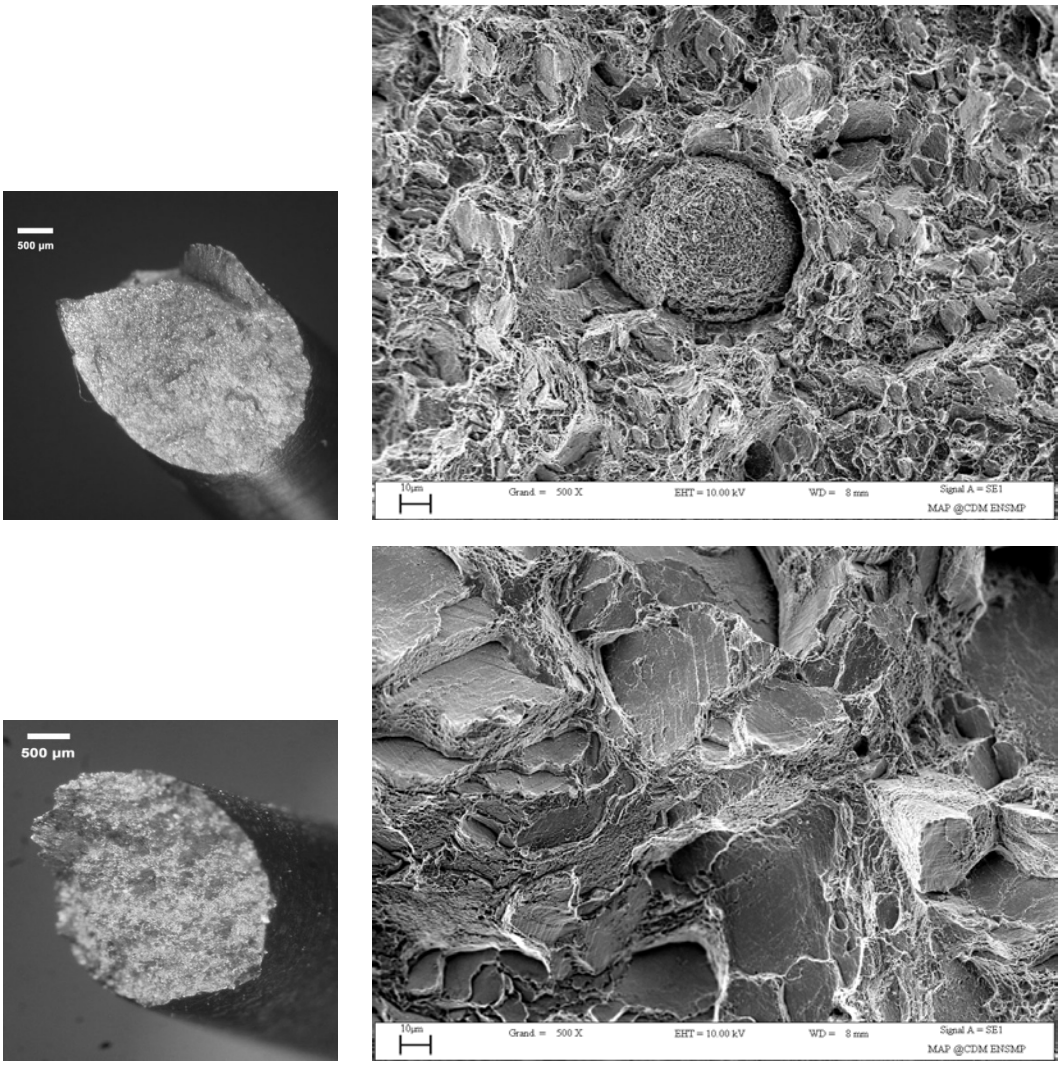


*Figure 193 : Faciès de rupture en traction à 650°C (vitesse de 1,7 10^{-3} s^{-1}) de l'alliage **AD5** traité subsolvus (en haut) et traité supersolvus (en bas).*

L'alliage AD8, qui maintient la supériorité de la résistance à la traction pour un traitement subsolvus, contrairement à l'alliage AD5, ne comprend qu'une seule zone réduite à rupture intergranulaire sur son faciès subsolvus.

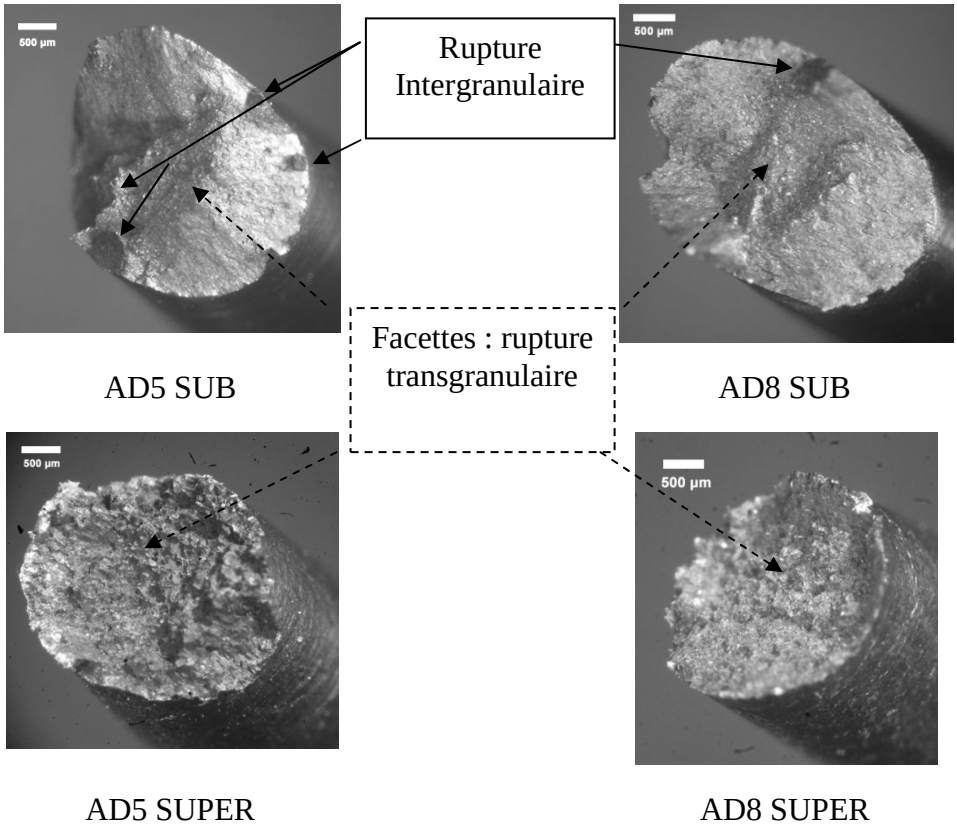
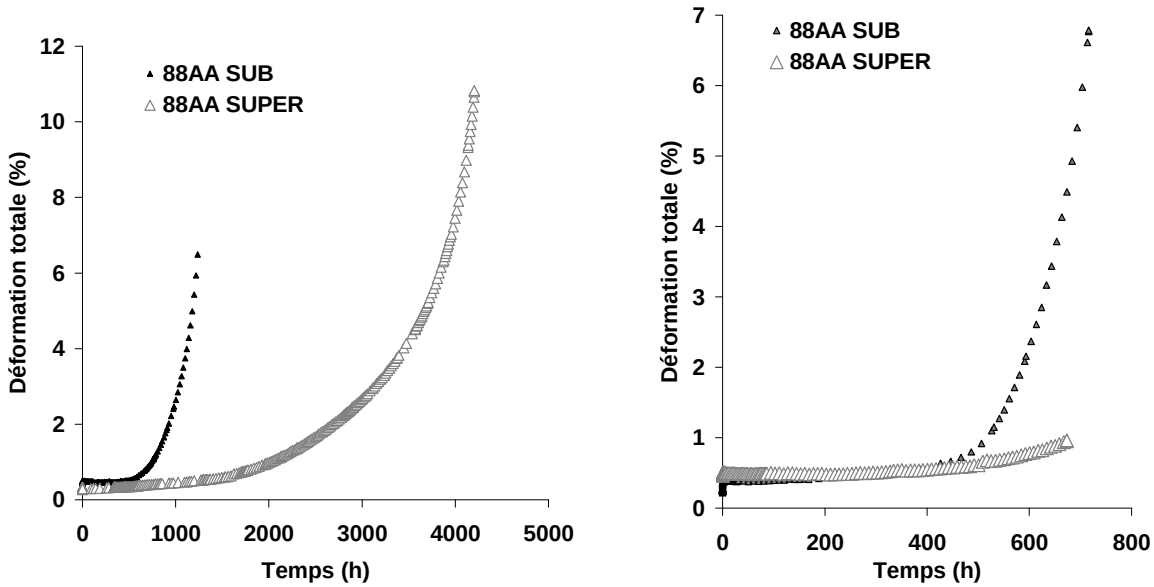


*Figure 194 : Faciès de rupture en traction à 700°C (vitesse de 1,7 10^{-3} s^{-1}) des alliages **AD5 et AD8** traités subsolvus et supersolvus.*

On voit bien ici le rôle fondamental des joints de grain comme obstacle à la déformation en traction : jusqu'à 650°C, l'effet durcissant des joints de grain conduit à une meilleure résistance à la traction des alliages « grain fin » (traités subsolvus). Entre 650 et 700°C (et à partir de 700°C pour l'alliage AD8), les joints de grain des alliages « grain fin » sont fragilisés probablement par l'oxydation, favorisant la fissuration intergranulaire. Leur résistance à la traction devient inférieure à celle des alliages « grain moyen » (traités supersolvus) pour lesquels aucune zone de rupture intergranulaire n'est observée.

6.2.2 Fluage

Pour l'alliage de référence 88-AA, on constate pour les deux contraintes testées à 700°C que la résistance au fluage après un traitement supersolvus est plus grande qu'après un traitement subsolvus (*Figure 195*). Cela correspond au fait qu'on privilégie une plus grande taille de grain, obtenue via un traitement supersolvus, quand on cherche à garantir une bonne résistance au fluage à des contraintes modérées à haute température, le mécanisme prépondérant étant alors le mécanisme par fluage aux joints de grain : plus la taille de grain est grande, moins il y a de joints de grain, moins la vitesse de déformation est grande (cf. 4.2.2.2). En revanche, si on augmente la contrainte, le mécanisme par fluage dislocation devient prépondérant : dans ce cas, la vitesse ne dépend plus de la taille de grain et ne dépend que de la contrainte appliquée (loi puissance), les courbes « gros grain »/« grain fin » se superposent, ce qu'on a observé sur 88-AA testé à 800 MPa (cf. 4.2.2.1)
Dans le cas de l'alliage 88-AA, le mécanisme de déformation prépondérant passe du fluage aux joints de grain au fluage dislocation entre 650 et 800 MPa. Un essai à 700 MPa sur l'alliage traité subsolvus faisant malheureusement défaut pour affiner la contrainte de transition.



(a) 550 MPa **(b) 650 MPa**

*Figure 195 : Comparaison de l'évolution de la déformation totale en fonction du temps de l'alliage de référence **88-AA** en fluage à 700°C sous 550 MPa (a) et 650 MPa (b) en fonction du traitement thermique appliqué (subsolvus ou supersolvus).*

Concernant l'alliage MP1 (*Figure 196*), on constate que la résistance au fluage est meilleure pour le traitement supersolvus jusqu'à 650 MPa. Sous 700 MPa, c'est l'alliage traité subsolvus qui développe de meilleures propriétés en fluage.
Le comportement de l'alliage expérimental MP1 flué sous 550 MPa pendant 3000h puis sous 650 MPa diffère selon qu'il a été traité subsolvus ou supersolvus. En effet, dans le cas d'un traitement subsolvus, dans un temps donné (1000h), MP1 se déforme beaucoup plus vite sous 650 MPa que les autres alliages testés directement sous cette contrainte. En revanche, après un traitement supersolvus, après 1500h d'essai sous 650 MPa, la courbe correspondant à cet alliage se situe au même niveau de déformation que les alliages AD5 et AD8 et à un niveau inférieur comparativement à l'alliage de référence 88-AA et l'alliage expérimental AD7.

De plus, si l'on compare les résultats obtenus à 650 MPa et 700 MPa, on constate que la tenue en fluage de l'alliage MP1 traité subsolvus est moindre à 650 MPa qu'à 700 MPa, contrairement à l'alliage traité supersolvus où, conformément au fait que plus la contrainte est forte, plus la vitesse de déformation est rapide (loi puissance), la résistance à 700 MPa est inférieure à celle à 650 MPa.

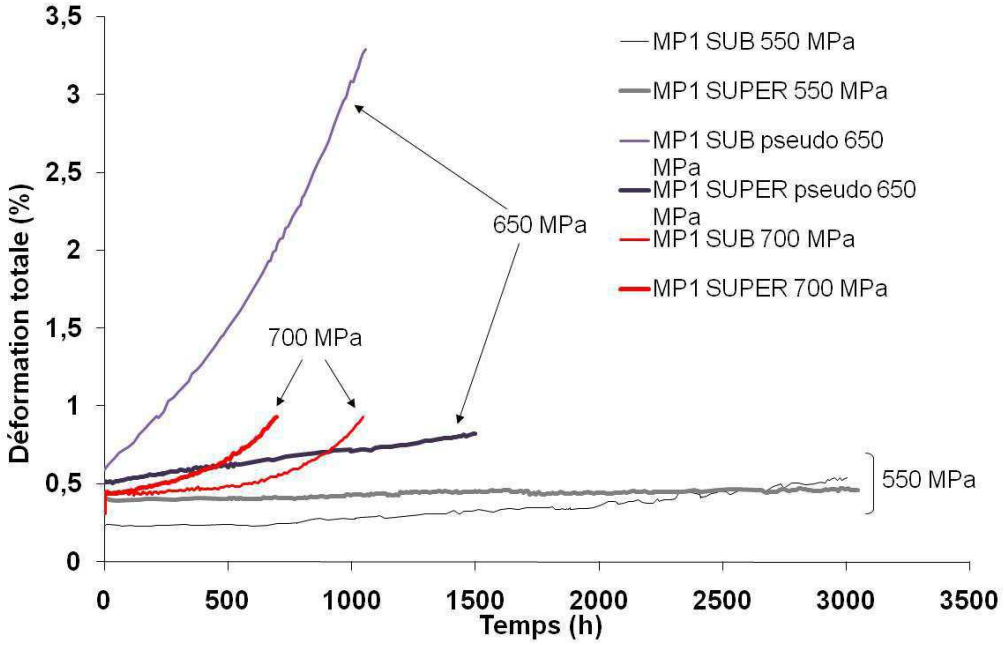


*Figure 196 : Comparaison de l'évolution de la déformation totale en fonction du temps de l'alliage expérimental **MP1** en fluage sous 550, 650 et 700 MPa à 700°C en fonction du traitement thermique appliqué (subsolvus ou supersolvus). Les résultats obtenus sous 650 MPa proviennent de l'essai sous 550 MPa prolongé à partir de 3000h à 650 MPa.*

Rappelons que les résultats présentés pour 650 MPa concernent un alliage vieilli sous contrainte (550 MPa) pendant 3000h. Cet alliage est instable vis-à-vis de la précipitation de la phase TCP : les essais de vieillissement menés à 750°C pendant 500h sur l'alliage traité subsolvus conduisent à une précipitation généralisée de phase TCP aux joints de grain (cf. 5.2.4). La rupture de l'alliage MP1 traité subsolvus a lieu après 4050h d'essai au total et pour une déformation totale de 3,3%, un taux assez faible si l'on considère la ductilité relativement confortable en traction à 700°C (16%) ainsi que les taux de déformation à rupture sur l'alliage de référence 88-AA. L'observation du faciès de rupture de l'alliage MP1 traité subsolvus montre clairement une rupture nettement intergranulaire (*Figure 197*). On peut présumer que, dans les conditions testées, l'endommagement intergranulaire, du fait de la présence fragilisante de la phase TCP, a prédominé dans le cas de l'alliage traité subsolvus sur les mécanismes de fluage soit par diffusion aux joints de grain soit par mouvements intragranulaires des dislocations.

Nous ne disposons pas d'observations sur l'alliage MP1 traité supersolvus testé dans les mêmes conditions permettant d'étayer l'influence, dans le cas d'un traitement thermique supersolvus, de la phase fragilisante TCP. Cependant, l'allure de la courbe correspondante (*Figure 196*) laisse à penser que la fragilisation éventuelle des joints de grain ne prédomine pas sur le mécanisme en œuvre dans la déformation, d'autant que la taille de grain est presque 5 fois plus grande qu'après un traitement subsolvus. De plus, l'analyse comparée de la vitesse de déformation, évaluée à une période du stade secondaire du fluage qui s'apparente le plus à un régime permanent de la déformation plastique sans endommagement (cf. 6.3), nous montre qu'elle est 7 fois plus élevée pour MP1 traité subsolvus que pour MP1 traité supersolvus **(***Figure 201***).** On ne peut en tout état de cause conclure sur le mécanisme prédominant dans ces conditions. Dès lors, on peut affirmer que le changement de mécanisme prépondérant a lieu entre 550 et 700 MPa. A 700 MPa, où le régime de fluage-dislocation prédomine, la microstructure subsolvus résiste plus efficacement au passage des dislocations que la microstructure supersolvus, contrairement à ce qui est observé sur l'alliage de référence 88-AA où les deux courbes, correspondant aux traitements subsolvus et supersolvus, sont superposées.

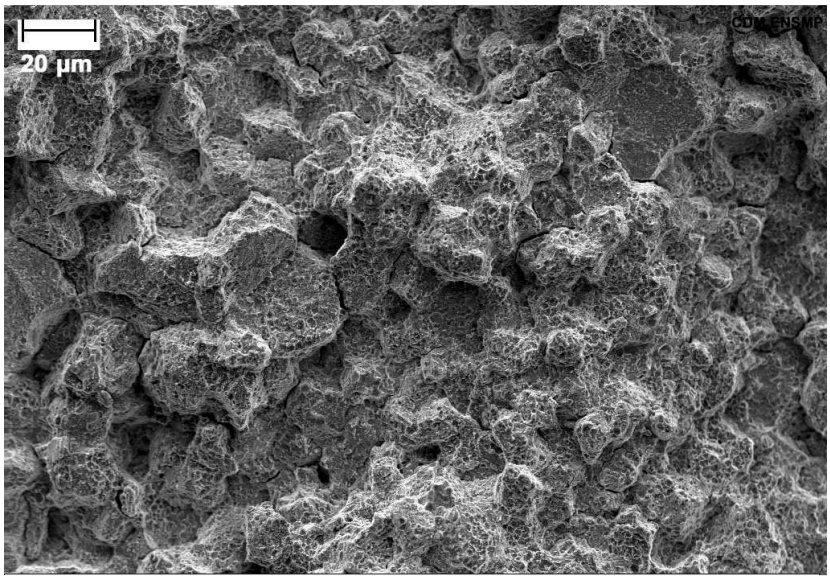
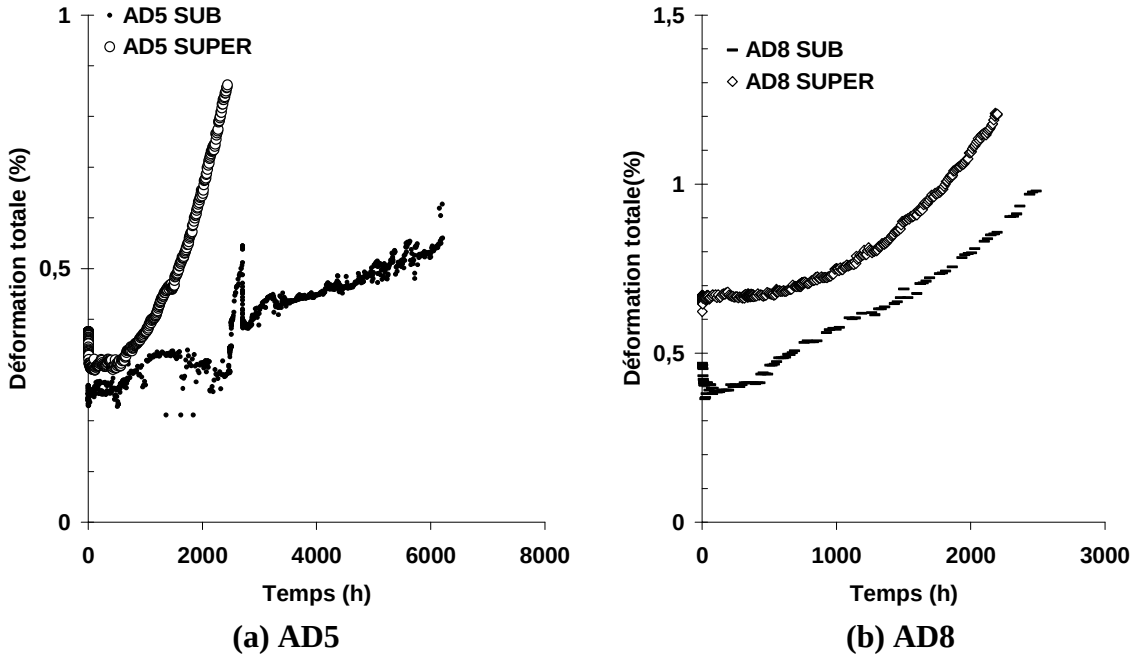


*Figure 197 : Faciès de rupture de l'alliage **MP1** traité subsolvus après 3000h de fluage sous 550 MPa et 1050h sous 650 MPa à 700°C.*

On constate, pour les mêmes conditions d'essai (650 MPa/700°C) que l'alliage AD5 traité subsolvus développe une meilleure résistance en fluage – d'autant plus grande que la déformation a été facilitée par une augmentation de 200 MPa de la contrainte pendant 200h – que l'alliage traité supersolvus (*Figure 198a*). On observe même une nette baisse de la déformation avant la « stimulation » par l'augmentation de la contrainte.

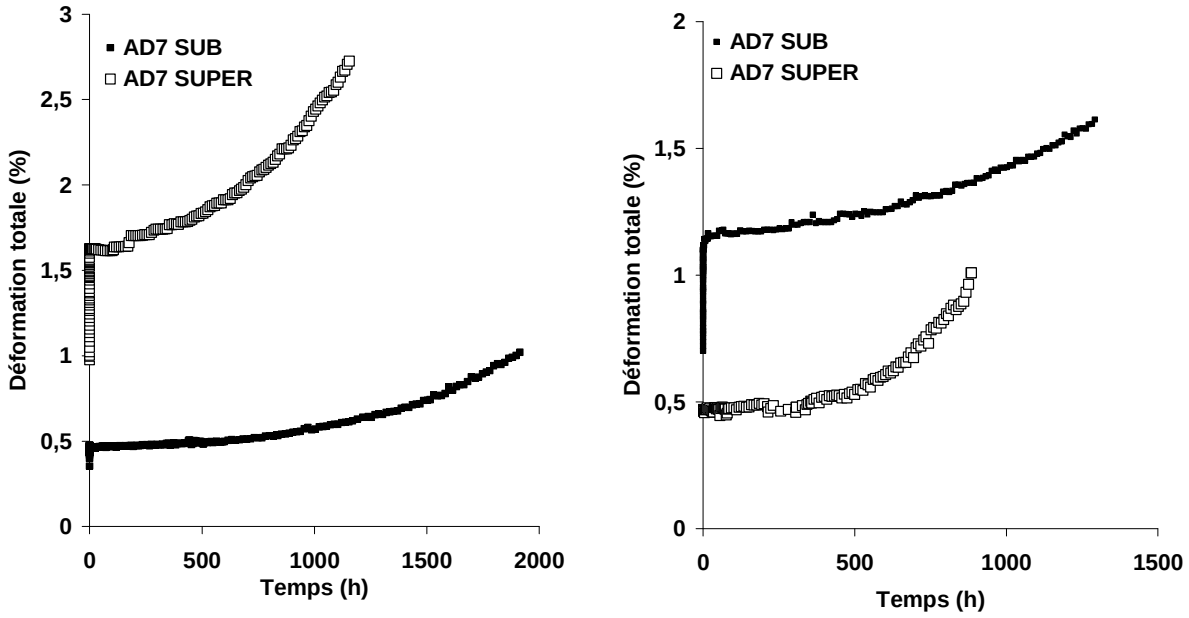
Sous 650 MPa à 700°C, la résistance au fluage de **l'alliage AD8** traité subsolvus est légèrement supérieure à celle de l'alliage traité supersolvus (*Figure 198b*) même si la différence est bien moins franche en comparaison avec le comportement de l'alliage AD5.

L'alliage AD7 est le seul alliage expérimental où l'on observe un très fort stade primaire, notamment sous 650 MPa pour l'alliage traité supersolvus et sous 700 MPa pour l'alliage traité subsolvus. Nonobstant, si l'on ne considère que les stades ultérieurs, on observe également une meilleure tenue en fluage pour le traitement subsolvus (*Figure 199*).



(a) AD5 **(b) AD8**

*Figure 198 : Comparaison de l'évolution de la déformation totale en fonction du temps en fluage sous 650 MPa à 700°C des alliages expérimentaux **AD5 (a) et AD8 (b)** en fonction du traitement thermique appliqué (subsolvus ou supersolvus).*



(a) sous 650 MPa **(b) sous 700 MPa**

*Figure 199 : Comparaison de l'évolution de la déformation totale en fonction du temps de l'alliage expérimental **AD7** en fluage sous 650 MPa (a) et 700 MPa (b) à 700°C en fonction du traitement thermique appliqué (subsolvus ou supersolvus).*

A 700°C, pour des contraintes égales ou supérieures à 650 MPa, la microstructure « grain fin » conduit à une résistance plus grande au fluage que la microstructure « grain moyen », notamment dans le cas de l'alliage AD5. La microstructure de cet alliage après un traitement subsolvus est particulièrement résistante au fluage.

6.3 Mécanismes de déformation à chaud (600-700°C)

6.3.1 Coexistence des mécanismes actifs en fluage

La comparaison des résultats obtenus en fluage à 700°C pour le deux traitements thermiques étudiés (subsolvus et supersolvus) nous a permis de conclure à une meilleure résistance de la microstructure « grain fin » sous 650 MPa, ce qui tend à démontrer l'influence prépondérante du mécanisme de déformation par fluage-dislocations. L'analyse des résultats obtenus sur l'alliage MP1, testé sous 550 puis 650 MPa et 700 MPa a montré que la transition entre la prépondérance du mécanisme par fluage aux joints de grain et celui par fluage-dislocation avait lieu, pour cet alliage, entre 550 et 700 MPa.

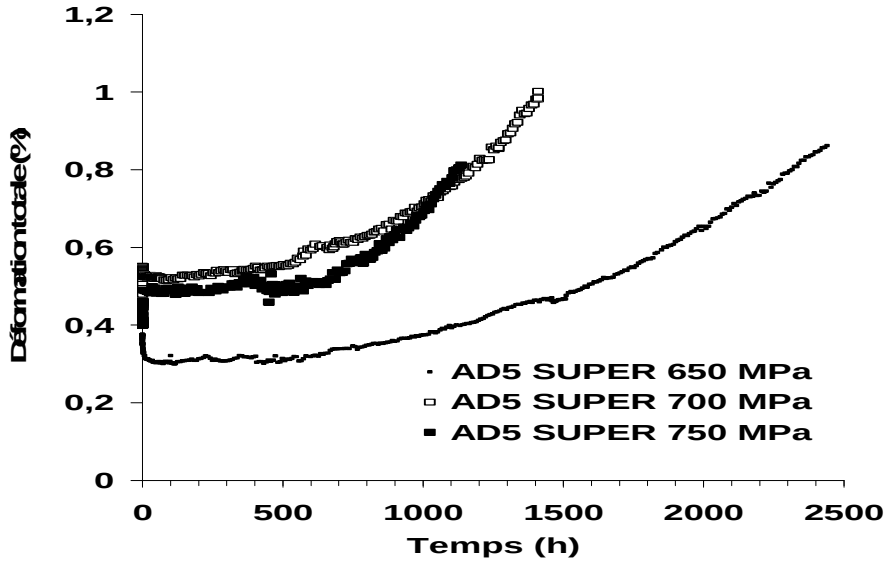


*Figure 200 : Courbe de fluage de l'alliage **AD5** traité supersolvus sous 650, 700 et 750 MPa : déformation totale en fonction du temps.*

L'alliage AD5 traité supersolvus a pu être testé sous trois contraintes différentes ; en plus de l'essai mené sous 650 MPa, deux autres essais ont été effectués sous 700 et 750 MPa (*Figure 200*). Nous avons vu au chapitre précédent (cf. 5.3.3.) que la déformation, sous certaines conditions, pouvait être nulle ou négative ; c'est ce que l'on observe sur AD5 où un plateau de déformation à vitesse de déformation nulle s'étend aux 500 à 600 premières heures de fluage. Il est précédé de stades de relaxation des contraintes internes pendant lesquels la vitesse de fluage devient négative (cf. 6.3.2.4 pour l'interprétation).

Cependant, au-delà de cette première période d'hésitation au fluage, appelée aussi « période d'incubation », une phase de fluage à vitesse positive et croissante s'installe, dont la vitesse dépend de la contrainte nominale appliquée. Si l'on souhaite caractériser cette dépendance par une loi de Norton, une mesure des vitesses moyennes de fluage doit être réalisée dans des conditions comparables, pour les divers essais. On peut convenir, par exemple, d'effectuer les mesures de vitesse pour une même valeur de la déformation de fluage : la fin de chargement se situant à 0,4 %, on a choisi +0,2 %, c'est à dire 0,6 % de déformation totale et les vitesses moyennes de fluage ont été reportées dans le *Tableau 46*, pour les deux meilleurs alliages MP1 et AD5.

		550 MPa	650 MPa	700 MPa	750MPa
MP1	Sub	$5,5 .10^{-10}$	$3,3 .10^{-9}$	$2,4 .10^{-9}$	
	Super	$7 .10^{-11}$	$7 .10^{-10}$	$2,6 .10^{-10}$	
AD5	Sub		$1,6 .10^{-8}$		
	Super		10^{-9}	$1,3 .10^{-9}$	$1,8 .10^{-9}$

Tableau 46 : Vitesses moyennes de fluage (en s^{-1}) après + 0,2 % de déformation de fluage.

Les valeurs des vitesses pour 550 et 700 MPa de l'alliage MP1 pour les deux traitements thermiques étudiés ont été reportées sur la *Figure 201a* : carrés évidés pour le traitement subsolvus et carrés pleins pour le traitement supersolvus. Les vitesses obtenues sur AD5 traité supersolvus (marques en cercles pleins) ont été reportées en fonction de la contrainte sur la représentation bi-logarithmique de la *Figure 201b*. On obtient ainsi une représentation des résultats permettant d'évaluer la sensibilité de la vitesse à la contrainte appliquée en fluage. Elle a souvent été caractérisée par l'exposant de Norton n, en supposant que les vitesses de déformation moyennes s'écrivent selon la loi puissance : $\dot{\varepsilon} = A\sigma^n$.

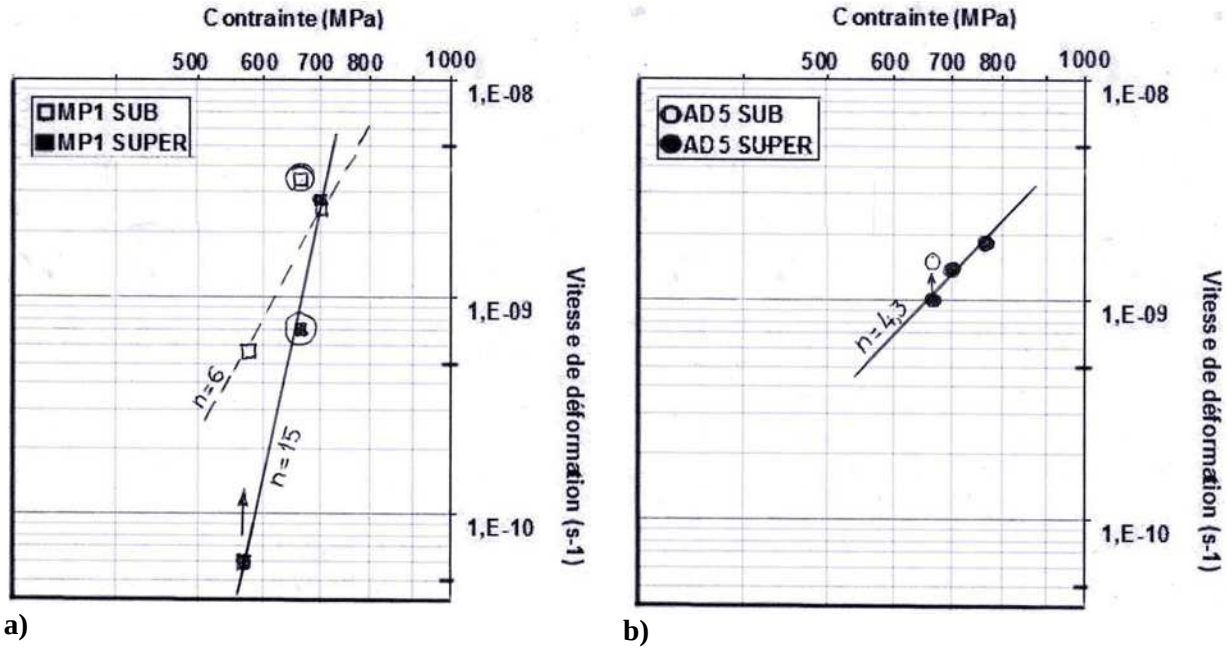


Figure 201 : Représentation doublement logarithmique de la vitesse de déformation en fluage en fonction de la contrainte d'essai pour les alliages a) MP1 et b) AD5, traités subsolvus et supersolvus.

La valeur (cerclée de noir) correspondant à l'essai mené sur l'alliage MP1 traité subsolvus testé sous 650 MPa après un vieillissement de 3000 heures sous 550 MPa se distingue nettement vers les vitesses supérieures ; l'effet de la fragilisation des joints de grain par les phases TCP sur la vitesse de déformation est très net. Ce n'est pas le cas pour l'alliage MP1 traité supersolvus également prévieilli 3000 heures sous 550 MPa avant d'être rechargé à 650 MPa (valeur également cerclée de noir), dont le point se trouve sur la droite caractérisant le comportement en fluage de cet alliage : sa taille de grain plus importante et sa microstructure homogène en termes de répartition des précipités γ ' semblent lui avoir apporté une résistance accrue aux effets de vieillissement.

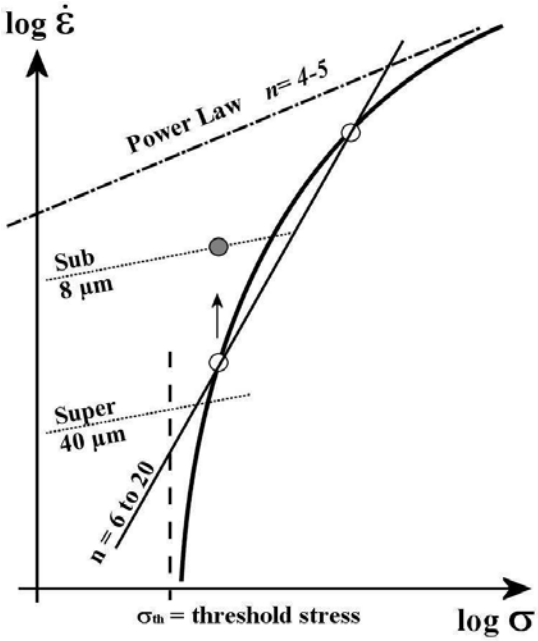


*Figure 202 : Schéma de principe des lois de fluage possibles de matériaux biphasés et polycristallins : présence d'une contrainte seuil σ_{th} dans les biphasés et loi puissance n=4-5 des monophasés (d'après **Labusch et Schwarz [1978]**).*

Pour des contraintes supérieures à 550 MPa dans l'alliage MP1, l'exposant de Norton est évalué à 15 environ pour le traitement supersolvus et à 6 environ pour le traitement subsolvus, en accord avec les résultats de la bibliographie donnant des coefficients supérieurs à 5 pour les superalliages, ce qui est caractéristique d'un mécanisme de déformation intragranulaire par fluage-dislocation dans un matériau biphasé **[Saint-Antonin, 1995].** En effet, de telles valeurs peuvent être interprétées dans ces matériaux (Superalliages, ODS, Cermets, …) à l'aide du schéma de la *Figure 202*. Une contrainte seuil généralement assez élevée apparaît (σ_{th}), contrainte d'Orowan par exemple, au-dessous de laquelle le matériau ne se déforme plus **[Brown, 1971 ; Schwarz, 1978].** Le comportement du matériau sous fortes contraintes, soumis au régime général du fluage-dislocations (« Power Law Creep »), voit la mobilité de ses dislocations diminuer vers les contraintes plus faibles et même s'anéantir au voisinage du seuil de contrainte. Dénuée de sens physique immédiat, la pente des lois de fluage déterminée expérimentalement (droite pleine) peut donc être très importante ; à moins cependant qu'un autre mécanisme de fluage ne prenne la relève au voisinage du seuil, comme le fluage aux joints de grains et dont la contribution est inversement proportionnelle à la taille de grain (droites en pointillés de faible pente située aux basses contraintes).

On comprend ainsi que sous 650 MPa, le mécanisme de déformation intragranulaire par fluage dislocation soit prépondérant pour les deux traitements thermiques étudiés. La tenue en fluage des alliages expérimentaux est meilleure après un traitement subsolvus (cf. 6.2.2) ce qui illustre le fait que, dans ce domaine, les précipités γ' – fraction de phase, taille des précipités et des couloirs, distribution – influencent de façon notable les mécanismes. Sous 650 MPa, c'est la microstructure d'AD5 subsolvus qui est la plus « efficace » pour résister à la déformation en fluage.
Après un bref rappel des mécanismes intragranulaires de franchissement des précipités γ' dans les superalliages, nous analysons ceux observés dans l'alliage AD5 traité subsolvus.

6.3.2 Mécanismes de déformation intragranulaire

Rappelons tout d'abord qu'il existe deux modes de durcissement intragranulaires cumulatifs et toujours mis à contribution dans les superalliages base nickel : *le durcissement de solution solide* que nous résumerons rapidement pour mémoire et *le durcissement structural* par précipités γ' ordonnés et quasi-cohérents avec la matrice γ dont nous tenterons d'expliciter et de synthétiser les mécanismes multiples et assez complexes.

Le durcissement de solution solide de la matrice γ est observable à l'échelle macroscopique, il est réalisé par l'ajout de Cr, Mo et W ; il est limité par la stabilité chimique de l'alliage à long terme à la température de service du matériau. Celui des précipités γ' est réalisé par l'ajout de Ti, Nb, Ta, W et Hf ; en fait, la plupart des éléments de durcissement de solution solide se positionnent aussi bien dans γ que dans γ' avec des coefficients de partition spécifiques à chacun.

Historiquement, pour appréhender les mécanismes de déformation des superalliages, on s'est intéressé à l'origine au franchissement des précipités par deux mécanismes alternatifs **[Gleiter, 1965]** :

- soit les dislocations de la matrice contournent ces « obstacles » par un mécanisme d'Orowan,
- soit deux dislocations parfaites de la matrice a/2<110> s'associent et « traversent » ces obstacles en les cisaillant, mais en restant étroitement couplées de façon à minimiser la surface de défaut d'ordre créée (couplage par paires), puisque l'énergie d'antiphase (APB) est très élevée dans la phase γ'.

6.3.2.1 L'optimisation cisaillement/contournement d'après Gleiter (Figure 203)

La contrainte nécessaire au franchissement des précipités par *contournement* d'Orowan est :

$$\tau = \frac{\mu b}{l} = \frac{\mu b}{D}\sqrt{f_{\gamma'}}$$

avec μ le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers, D le diamètre moyen des précipités γ', $f_{\gamma'}$ la fraction volumique de phase γ', dans l'hypothèse où tous les précipités sont sphériques et de diamètre D.

A fraction volumique constante, plus les précipités seront gros, plus la contrainte nécessaire sera faible, plus le contournement sera facilité, puisque la distance entre précipités sera d'autant plus grande.

Lors d'un franchissement par *cisaillement* par paires de dislocations, l'énergie d'antiphase resserre l'écartement des deux dislocations parfaites de la matrice et la contrainte de cisaillement s'écrit :

$$\tau_c \propto \gamma_{APB} f_{\gamma'}^{1/3}\sqrt{D}$$

A fraction volumique constante, plus les précipités γ' sont petits, plus la contrainte nécessaire pour les cisailler est faible.

Le cisaillement des précipités nécessitant une contrainte croissante avec leur taille, alors que leur contournement est d'autant plus facile qu'ils sont gros, et donc distants les uns des autres, il existe en conséquence un rayon critique pour lequel les deux mécanismes requièrent la même contrainte de franchissement **[Strudel, 1983].** Cette dernière passe par une valeur maximale qui assure en principe à l'alliage, traité thermiquement de façon adéquate, une limite d'élasticité optimale.

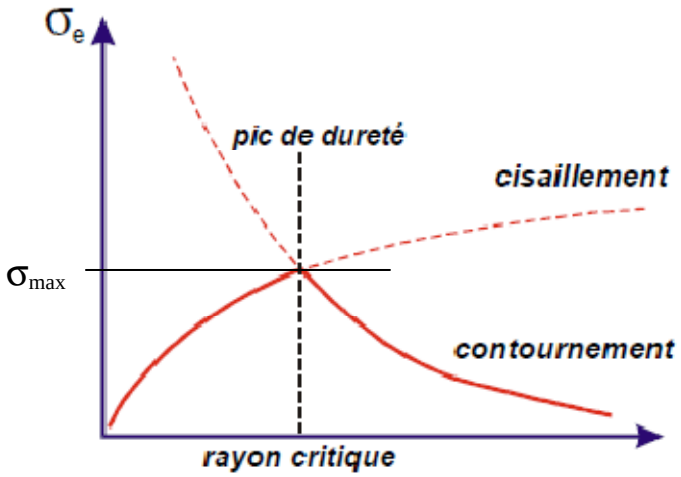


Figure 203 : Alternative cisaillement/contournement selon le modèle de ***Gleiter et Hornbogen [1965]***

En fait, ce que l'on observe dans les lames minces en MET est plus complexe et plus varié :

- le *contournement* peut aussi se produire :
  - par association de paires de dislocations de vecteurs de Burgers différents : 2 AB + 2 BC,
  - par partielles de Shockley dont la tension de ligne, plus faible que celle des parfaites, rend plus facile l'infiltration entre précipités très proches,
  - par paires de parfaites qui peuvent être découplées au lieu d'être étroitement liées.

- le *cisaillement* peut se produire :
  - par création de défauts d'empilement intrinsèques de surstructure (DEIS) ou extrinsèques de surstructure (DEES), peu énergétiques dans la structure ordonnée de la phase γ',
  - par formation de macles dans la structure ordonnée pouvant s'étendre plus ou moins largement à la matrice γ.

- Les deux mécanismes peuvent se côtoyer et/ou se succéder étroitement lorsque plusieurs populations de précipités γ' de tailles différentes sont présentes dans un même voisinage, avec de plus des fractions volumiques variables, soit de grain à grain, soit même à l'intérieur d'un même grain comme dans le cas des poudres ET.

6.3.2.2 Mécanismes de cisaillement communs à γ et γ'

La phase γ', dont sont constitués les précipités, est ordonnée et quasi cohérente avec la matrice γ (au misfit près). L'énergie de paroi d'antiphase est forte (γ_{APB}= 164 mJ/m² d'après **Pope [1984])** et environ trois fois plus élevée que l'énergie de défaut d'empilement, aussi bien dans la matrice que dans les précipités. On va donc examiner les modes possibles de cisaillement de la « superstructure » γ/γ' dans son ensemble et identifier les configurations de dislocations compatibles pour γ et γ'.

On considère, sur la *Figure 204*, l'empilement de trois plans denses consécutifs de type {111} que l'on nommera (0), (1) et (2). Le plan (0) est fixe.

- Lorsqu'un cisaillement, comprenant un nombre impair de partielles de Shockley se produit entre deux plans successifs (0-1) ou (1-2), un défaut d'empilement intrinsèque (DEI ou ISF en anglais) est créé.
- Lorsque le cisaillement se répartit entre trois plans successifs (0-1) + (1-2), un défaut d'empilement extrinsèque (DEE ou ESF en anglais) est créé, qui n'est en fait que la superposition de deux défauts d'empilement intrinsèques.
- Lorsque le cisaillement par dislocations partielles de Shockley se produit entre n plans consécutifs, avec répétition de la même partielle entre plans successifs, on obtient une macle mécanique épaisse de n plans.
- Lorsque les cisaillements se produisent au hasard entre des plans non systématiquement consécutifs on obtient des empilements complexes de plans denses du type de ABAC ou encore ABAC BAC ABCA…, de nature apériodique.

L'empilement de plans denses ABCABC, empilement commun à γ (cfc) et γ' ($L1_2$) présente trois directions de glissement élémentaire faciles dites *« directions de maclage »*, situées à 120° (2π/3) les unes des autres selon des directions cristallographiques de type a/6<112> ou Bδ, Cδ et Aδ dans le plan ABC (notées Tw sur la *Figure 204*). Les directions opposées sont appelées *« directions d'anti-maclage »* (notées A-Tw sur la *Figure 204*). On remarque que le sommet D du tétraèdre de Thompson est situé au dessus du plan ABC sur lequel il se projette en δ. Par ailleurs, on constate que δ est localisé au centre d'un « triangle pointe-en–bas »∇. Frank a suggéré de noter ∇∇∇ par exemple le passage d'un plan à un autre dans l'empilement ABCABC plutôt que de distinguer les plans successifs par des lettres différentes alors qu'ils sont identiques dans leur structure. Et l'empilement CBACBA sera noté ΔΔΔ. Ainsi, une macle s'écrira sous la forme ∇∇∇ΔΔΔ. Le passage entre deux plans consécutifs d'un nombre impair de dislocations partielles de Shockley avec création d'un DEI s'écrira ∇∇∇Δ∇∇∇, alors que le même événement répété deux fois entre trois plans consécutifs (création d'un DEE) s'écrira ∇∇∇ΔΔ∇∇∇.

6.3.2.2.1 Dans la direction A-Tw

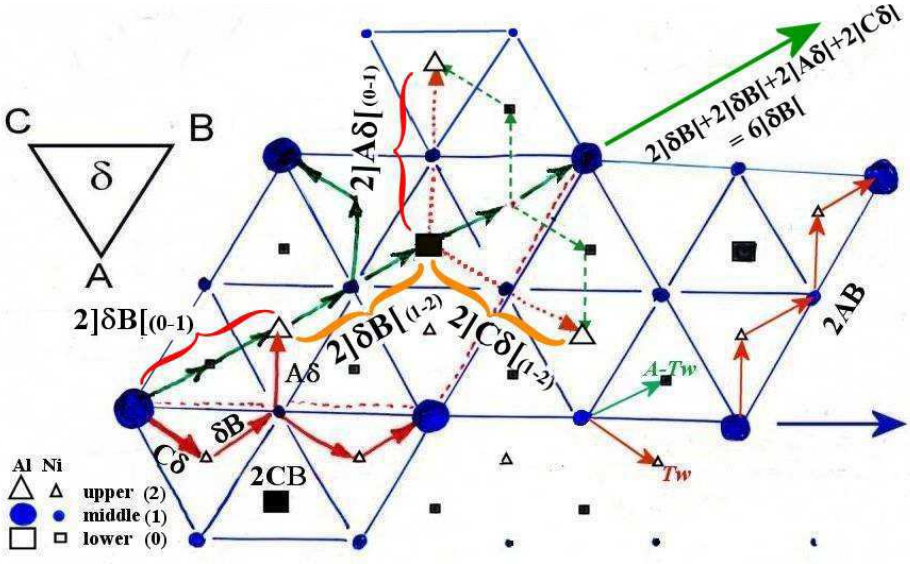


Figure 204 : Disposition des atomes d'un plan dense de la phase ordonnée γ' et empilement des plans de la structure $L1_2$, avec indication des divers vecteurs de Burgers [Nazé, 2010].

Dans la direction A-Tw dite « direction d'anti-maclage » de la structure cfc, les cisaillements de direction δA, δB et δC sont interdits entre plans denses consécutifs, car un atome du plan sous-jacent se trouve à la place du col énergétique entre deux atomes qui rend possible le cisaillement de maclage, dans le sens opposé. Par contre, ce cisaillement peut être réalisé par la composition de deux partielles de Shockley Bδ et Cδ (d'orientations distinctes), situées entre trois plans consécutifs (0-1-2) : le cisaillement résultant, noté conventionnellement **δA** (souligné) dans la littérature, est associé à un DEE.

Une autre manière de réaliser un cisaillement dans cette direction est très intéressante dans la structure ordonnée $L1_2$. Elle consiste à contourner l'atome qui fait obstacle, à l'aide de trois cisaillements successifs autorisés, du type partielles de Shockley, situés entre les deux mêmes plans atomiques *(Figure 205b) :*

$$C\delta + \delta B + A\delta =]2\delta B[= CB + A\delta$$

Cette dernière notation]2δB[est destinée à rappeler que le cisaillement dans la direction δB est obtenu par un artifice de contournement de l'atome qui fait obstacle.

On remarque de plus que ce cisaillement peut être décomposé en CB, une parfaite de la matrice ; et Aδ, une partielle de Shockley qui lui est perpendiculaire, ainsi que l'avait proposé **Kear [1969].** Dans la phase ordonnée γ', ce cisaillement]2δB[respecte l'ordre, mais déplace un atome Al d'un site Δ, à un site ∇, créant ainsi un « défaut d'empilement *intrinsèque* de surstructure » ou DEIS (S-ISF en Anglais).

Des configurations de ce type, c'est à dire comportant un DEIS en tête dans γ', ont également été observées et identifiées dans des monocristaux de CMSX-4 flué 3% sous 750 MPa à 750°C **[Chen, 2003]** pour des orientations de sollicitation favorisant le cisaillement dans la direction A-Tw.

Si l'on considère maintenant, que ce premier cisaillement se soit produit entre les plans (0-1) et qu'un cisaillement identique se produise maintenant entre les plans (1-2), la superposition de ces deux DEIS, dans la structure ordonnée, créée un « défaut d'empilement *extrinsèque* de surstructure » ou DEES (S-ESF en Anglais).

Afin de compléter et de terminer le cisaillement dans la direction <112>, un dernier cisaillement d'une amplitude de 2 δB est nécessaire et permettra de retrouver la périodicité du réseau cristallin ordonné. Etant donné que, seuls les cisaillements entre deux plans consécutifs dans les directions]2Aδ[entre (0-1) et]2Cδ[entre (1-2) sont autorisés dans l'état actuel du cristal, ce sont bien ceux-là qui se produiront et leur composition produira bien le cisaillement]2δB[désiré :

$$]2\delta B[+]2\delta B[+]2A\delta[+]2C\delta[=]2\delta B[+]2\delta B[+\underline{]2\delta B[} =]2\delta B[+]2\delta B[+\delta B+\delta B \pm CA$$

car]2Aδ[= δB + AC et de même]2Cδ[= δB - AC.

En pratique, le passage de ce grand dipôle ±CA (perpendiculaire à la direction générale de cisaillement δB) n'est pas nécessaire, il traduit simplement en termes de dislocations un réarrangement atomique indispensable à la préservation de l'ordre et qui consiste en la permutation entre un atome de Ni et un atome d'Al du plan (1), évitant ainsi le voisinage direct de trois atomes d'Al entre les trois plans (0-1-2) provoqué par le passage des deux partielles δB successives. Enfin, on remarquera que ce réarrangement atomique peut se produire plus facilement dans la région du cœur de la dernière paire de dislocations partielles δB. Le passage de cette dernière configuration rétablit ainsi la périodicité des réseaux de chacune des phases après un cisaillement d'amplitude 6 δB. Par exemple dans le Waspaloy (*Figure 205a*), la petite taille des précipités permet d'observer la configuration de dislocations dans son ensemble alors que dans l'alliage AD5, on ne peut observer, dans l'épaisseur d'une lame mince (0,6 µm environ), que des fragments de telles configurations.

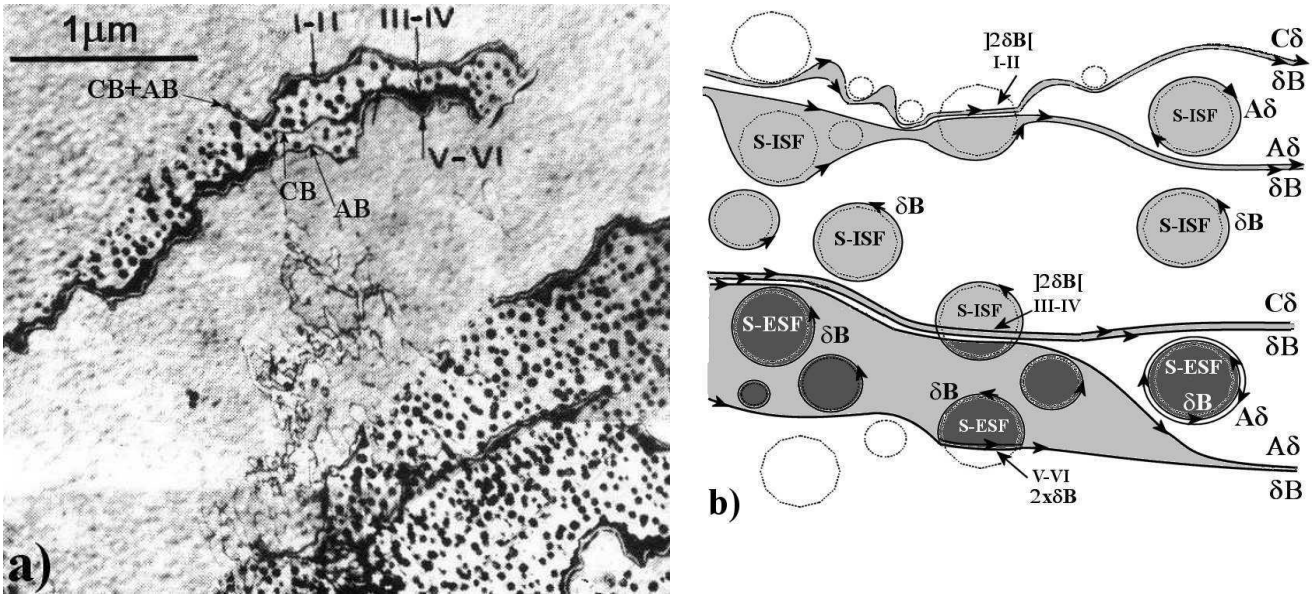


Figure 205 : Cisaillements compatibles et simultanés des phases γ et γ' dans la direction A-Tw. a) ***Waspaloy*** *flué 1% à 650°C* **[Guimier & Strudel, 1970]** *– b) schéma décrivant les regroupements de partielles de type 3.]2δB[dans γ' à gauche et 2.(CB+AB) dans γ à droite [Nazé, 2010].*

Si par contre les deux dernières partielles δB nécessaires à l'effacement du DEI de la matrice ne passent pas, parce qu'elles en sont empêchées par les γ' (*Figure 206b*) dans lesquels elles provoqueraient une double violation de premiers voisins entre atomes d'Al des plans (0-1-2), alors on assiste à la superposition directe, dans γ de deux DEI (soit un DEE) et dans γ' de deux DEIS (soit un DEES), donc d'une micromacle mécanique de deux plans d'épaisseur. On remarque la valeur très importante du cisaillement associé à ce type de macle : il est double de celui des cfc puisqu'il est ici égal à a/3<112> / a/3<111> = √6 / √3 = √2.

Si ce mécanisme continue à se produire dans les plans adjacents successifs (2-3-4), la micromacle croît en épaisseur. Elle s'étend à la matrice dans les zones où les deux dernières partielles δB ne peuvent pas suivre, ou bien elle disparaît pour laisser place à un cisaillement parfait d'amplitude 6 δB de la matrice dans les zones où les deux dernières partielles δB parviennent à contourner les γ' et à rejoindre la macle dans sa propagation (droite du schéma *Figure 206b*). Si ce mécanisme continue à se produire dans des plans voisins mais non immédiatement adjacents, on obtient des empilements apériodiques (voir plus haut) ainsi que le confirment les traînées sur les clichés de diffraction situées entre la tache (200) de la matrice et la tache de macle.

En pratique, il n'est pas possible de confirmer facilement que ce soit ce type de mécanisme qui prévale au cours d'un essai de traction, du fait de la très grande densité de défauts cristallins de toutes sortes qui s'accumulent et se superposent dans le matériau au cours d'un tel essai, mais on peut penser que la vitesse de déformation locale, qui est beaucoup plus importante qu'en fluage, ne permet pas le réarrangement atomique ±CA associé au passage des deux dernières partielles δB dans les précipités γ'.

Les micromacles mécaniques formées dans les précipités γ' ou les groupes de précipités s'étendent dans la matrice avoisinante (*Figure 206a*).

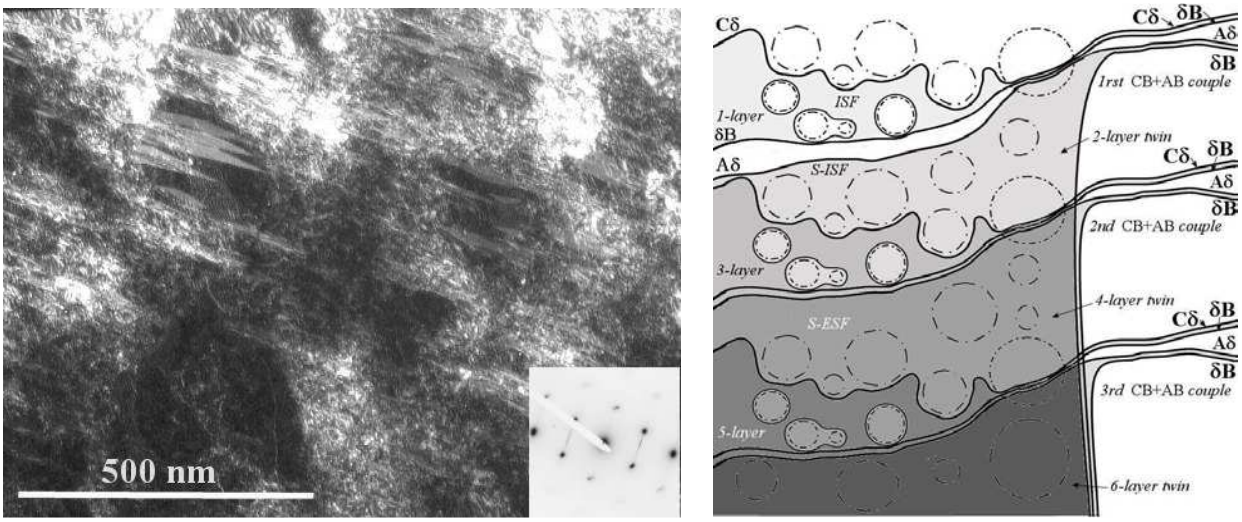


*Figure 206 : Maclage sans réarrangement atomique, possible dans la direction A-Tw par passages successifs de configurations]2δB[- a) Alliage **AD5** déformé 15% en traction à 700°C à 2.10^{-3}s^{-1} : macles s'étendant aux 2 phases et dislocations denses dans γ. – b) Schéma de l'arrangement des partielles dans les γ' à gauche et dans γ à droite. Images Loïc Nazé.*

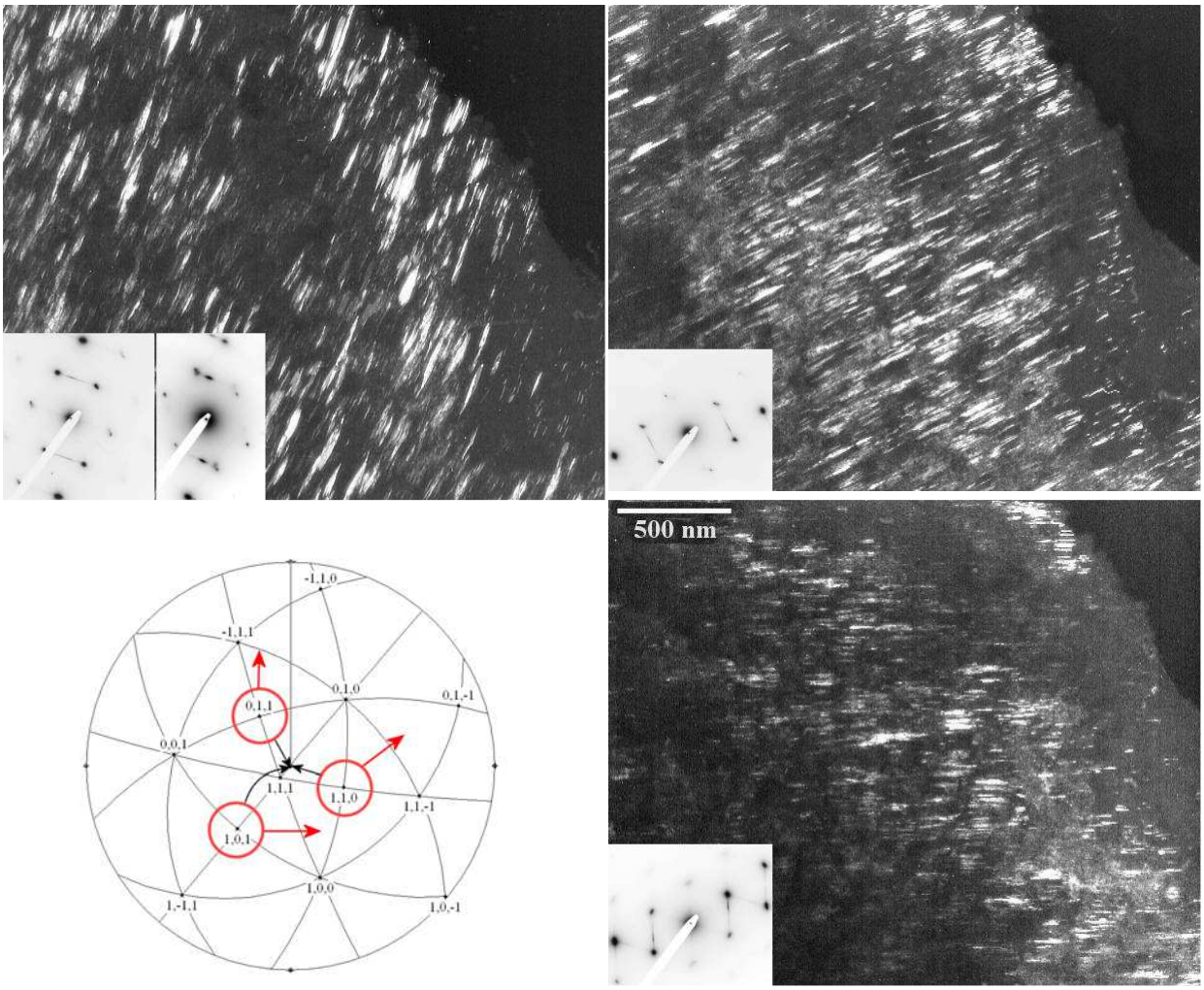


*Figure 207 : Trois systèmes de maclage actifs dans un grain **d'AD5** d'orientation voisine de [111], en champ sombre. Eprouvette de traction à 700°C, déformée de 15 % à 2.10^{-3} s^{-1}. Images Loïc Nazé.*

6.3.2.2.2 Dans la direction Tw

Dans la direction dite « de maclage » de la structure CFC non ordonnée, qui est en fait la direction d'anti-maclage de la structure $L1_2$, les mêmes configurations de dislocations et les mêmes cisaillements sont observés dans l'ordre inverse et le sens inverse des vecteurs de Burgers. Viswanathan a pu observer et analyser ce type de configuration dans une lame mince tirée d'une éprouvette de René 88 après fluage à 650°C dans une région où les précipités γ' étaient suffisamment fins pour que sept partielles de la configuration soient visibles simultanément dans la plage d'observation (cf. figure 7, p 3047 **[Viswanathan, 2005]**). Il constate qu'elles sont toutes identiques et de type Bδ : il s'agit d'une micromacle mécanique en cours de formation. De même dans le CMSX-4 flué 3% sous 750 MPa à 750°C et jusqu'à 950°C sous 350 MPa, **Knowles [2003]** observe de longues structures maclées qui s'étendent à la matrice. Ces configurations avaient déjà été rapportées par **Saint-Antonin [1991]** dans l'Astroloy et par **Provendier [1994]** dans le N18 comme le montre la micrographie MET (*Figure 208*) et le schéma explicatif qui lui est associé. On remarquera que ce qui caractérise le cisaillement dans la direction de maclage Tw et le distingue du précédent (de sens opposé) est la présence en tête de configuration de DEES dans la phase γ', au lieu de DEIS (*Figure 205b*).

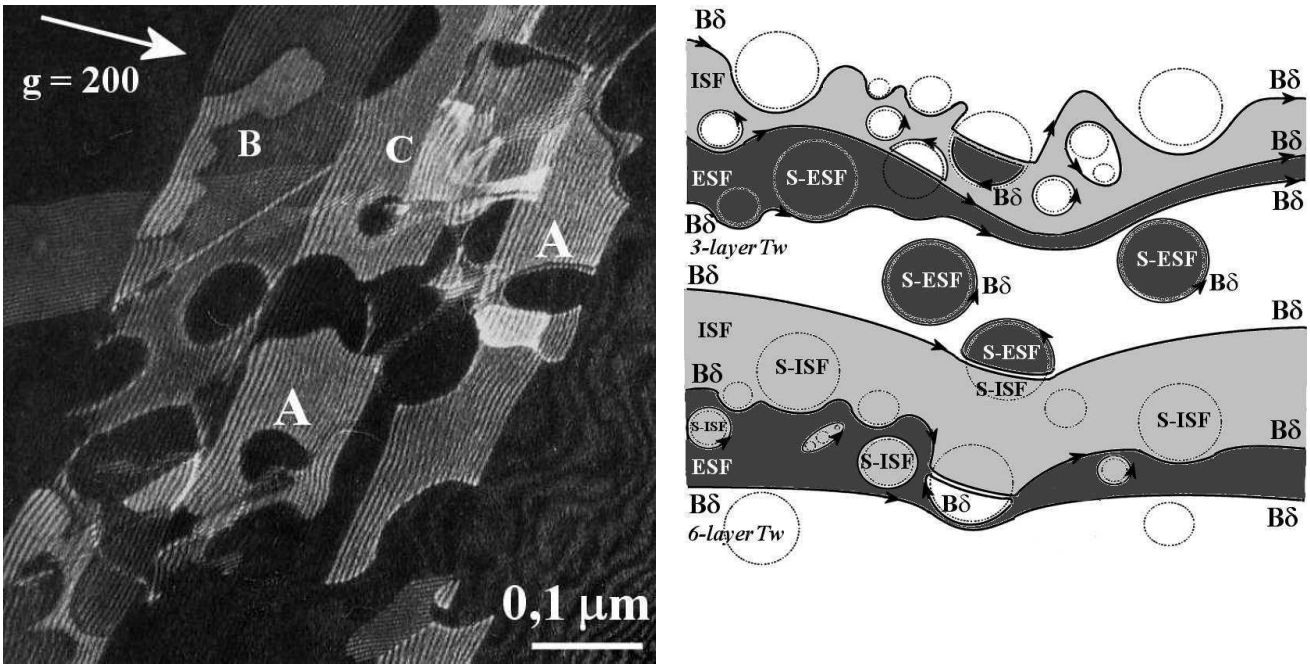
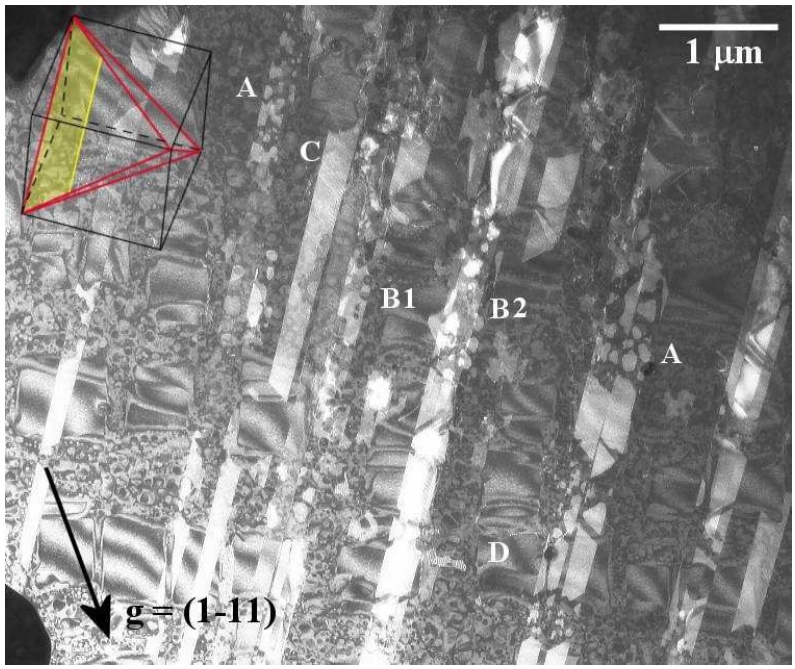


*Figure 208 : Maclage avec réarrangement atomique dans la direction Tw dans l'**Astroloy** déformé de 0,5% à 700°C. a) contournement en A, cisaillement avec formation DEES en B et macle naissante en C **[Saint Antonin, 1991],** b) Schéma du maclage **[Nazé, 2010]**.*

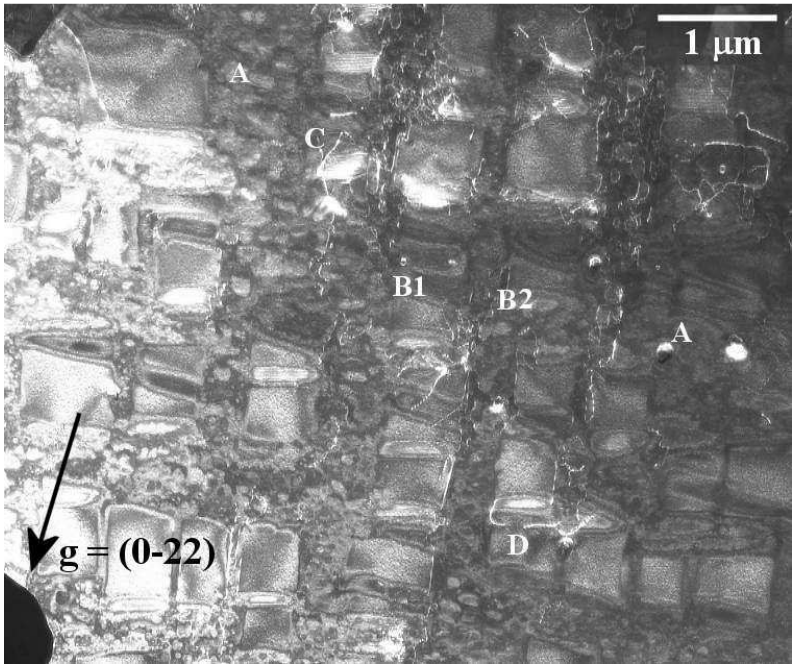
Dans l'alliage AD5 flué à 700°C sous 650 MPa (*Figure 209a*), de nombreux précipités γ' présentent des défauts d'empilement (en A) qui s'étendent parfois à la matrice lorsque la proximité de plusieurs précipités voisins prédispose énergétiquement à cette configuration. En revanche, en B1 les premières partielles de la matrice ont contourné les précipités (tête de configuration de la *Figure 208b*) et laissent derrière elles un DEI dans la matrice, ou bien au contraire, en B2, cisaillent à nouveau les précipités γ'sur un fond de DEI déjà existant. Sur la droite de la figure les plus gros précipités γ', ceux de taille juste submicronique, ont été traversés par deux partielles δB qui y ont laissé un DEES alors qu'en C une micromacle comportant un plus grand nombre de δB vient buter sur l'un de ces précipités qui n'a pu être franchi. On remarque aussi que l'espacement entre bandes de glissement activées correspond à celui des groupes de gros γ' qu'elles ont des difficultés à cisailler.

Dans cette région de la lame mince, l'orientation du grain et des contraintes locales était telle qu'une seule famille de plans de glissement était activée : la famille (-111) vue la direction des traces d'intersection du plan avec la lame mince (et non (111) dont les traces seraient inclinées vers 11h). Toutes les lames examinées ont été prélevées dans des sections d'éprouvette perpendiculaires à l'axe, donc à la contrainte macroscopique appliquée. Dans cette même région de la lame mince, examinée sur un champ sombre (0-22), des dislocations parfaites de la matrice sont maintenant visibles et situées dans les interfaces γ- γ' qui les retiennent très efficacement du fait du misfit γ- γ' (voir § 6.3.2.4). Seules des dislocations de vecteur de Burgers a/2[011] seraient invisibles sur cette micrographie mais il y a fort peu de chance qu'il s'en trouve puisque cette direction est voisine de la normale au grain et de la contrainte appliquée.

a)



b)



c)

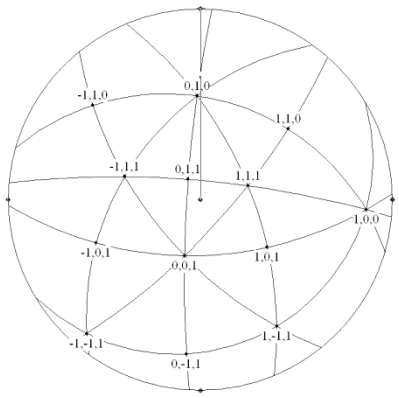


Figure 209 : Micrographies MET en champ sombre montrant - a) des mécanismes couplés de contournement par des partielles Bδ en (B1), puis de cisaillement avec formation de DEES en (A) et formation de micromacles en C,

b) dans la même zone, des dislocations parfaites de la matrice,

c) projection stéréographique de la zone observée.

AD5 Sub 650MPa/700°C ε_p=0,45% en 6240h.

Images Loïc Nazé.

Dans un grain d'orientation voisine de (111), trois plans de glissement sont simultanément activés (*Figure 210*). Le contournement des précipités γ' secondaires y est fréquent (en A) et les micromacles qui leur succèdent sont assez étendues mais ne parviennent pas à traverser les gros γ' submicroniques (voir en B). On constate donc la grande généralité de ces types de mécanismes dans cet alliage à 700°C en fluage. La teneur en Co de 15 at.% de AD5, élément qui abaisse l'énergie de défaut d'empilement dans les deux phases, facilite peut-être un peu leur développement ; il faut cependant remarquer que **Knowles [2003]** observe les mêmes mécanismes dans le CMSX-4 (teneur en Co ≈ 10 at.%) dans des conditions de sollicitation semblables.

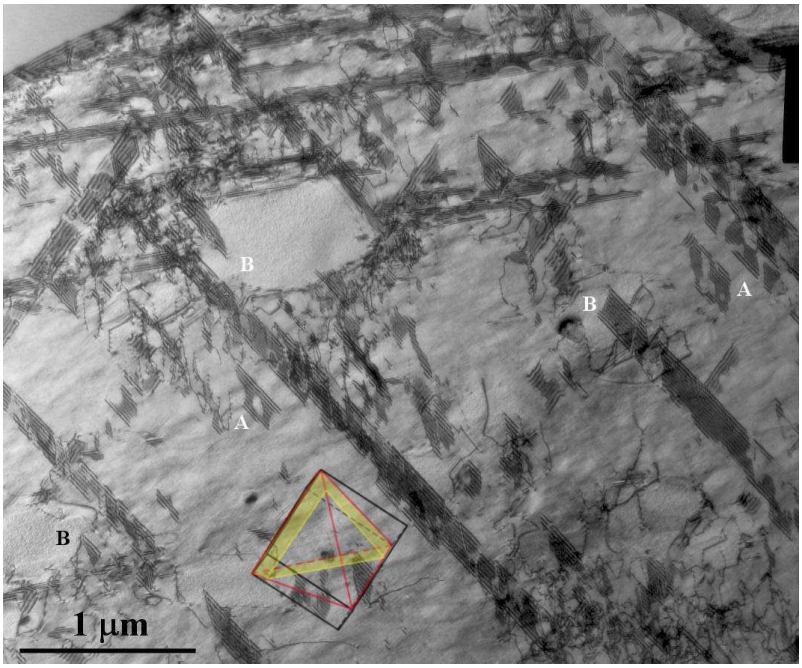
De nombreuses dislocations parfaites sont également visibles dans ce grain et s'accumulent en particulier contre les gros précipités γ' (*Figure 210b*) ; elles se placent initialement à l'intersection de leur plan de glissement avec la facette [001] du cuboïde γ' qu'elles rencontrent. Par exemple, en M (*Figure 210b*) les longues dislocations de direction [0-11], voisines du plan de la lame et de vecteur de Burgers ½[-101], se placent à l'intersection de leur plan de glissement (111) avec la face (100) du cuboïde γ'. Dans l'interface γ–γ', ces dislocations, placées à 60° de leur vecteur de Burgers se réorientent par montée vers une orientation pur coin (en M vers [010]) et/ou se recombinent pour former des réseaux qui minimisent l'énergie élastique du système (cf. 6.3.2.4 et *Figure 219b*).

6.3.2.3 Réexamen de l'optimisation cisaillement/contournement

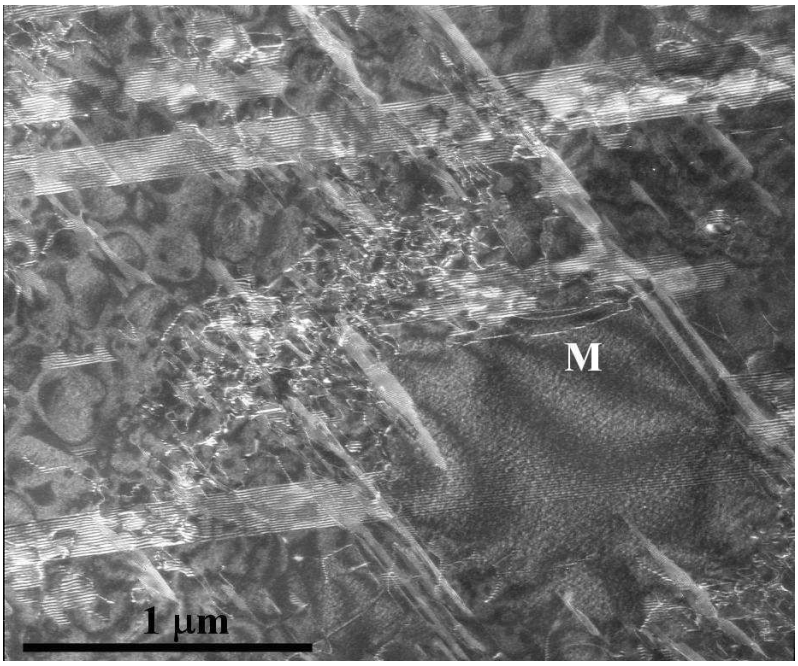
On constate dans la pratique que le cisaillement des précipités γ' par paires de dislocations parfaites étroitement liées peut être remplacé, pour les tailles de précipités intermédiaires, par un mécanisme de contournement de la première dislocation qui attend la seconde pour cisailler le précipité ainsi que le montre la *Figure 211* relative à du Waspaloy déformé à 750°C **[Guimier, 1970].** Ces observations ont été généralisées et formalisées par un modèle proposé par **Reppich [1985]** qui montre ainsi que le pic de contrainte attendu pour une taille de précipités optimisée n'est pas atteint (*Figure 212*), mais qu'il est remplacé par un pic moins élevé en contrainte et qui dépend, comme dans la modélisation proposée par Gleiter, de la fraction volumique de précipités γ' et de l'énergie de défaut de antiphase.

De plus, **Saint-Antonin [1992]** a observé dans l'Astroloy, que les dislocations parfaites de la matrice, lorsqu'elles se dissocient en partielles de Shockley (*Figure 208*) peuvent contourner plus facilement des précipités assez rapprochés, du fait de leur tension de ligne bien inférieure à celle d'une parfaite. Ces observations ont été généralisées à de nombreux alliages **[Douin, 2007]** et en particulier à l'AD5, comme les micrographies précédentes l'ont montré. L'allure générale de la courbe décrivant le contournement reste la même (*Figure 212*), sa position moyenne a ici été calculée pour une fraction volumique moyenne de γ' de 40 %, une énergie de défaut d'empilement de la matrice de 50 mJ/m² et une énergie de défaut d'antiphase de 150 mJ/m² pour la phase γ'.

a)



b)



c)

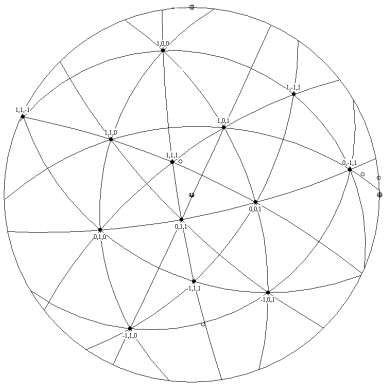
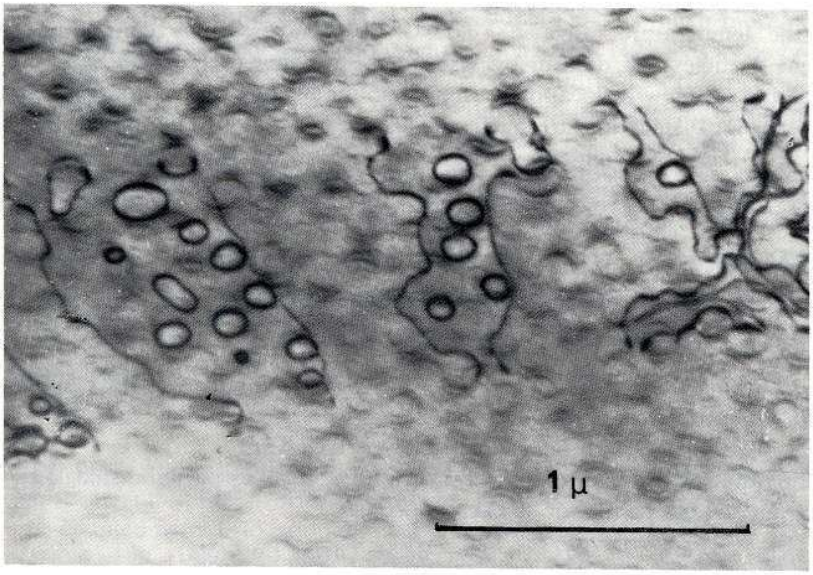


Figure 210 : a) champ clair -b) champ sombre

c) Projection stéréographique de la lame

Mécanismes de contournement de γ' en A , de blocage par des gros γ', des DEES et/ou des micromacles en B et de piégeage de dislocations parfaites en M.

<u>AD5 Sub 650MPa/700°C ε_p=0,45% en 6240h</u>
Images Loïc Nazé.



Combined Orowan by-passing and cutting by pairs of dislocation in Waspaloy at 750°C
GUIMIER and STRUDEL [1970]

Figure 211 : Découplage des paires de dislocations parfaites de γ lors du franchissement des précipités. **[Guimier, 1970]**

Par ailleurs, nous avons également observé que le cisaillement des fins précipités γ' ne se faisait pas par paires de parfaites, mais par formation de défauts d'empilement de surstructure (DEIS ou DEES) dont l'énergie peut être grossièrement estimée à une valeur proche mais légèrement supérieure à celle de la matrice : 70mJ/m² par exemple. On obtient ainsi deux nouvelles courbes tracées en pointillés sur la *Figure 212*, qui décrivent grossièrement le passage du cisaillement par défaut d'empilement de surstructure au contournement de type Orowan par des dislocations partielles de type Bδ.

On comprend, grâce à cette modélisation, tout l'intérêt que présente une distribution hétérogène de précipités γ'. En effet, pour une distribution homogène étroite de précipités ayant une taille moyenne bien déterminée (300 nm, courbe bleue de la *Figure 212b*), une configuration de dislocations se constituera et pourra, soit cisailler de bout en bout le grain métallurgique, soit contourner tous les précipités de ce même grain sans avoir à recourir à aucun changement de mécanismes au cours de sa propagation.

Par contre, si l'on est en présence, à l'intérieur du grain, de diverses populations plus ou moins étalées de précipités γ' de tailles moyennes différentes (courbes rouges, *Figure 212*), alors, les configurations de dislocations formées pour le cisaillement des précipités des plus petits précipités (<100 nm) par des défauts d'empilement de surstructure viendront buter contre les populations de plus gros précipités (≈200 nm et submicroniques) qu'elles ne pourront pénétrer par cisaillement (*Figure 210*). Les dislocations devront se recombiner pour constituer des configurations propres aux mécanismes de contournement. Inversement, ces dernières configurations verront leur progression stoppée lorsqu'elles parcourront une autre région du grain où les populations de distribution en taille sont beaucoup plus fines, puisqu'elles ne pourraient la traverser qu'au prix d'une contrainte appliquée beaucoup plus importante.

La distribution hétérogène décrite par la courbe rouge de la *Figure 212b* est celle obtenue sur l'alliage AD5 après le traitement dit « subsolvus », qui préserve d'une part les gros précipités intergranulaires empêchant la croissance de grains mais aussi une population importante de précipités γ' intragranulaires de grosse taille (≤ 1µm), et crée d'autre part deux populations de précipités γ' de taille situées de part et d'autre de la taille critique de transition cisaillement/contournement. Ceci explique la grande richesse de mécanismes de déformation rencontrés dans les lames minces tirées des éprouvettes déformées en fluage à 700° C.

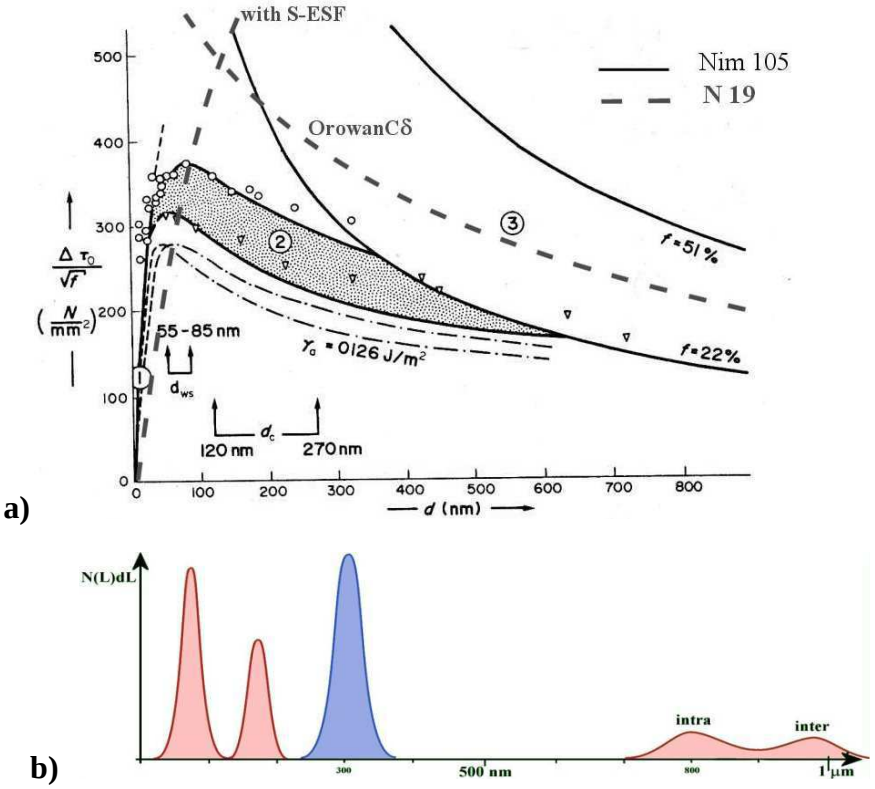


Figure 212 : a) Modèle de Reppich, tenant compte de nouveaux mécanismes de déformation et cisaillement par S-ESF+contournement par Cδ dans AD5 –b) Histogrammes schématiques de distributions homogène (Supersolvus en bleue) et hétérogène (Subsolvus en rouge) de précipités γ' dans AD5 **[Reppich, 1982].**

Cependant, si l'on souhaite, dans un alliage de composition donnée, cumuler la résistance au fluage intergranulaire apportée par une forte taille de grain et la résistance offerte par les divers modes de durcissement intragranulaires liés à une distribution hétérogène des précipités γ', il sera nécessaire de pratiquer un traitement thermique approprié qui sera précisé dans le § 6.4 concluant le chapitre.

6.3.2.4 Mécanismes de piégeage des dislocations parfaites

Afin de mettre en évidence les caractères essentiels ou spécifiques des courbes de fluage ε(t), il est indispensable de les dériver par rapport au temps et d'utiliser les diverses représentations, linéaires ou logarithmiques de la vitesse de déformation en fonction, soit du temps, soit de la déformation. Reprenons, par exemple, les courbes de fluage à 700° C de l'alliage 88-AA (cf. *Figure 117*, chapitre 4) afin de les comparer à une courbe conventionnelle de fluage d'une matrice austénitique (Courbe bleue de la *Figure 213*). Cette dernière débute par un fluage primaire, suivi d'un stade secondaire à vitesse quasi constante et se termine par un stade tertiaire conduisant à la rupture. Par contre, les courbes obtenues sur l'alliage 88-AA présentent un stade primaire très court menant immédiatement à un minimum très prononcé de la vitesse de fluage suivi, dans cette représentation, par une croissance parabolique de la vitesse de fluage. Ce déficit prolongé des vitesses de fluage au début de la vie du matériau, qui caractérise toutes les matrices austénitiques capables de précipiter des γ' de misfit négatif, assure également une déformation plastique moindre pendant des centaines ou des milliers d'heures sous des contraintes élevées : cette propriété est donc très intéressante dans la pratique industrielle.

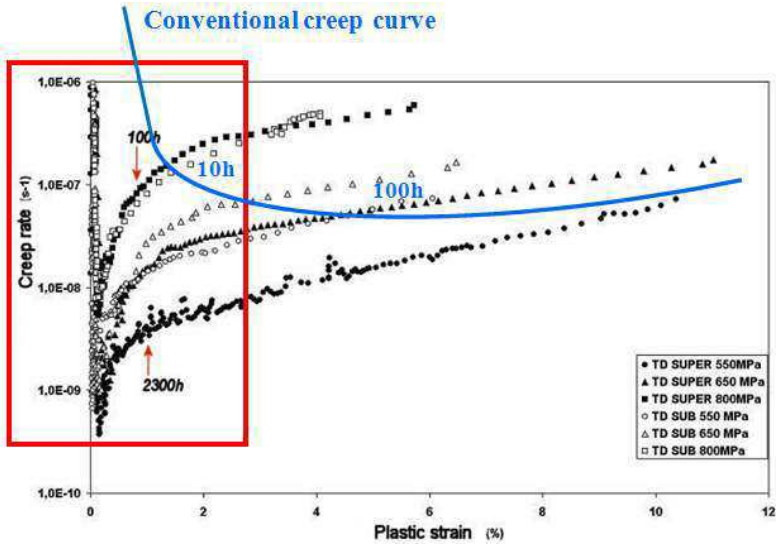


Figure 213 : Courbes de fluage de l'alliage 88-AA à 700°C sous diverses contraintes montrant le déficit de déformation et de vitesse de déformation de l'alliage biphasé par rapport à une matrice austénitique monophasée.

Ce phénomène est très généralement observé dans les superalliages base nickel lors d'essais à haute température, même dans les structures monocristallines testées au dessus de 1000°C ainsi que le montrent les travaux de **Pyczak & al [2009],** qui, par ailleurs, établissent clairement la corrélation entre cette forme de courbe très particulière et l'intensité du misfit γ-γ', accentuée par un choix de composition spécifique : ici par exemple, l'adjonction simultanée de Re et de Ru (*Figure 214*). De plus, **Zhang & al [2005]** ont confirmé, par de nombreuses observations en MET, que, dans les structures monocristallines, ce phénomène est également lié à la constitution de réseaux de dislocations d'interface, très denses et quasi périodiques qui accompagnent la mise en radeau des cuboïdes γ' (*Figure 215*).

Une interprétation de ce phénomène a été proposée par **Strudel [2007],** basée sur la relaxation élastique, selon l'axe de traction [001] des couloirs de matrice perpendiculaires à cette direction. Grâce à l'afflux de dislocations parfaites de la matrice dans ces couloirs, elles y sont attirées préférentiellement du fait qu'elles contribuent à compenser le misfit alors qu'elles sont repoussées par les deux autres couloirs verticaux, couloirs [100] et [010], parallèles à la direction [001], dans lesquels elles aggraveraient le misfit.

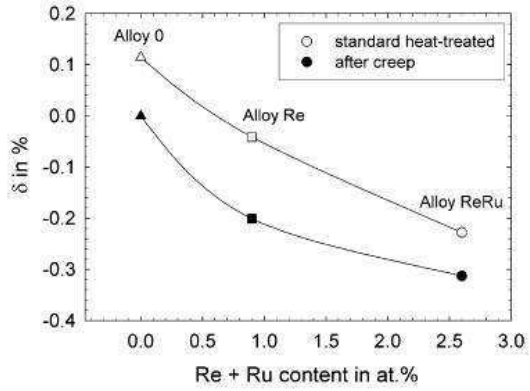


Fig. 6. Dependence of the lattice misfit measured in the standard heat-treated state (open symbols) and subsequent to creep (filled symbols) on rhenium and ruthenium content.

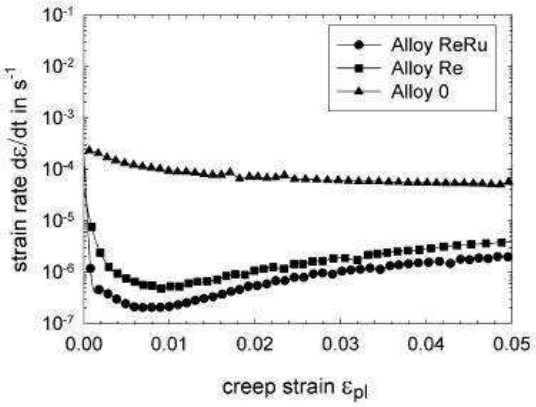


Fig. 4. Strain rate vs. plastic strain for the alloys investigated in the present work during creep in compression with an applied load of 137 MPa at a temperature of 1100 °C.

Figure 214 : Corrélation entre l'intensité du misfit γ–γ' et le creux de vitesse de fluage dans des alliages monocristallins à haute température ***[Pyczak, 2009].***

Dans un premier temps, afin d'appréhender les différentes composantes des champs de contrainte mis en jeu, il est plus simple d'étudier le cas schématique et idéalisé d'un monocristal d'orientation [001] contenant des précipités γ' cubiques de même taille et alignés périodiquement selon les trois directions du cube. Considérons tout d'abord (*Figure 216a*) le champ de contrainte (en 2D), engendré par la différence de paramètres entre la phase γ' et la phase γ en présence d'un misfit négatif : $a_{\gamma'}<a_{\gamma}$. Ce champ a été calculé dans chacune des phases par **Pollock & Argon [1992]** et cartographié dans 1/4 de cube par un modèle 2D résumé sur la *Figure 217a*. On constate que l'écart paramétrique entre phases provoque dans les couloirs de matrice γ (en 3D) une compression plane biaxiale dans le plan Oxy du couloir, équivalente à une traction uniaxiale selon Oz, perpendiculaire au plan du couloir de matrice. Lorsque l'on superpose à ce champ de contrainte interne, qui s'est développé au cours de la croissance des précipités, le champ de la contrainte appliquée uniaxiale de direction [001], on aggrave alors l'état d'élongation élastique des couloirs de matrice perpendiculaires à cette direction (*Figure 216b*), et l'on réduit partiellement celui des couloirs verticaux.

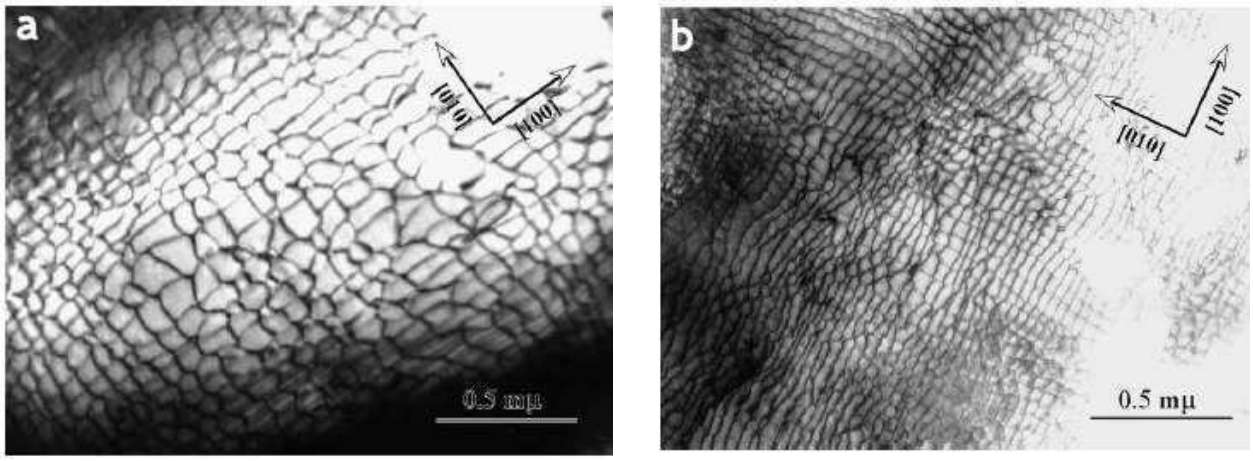
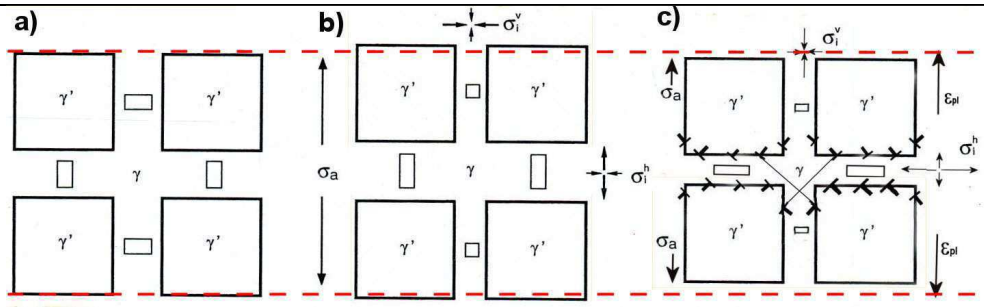


Figure 215 : Réseaux de dislocations d'interface après fluage à 1100°C. Noter les orientations <100> dominantes et les mailles plus serrées dans l'alliage à plus fort misfit (Re+Ru) en b). ***[Zhang, 2005]***

Enfin, il s'agit maintenant de considérer le champ de contrainte engendré par les dipôles de dislocations coins rectilignes, déposés dans les interfaces γ–γ' lors de la plastification du cristal. Un calcul analytique de ce champ a été publié par **Carry [1979]** dans l'hypothèse simplificatrice où les deux phases ont le même module (reproduit sur la *Figure 217b*). Les lignes de dislocations perpendiculaires à la figure constituent des murs de dipôles (dislocations coins de signes opposés), qui compenseraient ici un misfit γ–γ' de signe positif. On constate que la principale composante du champ est une compression uniaxiale selon l'axe Oy pris ici parallèle au plan du mur dipolaire et perpendiculaire aux lignes de dislocation. Si l'on transpose ce résultat à la *Figure 216c*, dans laquelle le demi-plan supplémentaire des dislocations coin est de sens opposé (misfit négatif) et le couloir est horizontal au lieu d'être vertical, on constate que la superposition de ces trois champs de contrainte conduit à créer dans les couloirs horizontaux de la matrice, un état de tension biaxiale dans leur plan, ou encore de compression uniaxiale selon [001]. La déformation totale qui en résulte est exactement opposée, dans ces couloirs horizontaux au champ de déformation initial créé par le misfit seul.



Misfit seul	Misfit + Contrainte appl σ_a	Misfit+σ_a+champ dislocations

Figure 216 : Superposition de trois champs de contrainte conduisant à la relaxation des contraintes internes initiales des couloirs de matrice horizontaux et au fluage négatif. ***[Strudel, 2007]***

Les schémas successifs de la *Figure 216* résument l'effet de l'application d'une contrainte uniaxiale verticale, lorsqu'elle provoque une plasticité générant des dislocations qui viennent se placer à l'interface γ-γ' des couloirs horizontaux de matrice. Comme l'indiquent les pointillés rouges, il en résulte une relaxation élastique de ces couloirs, dont l'amplitude est telle que la structure γ-γ', bien que sollicitée en traction par la contrainte appliquée, se contracte au lieu de s'allonger. Ce résultat apparemment paradoxal a cependant été observé expérimentalement à plusieurs reprises **[Reppich, 1984 ; Timmins, 1986]** sous le terme de « fluage négatif » et parfois interprété comme résultant de la mise en radeau des cuboïdes **[Louchet, 1995].** Si ce phénomène est bien actif et prépondérant pendant la mise en radeaux des structures γ-γ' dans les monocristaux, en revanche, il ne doit pas être restreint à cette configuration particulière de l'organisation des précipités γ', mais au contraire être généralisé à toute microstructure contenant des précipités γ' présentant un écart paramétrique avec la matrice, quelles que soient la taille, la distribution et/ou la fraction volumique de ces précipités. On peut citer l'exemple de l'alliage 800 **[Abd El Azim, 1996]** qui contient une fraction volumique extrêmement faible de précipités γ' (1 à 2 %), et dont les courbes de fluage dérivées sous 26 et 40 MPa à 600° C, présentent bien un minimum marqué avant un long plateau à vitesse constante (*Figure 218*). Grâce à des calculs de dynamique moléculaire, destinés à modéliser l'interaction d'une dislocation avec de petits précipités γ' de 6 nm présentant un misfit avec la matrice, **Rae [2010]** a trouvé un minimum d'énergie d'interaction lorsque la dislocation parvient au contact avec la particule en prenant une orientation coin.

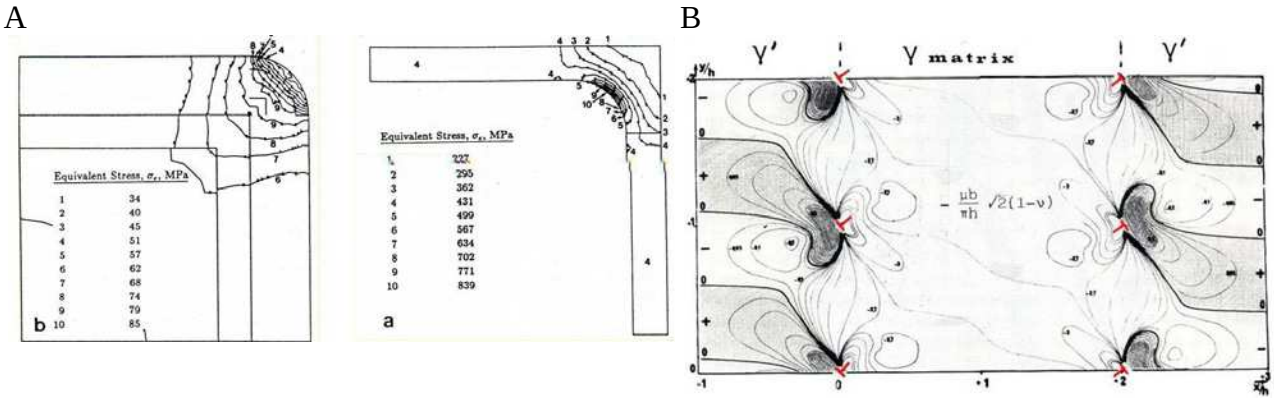


Figure 217 : Champs de contrainte A) créé par le misfit γ–γ' dans a) la matrice γ et b) le précipité γ' d'après ***Pollock & al. [1992]*** *– B) créé par des murs dipolaires de dislocations* ***[Carry, 1979].***

Une évaluation sommaire mais rapide de la distance d'équilibre L entre dislocations coin rectilignes de vecteur de Burgers b, alignées dans les interfaces γ–γ', selon les axes du cube peut être faite à l'aide de l'expression :

$$L = b/\delta \qquad \textit{Formule de Brooks}$$

où δ est la valeur du misfit γ-γ'. Dans ces conditions, le misfit est compensé au mieux en moyenne et les contraintes internes présentes initialement dans le cristal γ–γ' sont relaxées **[Lasalmonie, 1975].** La minimisation de l'énergie d'interaction entre réseaux de dislocations coin de vecteurs de Burgers b = a/2<011> alignées selon les axes du cube <100> dans les interfaces γ-γ' des couloirs {100} de la matrice, a été modélisée en détail par FEM par **Ratel [2010]** et confirme bien le phénomène de relaxation des contraintes induites par le misfit dans ces couloirs.

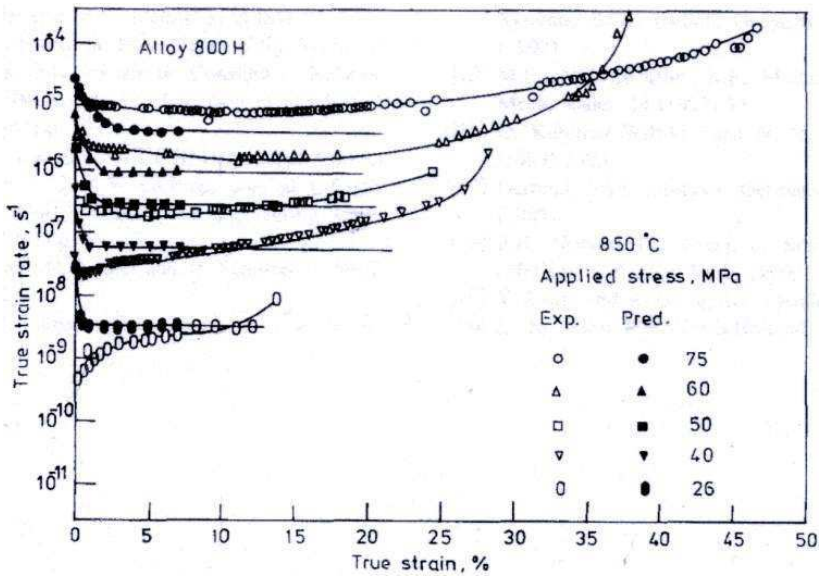


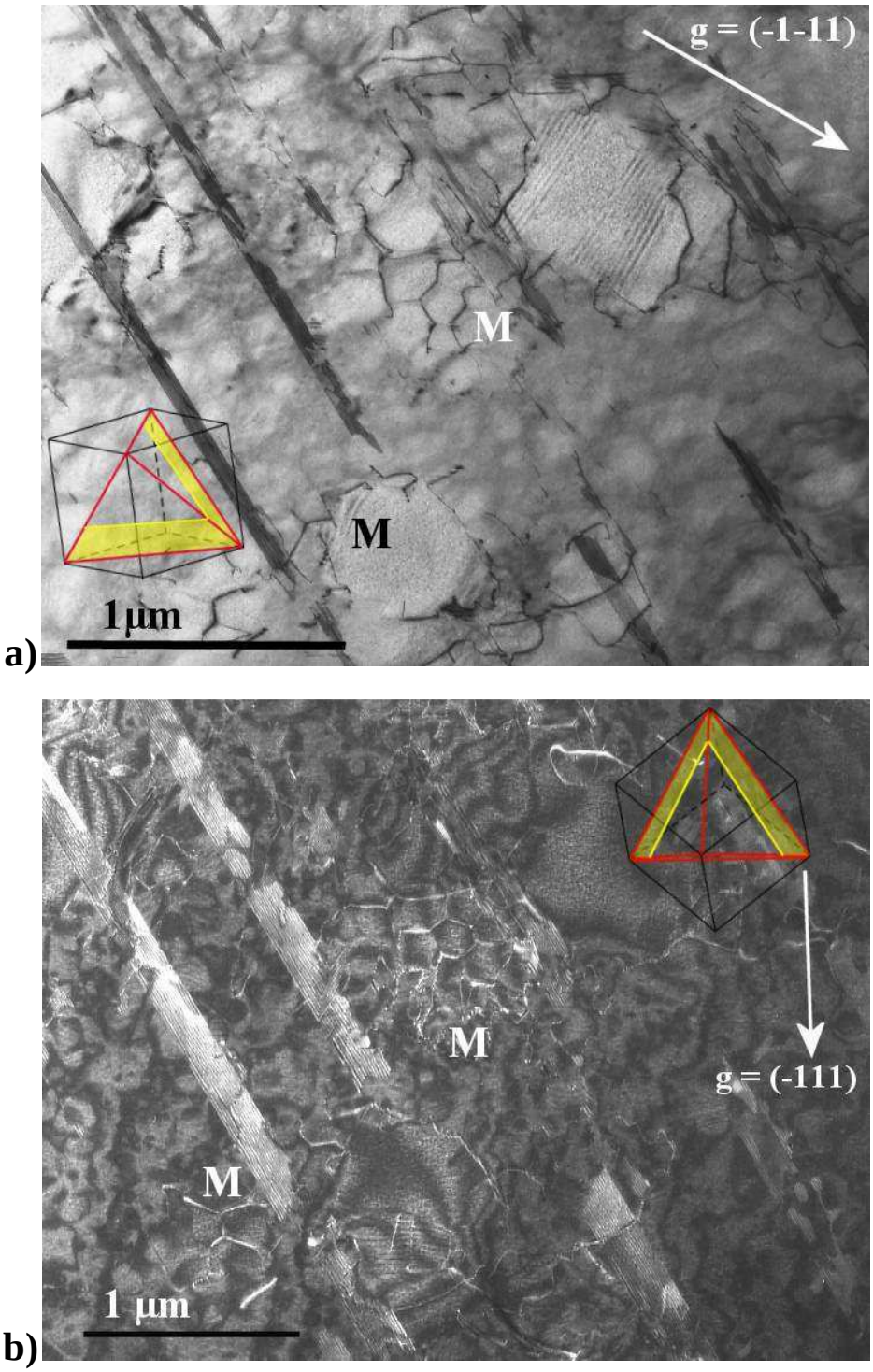
Figure 218 : Courbes de fluage de l'alliage 800, à 600° C. Remarquer sous 26 et 40 MPa le minimum de la vitesse de fluage qui précède un long plateau à vitesse constante. ***[Abd El Azim, 1996]***

L'importance en temps et en déficit de déformation que provoque ce phénomène de relaxation élastique et de captation des dislocations mobiles de la matrice jusque dans les alliages polycristallins est mise en évidence sur la *Figure 213.* Cependant, même pour la plus basse contrainte appliquée, qui est ici de 550 MPa, la vitesse de fluage, bien qu'elle passe par un minimum marqué au cours des premières heures de l'essai, n'en devient pas pour autant négative. Pour cela, il aurait fallu appliquer une contrainte d'essai inférieure et l'on devrait alors utiliser une représentation graphique linéaire de la vitesse (plutôt que logarithmique) afin de pouvoir laisser apparaître des valeurs négatives de la vitesse de fluage. C'est effectivement ce qui été réalisé pour les essais à 700° C, sous 650 MPa sur les divers alliages de l'étude, qu'ils soient traités en subsolvus (*Figure 189b*, chapitre 5), ou en supersolvus (*Figure 190b*, chapitre 5).

Rappelons que, sur ces figures, la déformation *totale* (élastique + plastique) a été représentée en fonction du logarithme du temps. Dans un cas comme dans l'autre, on y constate pendant les minutes qui suivent la mise en charge, un accroissement de déformation provoqué par la multiplication des dislocations sous l'effet de la contrainte appliquée (fluage primaire très court), puis dans un second temps (100 premières heures) une décroissance de la déformation totale (proche de 10^{-3} pour AD5), donc une vitesse de fluage négative, pour les alliages les plus résistants comme AD5 ou un plateau de plusieurs centaines d'heures pour les autres. Enfin, dans un troisième temps pour AD5, un plateau de déformation (vitesse de fluage nulle) qui dure plusieurs centaines d'heures, avant que ne reprenne la déformation plastique qui s'accélère à long terme. Pour les alliages traités supersolvus, à la même température de 700°C, mais sous une contrainte un peu plus forte, de 700 MPa (*Figure 191b*), la déformation initiale est plus importante, mais les caractères des courbes décrits précédemment restent les mêmes. Cependant, seul l'alliage le plus résistant, AD5 présente une phase de fluage négative au cours des 200 premières heures.

A l'examen de lames minces en MET, on a constaté au paragraphe précédent que de nombreuses dislocations parfaites de la matrice étaient piégées et retenues dans les interfaces γ-γ'. Ceci est confirmé par les micrographies en MET prises sur une lame mince prélevée dans une éprouvette d'alliage AD5 flué à 700° C sous 650 MPa après plus de 6000 h (*Figure 219*). On y observe, d'une part des dislocations dissociées créant des bandes de défauts d'empilement de divers types et des micromacles, d'autre part de nombreuses dislocations parfaites de la matrice arrangées entre elles sous forme de réseaux maillés dont certains segments sont invisibles du fait de la règle g.b = 0. Les réseaux d'équilibre situés aux interfaces γ-γ' et destinés à compenser le misfit ont été décrits dans le détail par **Lasalmonie et Strudel [1975].** Leur arrangement en mailles hexagonales apparaît sur les faces {111} des précipités qui se développent lorsque les dislocations possédant les trois vecteurs de Burgers de ce même plan se recombinent en prenant des directions coin pures. C'est dans cette position qu'elles sont le mieux à même de compenser le misfit et c'est ce type de maillage que l'on observe en M (*Figure 219*) dans un grain d'orientation voisine de [111] (voir projection stéréographique), c'est à dire de l'axe de la contrainte appliquée où il est vraisemblable que les facteurs de Schmid pour deux des vecteurs de Burgers soient très favorables. La 3ème branche du réseau se forme par combinaison des deux précédentes.

Cet effet de piégeage des dislocations et de relaxation élastique de la matrice au voisinage des précipités γ' étant d'autant plus important que le misfit γ-γ' est grand, il apparaît donc primordial de se préoccuper d'assurer à l'alliage par le choix de sa composition, un misfit négatif important, qui se maintienne autant que faire se peut aux températures les plus élevées du domaine de service envisagé.



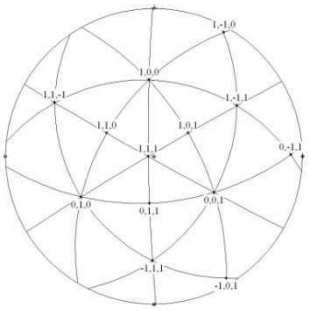


Figure 219 : a) Champ clair (-1-11) et b) Champ sombre (-111) d'une même zone montrant le double rôle des gros précipités γ' en M : 1- arrêter la propagation des bandes de glissement plan DEES + micromacles. 2-retenir, par effet de misfit, les dislocations de la matrice qui forment de réseaux coin dans leur interface.

AD5 Sub 650MPa/700°C $\mathcal{E}_p$=0,45% en 6240 h

Images Loïc Nazé.

6.3.3 Conclusion

Afin de synthétiser les différents mécanismes de déformation des structures γ-γ', rencontrés dans les superalliages base de nickel, il est intéressant d'utiliser un diagramme dont l'un des axes est la vitesse de déformation plastique et l'autre la température :

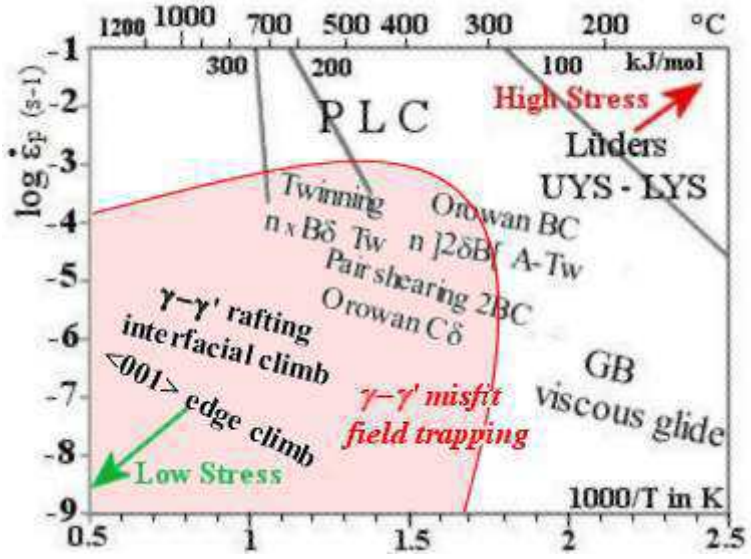


Figure 220 : Carte des mécanismes de déformation rencontrés dans les superalliages à base de nickel à différentes températures ***[Nazé, 2010].***

Dans une telle représentation la contrainte appliquée n'apparaît pas explicitement : en fait elle suit une diagonale du diagramme avec les valeurs maximales en haut et à droite et des valeurs minimales à l'opposé.

Nous pouvons placer aux plus grandes vitesses de déformation macroscopiques et dans un vaste domaine de températures s'étendant de l'ambiante jusque vers 700°C, des modes plastiques hétérogènes provoquant à l'échelle mésoscopique, des localisations de la plasticité dues, soit au vieillissement statique (bande de Lüders), soit au vieillissement dynamique (effet Portevin-Le Chatelier). Ces phénomènes n'étaient pas l'objet de cette thèse, mais ils restent présents dans la plupart des superalliages et certaines de leurs manifestations peuvent être délétères. Il est donc important de les garder à l'esprit.

Pour des vitesses moins importantes, on trouve les mécanismes de contournement de type Orowan par des dislocations parfaites ou de maclage dans la direction A-Tw affectant γ et γ' sans réarrangement atomique de type n]2δB[, dans des essais de traction par exemple. On trouve dans le même domaine de températures et de vitesses, le cisaillement par paires de dislocations parfaites de la matrice 2BC, ainsi que par couples 2BC+2CA de la matrice, associés à des 6Bδ dans les précipités γ' et qui sont souvent précédés de mécanismes de contournement par des partielles de type Orowan Cδ.

Le maclage avec réarrangement atomique dans la direction Tw se situe à plus haute température et pour des vitesses de déformation plus élevées, comme en fluage. Les configurations de tête de ces micromacles sont constituées par des DEIS ou des DEES.

Parmi les mécanismes de durcissement intragranulaires, le piégeage des dislocations de la matrice dans les interfaces γ–γ' par le misfit envahit un vaste domaine situé au dessus de 500° C et s'étendant jusqu'aux très hautes températures dans les monocristaux où il contrôle la mise en radeaux. Il est très efficace en début de déformation plastique où il provoque une hésitation au fluage, des périodes d'incubation et/ou des plateaux à basse vitesse prolongés.

Enfin, pour les plus basses contraintes où la plasticité intragranulaire reste inhibée, le glissement aux joints de grains est une contribution d'autant plus importante à la vitesse de fluage que la taille de grains est petite.

6.3.4 Proposition d'un traitement thermique

Pour des contraintes supérieures à 650 MPa, on a vu que la résistance au fluage de l'alliage AD5 était attribuée à une distribution hétérogène des γ' et à une fraction volumique de phase γ' (Fγ') intragranulaire variable. Comme nous l'avons souligné précédemment, cette microstructure résulte du procédé d'élaboration utilisé à l'échelle exploratoire dont les paramètres, notamment la température de solvus, sont difficilement contrôlables. On propose ici un schéma de principe pour reproduire cette microstructure via un traitement thermique applicable industriellement.

Le traitement de remise en solution devra être suivi d'un refroidissement lent destiné à faire précipiter les deux populations de gros γ' inter- et intra-granulaires. Il devra être prolongé suffisamment bas pour précipiter une fraction volumique de phase γ' excessive. On pourra ainsi poursuivre par un court palier thermique à température plus élevée, au cours duquel la remise en solution partielle des gros précipités rechargera la zone de déplétion en éléments γ'-gènes que leur croissance avait nécessairement provoquée. De cette façon, au cours des phases finales du traitement, destinées au développement des deux populations de fins γ' (secondaires et tertiaires), la répartition de ces dernières entre les gros sera beaucoup plus dense (redissolution partielle des gros γ') et plus proche (effet de rechargement au voisinage).

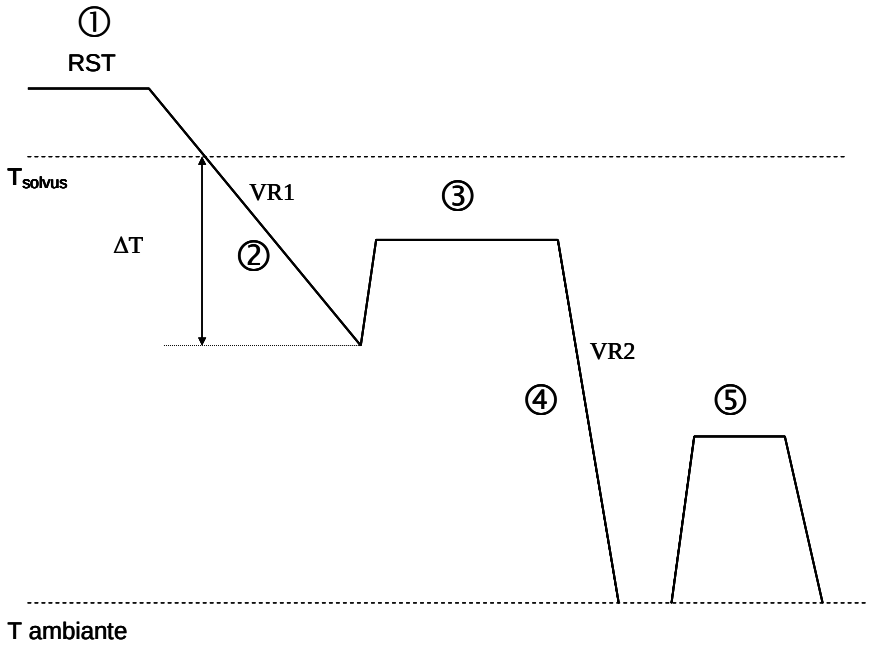


Figure 221 : Schéma de principe du traitement thermique permettant de reproduire une microstructure hétérogène de γ'

① **Remise en solution totale** de la phase γ' (traitement supersolvus) permettant le grossissement de la taille de grain.

②**Refroidissement lent** (vitesse de refroidissement VR1 de l'ordre de 20 à 30°C/min) permettant, en plus de la précipitation de γ' intergranulaires, la précipitation limitée de germes intragranulaires de γ' secondaires de première génération ($\gamma'_{II}{}^{①}$) Le refroidissement est effectué à une température suffisamment basse par rapport à la température de solvus (ΔT) pour permettre leur grossissement.

③ **Remise en solution partielle** (subsolvus) conduisant à une légère dissolution des $\gamma'_{II}{}^{①}$ et une redistribution homogène en éléments γ'-gènes dans l'ensemble de la matrice.

④ **Refroidissement « rapide »** (vitesse de refroidissement VR2 de l'ordre de 100 à 140°C/min) conduisant à la précipitation intragranulaire puis au grossissement de γ' secondaires de seconde génération ($\gamma'_{II}{}^{②}$) et enfin, à plus basse température, de γ'_{III}.

⑤**Revenu** permettant l'homogénéisation en taille des $\gamma'_{III.}$

Les différents paramètres (ΔT, VR1, VR2, Température et délai des remises en solution et du revenu) doivent être bien évidemment déterminés et optimisés en fonction de la composition de l'alliage et de la microstructure souhaitée.

7 Conclusion et perspectives

L'étude qui a porté sur la conception de nouvelles compositions de superalliages base nickel MdP a été réalisée en collaboration avec l'ONERA. L'approche complémentaire des deux laboratoires a permis d'aboutir à l'invention de deux nouvelles compositions – l'une issue des choix finaux de l'ONERA, l'autre de ceux du CDM – répondant largement au cahier des charges industriel de la Snecma. Le déroulement de l'étude en deux grandes phases chronologiques a conduit à l'optimisation des compositions.

Bien qu'il s'agissait d'une étude exploratoire impliquant une élaboration à l'échelle du laboratoire et qu'en conséquence peu de matériau ait été disponible, la validité des résultats obtenus comparativement à ce que l'on peut attendre d'une élaboration industrielle a pu être démontrée : l'élaboration d'un alliage par ET, malgré l'hétérogénéité des compositions et des microstructures, conduit à des résultats d'essais mécaniques comparables à ceux obtenus par le même alliage élaboré par AA.

L'utilisation du procédé d'élaboration par métallurgie des poudres permet une plus grande latitude dans le choix des compositions par rapport à la métallurgie classique. De ce fait, nous avons pu proposer des compositions originales, se démarquant de celles des alliages industriels existants.

La plage de compositions brevetée permet d'obtenir différents modes de durcissement : durcissement par la taille de grain, durcissement de solution solide, durcissement structural et durcissement résultant du misfit γ/γ' qui permet le piégeage des dislocations aux interfaces γ-γ'.

Deux microstructures ont été explorées, l'une basée sur une distribution homogène de la phase γ', obtenue dans notre étude suite à un traitement thermique supersolvus, l'autre comprenant plusieurs populations de précipités γ' de tailles différentes, obtenue par un traitement subsolvus. Pour les deux cas étudiés, les propriétés mécaniques en traction et fluage s'avèrent supérieures à celles des alliages industriels N18 et René88. Cette gamme d'alliages présente notamment une fraction volumique de γ' globale (Fγ') intermédiaire entre celles du N18 et du René88 tout en conservant une densité qui respecte les critères spécifiés par Snecma (d<8,3). Leur stabilité chimique au regard de la précipitation des phases TCP est également assurée.

De plus, on a pu également identifier sur ces alliages des caractéristiques microstructurales originales :

- L'intérêt d'une distribution hétérogène des γ' intragranulaires,
- Une fraction de phase γ' intragranulaire ($F_i\gamma'$) variant d'une zone à l'autre d'un même grain.

En effet, nous avons observé qu'une distribution hétérogène de précipités cisaillables et/ou contournables rend plus difficile la propagation de configurations de défauts dans l'ensemble du grain: ces dislocations parfaites ou partielles, en couple, en paires ou isolées, associées ou non à divers défauts plans (DEIS et DEES dans γ') rencontrent des populations de précipités de tailles différentes (et en conséquence évoluent dans des couloirs de largeur différente) ce qui inhibe leur mouvement ou les contraint à se réarranger.

Cette microstructure intragranulaire optimum a été obtenue par un traitement subsolvus mais nous proposons, pour terminer, le principe d'une gamme de traitement thermique supersolvus susceptible d'aboutir à une microstructure intragranulaire présentant les mêmes caractéristiques : distribution hétérogène des précipités γ' et fraction volumique de phase γ' variable dans le grain. L'étape de remise en solution totale apporterait l'avantage supplémentaire de permettre, par l'optimisation de ses paramètres « température » et « durée », le contrôle de la taille de grain. **[PEA Dartagnan, Thèse en cours Alice Dumont].**

Annexe A1

Estimation de la taille des grains et des précipités γ' secondaires

Taille de grain

Pour chaque alliage expérimental, la taille de grain a été estimée après chacune des deux étapes suivantes du traitement thermique : densification par filage, remise en solution et revenu, et ce, pour chacun des deux traitements thermiques étudiés (sub et supersolvus).

Les normes NF 04-102 et ASTM E112 permettent de définir une taille de grain moyenne pour un matériau polycristallin dense par comptage à partir d'un champ circulaire ou carré. Il s'agit de la méthode planimétrique. Ces estimations ont été effectuées à l'aide du logiciel Image J à partir de calques scannés représentant les joints de grains de différents clichés MEB *(cf. figure A2-1).*

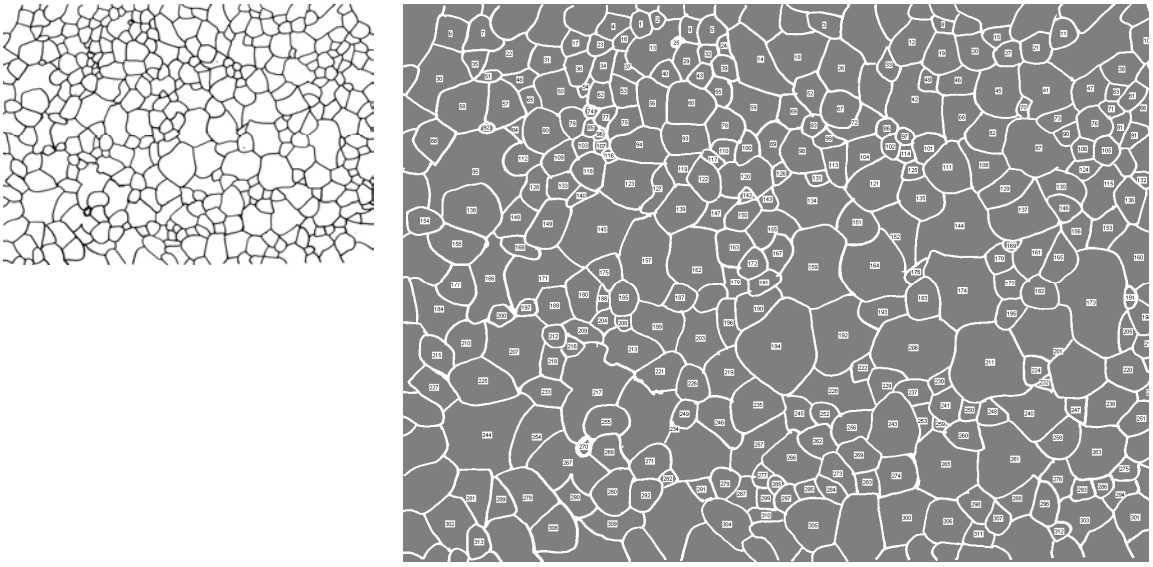


Figure A2-1 : Calques scannés représentant les joints de grains d'une micrographie MEB d'un alliage expérimental.

Le nombre de grains pris en compte est :

$N = n_1 + \frac{n_2}{2}$

Où n1 est le nombre de grains contenus entièrement dans le champ et n2, le nombre de grains coupés par le bord du champ.

Le nombre de grains par unité d'aire est :

$m = \frac{N}{A}$ où A est l'aire du champ, $A = \frac{S * 108}{G^2}$ en µm² avec S, la surface du champ analysée exprimée en cm².

On définit un diamètre équivalent moyen :

dm=$\frac{1}{V_m}$, i.e. le côté d'un carré dont l'aire est égale à l'aire moyenne 1/m.

On approxime la taille de grain moyenne par la valeur de dm.
La taille moyenne du grain est obtenue en divisant la surface totale analysée par le nombre de grains comptés. Selon les alliages, la moyenne est effectuée sur 100 à 2000 grains
La taille de grain est établie après la densification par filage, après le traitement thermique d'une part subsolvus d'autre part supersolvus, soit trois données par alliage.

Taille des précipités γ'

Quelques comptages ont été effectués pour certains alliages afin de déterminer la taille moyenne des précipités γ' secondaires. La difficulté pour établir une taille moyenne par cette méthode est de deux ordres :

- D'une part, afin d'obtenir une statistique pertinente, un grand nombre de clichés doit être analysés : obtenir un cliché champ sombre de précipités γ' secondaires (et tertiaires) n'est pas aussi simple que de réaliser un cliché MEB. De plus, les zones micrographiées contiennent moins de précipités qu'une micrographie MEB ne contient de grains,
- D'autre part, n'oublions pas que les clichés obtenus sont une projection d'une épaisseur de lame. Or, dans ces alliages γ/γ, il est difficile de mesurer précisément une épaisseur (par la technique des taches de carbone par exemple). En effet, les deux phases γ et γ' ne réagissent pas de la même façon au polissage électrolytique et la lame obtenue n'est pas plane, des creux ou des bosses se formant sur les précipités γ'.

En conclusion, obtenir la taille moyenne des précipités γ' secondaires est donc difficile, surtout quand leur forme n'est plus sphérique (cf. précipité en forme de cœur, *figure A2-2*). Nous l'avons donc estimée… à l'œil.

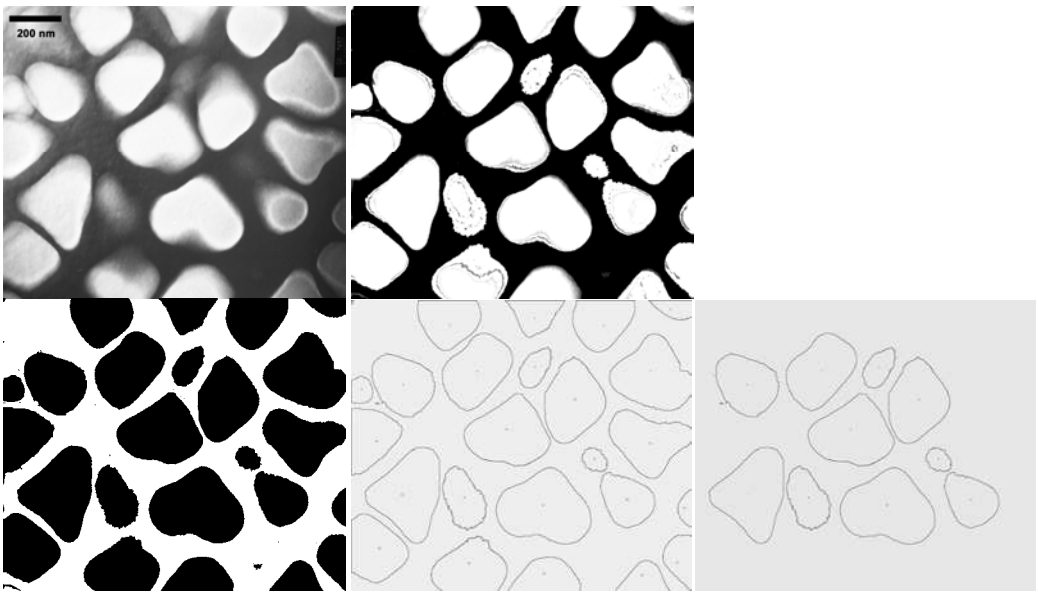


Figure A2-2 : Etapes de traitement d'une micrographie MET nécessaires à la détermination de la taille des précipités γ' secondaires.

Annexe A2

Schéma des éprouvettes d'essais mécaniques

Traction

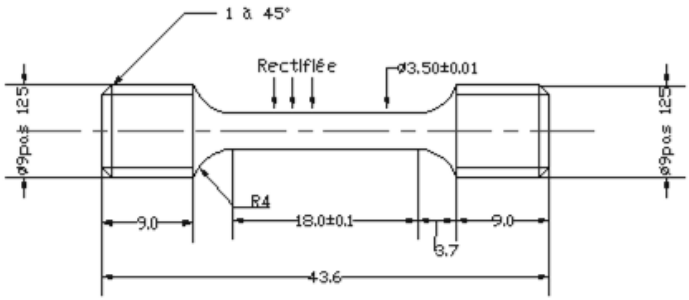


Figure A3-1 : Schéma de l'éprouvette de traction

Fluage

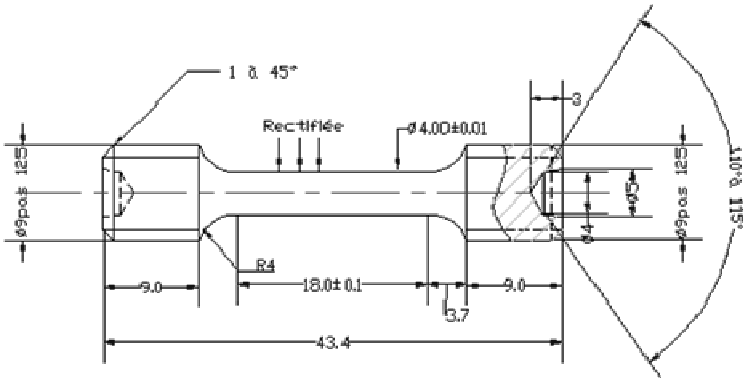


Figure A3-2 : Schéma de l'éprouvette de fluage

Propagation de fissure

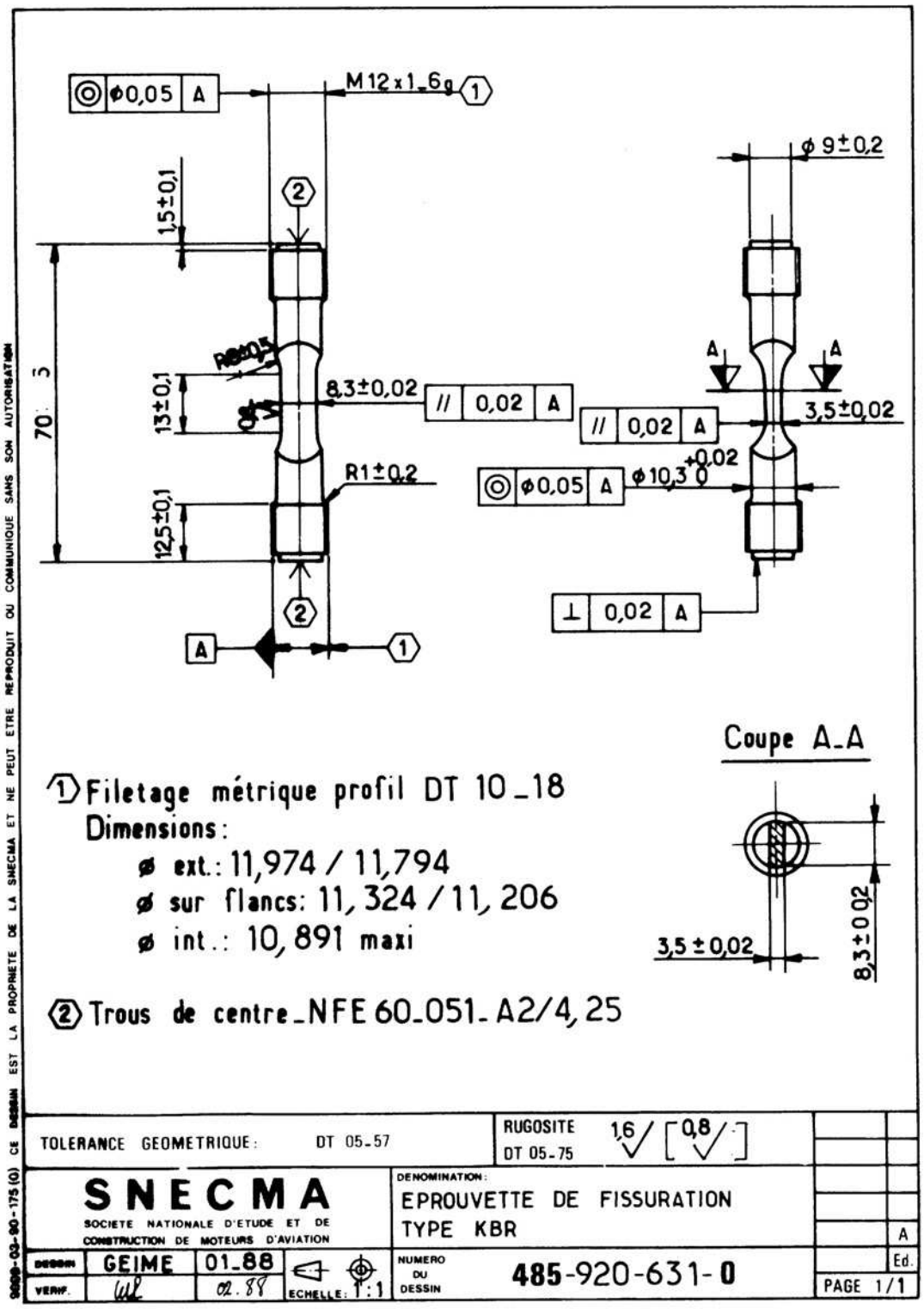


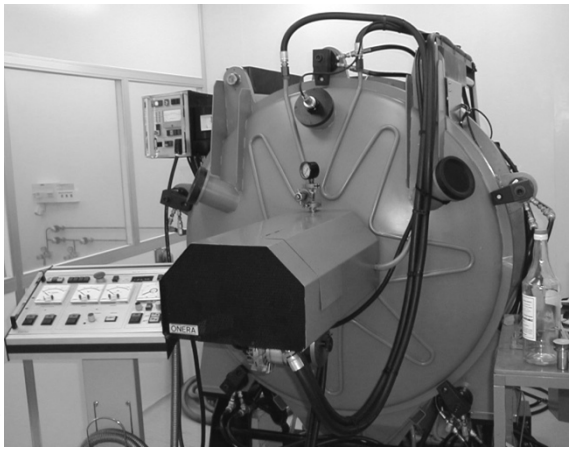
Figure A3-3 : Schéma de l'éprouvette de type KBR de propagation de fissure

Annexe A3

Dispositifs d'élaboration des alliages expérimentaux

a/

b/



c/

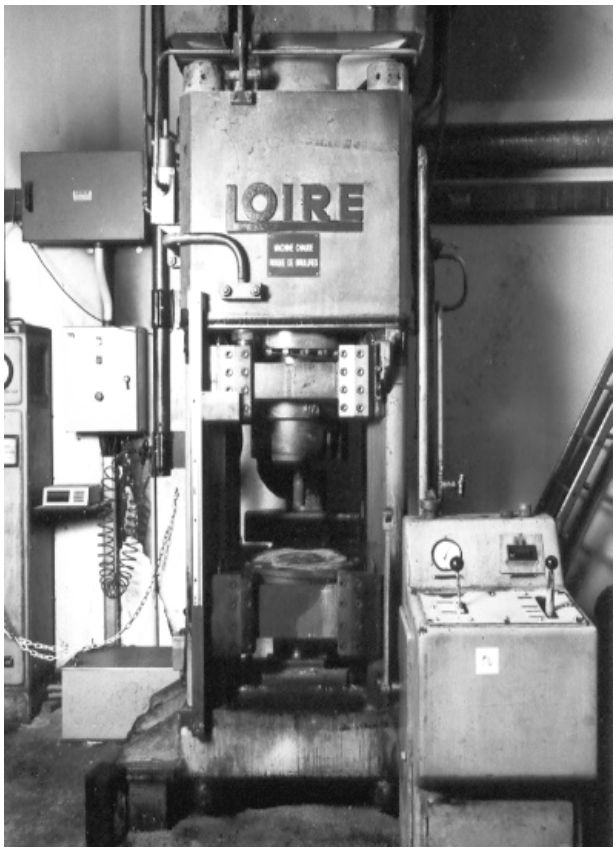


Figure A4-1 : Différents dispositifs utilisés lors de l'élaboration des alliages expérimentaux
a/ Four Leybold : fusion et mélange sous vide secondaire,
b/ Système de pulvérisation par électrode tournante,
c/ Presse de filage

Documents ONERA

Liste des figures

Figure 1 : Schéma de la turbine Guillaume. [1922] _____ 8
Figure 2 : Schéma du turboréacteur Junkers Jumo 004. [Neugebauer, 1942] _____ 9
Figure 3 : Principe du fonctionnement d'un turboréacteur**.** _____ 11
Figure 4 : Moteur Olympus 593. [Mattingly, 2004] _____ 12
Figure 5 : Différents types de matériaux utilisés dans le turboréacteur Olympus 593. [Document Snecma] ___ 12
Figure 6 : Moteur M88-2. [Photo Snecma] _____ 12
Figure 7 : Évolution des matériaux des parties chaudes depuis le M53 jusqu'au M88-2. [Honnorat, 1988]____ 13
Figure 8 : Évolution de la TET depuis 40 ans. [Deyber, 2004] _____ 14
Figure 9 : Évolution des techniques de refroidissement. [Deyber, 2004] _____ 15
Figure 10 : Évolution microstructurale des superalliages base nickel pour aubes de turbine. [Caron, 2004] ___ 16
Figure 11 : Schématisation des différentes étapes de fabrication des aubes de turbine. [Doriath, 1994] _____ 17
Figure 12 : Disque de turbine Haute Pression du moteur M88-2. [Photo Snecma] _____ 18
Figure 13 : Vue schématique de la distribution de températures dans un disque de turbine HP. [Honnorat, 1988] _____ 18
Figure 14 : Schématisation d'une mission type d'un moteur militaire (haut) et d'un moteur civil (bas). [Deyber, 2004] _____ 18
Figure 15 : Représentation schématique du procédé VIM. [Sims, 1987] _____ 21
Figure 16 : Représentation schématique du procédé VAR. [Sims, 1987] _____ 21
Figure 17 : Principales techniques de pulvérisation [Lherbier, 1990] _____ 22
Figure 18 : Schéma de l'atomisation sous argon industrielle. [Honnorat, 1977] _____ 22
Figure 19 : Conditionnement, densification des poudres et mise en forme. [Raisson, 2000] _____ 23
Figure 20 : Coefficient de diffusion de différents éléments d'addition en fonction de leur température de fusion. [Jena, 1984] _____ 28
Figure 21 : Evolution du prix du cobalt entre 1970 et 1999. [Ministère de l'Industrie, 2001] _____ 29
Figure 22 : Evolution du prix du cobalt entre 1989 et 2010. [L'Edito Matières Premières & Devises, 2010] ___ 29
Figure 23 : Influence de la teneur en cobalt sur la tenue en fluage à 732°C sous 552 MPa du Waspaloy. [Maurer, 1980] _____ 29
Figure 24 : Évolution des températures de solvus et de solidus de la phase γ' en fonction de la teneur massique en cobalt dans l'alliage Udimet 700. [Jarret, 1982] _____ 30
Figure 25 : Évolution des températures de solvus de γ' et des carbures en fonction de la teneur massique en cobalt dans l'alliage Nimonic 115. [Jarret, 1984] _____ 30
Figure 26 : Influence de la teneur en cobalt sur le temps à rupture de l'Udimet 700 en fluage à 760°C sous 483 et 586 MPa. [Jarret, 1982]_____ 31
Figure 27 : Influence de la teneur en cobalt sur la vitesse minimale de déformation de l'Udimet 700 en fluage à 760°C sous 483 et 586 MPa. [Jarret, 1982]_____ 31
Figure 28 : Limite d'élasticité à 0,2% en fonction de la concentration atomique de Cr, Mo et W à température ambiante d'alliages binaires Ni-Cr, Ni-Mo, Ni-W. [Pelloux, 1960] _____ 32
Figure 29 : Évolution de l'énergie de faute d'empilement en fonction de la concentration atomique en Cr dans une solution binaire Ni-Cr. [Beeston, 1968] _____ 32
Figure 30 : Évolution de R0,2 et A% en fonction de la concentration atomique en Cr (alliages NA4, NA7 et NA8). [Marty, 1987]_____ 32
Figure 31 : Influence de la teneur en molybdène (%. at.) sur la température de solvus de la phase γ'. [Loomis, 1972] _____ 33
Figure 32 : Influence du taux de substitution W/(Mo+W) sur les propriétés en fluage à 650°C sous 1000MPa sur éprouvette lisse (S) et entaillée (N). [Marty, 1987] _____ 34
Figure 33 : Influence de la concentration en W et du taux de substitution W/(Mo+W) sur les propriétés mécaniques en traction et fluage (W+Mo = 4 %at.). [Locq, 2002a] _____ 35
Figure 34 : Structure CFC. _____ 37
Figure 35 : Structure ordonnée $L1_2$, Ni_3Al (Ni : sphères gris foncé, Al : sphères gris clair). _____ 37
Figure 36 : Influence du misfit γ/γ' sur la tenue en fluage de différents superalliages à 650°C sous 420 MPa. [Sims, 1987] _____ 37
Figure 37 : Arrangement atomique dans le plan {111} de Ni_3Al. [Sims, 1987] _____ 37

Figure 38 : Relation entre fraction volumique de γ' et somme des éléments Al, Ti et Nb (Alliages expérimentaux étudiés par Paintendre [1986a] pour le développement du N18). 37
Figure 39 : Impact de la substitution de l'aluminium par du titane ou du niobium sur la contrainte d'écoulement à 0,2%. [Sims, 1987] 39
Figure 40 : Évolution de la tenue en fluage avec la fraction de phase γ' de divers superalliages. [Decker, 1969] 39
Figure 41 : Précipitation des phases Ni3Nb γ'' et δ dans l'alliage 718. [Spilmont, 1999] 39
Figure 42 : Structure γ'' $D0_{22}$ (Ni : sphères gris foncé, Nb : sphères gris clair). 39
Figure 43 : Influence de l'oxydation sur la vitesse de fissuration du René 95. [Telesman, 2002] 40
Figure 44 : Facteur de sensibilité à l'environnement en fonction de la teneur massique en niobium pour différents superalliages commerciaux. [Gao, 1995] 40
Figure 45 : Influence de la teneur en Nb sur les propriétés mécaniques (Nb+Ti=5,6 % at.). [Locq, 2002a] 41
Figure 46 : Niveaux Md de différents éléments en fonction du rayon métallique. [Morinaga, 1984] 42
Figure 47 : Influence de la teneur en Ta sur les propriétés mécaniques (Ti+Ta=5,6% at.). [Locq, 2002a] 43
Figure 48 : Influence de la teneur en Ta sur la vitesse de propagation de fissure à ΔK=33MPa$\sqrt{m}$ en fatigue avec temps de maintien de 2h à 704°C. [Huron, 2004] 43
Figure 49 : Influence de la présence d'éléments mineurs sur le temps à rupture en fluage à 760°C sous 310 MPa. [Shah, 1988] 45
Figure 50 : Influence de la concentration en bore sur la tenue à la fissuration à 650°C. [Paintendre, 1986c] 47
Figure 51 : Influence de l'addition de bore sur la tenue en fluage à 760°C sous 310 MPa. [Shah, 1988] 47
Figure 52 : Influence de l'addition de zirconium sur la tenue en fluage à 760°C sous 310 MPa. [Shah, 1988] 47
Figure 53 : Influence de l'addition du hafnium sur la propagation de fissure en fatigue avec temps de maintien de 120s à 725°C (R=0,1). [Hessel, 1999] 49
Figure 54 : Précipitation de la phase η durant le filage subsolvus de l'alliage expérimental MP3 (Ti/Al=1,45). 50
Figure 55 : Plan de l'aéroport O'Hare de Chicago (construit en 1943). 50
Figure 56 : Structure hexagonale $D0_{24}$ du Ni_3Ti (Ni : sphères gris foncé, Ti : sphères gris clair). 51
Figure 57 : Comparaison des plans denses des structures $L1_2$ et $D0_{24}$. [Mihalisin, 1960] 51
Figure 58 : Micrographie MEB du Nimonic C263 après fluage sous 160MPa à 800°C. [Zhang, 2001] 51
Figure 59 : Micrographie MET du Nimonic C263 après fluage sous 160MPa à 800°C. [Zhang, 2001] 51
Figure 60 : Micrographie en microscopie électronique à balayage (électrons secondaires) d'une coupe axiale de l'alliage MP3, état post filage. 54
Figure 61 : Micrographie en microscopie électronique à balayage (électrons rétrodiffusés) d'une coupe transversale de l'alliage MP3, état post filage. 54
Figure 62 : Micrographie en microscopie électronique en transmission de MP3, « brut d'élaboration » (**champ sombre, g= 3 0 0 $_\gamma$).** 54
Figure 63 : Cliché de diffraction en aire sélectionnée d'axe de zone $<11\bar{2}0>$. Mise en évidence de la phase η(Ni_3Ti). 54
Figure 64 : Micrographie en microscopie électronique à balayage (électrons rétrodiffusés) d'une coupe axiale de l'alliage MP3 après un traitement thermique subsolvus. 55
Figure 65 : Micrographie en microscopie électronique en transmission de MP3, après un traitement thermique subsolvus (**champ clair).** 55
Figure 66 : Micrographie en microscopie électronique à balayage (électrons rétrodiffusés) d'une coupe axiale de l'alliage MP3 après traitement thermique « supersolvus » à 1220°C/1h et trempe à l'air. 55
Figure 67 : Micrographie en microscopie électronique en transmission de MP3, après traitement thermique « supersolvus » à 1220°C/1h et trempe à l'air (**champ sombre, g= 3 0 0 $_\gamma$).** 55
Figure 68 : Courbes de traction de l'alliage MP3 traité subsolvus à 20, 650 et 700°C, 1,7 10^{-3} s^{-1} (données extensomètre). 56
Figure 69 : Courbe de fluage à 700°C sous 550 MPa de l'alliage MP3 traité subsolvus. 56
Figure 70 : Micrographie MEB des phases σ et μ dans l'alliage N18 après 1000h à 760°C. [Wlodek, 1992] 57
Figure 71 : Micrographie MEB de la phase σ dans l'alliage RR1000. [Hunt, 2000] 57
Figure 72 : Micrographie MEB de l'alliage N18-ET traité subsolvus et vieilli à 750°C pendant 500h. (photo ONERA). 62
Figure 73 : Micrographie MEB de l'alliage 88-ET traité subsolvus et vieilli à 750°C pendant 500h. 62
Figure 74 : Alliage expérimental AD5 (filage 2785) sous forme de barre "petit diamètre" après densification des poudres par extrusion et dégainage. 80
Figure 75 : Micrographies optiques de l'alliage AD5 post filage subsolvus. 80

Figure 76 : Micrographies optiques des microstructures post-filage de l'alliage de référence 88-ET et des alliages expérimentaux MP1, AD5, AD7 et AD8. 81
Figure 77 : Essai de fluage sous 700 MPa à 700°C de l'alliage AD8 SUB. Rupture précoce en tête d'éprouvette due à la présence d'acier de la gaine dans l'éprouvette. 82
Figure 78 : Traitement industriel standard subsolvus (grains fins) et traitement supersolvus (gros grains) du N18 [Sansoz, 2000]. 85
Figure 79 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'**alliage 88-AA** forgé. 88
Figure 80 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'**alliage 88-ET** filé. 88
Figure 81 : Micrographies de l'**alliage 88-AA** "brut de forgeage" : 88
Figure 82 : Micrographies en microscopie électronique à balayage (électrons rétrodiffusés) d'une coupe axiale (a) et d'une coupe longitudinale (b) de l'**alliage 88-ET** après filage subsolvus. 89
Figure 83 : Schématisation de la microstructure hétérogène de l'alliage 88-ET après filage. 90
Figure 84 : Micrographies en microscopie électronique en transmission de l'**alliage 88-ET** après filage subsolvus. (Champ sombre, g= 3 0 0 γ) 91
Figure 85 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'alliage **88-AA** traité **subsolvus**. 94
Figure 86 : Micrographie MEB (électrons secondaires) de l'alliage **88-ET** traité **subsolvus**. 94
Figure 87 : Micrographie MET de l'alliage **88-AA** traité **subsolvus**. 94
Figure 88 : Micrographie MET de l'alliage **88-ET** traité **subsolvus**. 94
Figure 89 : Micrographie MEB (électrons secondaires) de l'**alliage expérimental MP1** traité **subsolvus.** 94
Figure 90 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'alliage **N18-AA** traité suivant le traitement thermique industriel **subsolvus. [Clad, 1996]** 95
Figure 91 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'alliage **N18-ET** traité **subsolvus.** 95
Figure 92 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'alliage **N18-AA** traité suivant le traitement thermique industriel **subsolvus.** [**Sansoz, 2000**] 95
Figure 93 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'alliage **N18-ET** traité **subsolvus. [Locq, 2002c]** 95
Figure 94 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'alliage **88-AA** traité supersolvus. 96
Figure 95 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'alliage **88-ET** traité supersolvus. 96
Figure 96 : Micrographie MET de l'alliage **88-AA** traité supersolvus. 96
Figure 97 : Micrographie MET de l'alliage **88-ET** traité supersolvus. 96
Figure 98 : Micrographie MEB (électrons rétrodiffusés) de l'alliage **N18-AA** traité **supersolvus [Sansoz, 2000].** 97
Figure 99 : Courbe conventionnelle de traction à 20°C, 1,7 10^{-3} s^{-1}. (Données extensomètre) 100
Figure 100 : Courbe conventionnelle de traction à 650°C, 1,7 10^{-3} s^{-1}. (Données extensomètre) 100
Figure 101 : Courbe conventionnelle de traction à 700°C, 1,7 10^{-3} s^{-1}. (Données extensomètre) 100
Figure 102 : (a) Courbe de déformation plastique en fonction du temps obtenue en fluage à 700°C sous 550 MPa pour les alliages 88-AA, 88-ET et N18-ET traités **subsolvus**, (b) Zoom des 600 premières heures d'essai. 103
Figure 103 : (a) Courbe de déformation plastique en fonction du temps obtenue en fluage à 700°C sous 550 MPa pour les alliages 88-AA, 88-ET traités **supersolvus** et N18-ET traité subsolvus, (b) Zoom des 600 premières heures d'essai. 104
Figure 104 : Schéma de la structure de l'U720 Li. 108
Figure 105 : Évolution comparée de la fraction volumique des précipités γ' primaires et de la taille de grain en fonction de la température de remise en solution de l'U720Li [Jackson, 1999]. 111
Figure 106 : Évolution comparée de la fraction volumique des précipités γ' primaires et de la taille de grain en fonction de la température de remise en solution du NR3 [Locq, 2000]. 111
Figure 107 : Micrographies MEB de l'alliage 88-AA après un traitement 111
Figure 108 : Évolution de la taille de grain et de la fraction surfacique de l'alliage 88-AA en fonction de la température de remise en solution. 113
Figure 109 : Évolution de la taille de grain des alliages ME3 et Alloy10 en fonction de la température de remise en solution. D'après [Gabb, 2003] 113
Figure 110 : Évolution de la taille de grain de l'alliage N18 en fonction de la température de remise en solution. [Lautridou, 1994]. 113
Figure 111 : Évolution de la taille de grain en fonction de la température de remise en solution pour différents superalliages. Les températures de solvus sont représentées par des verticales. [Nazé, 2007] 113
Figure 112 : Micrographies en Microscopie Électronique à Balayage (électrons rétrodiffusés) de l'alliage 88-AA traité thermiquement sous air pendant une heure à différentes températures. (Le contraste des images a été inversé, la phase γ' apparaît en blanc) 114

Figure 113 : Évolution de la limite d'élasticité à 0,2% en traction de l'alliage 88-AA, de l'alliage 88-ET traités subsolvus et supersolvus et du René 88 (supersolvus) en fonction de la température. [1]=[Mao,2000], [2]=[Krueger, 1990], [3]=[Krueger, 1992], [4]=[Kissinger, 1996], [5]=[Huron, 1996b] _____ 117
Figure 114 : Évolution de la résistance maximale en traction de l'alliage 88-AA, de l'alliage 88-ET traités subsolvus et supersolvus et du René 88 (supersolvus) en fonction de la température. [1]=[Mao,2000], [2]=[Krueger, 1990], [3]=[Krueger, 1992], [4]=[Kissinger, 1996], [5]=[Huron, 1996b] _____ 117
Figure 115 : Évolution de la limite d'élasticité à 0,2% et de la résistance à rupture en traction du N18 grain fin (12 µm) et gros grain (60 µm) en fonction de la température. D'après [Lautridou, 1994]_____ 118
Figure 116 : Comparaison des courbes de fluage à 700°C sous 550, 650 et 800 MPa de l'alliage 88-AA traité subsolvus (88-AA SUB, marques évidées) et traité supersolvus (88-AA SUPER, marques pleines)._____ 119
Figure 117 : Évolution de la vitesse de déformation plastique en fonction de la déformation plastique à 700°C sous 550, 650 et 800 MPa de l'alliage 88-AA traité subsolvus (88-AA SUB, marques évidées) et traité supersolvus (88-AA SUPER, marques pleines). Repère semi-log. _____ 119
Figure 118 : Vitesses de déformation plastique minimales et mesurées à 4% de déformation plastique de l'alliage 88-AA traité subsolvus (SUB, marques évidées) et supersolvus (SUPER, marques pleines) en fonction de la contrainte de fluage à 700°C. _____ 120
Figure 119 : Évolution du temps à rupture en fonction de la taille de grain du N18 pour différentes conditions de fluage. [Lautridou, 1994] _____ 120
Figure 120 : Carte des mécanismes de déformation du superalliage MAR-M200 [Frost, 1982] _____ 122
Figure 121 : Mise en évidence d'une taille de grain optimale pour laquelle la vitesse de déformation stationnaire en fluage est minimale. [Lasalmonie, 1986] _____ 122
Figure 122 : Procédé d'immersion partielle d'un galet forgé dans une solution supersolvus permettant l'obtention d'une microstructure duale. D'après [Hyzak, 1988] _____ 124
Figure 123 : Dispositif de traitement thermique permettant l'obtention d'une microstructure duale sur un galet forgé. [Gayda, 2004] _____ 124
Figure 124 : Carte des iso-valeurs de vitesse de refroidissement, calculées pour une ébauche de disque en N18. [Mons, 1994] _____ 126
Figure 125 : Influence de la vitesse de refroidissement après une remise en solution subsolvus sur la taille et la morphologie des γ' secondaires du N18. [Wlodek, 1992] _____ 128
Figure 126 : Influence de la vitesse de refroidissement après une remise en solution supersolvus sur la taille et la morphologie des γ' secondaires de l'alliage 88-AA (micrographies MET). _____ 128
Figure 127 : Microstructure du René 88 après remise en solution supersolvus et refroidissement à 140°C/min. [Wlodek, 1996] _____ 128
Figure 128 : Microstructure du René 88 après remise en solution supersolvus et refroidissement à 200°C/min. [Sarosi, 2004] _____ 128
Figure 129 : Influence de la vitesse de refroidissement après une remise en solution supersolvus sur la taille et la morphologie des γ' secondaires du variant UC02 de l'alliage RR1000. [Mitchell, 2004] _____ 129
Figure 130 : Évolution de la taille des précipités γ' secondaires avec la vitesse de refroidissement pour les alliages Astroloy, N18, René 95 et René 88 et 88-AA. [Guedou, 1992], [Wlodek, 1996] _____ 129
Figure 131 : Morphologie des précipités γ' de refroidissement après une remise en solution totale à 1150°C de l'alliage René 88 suivie par un refroidissement de : a) 27°C/min [Mao, 2002], b) 30°C/min [Wlodek, 1996] et c) de l'alliage 88-AA refroidi à 20°C/min. _____ 130
Figure 132 : Évolution de la morphologie des précipités γ' de refroidissement en fonction de la vitesse de refroidissement : _____ 131
Figure 133 : Évolution des tailles calculées et expérimentales des précipités γ' dans le N18 lors du refroidissement à 180°C/min après une remise en solution subsolvus [Gayraud, 1995]. _____ 131
Figure 134 : Évolution de la fraction volumique de γ' avec la vitesse de refroidissement dans le René 88. ___ 133
Figure 135 : Évolution de la taille des précipités γ' secondaires et de la dureté de l'alliage (U720Li) en fonction de la vitesse de refroidissement. [Jackson, 1999] _____ 133
Figure 136 : Effet de la vitesse de refroidissement sur la limite d'élasticité à 0,2% (0,2%YS) et sur la résistance à rupture (UTS) en traction à 650°C du N18. [Guedou, 1992] _____ 134
Figure 137 : Effet de la vitesse de refroidissement sur la limite d'élasticité (Yield Strength) et la résistance à rupture en traction (Ultimate Strength) à 20°C du René 88. [Mao, 2002] _____ 134
Figure 138 : Courbes de fluage (650°C/850 MPa) du René 95 pour trois vitesses de refroidissement (OQ=Oil Quench=660°C/min, AC=Air Cooling=200°C/min, SC=Slow Cooling=50°C/min) après une remise en solution subsolvus à 1135°C [Bhowal, 1990]. _____ 135

Figure 139 : Effet de la taille des précipités de refroidissement après une remise en solution subsolvus à 1135°C sur la déformation en fluage à 400h du René 95 sous 850 MPa à 650°C. [Bhowal, 1990] 135
Figure 140 : Effet de la taille des précipités de refroidissement après une remise en solution subsolvus à 1135°C sur le temps à rupture en fluage sous 965 MPa à 650°C du René 95. [Bhowal, 1990] 136
Figure 141 : Micrographies MET illustrant deux modes de déformation en fluage à 650°C en fonction de la vitesse de refroidissement du René 95 [Bhowal, 1990] : 136
Figure 142 : Différentes étapes du traitement thermique (supersolvus) appliqué à l'alliage 88-AA. 138
Figure 143 : Microstructure de l'alliage 88-AA traité supersolvus et trempé selon différents chemins de refroidissement : 139
Figure 144 : Influence, dans le cas du René 88, de la température de transition entre le premier refroidissement (17°C/min) et le second (200°C/min) après une remise en solution supersolvus sur : 140
Figure 145 : Influence de la température de transition entre le premier refroidissement (17°C/min) et le second (200°C/min) sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue à 400°C et 650°C (20 cpm) et en fatigue-fluage (temps de maintien de 90s) à 650°C. 141
Figure 146 : Influence de la température de transition entre le premier refroidissement (55°C/min) et le second (1000°C/min) sur la limite d'élasticité à 0,2% (0,2%YS) et la résistance à rupture (UTS) du René 88 et de l'U720Li à 20°C. [Mao, 2001] 141
Figure 147 : Courbes de fluage (650°C/850 MPa) du René 95 pour différents délais à l'air (correspondant à une vitesse de 200°C/min) entre 5 et 300s avant un refroidissement à l'huile (660°C/min). 142
Figure 148 : Déformation plastique du René 95 au bout de 400h de fluage sous 850 MPa à 650°C en fonction de l'espacement entre précipités secondaires pour différentes vitesses de refroidissement et différents délais à l'air. [Bhowal, 1990] 142
Figure 149 : Évolution de la taille des précipités secondaires et tertiaires en fonction de la vitesse de refroidissement après la remise en solution supersolvus du René88. [Wlodek, 1996] 143
Figure 150 : Évolution de la dureté du N18 en fonction de la température et de la durée de revenu. [Wlodek, 1992] 144
Figure 151 : Limite d'élasticité à 0,2% et résistance à rupture à 600°C et 20°C de l'Udimet 720Li pour différentes durées de mono-revenu à 700°C (traits pleins) et pour le double revenu 650°C/24h + 760°C/16h (tirets) après une remise en solution et un refroidissement identique. [Jackson, 1999] 145
Figure 152 : Influence du type (mono/double) et de la température de revenu (4h) sur le comportement en fluage à 700°C sous 700 MPa de l'alliage NR3 après une remise en solution subsolvus (1145°C/4h). [Locq, 2000a] 145
Figure 153 : Représentation schématique des conditions de temps et de température des différentes réactions de formation des phases TCP (σ et μ) et de dissolution des précipités γ' tertiaires dans le N18. [Wlodek, 1992] 146
Figure 154 : Représentation schématique des conditions de temps et de température des différentes réactions de formation des carbures et de dissolution des précipités γ' tertiaires dans le René 88. [Wlodek, 1996] 146
Figure 155 : Évolution du diamètre des précipités γ' secondaires et tertiaires en fonction du paramètre P prenant en compte le temps et la température de vieillissement (C=25) dans le René 88 (T, la température exprimée en K et t, le temps en h). [Wlodek, 1996] 147
Figure 156 : Fractions volumiques des populations secondaires et tertiaires de γ' et de phases TCP du N18 en fonction de la température de revenu après 1000h d'exposition. [Wlodek, 1992] 147
Figure 157 : Évolution de la fraction surfacique de précipités γ' tertiaires dans l'alliage N18 en fonction du temps de vieillissement à 785°C. [Flageolet, 2005] 147
Figure 158 : Évolution de la fraction surfacique de phases TCP dans l'alliage N18 en fonction du temps de vieillissement à 785°C. [Flageolet, 2005] 147
Figure 159 : Valeurs de $R_{0,2}$ et R_m pour le NR3 standard et vieilli 500 h à 800°C ($3{,}3.10^{-4}$ s^{-1}) à 20°C, 700°C et 750°C. D'après [Raujol, 2004] 148
Figure 160 : Courbes de traction du N18 standard et vieilli 300 h à 800°C pour deux vitesses de déformation ($3{,}9.10^{-3}$ s^{-1} et $4{,}9.10^{-4}$ s^{-1}). D'après [Flageolet, 2005] 148
Figure 161 : Temps à 0,2% de déformation en fluage sous 500 et 650 MPa à 700°C du NR3 supersolvus non vieilli et vieilli pendant 500h à 800°C. D'après [Raujol, 2004] 149
Figure 162 : Temps à rupture en fluage pour différentes contraintes à 700°C du N18 subsolvus non vieilli et vieilli pendant 300h à 800°C. [Flageolet, 2005] 149
Figure 163 : Paysage à 0,2% de déformation d'un échantillon de NR3 vieilli 500h à 800°C flué sous 650 MPa à 700°C. [Raujol, 2004] 150

Figure 164 : Paysage à 2% de déformation d'un échantillon de N18 vieilli 300h à 800°C flué sous 775 MPa à 700°C. [Raujol, 2004] 150
Figure 165 : Micrographies MEB en électrons rétrodiffusés de l'alliage 88-AA après préchauffe a, b, c ou d et remise en solution à 1150°C pendant 1h. 152
Figure 166 : Micrographies MEB en électrons rétrodiffusés de l'alliage 88-AA pour différentes durées de remise en solution totale (RST) à 1150°C. 152
Figure 167 : Influence de la température d'un revenu de 8h sur la dureté de l'alliage expérimental MP1 et de l'alliage 88-AA après des remises en solution supersolvus respectivement à 1195°C/1h et 1150°C/1h et un refroidissement contrôlé à 140°C/min. 153
Figure 168 : Validation des paramètres du traitement thermique du René 88 appliqué à l'alliage 88-AA, à l'alliage de référence 88-ET et aux alliages expérimentaux. 154
Figure 169 : Influence du temps et de la température de revenu sur l'alliage NU1 après une remise en solution à 1145°C/24h et un refroidissement contrôlé à 100°C/min. Comparaison avec l'alliage NU9 (substitution de 1% de l'aluminium par du niobium). [Locq, 2002c] 156
Figure 170 : Influence de la température de revenu de 24 h sur la dureté des alliages expérimentaux MP1 et MP3 et de l'alliage 88-ET après une remise en solution à Ts-25°C/4h et un refroidissement contrôlé à 100°C/min. 156
Figure 171 : Microstructure post-filage des alliages expérimentaux MP1, AD5, AD7 et AD8. (Micrographies MEB au contraste inversé : les phases précipitées apparaissent en blanc) 166
Figure 172 : Schéma des traitements thermiques subsolvus et supersolvus appliqués aux alliages de l'étude. 167
Figure 173 : Micrographies MEB (X5000) de l'alliage de référence N18-ET et des alliages expérimentaux traités **subsolvus.** 168
Figure 174 : Micrographie MEB de l'alliage de référence N18-ET et Micrographies MET (x69000) de l'alliage de référence 88-ET et des alliages expérimentaux traités **subsolvus**. 171
Figure 175 : Micrographies MEB de l'alliage de référence 88-ET et des alliages expérimentaux traités **supersolvus**. Attention, l'échelle correspond à un grandissement 5 fois plus important pour l'alliage 88-ET. 173
Figure 176 : Micrographies MEB de l'alliage AD7 traité **supersolvus** à deux grandissements (a) X1000 et b) X20000). 174
Figure 177 : Micrographies MEB des alliages a) AD8 (X5000) et b) AD5(X10000) traités **supersolvus**. 174
Figure 178 : Micrographies MET (x30600) de l'alliage de référence 88-ET et des alliages expérimentaux traités **supersolvus**. 175
Figure 179 : Micrographies MEB (électrons rétrodiffusés) de l'alliage MP1 après remise en solution partielle (Ts-25°C/4h, 100°C/min) et vieillissement à 750°C/450h et des alliages AD après remise en solution partielle (Ts-25°C/4h, 100°C/min) et vieillissement à 750°C/350h. 177
Figure 180 : Courbes de traction (Données « traverse ») des alliages expérimentaux MP1 et AD traités **subsolvus** 20, 650 et 700°C et de l'alliage expérimental N18-ET traité **subsolvus** à 20 et 650°C. 180
Figure 181 : Courbes de traction (Données « extensomètre ») des alliages expérimentaux MP1 et AD et de l'alliage expérimental 88-ET traités **supersolvus** à 20, 650 et 700°C. 182
Figure 182 : Courbes de propagation de fissure (partie Sinus, 0,5 Hz) à 650°C des alliages expérimentaux MP1, AD5 et AD8, des alliages de référence 88-ET traités **subsolvus**, de l'alliage de référence N18-ET traité selon deux voies subsolvus, SUB (« standard » de l'étude) et INDUS (« standard » industriel) et du N18-AA traité subsolvus suivant le standard industriel. 185
Figure 183 : Courbes de propagation de fissure (partie « trapèze » 10-300-10, 0,5 Hz) à 650°C des alliages expérimentaux MP1, AD5 et AD8, des alliages de référence 88-ET traités **subsolvus**, de l'alliage de référence N18-ET traité selon deux voies subsolvus, SUB (« standard » de l'étude) et INDUS (« standard » industriel) et du N18-AA traité subsolvus suivant le standard industriel. 185
Figure 184 : Courbes de propagation de fissure (partie Sinus, 0,5 Hz) à 650°C des alliages expérimentaux MP1, AD5 et AD8, de l'alliage de référence 88-ET et du René 88 traités **supersolvus** et du N18-AA traité suivant le traitement thermique subsolvus industriel. 187
Figure 185 : Courbes de propagation de fissure (partie « trapèze » 10-300-10, 0,5 Hz) à 650°C des alliages expérimentaux MP1, AD5 et AD8, de l'alliage de référence 88-ET traités **supersolvus** et du N18-AA traité suivant le traitement thermique subsolvus industriel. 188
Figure 186 : Courbes de fluage sous 550 MPa à 700°C de l'alliage expérimental MP1 et de l'alliage de référence 88-ET traités **subsolvus** et **supersolvus**. (Pour l'alliage expérimental, les essais ont été prolongés sous 650 MPa à partir de 3000h d'essai sous 550 MPa) 189

Figure 187 : Vitesse de déformation en fonction du temps en fluage à 700°C sous 550 MPa puis sous 650 MPa (représentation non logarithmique) de l'alliage expérimental MP1 et de l'alliage de référence 88-ET traités **subsolvus** et **supersolvus**. 190
Figure 188 : Courbes de fluage sous 550 MPa à 700°C de l'alliage expérimental MP1, de l'alliage de référence 88-ET traités **subsolvus** et **supersolvus**. (Pour l'alliage expérimental MP1, les essais ont été prolongés sous 650 MPa à partir de 3000h d'essai sous 550 MPa) Représentation en logarithme du temps. 190
Figure 189 : Courbes de fluage sous 650 MPa à 700°C des alliages expérimentaux MP1, AD5, AD7, AD8, de l'alliage de référence 88-AA traités **subsolvus** (Pour l'alliage expérimental MP1, le chargement à 650MPa est effectué après 3000h sous 550 MPa à 700°C, pour l'alliage AD5, la contrainte est augmentée à 850 MPa pendant l'essai entre 2500 et 2700h puis rediminuée à 650 MPa). 193
Figure 190 : Courbes de fluage sous 650 MPa à 700°C des alliages expérimentaux MP1, AD5, AD7, AD8, de l'alliage de référence 88-AA traités **supersolvus** (Pour l'alliage expérimental MP1, le chargement à 650MPa est effectué après 3000h sous 550 MPa à 700°C). 194
Figure 191 : Courbes de fluage sous 700 MPa à 700°C des alliages expérimentaux MP1, AD5, AD7, de l'alliage de référence 88-AA traités **supersolvus**. 195
Figure 192 : Courbes de fluage sous 700 MPa à 700°C des alliages expérimentaux MP1, et AD7 traités **subsolvus**. 198
Figure 193 : Faciès de rupture en traction à 650°C (vitesse de 1,7 10^{-3} s^{-1}) de l'alliage **AD5** traité subsolvus (en haut) et traité supersolvus (en bas). 212
Figure 194 : Faciès de rupture en traction à 700°C (vitesse de 1,7 10^{-3} s^{-1}) des alliages **AD5 et AD8** traités subsolvus et supersolvus. 213
Figure 195 : Comparaison de l'évolution de la déformation totale en fonction du temps de l'alliage de référence **88-AA** en fluage à 700°C sous 550 MPa (a) et 650 MPa (b) en fonction du traitement thermique appliqué (subsolvus ou supersolvus). 214
Figure 196 : Comparaison de l'évolution de la déformation totale en fonction du temps de l'alliage expérimental **MP1** en fluage sous 550, 650 et 700 MPa à 700°C en fonction du traitement thermique appliqué (subsolvus ou supersolvus). Les résultats obtenus sous 650 MPa proviennent de l'essai sous 550 MPa prolongé à partir de 3000h à 650 MPa. 215
Figure 197 : Faciès de rupture de l'alliage **MP1** traité subsolvus après 3000h de fluage sous 550 MPa et 1050h sous 650 MPa à 700°C. 216
Figure 198 : Comparaison de l'évolution de la déformation totale en fonction du temps en fluage sous 650 MPa à 700°C des alliages expérimentaux **AD5 (a) et AD8 (b)** en fonction du traitement thermique appliqué (subsolvus ou supersolvus). 217
Figure 199 : Comparaison de l'évolution de la déformation totale en fonction du temps de l'alliage expérimental **AD7** en fluage sous 650 MPa (a) et 700 MPa (b) à 700°C en fonction du traitement thermique appliqué (subsolvus ou supersolvus). 218
Figure 200 : Courbe de fluage de l'alliage **AD5** traité supersolvus sous 650, 700 et 750 MPa : déformation totale en fonction du temps. 219
Figure 201 : Représentation doublement logarithmique de la vitesse de déformation en fluage en fonction de la contrainte d'essai pour les alliages a) MP1 et b) AD5, traités subsolvus et supersolvus. 220
Figure 202 : Schéma de principe des lois de fluage possibles de matériaux biphasés et polycristallins : présence d'une contrainte seuil σ_{th} dans les biphasés et loi puissance n=4-5 des monophasés (d'après **Labusch et Schwarz [1978]**). 221
Figure 203 : Alternative cisaillement/contournement selon le modèle de **Gleiter et Hornbogen [1965]** 223
Figure 204 : Disposition des atomes d'un plan dense de la phase ordonnée ' et empilement des plans de la structure $L1_2$, avec indication des divers vecteurs de Burgers [Nazé, 2010]. 225
Figure 205 : Cisaillements compatibles et simultanés des phases et ' dans la direction A-Tw. a) **Waspaloy** flué 1% à 650°C **[Guimier & Strudel, 1970]** – b) schéma décrivant les regroupements de partielles de type 3.]2B[dans ' à gauche et 2.(CB+AB) dans à droite [Nazé, 2010]. 226
Figure 206 : Maclage sans réarrangement atomique, possible dans la direction A-Tw par passages successifs de configurations]2B[- a) Alliage **AD5** déformé 15% en traction à 700°C à $2.10^{-3}s^{-1}$: macles s'étendant aux 2 phases et dislocations denses dans . – b) Schéma de l'arrangement des partielles dans les ' à gauche et dans à droite. Images Loïc Nazé. 227
Figure 207 : Trois systèmes de maclage actifs dans un grain **d'AD5** d'orientation voisine de [111], en champ sombre. Eprouvette de traction à 700°C, déformée de 15 % à 2.10^{-3} s^{-1}. Images Loïc Nazé. 228

Figure 208 : Maclage avec réarrangement atomique dans la direction Tw dans l'**Astroloy** déformé de 0,5% à 700°C. a) contournement en A, cisaillement avec formation DEES en B et macle naissante en C **[Saint Antonin, 1991],** b) Schéma du maclage **[Nazé, 2010]**. 229
Figure 209 : Micrographies MET en champ sombre montrant - a) des mécanismes couplés de contournement par des partielles B□□en□□□□□□ puis de cisaillement avec formation de DEES en (A) et formation de micromacles en C, 230
Figure 210 : a) champ clair -b) champ sombre 232
Figure 211 : Découplage des paires de dislocations parfaites de □□□lors du franchissement des précipités. **[Guimier, 1970]** 233
Figure 212 : a) Modèle de Reppich, tenant compte de nouveaux mécanismes de déformation et cisaillement par S-ESF+contournement par C□□□dans AD5 –b) Histogrammes schématiques de distributions homogène (Supersolvus en bleue) et hétérogène (Subsolvus en rouge) de précipités □' dans AD5 **[Reppich, 1982].** 234
Figure 213 : Courbes de fluage de l'alliage 88-AA à 700°C sous diverses contraintes montrant le déficit de déformation et de vitesse de déformation de l'alliage biphasé par rapport à une matrice austénitique monophasée. 235
Figure 214 : Corrélation entre l'intensité du misfit □□□' et le creux de vitesse de fluage dans des alliages monocristallins à haute température **[Pyczak, 2009].** 236
Figure 215 : Réseaux de dislocations d'interface après fluage à 1100°C. Noter les orientations <100> dominantes et les mailles plus serrées dans l'alliage à plus fort misfit (Re+Ru) en b). **[Zhang, 2005]** 237
Figure 216 : Superposition de trois champs de contrainte conduisant à la relaxation des contraintes internes initiales des couloirs de matrice horizontaux et au fluage négatif. **[Strudel, 2007]** 237
Figure 217 : Champs de contrainte A) créé par le misfit□□□□' dans a) la matrice □□□et b) le précipité □' d'après **Pollock & al. [1992]** – B) créé par des murs dipolaires de dislocations **[Carry, 1979].** 238
Figure 218 : Courbes de fluage de l'alliage 800, à 600° C. Remarquer sous 26 et 40 MPa le minimum de la vitesse de fluage qui précède un long plateau à vitesse constante. **[Abd El Azim, 1996]** 239
Figure 219 : a) Champ clair (-1-11) et b) Champ sombre (-111) d'une même zone montrant le double rôle des gros précipités□□' en M : 1-arrêter la propagation des bandes de glissement plan DEES + micromacles. 2-retenir, par effet de misfit, les dislocations de la matrice qui forment de réseaux coin dans leur interface. 241
Figure 220 : Carte des mécanismes de déformation rencontrés dans les superalliages à base de nickel à différentes températures **[Nazé, 2010].** 242
Figure 221 : Schéma de principe du traitement thermique permettant de reproduire une microstructure hétérogène de γ' 244

Liste des tableaux

Tableau 1 : Caractéristiques principales du moteur M88-2. [Communication Snecma] 12
Tableau 2 : Exemples de l'influence du prix du cobalt sur le prix de quelques superalliages. [CobaltNews, 2000] 29
Tableau 3 : Influence de la substitution Mo/W sur la température de solvus. [Marty, 1987]..... 33
Tableau 4 : Caractéristiques physiques des principaux éléments constitutifs des superalliages base nickel polycristallins. 44
Tableau 5 : Compositions atomiques (% at.) des alliages commerciaux N18, René 88 et de l'alliage expérimental MP3. 53
Tableau 6 : Valeurs des Md en eV pour différents éléments de transition. [Morinaga, 1984]..... 61
Tableau 7 : Coefficients de partition Hi entre γ et γ' déterminés par le CDM à partir des compositions données par Wlodek sur le René 88 [Wlodek, 1996] et estimés par Duquenne sur les alliages NR. [Duquenne, 1998]. ... 61
Tableau **8** : Compositions visées (% at.) des alliages expérimentaux MP et NU. 68
Tableau 9 : Compositions visées (% at.) et rapports caractéristiques des alliages MP, AD et des alliages de référence N18 et René 88. 70
Tableau 10 : Programme commun de caractérisation ONERA/CDM. 74
Tableau 11 : Spécifications pour le nouveau superalliage dit "N19", orientations "Haute Température" et "Haute Résistance" [Snecma, 2004]..... 77
Tableau 12 : Composition chimique en % atomique de la matrice et des précipités durcissants (d'après Wlodek et al. [1992]). 84
Tableau 13 : Compositions atomiques des alliages N18-AA [Ducrocq, 1992], René 88 [Krueger, 1990], de l'alliage 88-AA [Données Snecma], des alliages de référence de l'étude N18-ET et 88-ET. 86
Tableau 14 : Procédés d'élaboration étudiés. 87
Tableau 15 : Caractéristiques de chacune des zones de l'alliage 88-ET. 90
Tableau 16 : Paramètres des traitements thermiques utilisés dans l'étude pour l'alliage 88-ET. 92
Tableau 17 : Taille de grain en µm des différents alliages de référence pour les deux traitements thermiques étudiés. **[Wlodek, 1992 ; Lautridou 1994 ; Sansoz 2000]** 97
Tableau 18 : Taux de carbone en ppm atomique pour chaque alliage selon son mode d'élaboration. Pour MP1, la concentration « visée » est la concentration théorique, la concentration « mesurée » est celle obtenue après ICPAES (Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy) sur copeau. 97
Tableau 19 : Récapitulatif des valeurs des limites d'élasticité, des contraintes maximales (en MPa) et des allongements à rupture (en %) pour les alliages 88-AA et 88-ET, pour chacun des deux traitements thermiques étudiés..... 101
Tableau 20 : Valeurs caractéristiques en fluage des alliages 88 et N18 après traitements thermiques subsolvus et supersolvus (le N18 est traité subsolvus). 104
Tableau 21 : Traitements thermiques appliqués industriellement au René 88 et au N18. 109
Tableau 22 : Domaines de vitesse de déformation en fonction de la température pour lesquels on observe une croissance anormale de grain dans le René 88. [Huron, 2000]..... 115
Tableau 23 : Vitesses de déformation critiques en fonction de la température pour lesquelles on observe une croissance anormale de grain dans le N18. [Soucail, 1995]..... 115
Tableau 24 : Fraction volumique de γ' et taille des précipités secondaires de différents superalliages commerciaux pour une vitesse de refroidissement de 140°C/min. 129
Tableau 25 : Compositions visées (% at.) des alliages MP, AD et des alliages de référence N18 et René 88. 160
Tableau 26 : Caractéristiques métallurgiques des alliages expérimentaux MP1, AD5, AD7 et AD8 et des alliages de référence N18-ET et 88-ET. Densité : moyenne des densités obtenues par estimation, calcul géométrique, mesure par double pesée (cf. 2.2.1.1), Fraction de phase γ' : Fγ'= 7,8 + 3,5Al + 2,92Ti + 4,38 (Nb + Ta), Température de solvus et fenêtre de remise en solution (FRS) : mesures ATD sur les alliages filés. 161
Tableau 27 : Températures de solvus caractéristiques des alliages expérimentaux et des alliages de références établies suivant différentes méthodes : ATD sur poudre : second chauffage, Calcul CDM et Calcul ONERA : cf. 2.2.1.4. 162
Tableau 28 : Températures de solvus et températures de remises en solution (partielle et totale) appliquées aux alliages expérimentaux et aux alliages de référence..... 167
Tableau 29 : Taille de grain (φγ) et taille des précipités γ' (φγ') des alliages expérimentaux et des alliages de référence traités **subsolvus.** 169

Tableau 30 : taille de grain et taille des précipités γ' des alliages expérimentaux et des alliages de référence traités **supersolvus**. 172
Tableau 31 : Caractéristiques de stabilité chimique des alliages expérimentaux et des alliages de référence de l'étude (x, présence, ε, traces, O, absence. (Pour le calcul du Md, cf. 2.2.1.3) 176
Tableau 32 : Récapitulatif des microstructures des alliages expérimentaux : après un traitement subsolvus (SUB), après un traitement supersolvus (SUPER), après un vieillissement suivant une remise en solution subsolvus (VIEILLIE). 178
Tableau 33 : Caractéristiques mécaniques en traction des alliages expérimentaux et des alliages de référence traités **subsolvus** (déformations calculées à partir du déplacement de la traverse, pour comparaison avec N18-ET, pas d'essai à 700°C sur N18-ET). 181
Tableau 34 : Caractéristiques mécaniques en traction des alliages expérimentaux et de l'alliage de référence 88-AA traités **supersolvus** (déformations calculées à partir du déplacement de l'extensomètre). 182
Tableau 35 : Rappel des deux traitements thermiques subsolvus appliqués au N18-ET dans le cadre des essais de fissuration menés à 650°C. 183
Tableau 36 : Vitesse de propagation de fissure à 650°C en fatigue (« sinus ») et fatigue-fluage (« trapèze ») pour les alliages expérimentaux, l'alliage de référence 88-ET traités « **subsolvus** étude » et pour l'alliage de référence N18-ET traité « **subsolvus** industriel ». 186
Tableau 37 : Vitesse de propagation de fissure à 650°C en fatigue (« sinus ») et fatigue-fluage (« trapèze ») pour les alliages expérimentaux et l'alliage de référence 88-ET traités « **supersolvus** étude ». 186
Tableau 38 : Valeurs du module d'Young en GPa à 700°C établies par essais de traction (cf. 5.3.1) des alliages expérimentaux traités subsolvus et supersolvus. 198
Tableau 39 : Données mécaniques en fluage à 700°C sous 550 et 650 MPa des alliages expérimentaux et des alliages de référence traités **subsolvus.** 199
Tableau 40 : Données mécaniques en fluage à 700°C sous 550 et 650 MPa des alliages expérimentaux et des alliages de référence traités **supersolvus.** 200
Tableau 41 : Données mécaniques en fluage à 700°C sous 700 MPa de l'alliage de référence 88-AA et de l'alliage expérimental AD5 traités supersolvus et des alliages expérimentaux MP1 et AD7 traités subsolvus et supersolvus**.** 201
Tableau 42 : Spécifications SNECMA Moteurs pour le N19 HR (Haute Résistance) et le N19 HT (Haute Température) formulées par rapport aux données du N18, alliage actuel. 203
Tableau 43 : Compositions visées (% at.) des alliages MP, AD et des alliages de référence N18 et René 88. 206
Tableau 44 : Caractéristiques physiques des alliages N18-ET et AD5-ET. 207
Tableau 45 : Valeurs caractéristiques en traction pour les alliages expérimentaux MP1, AD5, AD7, AD8 et l'alliage de référence 88-ET. Comparaison des deux traitements thermiques subsolvus et supersolvus. 211
Tableau 46 : Vitesses moyennes de fluage (en s^{-1}) après + 0,2 % de déformation de fluage. 220

Références bibliographiques

ABD EL AZIM M.E. Correlation between tensile and creep data in alloy 800H at 850°C, Journal of Nuclear Materials, 1996, vol. 231, p. 146-150.

ACHATS INDUSTRIELS. Le titane **[en ligne].** Disponible sur http://www.achats-industriels.com/matieres/titane.asp. (consulté en 2007).

ASHBY M.F., JONES D.R.H. Matériaux 1. Propriétés et applications. Oxford, Pergamon Press, 1980, 278 p., traduit de l'anglais par Bréchet Y., Courbon J., Dupeux M., Dunod, 1991.

ASHBY M.F., JONES D.R.H. Matériaux 2. Microstructure et mise en œuvre. Oxford, Pergamon press, 1980, 385 p., traduit de l'anglais par Bréchet Y., Courbon J., Dupeux M., Dunod, 1991.

AUGUSTINS-LECALLIER I., CARON P., GUEDOU J.Y., LOCQ D., NAZE L. Alliage à base de nickel. Brevet FR2899240. 2007.

BARKER J.F., DUNN L., STERNASTY S.F., WUKUSICK C.S. Wrought nickel base alloy article. Brevet US3576681. 1971.

BARRALIS J., MAEDER G. Précis de métallurgie : élaboration, structures-propriétés et normalisation. Paris, Nathan, 1986.

BAUR G., LEHR P. Analyse des lois de relaxation de la contrainte d'écoulement dans les métaux. Mémoires scientifiques. Revue de métallurgie, 1975, p. 551-566.

BEESTON B.E.P., FRANCE L.K. The stacking-fault energies of some binary nickel alloys fundamental to the Nimonic series. Journal of the Institute of Metals, 1968, vol. 96, p. 105-107.

BETTERIDGE W., HESLOP J. The nimonic alloys. Londres, Edward Arnold, 1974.

BHOWAL P.R., WRIGHT E. F., RAYMOND E.L. Effect of cooling rate and gamma prime morphology on creep and stress rupture properties of a powder metallurgy superalloy. Metallurgical Transactions A, 1990, vol. 21A, p. 1709-1717.

BICKARD A. Endommagement, sous sollicitations thermiques et mécaniques, d'une protection d'aluminiure de nickel et d'une barrière thermique, déposés sur un superalliage monocristallin. Thèse Paris, ENSMP CDM, 1998, p. 443.

BLANDIN J.J., SUERY M. Mise en forme des matériaux et fonderie : la superplasticité. **In** : Techniques de l'ingénieur, Matériaux Métalliques. Paris, Techniques de l'ingénieur, 1996, vol. MC2, n° M613, p. 1-18.

BLANKENSHIP C.P., HENRY M. F, HYZAK J.M., ROHLING R.B., HALL E.L. Hot-die forging of PM Ni-base superalloys. Superalloys 1996, 1996, p. 653-662.

BLANKENSHIP C.P., HENRY M. F., HYZAK J.M., ROHLING R.B., HALL E.L. Observations of "1000°F embrittlement" in Ni-base superalloys. Scripta Materialia, 1996, vol. 34, n°9, p. 1461-1466.

BOESCH W.J., SLANEY J. S. Preventing Sigma phase embrittlement in nickel base superalloys. Metal Progress, 1964, vol. 86(1), p. 109-111.

BOESCH W. J. Nickel Base Alloy. Brevet US3667938. 1972.

BOESCH W. J. Nickel Base Alloy. Brevet US4093476. 1978.

BOUSE G. K. Eta and platelet phases in investment cast superalloys. Superalloys, 1996, Seven Springs, p. 163-172.

BOWMER, T. Method and Apparatus for Cooling a Member such, for example, as a Turbine Blade of a Gas Turbine Engine. Brevet GB861632. 1961.

BROWN L.M., HAM R.K., **In** : Kelly A., Nicholson R.B., Strengthening Methods in Crystals, Amsterdam, Elsevier, 1971.

BYUNG SUP R., SOO WOO N. Fatigue-induced precipitates at grain boundary of Nb-A286 alloy in high temperature low cycle fatigue. Material Science and Engineering, 2000, vol. 291(A), p. 54-59.

CARON P. (2004). Superalliages pour aubes monocristallines : historique du développement et propriétés. **In** : Séminaire "Superalliages mono et polycristallins pour applications aéronautiques", déc. 2004, Centre des Matériaux ENSMP, Evry.

CARRY C., DERMARKAR S., STRUDEL J.L., WONSIEWICZ B. Internal stresses due to dislocation walls around second phase particules. Metallurgical & Materials Transactions ASM, 1979, vol. 10(A), p. 855.

CENTRE D'INFORMATION DU COBALT. Cobalt Monograph. Bruxelles, 1960.

CHABOCHE J.L., LEMAITRE J. Mécanique des matériaux solides. Paris, Bordas, 1985, p. 527.

CHASSAIGNE J. C. Fissuration à hautes températures du superalliage base nickel N18 élaboré par métallurgie des poudres. Etude du couplage mécanique-environnement en pointe de fissure. Thèse Paris, ENSMP CDM, 1997, p. 150.

CHEN Q.Z., KNOWLES. D.M. Mechanism of <112>/3 slip initiation and anisotropy of γ' phase in CMSX-4 during creep at 750°C and 750 MPa, Material Science & Engineering, 2003, vol. A356, p. 352-367.

CLAD, T. Microstructures and fatigue crack growth in the inertia friction weld of N18 alloy. Thèse Paris, ENSMP CDM, 1996, p.275.

COBALTNEWS Cobalt in Superalloys. Cobalt News, 2000, vol., p. 9-10.

COLIN C., NAZE L. Nouveaux alliages de nickel MdP. 1240/10/4, 2001, Evry, ENSMP CDM.

COLIN C., NAZE L. Nouveaux alliages de nickel MdP. 1240/10/6, 2001, Evry, ENSMP CDM.

COPLEY S.M., KEAR B.H, A dynamic theory of coherent precipitation hardening with application to nickel-base super alloys. Trans. AIME, 1967, vol 239, p. 984–992

COUVEINHES P. Annales des Mines. Pierre Antoine Jean Sylvestre CHEVENARD (1888-1960). **[en ligne]**. Disponible sur http://annales.org/archives/x/chevenard.html (consulté en juillet 2011).

CRUCIBLE COMPACTION METALS. Process Details (Atomization, Screening, Blending, Loading, Hot Outgassing, Consolidation).[**en ligne**], consulté en 2002.

DAVIDSON J.H., FREDHOLM A., KHAN T., THÉRET C.F. Alliage monocristallin à matrice base de nickel. Brevet FR2557598. 1985.

DECKER R. F. Strengthening mechanisms in nickel-base superalloys. Steel Strengthening Mechanisms, Climax Molybdenum, Greenwich CT, 1969, p. 147-183.

DEYBER S. Architectures matériaux pour turbines haute pression aéronautiques. . **In** : Séminaire "Superalliages mono et polycristallins pour applications aéronautiques", déc. 2004, Centre des Matériaux ENSMP, Evry.

DIREM. Impact des différents scenarii d'évolution des filières industrielles du titane sur les conditions d'approvisionnement à l'horizon 2005-2010, MINEFI, 2003.

DORIATH J.C., NOUAILLES J. Fonderie de précision à modèle perdu. Application aux super-alliages. **In** : Techniques de l'ingénieur, Matériaux Métalliques. Paris, Techniques de l'ingénieur, 1994, vol. MC3, n° M755, p. 1-10.

DOUIN J., PETTINARI-STURMEL F., COUJOU A. Dissociated dislocations in confined plasticity. Acta Materialia, 2007, vol. 55, p. 6453-6458.

DRESHFIELD, R. L. Evaluation of mechanical properties of a low cobalt wrought superalloy. Superalloys, 1992, Seven Springs, p. 317-326.

DRIVER D. Materials and process directions for advanced aero-engine design. High temperatures alloys for gas turbines and other applications, 1990, vol.2, p. 883-902.

DUBIEZ S. Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud. Thèse Paris, ENSMP CEA Grenoble, 2003, p. 186.

DUCROCQ C., LASALMONIE A., HONNORAT Y. N18, a new damage tolerant PM superalloy for high temperatures turbine disks. Superalloys, 1988, Seven Springs, p. 63-72.

DUCROCQ C., LESTRAT D. P., PAINTENDRE B., DAVIDSON J.H., MARTY M., WALDER A. Superalloy compositions with a nickel base. Brevet Fr8601604, US5104614. 1992

DUMONT A. Optimisation des paramètres de traitement thermique du N19. Thèse en cours Paris, ENSMP CDM.

DUQUENNE C., LAUTRIDOU J. C., MARTY M., SOUCAIL M., WALDER A. Nickel-based superalloys with high temperature stability. Brevet US5815792. 1998.

DURAND-CHARRE M. The microstructure of superalloys, Amsterdam, Gordon and Breach Science Publishers, 1997.

EARTHMAN J.C. Creep, stress-rupture and stress-relaxation testing. **In** : ASM Handbook, Mechanical Testing and Evaluation, 2000, vol. 8, p. 361-404.

EISELSTEIN, H. L. Age-hardenable nickel alloy. Brevet US3046108. 1958.

ESCAIG, B. The physics of plastic behavior of crystalline and amorphous solids. Annales de physiques, 1978, vol. 3, p. 207-220.

ESCAMEZ, J. M. Etude de l'endommagement en fluage de superalliages à base de nickel obtenus par métallurgie des poudres. Thèse Paris, ENSMP CDM, 1984, p. 200.

FABRI J. , RIBAUD Y. Turbines à gaz **In** : Encyclopédie Universalis, 2005.

FLAGEOLET B. Effet du vieillissement du superalliage base nickel N18 pour disques de turbines sur sa durabilité en fatigue et en fatigue-fluage à 700°C. Thèse Poitiers, ENSMA, 2005, p. 194.

FREDHOLM, A. Monocristaux d'alliages base nickel. Relations entre composition, microstructure et comportement en fluage à haute température. Thèse Paris, ENSMP CDM, 1987.

FROST H.J., ASHBY M. F. Deformation-Mechanism Maps, The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics. Oxford, Pergamon Press, 1982. **[en ligne].** Disponible sur http://engineering.dartmouth.edu/defmech/ (consulté en juillet 2011).

FURRER D. Ni-Based Superalloys for turbine discs. Journal of Metals, 1999, vol. 51(1), p.14-17.

FURRER, D. Forging aerospace components. Advanced Materials and Processes, 1999, p. 33-36.

FURRER D., SHANKAR. R., WHITE C. Optimizing the heat treatment of nickel-based superalloy turbine discs. Journal of Metals, 2003, p. 32-34.

GABB T.P., GAYDA J., TELESMAN J., KANTZOS P.T., KONKEL W.A. Realistic subscale evaluations of the mechanical properties of advanced disk superalloys, NASA/TM-2003-212086, 2003, p. 10.

GALLAGHER, P. C. J. The influence of alloying, temperature, and related effects on the stacking fault energy. Metallurgical Transactions, 1970, vol.1, p. 2429-2461.

GAO M., DWYER D.J., WEI R.P. Niobium enrichment and environmental enhancement of creep crack growth in nickel-base superalloys. Scripta Metallurgica et Materialia, 1995, vol. 32(8), p. 1169-1174.

GAROSSHEN T.J., TILLMAN T. D., MCCARTHY G.P. Effects of B, C and Zr on the structure and properties of a PM nickel base superalloy. Metallurgical Transactions A, 1987, vol. 18A, p. 69-77.

GAYDA J., GABB T. P., KANTZOS P.T. The effect of dual microstructure heat treatment on an advanced nickel-base superalloy. Superalloys, 2004, Seven prings, p. 323-329.

GAYDA J., GABB. T. P., KANTZOS P.T. Mechanical Properties of a superalloy disk with a dual grain structure, NASA/TM-2003-212181, 2003, p. 19.

GAYDA J., GABB T. P., KANTZOS. P. T. Heat treatment devices and method of operation thereof to produce dual microstructure superalloy disks. Brevet US6660110. 2003.

GAYRAUD N., MORET F., DESVALLEES Y. Etude expérimentale et simulation numérique de la cinétique de précipitation gamma prime et de l'évolution microstructurale dans le superalliage N18 au cours de la trempe. Journal de Physique IV (Colloque C3, supplément au journal de physique III), 1995, vol. 4.

GENERAL ELECTRIC. Improvments in Cast Alloy Ingot. Brevet GB1174342. 1969.

GENEREUX P.D., BORG. C. A. Characterization of freckles in a high strength wrought nickel superalloy. Superalloys, 2000, Seven Springs, p. 19-27.

GLEITER H., HORNBOGEN E. Theorie der Welchselwirkung von Versetzungen mit kohärenten geordneten Zonen. Physica Status Solidi, 1965, vol. 12, p. 235 et p. 251.

GLEITER H., HORNBOGEN E. Beobachtung der Welchselwirkung von Versetzungen mit kohärenten geordneten Zonen. Physica Status Solidi, 1965, vol. 12, p. 235 et p. 251.

GODIN, T. Activité chimique des gaz de combustion au cours de la détente dans les futures turbines à gaz. Thèse Nantes, Ecole des Mines de Nantes, 1996, p. 146.

GOLINVAL, J. C. Aspects mécaniques des turbomachines. **[en ligne].** Disponible sur http://www.ltas-vis.ulg.ac.be/cmsms (consulté en 2005).

GROH Identification des mécanismes de déformation. YRAVALS, 1970, p. 67-75.

GUÉDOU J.Y, AUGUSTINS-LECALLIER I., NAZÉ L., CARON P., LOCQ D. Development of a new fatigue and creep resistant PM nickel-base superalloy for disk applications. Superalloys, 2008, Seven Springs, p. 21-30.

GUEDOU J.Y., LAUTRIDOU J. C., HONNORAT Y. N18, PM superalloys for disks : development and applications. Superalloys, 1992, Seven Springs, p. 267-276.

GUEDOU J. Y. Les superalliages à base nickel : des matériaux incontournables dans les moteurs d'avions, de l'influence des précipités sur la résistance mécanique. Mécamat, 1998, p.63-66.

GUILLAUME, M. Propulseur par réaction sur l'air. Brevet FR534801. 1921.

GUIMIER, A. Etude de la déformation à température moyenne d'un superalliage à base de nickel corroyé, Thèse, Nancy, Université Nancy I, 1972.

GUIMIER A., STRUDEL J.L. Stacking Fault Formation and Mechanical Twinning Process in a Nickel Base Superalloy during Tensile Deformation, International Conference on the Strength of Metals and Alloys (ASM), 1970, Asilomar, p 1145.

HADDAR N. Fatigue thermique d'un acier inoxydable austénitique 304L : simulation de l'amorçage et de la croissance des fissures courtes en fatigue isotherme et anisotherme. Thèse Paris, ENSMP CDM, 2003, p. 277.

HARDY M.C., ZIRBEL B., SHEN G., SHANKAR R. Developing damage tolerance and creep resistance in a high strength nickel alloy for disc applications. Superalloys, 2004, Seven Springs, p. 83-90.

HESSEL S.J., VOICE W., JAMES A.W., BLACKHAM S.A., SMALL C.J., WINSTONE M.R. Nickel alloy for turbine engine components. Brevet US5897718. 1999.

HESSEL S.J., VOICE W., JAMES A.W., BLACKHAM S.A., SMALL C.J., WINSTONE M.R. Nickel alloy for turbine engine components. Brevet US6132527. 2000.

HOCHSTETTER G. (1994). Propagation des fissures à haute température dans le superalliage N18 pour disques de turbomachines. Interaction entre la nature de sollicitations mécaniques et des effets d'oxydation. Thèse Paris, ENSMP CDM, 1994, 2 volumes.

HONNORAT Y. Sur les différents processus de fabrication des disques de turbine à partir de poudres préalliées. Matériaux et Techniques, 1977, novembre-décembre, p. 713-722.

HONNORAT Y. N18, un superalliage de nickel tolérant aux dommages pour les disques de moteurs d'avions de combat. Matériaux et Techniques, 1991, mai juin, p. 19-29.

HONNORAT Y., GIRAULT D. Les matériaux des moteurs aéronautiques, évolution et diversification. Matériaux et Techniques hors série, 1988, février, p. 85-91.

HULL F. C. Estimating alloy densities. Metal Progress, 1969, vol. 11, p. 139-140.

HULL D., BACON D. J. Introduction to dislocations. 3ème édition, Oxford, Pergamon Press, 1984, p. 257.

HUNT D.W., SKELTON D. K., KNOWLES D M. Microstructural stability and crack growth behaviour of a polycristalline nickel-base superalloy. Superalloys, 2000, Seven Springs, p.795-802.

HURON E. Serrated yielding in a nickel-base superalloy. Superalloys, 1992, Seven Springs, p. 675-684.

HURON E. The influence of inclusions on low fatigue life in a PM nickel-base disk superalloy. Superalloys, 1996, Seven Spring, p. 359-367.

HURON E. Method for reducing thermally induced porosity in a polycristalline nickel-base superalloy article. Brevet US5584948. 1996.

HURON E., BAIN K. R., MOURER D.P., SCHIRRA J.J., REYNOLDS P.L., MONTERO E.E. The influence of grain boundary elements on properties and microstructures of PM nickel base superalloys. Superalloys, 2004, Seven Springs, p. 73-81.

HURON E., SRIVATSA S., RAYMOND E. Control of grain size via forging strain limits for R'88DT. Superalloys, 2000, Seven Springs, p. 49-58.

HYZAK J.M., MACINTYRE C. A., SUNDBERG D.V. Dual structure turbine disks via partial immersion heat treatment. Superalloys, 1988, Seven Springs, p. 121-130

JACKSON M.P., REED R. C. Heat treatment of UDIMET 720Li : the effect of microstructure on properties. Materials Science & Engineering A, 1999, vol. 259, p. 85-97.

JAIN S.K., EWING B. A., YIN C.A. The development of improved performance PM Udimet 720 turbine disks. Superalloys, 2000, Seven Springs, p. 785-794.

JARRET R.N., COLLIER J. P., TIEN J.K. Effects of cobalt on the hot workability of nickel-base superalloys. Superalloys, 1984, Seven Springs.

JARRET R.N., TIEN J. K. Effects of cobalt on structure, microchemistry and properties of a wrought nickel-base superalloy. Metallurgical Transactions A, 1982, vol. 13A, p. 1021-1032.

JENA A.K., CHATURVEDI M. C. Review : the role of alloying elements in the design of nickel-base superalloys. Journal of Materials Science, 1984, vol. 19, p. 3121-3139.

KEAR B.H., GIAMEI A.F., LEVERANT G.R., OBLACK J.M., Viscous slip in the $L1_2$ lattice, Scripta Metallurgica., 1969, vol. 3, p. 455-460

KEARSEY R.M., KOOL A. K., BEDDOES J.C., COOPER C. Development and characterization of a damage tolerant microstructure for a nickel base turbine disc alloy. Superalloys, 2000, Seven Springs, p. 117-126.

KISSINGER R. D. Cooling path dependent behavior of a supersolvus heat treated nickel base superalloy. Superalloys, 1996, Seven Springs, p. 687-695.

KNOWLES D.M., CHEN Q.Z. Superlattice stacking fault formation and twinning during creep in γ/γ′ single crystal superalloy CMSX-4, Materials Science and Engineering, 2003, vol. 340 (1-2), p. 88-102.

KOFF B. L. Gas turbine technology evolution: a designer's perspective. Journal of Propulsion and Power, 2004, vol. 20(4), p. 577-595.

KRUEGER D.D., KISSINGER R. D., MENZIES R.G. Development and introduction of a damage tolerant high temperature nickel-base disk alloy, René88DT. Superalloys, 1992, Seven Springs, p. 277-286.

KRUEGER D.D., KISSINGER R. D., MENZIES R.G., WUKUSICK C.S. Fatigue Crack growth resistant nickel-base article and alloy and method for making. Brevet US4957567. 1990.

KRUEGER D.D., WESSELS J. F., CHANG K-M. Creep, stress rupture and hold-time fatigue crack resistant alloys. Brevet US5143563. 1992.

KRUEGER D. D. High strength fatigue crack-resistant alloy article. Brevet US5080734. General Electric. 1992b.

KUTUMBA RAO V., TAPLIN D. M. R., RAMA RAO P. The grain size dependence of flow and fracture in a Cr-Mn-N austenic steel from 300 to 1300 K. Metallurgical Transactions, 1975, vol. 6A, p. 77-86.

LASALMONIE A., STRUDEL J.L. Interfacial dislocation networks surrounding γ' precipitates in a nickel base alloy. Philosophical Magazine, 1975, vol. 32, p. 939.

LASALMONIE A., STRUDEL J. L. Review : Influence of grain size on the mechanical behaviour of some high strengh materials. Journal of Materials Science, 1986, vol. 21, p. 1837-1852.

LAUTRIDOU J.C., GUEDOU J. Y. Heat treatment upgrading on PM superalloy N18 for high temperature applications. Materials for Advanced Power Engineering, 1994, p. 951-960.

LESTRAT D. Etude microstructurale et mécanique d'un superalliage base nickel. Contribution de l'endommagement par fluage. Thèse Pris, ENSMP CDM, 1989, 2 volumes.

LEVERANT G.R., KEAR B. H. The mechanism of creep in gamma prime precipitation-hardened nickel-base alloys at intermediate temperatures. Metallurgical and Materials Transactions B, 1970, vol. 1(2), p. 491-498.

LHERBIER L.W., KENT W. B. PM Superalloys: Technical and Economic Considerations. The International Journal of Powder Metallurgy, 1990, vol 26(2), p. 131-137.

MINISTERE DE L'INDUSTRIE (2001). "La sécurité d'approvisionnement en matières premières minérales. **[en ligne].** Disponible sur http://www.industrie.gouv.fr/energie/matieres/textes/se_securite.htm (consulté en 2001).

LOCQ D. Nouveaux alliages MdP - Réunion ONERA-CDM du 27 novembre 2002. Châtillon, ONERA.

LOCQ D., CARON P. Effet de la substitution Mo/W, Ti/Nb Ti/Ta sur les propriétés mécaniques de superalliages base nickel expérimentaux, Contrat Promethee, 2002.

LOCQ D., CARON P., RAUJOL S., PETTINARI-STURMEL F., COUJOU A., CLÉMENT N. On the role of tertiary gamma' precipitates in the creep behaviour at 700°C of a PM disk superalloy. Superalloys, 2004, Seven Springs, p. 179-187.

LOCQ D., F. D., RAMUSAT C., CARON P. Nouveaux alliages pour disques, RT 1/05461. ONERA, Châtillon, 2002, p. 22.

LOCQ D., MARTY M., WALDER A., CARON P. Development of new PM superalloys for high temperature applications. EUROMAT, 1999, Munich, p. 6.

LOCQ D., MARTY M., CARON P. Optimisation of the mechanical properties of a new PM superalloy for disk applications. Superalloys, 2000, Seven Springs, p. 395-403.

LOCQ D., PASSILLY. F., RAMUSAT C., CARON P. Optimisation des propriétés mécaniques du superalliage N18 "petits grains" élaboré par métallurgie des poudres pour disques de turbomachines. ONERA, Châtillon, décembre 2000, p. 38.

LOOMIS W.T., FREEMAN J. W., SPONSELLER D.L. The influence of molybdenum on the gamma prime phase in experimental nickel-base superalloys. Metallurgical Transactions, 1972, vol. 3, p. 989-1000.

LOUCHET F. A model of negative creep in nickel based superalloys. Scripta Metallurgica & Materialia, 1995, vol. 33, p. 913-918.

LOYER DANFLOU H., MARTY M., WALDER A. Formation of serrated grain boundaries and their effect on the mechanical properties in a PM nickel base superalloy. Superalloys, 1992, Seven Springs, p. 63-72.

MANNING A. J. Hf on Fatigue Crack Propagation in Gamma-Gamma-Prime Polycrystalline Ni-Based Superalloys. 4th international Charles Parsons Turbine Conference: Advances in turbine materials, design and manufacturing, 1997, Newcastle Upon Tyne.

MAO J., CHANG K.-H., YANG W., FURRER D., RAY K., VAZE S.P. Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy René88DT. Materials Science & Engineering A, 2002, vol. 332, p. 318-329.

MAO J., CHANG K.-M., FURRER D. Quench cracking characterization of superalloys using fracture mechanics approach. Superalloys, 2000, Seven Springs, p. 109-116.

MAO J., CHANG K.-M. Growth kinetics of gamma prime precipitates in PM superalloys."Materials desing approaches and experiences, 2001, p. 309-319.

MARCHAND C., LE BIHAN Y. CND par courants de Foucaut au LGEP- Applications dans le domaine aéronautique. Laboratoire de Génie Electrique de Paris. [en ligne]. Disponible sur http://www.elec.unice.fr (consulté en 2003).

MARTY M., LOCQ D., CARON P. Comportement en fluage à 700°C d'un superalliage pour disques de turbomachines élaborés par MdP, RT 61/1931 DMMP/Y. ONERA, Châtillon, 1998.

MARTY M., WALDER A., DIOT C. Influence of solid solution strengthening elements on the properties of PM nickel base alloys. PM Aerospace Materials, 1987, Lucerne, p. 10.

MATHEY G. F. Method for making superalloy turbine disks having graded coarse and fine grains. Brevet US5312497. 1994.

MATTINGLY J. D. Rolls Royce Olympus 593 Turbojet Engine." **[en ligne].** Disponible sur http://www.aircraftenginedesign.com (consulté en 2004).

MAURER G.E., JACKMAN L. A., DOMINGUE J.A. Role of cobalt in Waspaloy. Superalloys, 1980, Seven Springs, p. 43-52.

MENDEZ J., VILLECHAISE P., JOUIAD M., FLAGEOLET B., CLEMENT N., COUJOU A., PETTINARI-STURMEL F., RAUJOL S., LOCQ D., CARON P. Fatigue, fluage, vieillissement à long terme des superalliages pour disques et aubes de turbine de l'ATSF. Recherche aéronautique sur le supersonique : programmes et actes, 1er colloque national, 2002, Paris, p. 153-161.

MENG Z., SUN G., LI M. The strengthening effect of tantalum in nickel-base superalloys. Superalloys, 1984, Seven Springs, p. 563-572.

MERCERON G. Comportement mécanique et oxydation d'alliages FeCrAl à haute température. Centre des Matériaux. Thèse Paris, ENSMP CDM, 2000, p. 200.

MERRICK H., BENN R., BHOWAL P.R. High strength powder metallurgy nickel base alloy. Brevet US6468368. 2002.

MIHALISIN J.R., DECKER R. F. Phase transformation in nickel-rich nickel-titanium-aluminium alloys. Transactions of the Metallurgical Society of AIME, 1960, vol. 218, p. 507-515.

MITCHELL R.J., HARDY M. C., PREUSS M., TIN S. Development of gamma prime morphology in PM rotor disc alloys during heat tratment. Superalloys 2004, Seven Springs, p. 361-370.

MOLINS R. Oxydation des superalliages à base de nickel Identification des mécanismes et conséquences sur le mode de propagation des fissures en fatigue à haute température. Thèse Paris, ENSMP CDM, 1995.

MONS C. Traitements thermiques des superalliages. Techniques de l'ingénieur, Matériaux Métalliques. Paris, 1994, n° M1165, p. 1-11.

MORINAGA M., YUKAWA N., ADACHI H., EZAKI H. New Phacomp and its applications to alloy design. Superalloys, 1984, Seven Springs, p. 23-532.

MORRA J.M., BIEDERMAN R. R., TULER F.R. The deformation behavior of PM René95 under isothermal forging conditions. Superalloys 1988: Seven Springs.

MOSSER P.E., FRANCHET. J. M., DESVALLEES Y. Modélisation de la trempe des disques en N18 ; contrôle de la microstructure et des contraintes résiduelles. **In** : Séminaire " « Evolutions microstructurales des superalliages base nickel lors des cyclages thermiques, 1993, Snecma.

MOUILLESEAUX I. Molybdène et cobalt débarquent en force. **[en ligne].** Disponible sur http://edito-matieres-premieres.fr/molybdene-et-cobalt-debarquent-en-force/#hl-cobalt (consulté en 2010).

MOURER D., HURON E. S., BACKMAN D.G., BAIN K.R., REYNOLDS P.L., SCHIRRA J.J., GABB T.P. Ni based superalloy and its use as gas turbine disks, shafts, and impellers. Brevet EP1195446A1. 2002.

NAZE L., COLIN C., STRUDEL J.L, BIENVENU Y. Nouveaux alliages MdP, 1167/MPE/10/2/3/4 Evry, CDM-ENSMP, 2000.

NAZE L., LOCQ D. Optimisation métallurgique des nouveaux superalliages MdP. Evry, CDM-ENSMP-ONERA, 2007.

NAZÉ L., STRUDEL J. L. Strain rate effects and hardening mechanisms in Ni base superalloys. THERMEC, 6th International Conference on Processing and Manufacturing of Advanced Materials, 2010, Berlin, Material Science Forum, vol. 638-642, p. 53-60.

NEUGEBAUER F., ANSELM F. Aircraft Engine. Brevet CA407466. 1942.

PAINTENDRE B. Influence de la composition sur la constitution et les propriétés mécaniques de superalliages base nickel produits par la métallurgie des poudres. Thèse Paris, ENSMP CDM, 1986.

PAINTENDRE B., BIENVENU Y., DUCROCQ C., LAUTRIDOU J.C., WALDER A., MARTY M., DAVIDSON J.H., FARAL O. The influence of boron on the microstructure and properties of PM nickel base superalloys. High temperature alloys for gas turbines and others applications, 1986, Liège. Betz, vol. 2, p. 877-886.

PAINTENDRE B., BIENVENU Y., DUCROCQ C., LAUTRIDOU J.C., DAVIDSON J.H., FARAL O. The influence of gamma-prime forming elements on the properties of a nickel base superalloy produced by powder metallurgy. High temperature alloys for gas turbines and other applications, 1986, Liège, vol. 2, p. 867-876.

PELLOUX R.M., GRANT N. J. Solid solution and second phase strengthening of nickel alloys at high and low temperatures. Transactions of the Metallurgical Society of AIME, 1960, vol. 218, p. 232-237.

POLLOCK T.M., ARGON A.S. Creep resistance of CMSX-3 nickel base superalloy single crystals, Acta Metallurgica & Materialia, 1992, vol. 40, p. 1-30

PONNELLE S. Propagation des fissures par fatigue à haute température dans l'Inconel 718 : effets de microstructures et de chargements complexes, Thèse Paris, ENSMP CDM, 2001, p. 253.

PONNELLE S. Rapport interne NI. YKO/2002/001000. Villaroche, Snecma, 2002.

POPE D.P., EZZ S.S. Mechanical properties of Ni_3Al and nickel base alloys with high volume fraction γ', International Metals Reviews, 1984, vol. 29, p. 136-167.

PROVENDIER-AUBOURG V. Bases physiques d'un modèle de comportement viscoplastique pour un superalliage base nickel. Thèse Paris, ENSMP CDM, 1994, p. 212.

PROVENDIER-AUBOURG V., STRUDEL J.L. Creep and relaxation mechanisms in a nickel base alloy at 650°C. 1995, Physica Status Solidi, 1995, vol. 149(a), p. 355.

PYCZAK F., NEUMEIER S., GOEKEN M. Influence of lattice misfit on the internal stress and strain state before and after creep investigated in nickel-base superalloys containing Re and Ru. Materials Science & Engineering, 2009, vol. 510-511(A), p. 295-300.

QUADFASEL U., MECKING H., ESTRIN E. Continuous and cyclic stress relaxation in aluminium. Materials Science & Engineering A, 1991, vol. A(1), p. 29-39.

RAE C.M.F., VOSKOBOYNIKOV R.E. Recent advances in large-scale MD modelling of dislocations in two-phase Ni-based alloys. EuroSuperalloy, 2010, p.11.

RAISSON G. Evolution of PM nickel base superalloy processes and products. Powder Metallurgy, 2008, vol. 51(1), p. 10-13.

RAISSON G., DAVIDSON J. H. N18, a new generation PM superalloy for critical turbine components. Conference on high temperature materials for power engineering, 1990, Liège, Kluwer Academic Publishers, p. 1405-1409.

RAISSON G. Propriétés et applications des superalliages, métallurgie des poudres, élaboration et procédés, cours du 15 novembre 2000, CACEMI.

RAMAKRISHNAN R.I., HOWSON T. E. Modeling the heat treatment of superalloys. Journal of Metals (juin), 1992, p. 29-32.

RATEL N., CALDERON H.A., MORI T., WITHERS P.J. Predicting the onset of rafting of the γ' precipitates by channel deformation in a Ni superalloy. Philosophical Magazine, 2010, vol. 90, p. 585-597.

RAUJOL S. Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disque de turbine. CEMES. Toulouse, INSA: 160. Thèse Toulouse CEMES, INSA 2004, p. 160.

RAUJOL S., PETTINARI.-STURMEL. F., LOCQ D., CARON P., COUJOU A., CLÉMENT N. Creep straining micro-mechanisms in a powder-metallurgical nickel-based superalloy. Materials Science & Engineering A, 2004, vol. A 387-38, p. 678-682.

REPPICH B. Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in g' precipitating Ni-base alloys - I. Theoretical Concept. Acta Metallurgica, 1982, vol. 30, p. 87-94.

REPPICH B., Negatives Kriechen. Z. Metallkde, 1984, vol. 75, p. 193-202.

REPPICH B., SCHEPP P., WEHNER G. Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in g' precipitating nickel-base alloys - II. Experiments. Acta Metallurgica, 1982, vol. 30, p. 95-104.

RICKS R.A., PORTER A. J., ECOB R.C. The growth of gamma prime precipitates in nickel-base superalloys. Acta Metallurgica, 1983, vol. 31, p. 43-53.

ROSENTHAL P. (1996). Hot workability study of fine grained Iron Nickel based superalloys. Senior Project. California Polytechnic State University, 1996.

SAADA G. L'état métallique : déformation plastique. Techniques de l'ingénieur, Matériaux Métalliques. Paris, Techniques de l'ingénieur, 1995, n° M45, p. 1-23.

SAINT-ANTONIN F. Modes et microstructures de relaxation de l'Astroloy à 650°C, Thèse Paris, ENSMP CDM, 1991.

SAINT-ANTONIN, F. Essais de fluage. Techniques de l'ingénieur, Matériaux Métalliques. Paris, Techniques de l'ingénieur, 1995, n° M140, p. 1-13.

SAINT-ANTONIN F., STRUDEL J.L. Stress Relaxation in a Ni Base Superalloy after Low Initial Straining, Proceedings of the Fourth International Conference on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, 1990, Swansea, U.K., B. Whilshire and R.W. Evans Eds., p. 303.

SANSOZ F. Propagation des petites fissures de fatigue dans les zones de concentration de contraintes dans le superalliage N18. Thèse Paris, ENSMP CDM, 2000.

SAROSI P., VISWANATHAN G. B., WHITIS D., MILLS M. Imaging and characterization of gamma prime precipitates in nickel-based superalloys. Superalloys, 2004, Seven Springs, p. 989-996.

SCHIRRA J.J., REYNOLDS P. L., HURON E., BAIN K.R., MOURER D.P. Effect of microstructure (and heat treatment) on the 649°C properties of advanced PM superalloy disk materials. Superalloys 2004, Seven Springs, p. 341-350.

SCHMITTBIEL J. M. Modes de recristallisation après forgeage isotherme d'un superalliage élaboré par métallurgie des poudres. Thèse Paris, ENSMP CDM, 1996, p. 135.

SHAH D.M., DUHL D. N. Effect of minor elements on the deformation behavior of nickel base superalloys. Superalloys, 1988, Seven Springs, 693-702.

SCHWARZ R.B., LABUSCH R. Dynamic simulation of solution hardening. Journal of Applied Physics, 1978, vol. 49, p. 5174.

SIMS C.T. A history of superalloy metallurgy for superalloys metallurgists. Superalloys, 1984, Seven Springs, p. 400-419.

SIMS C.T., STOLOFF N. S., HAGEL W.C., Superalloys II; High temperature materials for aerospace and industrial power. New York, Wiley-Interscience Publication, John Wiley & Sons, 1987, p. 615.

SIMS C. T. Beyond superalloys: the goals, the materials and some reality. Superalloys, 1988, Seven Springs, p. 173-182.

SNECMA. Rapport interne NI. YKOM2/2000/01159. Villaroche, Snecma, 2000.

SNECMA Rapport interne NI. YKOM2/2001/00264. Villaroche, Snecma, 2001.

SNECMA Rapport interne « Superalliages MdP pour disques chauds ». Villaroche, Snecma, 2004.

SOUCAIL M. Etude rhéologique et microstructurale de l'Astroloy en vue de la modélisation du soudage par friction inertielle. Thèse Paris, ENSMP CDM, 1992.

SOUCAIL M., MARTY M., OCTOR H. Development of coarse grain structures in a powder metallurgy nickel base superalloy N18. Scripta Materialia, 1995, vol. 34(4), p. 519-525.

SOUCAIL M., MARTY. M., OCTOR H. The effect of high temperature deformation on grain growth in a PM base superalloy. Superalloys, 1996, p. 663-666.

SPÄTIG P., B. J., MARTIN J.L. A new method for activation volume measurements : application to Ni_3(Al,Hf). Materials Science & Engineering A, 1993, vol. 167, p. 73-79.

SPILMONT J.G. Etude de la sensibilité à la fragilisation par l'hydrogène de l'alliage 718 en milieu primaire de réacteur à eau pressurisée. Thèse Paris, ENSMP CDM, 1999, p. 150.

SPONSELLER D. L. Differential thermal analysis of nickel-base superalloys. Superalloys, 1996, Seven Springs, p. 259-270.

STRUDEL J. L. Mechanical Properties of Multiphase Alloys. **In** : Cahn R.W., Haase, P., Physical Metallurgy. Amsterdam, Elsevier B.V., 1983, p. 2106.

STRUDEL J.L. Nickel-base Superalloys: an Engineering and Scientific Challenge. Proceedings of the Int'l Symposium on "Frontiers in the Design of New Materials", 2007, Editor B. Raj and S. Rangathan Universities Press (India 2007), p. 195-209.

TELESMAN J., GABB T. P., KANTZOS P.T. Crack growth in a nickel based superalloy. Fatigue, 2002, Stockholm, p. 2879-2886.

TELESMAN J., KANTZOS P. T., GAYDA J., BONACUSE P.J., PRESCENZI A. Microstructural variables controlling time-dependent crack growth in a PM superalloy. Superalloys, 2004, Seven Springs, p. 215-224.

THOMAS P., LOCQ D. Compte-rendu d'essais. Châtillon, ONERA DMMP/MHT, 2001.

THOMAS P., LOCQ D. Détermination des conditions expérimentales de densification de poudres "électrode tournante". Châtillon, ONERA, 2001, p. 24.

TIMMINS R., GREENWOOD G.W., DYSON B.F. Negative creep in a nickel base superalloy. Scripta Metallurgica, 1986, vol. 20, p. 67-70.

VALIBUS L.F. Essais de fluage et de relaxation. Matériaux et Techniques (Juin Juillet), 1976, p. 219-227.

VASSEUR E. Fatigue anisotherme et microstructures de superalliages colonnaires Thèse Paris, ENSMP CDM, 1993, p. 205.

VISWANATHAN G.B., SAROSI P., HENRY M., WHITIS D., MILLS M. Deformation mechanisms at intermediate creep temperature in Rene88DT. Superalloys, 2004, Seven Springs, p. 73-178.

VISWANATHAN G.B., SAROSI P.M., HENRY M.F., WHITIS D.D., MILLIGAN W.W. Investigation of creep deformation mechanisms at intermediate temperatures in René 88 DT. Acta Materialia, 2005, vol. 53, p. 3041-3057.

VON OHAIN H. J. Strahltriebwerk, insbesondere für Luftfahrzeuge. Brevet DE767258. 1952.

WALDER A. Les matériaux pour moteur d'avions du présent et de l'avenir. Journée SF2M/ section nord : les matériaux pour applications à haute température, Lille, 1999.

WHITIS D. Recovery and recrystallisation after critical strain in the nickel-based superalloy René88DT. Superalloys 2004, Seven Springs, p. 391-400.

WHITTLE F. Improvements relating to the propulsion of aircraft and other vehicles. Brevet GB347206. 1931.

WLODEK S.T. The structure of IN-100. Transactions of the ASM, 1964, vol. 57, p. 110-119.

WLODEK S.T., KELLY M., ALDEN D.A. The structure of N18. Superalloys, 1992, Seven Springs, p. 467-476.

WLODEK S.T., KELLY M., ALDEN D.A. The structure of René88 DT. Superalloys, 1996, Seven Springs, p. 129-286.

WOLFF C., D. D. Viscosité. Techniques de l'ingénieur, Mesures et Contrôle. Paris, Techniques de l'ingénieur, 1994, n° R2350, p. 1-26.

WOODYATT L.R., SIMS C. T., BEATTIE H.J. Prediction of sigma-type phase occurence from compositions in austenitic superalloys. Transactions of the metallurgical society of AIME, 1966, vol. 236(Avril), p. 519-527.

YUKAWA N., MORINAGA M., EZAKI H., MURATA Y. Alloy design of superalloys by the d-electrons concept. High temperatures alloys for gas turbines and other applications, 1986, Liège, p. 935-944.

ZHANG J.X., WANG J.C., HARADA H., KOIZUMI Y. The effect of lattice misfit on the dislocation motion in superalloys during high temperature low stress creep. Acta Materialia, 2005, vol. 53, p. 4623-4633.

ZHANG Y H , KNOWLES D. M. Deformation behaviour and development of microstructure during creep of a nickel-base superalloy. Creep and fracture of engineering materials and structures, 2001, Swansea, p. 405-414.

ZHAO J.C., RAVIKUMAR V., BELTRAN A.M. Phase precipitation and phase stability in Nimonic 263. Metallurgical and Materials Transactions A, 2001, vol. 32A, p. 1271-1282.

Conception de nouveaux superalliages MdP base nickel pour disques de turbines

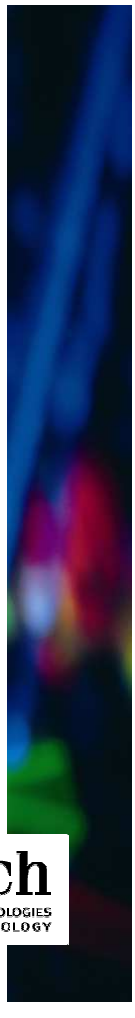
RESUME : Dans l'objectif de la modernisation du moteur M88 de la SNECMA, de nouvelles spécifications relatives au matériau des pièces qui sont actuellement forgées et usinées en superalliage N18 - notamment les disques de turbine haute pression - ont été formulées. Cette étude s'est attachée à la définition de nouveaux superalliages polycristallins à base de nickel, élaborés par métallurgie des poudres, qui répondent à ces spécifications, c'est-à-dire, globalement, qui présentent des propriétés mécaniques et une stabilité microstructurale supérieures à celles du N18 tout en diminuant sensiblement la fraction volumique de la phase durcissante γ'. En se référant aux connaissances collectées sur le rôle des différents éléments d'alliages et des traitements thermiques sur les caractéristiques microstructurales et mécaniques des superalliages, de nouvelles compositions sont proposées. Les alliages expérimentaux, élaborés selon ces compositions, sont analysés microstructuralement et testés mécaniquement en traction, en fluage et en propagation de fissure afin de comparer leurs propriétés à celles de superalliages utilisés industriellement et pris comme références. Certains des alliages testés présentant une remarquable tenue en traction et en fluage, une analyse en microscopie électronique en transmission des mécanismes de déformation a été réalisée et une interprétation de cette excellente résistance à la déformation à haute température est proposée.

Mots clés : Superalliages base nickel, métallurgie des poudres, éléments d'alliages, traitements thermiques, fluage, mécanismes de déformation

Design of new powder metallurgy Nickel base superalloys for turbines discs

ABSTRACT: In order to upgrade the SNECMA M88 engine, new specifications were issued for the material of the parts that are currently made by forging and machining N18 superalloy, including, essentially, turbine discs. This study focuses on the development of new Nickel base polycrystalline superalloys which meet these specifications, i.e. which generally exhibit mechanical properties and microstructural stability better than that of alloy N18, in spite of a significant reduction of the γ' volume fraction. Refering to the state of the art on the specific role of each of the various alloying elements and of heat treatments on the microstructural and mechanical characteristics of the superalloys, new compositions are explored. The microstructures of these experimental alloy compositions are analysed. Tensile, creep and crack propagation tests are performed in order to compare the properties of these new alloys with those of reference, industrially used, superalloys. Among the evaluated alloys, those exhibiting a remarkable tensile and creep resistance were examined by transmission electron microscopy in order to identify the various deformation mechanisms: an interpretation of the outstanding resistance to deformation is presented.

Keywords : Nickel base superalloys, powder metallurgy, alloying elements, heat treatments, creep, deformation mechanisms



MINES ParisTech

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY