HAL
open science

Analyse des mécanismes métallurgiques survenant dans l'alliage AD730TM au cours du revenu de relaxation des contraintes

Malik Durand

▶ **To cite this version:**

Malik Durand. Analyse des mécanismes métallurgiques survenant dans l'alliage AD730TM au cours du revenu de relaxation des contraintes. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris sciences et lettres, 2021. Français. NNT : 2021UPSLM036 . tel-03521628

HAL Id: tel-03521628

https://pastel.hal.science/tel-03521628v1

Submitted on 11 Jan 2022

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.

PSL UNIVERSITÉ PARIS

THÈSE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PSL

Préparée à MINES ParisTech

Analyse des mécanismes métallurgiques survenant dans l'alliage AD730™ au cours du revenu de relaxation des contraintes

Soutenue par
Malik DURAND
Le 18 janvier 2021

Ecole doctorale n° 364
Sciences Fondamentales et Appliquées

Spécialité
Mécanique Numérique et Matériaux

Composition du jury :

Rodrigue, DESMORAT Professeur, ENS Cachan	*Président*
Alain, JACQUES Directeur de recherche CNRS, IJL	*Rapporteur*
Bernard, VIGUIER Professeur, CIRIMAT-ENSIACET	*Rapporteur*
Fabien, PAUMIER Docteur, Institut Pprime – Université de Poitiers	*Examinateur*
Jonathan, CORMIER Docteur, Institut Pprime – ISAE ENSMA	*Examinateur*
Nathalie, BOZZOLO Professeur, CEMEF – MINES ParisTech	*Directeur de thèse*

MINES ParisTech | PSL

Remerciements

Tout d'abord, je remercie mes encadrants académiques Nathalie BOZZOLO et Jonathan CORMIER ainsi que mon encandrant industriel Jean-Michel FRANCHET pour toute l'énergie investie, votre soutien et la grande disponibilité dont vous avez su faire preuve tout au long de ces trois belles années. Je suis ravi d'avoir travaillé en votre compagnie car outre l'appui scientifique, vous avez toujours été là pour me soutenir et me conseiller au cours de la construction de cette thèse. Vos futurs doctorants ne savent pas encore la chance qu'ils auront de vous côtoyer.

Ce travail n'aurait pu être mené à bien sans les collaborations, la disponibilité et l'accueil des personnes qui ont gravité autour de sujet. Je tiens donc à remercier chaleureusement : Florence PETTINARI-STURMEL (CEMES), Muriel HANTCHERLI (CEMES), Cécile MARCELOT (CEMES), Paraskevas KONTIS (Institut Max Planck, Düsseldorf), Shyam KATNAGALLU (Institut Max Planck, Düsseldorf), Jean ALMORIC (Orsay Physics), Arnaud HOUEL (Orsay Physics), Alexis NICOLAY (CEMEF), Christian DUMONT (A&D), Florence LEGAY (A&D), Pascal GADAUD (Institut Pprime - ISAE ENSMA), Patrick VILLECHAISE (Institut Pprime - ISAE ENSMA), Mickaël PIELLARD (SafranTech), Daniel GALY (SafranTech) et Anne-Laure ROUFFIE (SafranTech). Mention spécial à Fabien PAUMIER (Institut Pprime - Université de Poitiers) que j'ai eu la chance d'avoir comme enseignant durant mes années de Licence et Master. Lorsque je lui ai proposé des analyses complexes et différentes, il a su innover, explorer un nouveau matériau et sortir des sentiers battut. De plus, pour pouvoir obtenir les résultats expérimentaux présentés dans ce manuscrit, il fallut le soutien de Gilbert FIORUCCI (CEMEF) pour les traitements thermiques, Cyrille COLLIN (CEMEF) pour la préparation métallographique et Suzanne JACOMET (CEMEF) pour les analyses au MEB. Ce travail est aussi le vôtre, merci pour tout.

Bernard VIGUIER (CIRIMAT - ENSIACET) et Alain JACQUES (CNRS - IJL) m'ont fait l'honneur d'être rapporteurs de ma thèse, ils ont pris le temps de me lire, m'écouter et de discuter avec moi. Leurs remarques m'ont permis d'envisager mon travail sous un autre angle. Je tiens à remercier Rodrigue DESMORAT (ENS Cachan) et Fabien PAUMIER (Institut Pprime - Université de Poitiers) pour avoir accepté de participer à mon jury de thèse et pour leurs participations scientifiques ainsi que le temps qu'ils ont consacré à ma recherche.

Ce travail n'aurait pu être mené à bien sans la présence de mes collègues et amis les plus proches du CEMEF qui ont contribué au maintien d'une bonne ambiance mêlant convivialité et entraide. J'adresse donc un grand merci à Alexis, Julien, Suzanne, Anthony, Karen, Sebastian, Ludovic, Brayan, Juhi, Diego, Baptiste et mon camarade de route et de bureau Jules. Quand on a la tête dans le guidon, on ne se rend pas compte de l'importance que vous avez mais maintenant que je rédige ces remerciements et avec la nostalgie, je ressens votre nécessité au cours de mes années de thèse. Je profite de ce paragraphe pour remercier mes collègues de l'institut Pprime : Nicolas, Marco, Adèle, François et Arantxa. Merci pour l'accueil chaleureux lors de mes séjours dans le Poitou et des parties de rigolades durant les diverses réunions OPALE.

Au terme de ce parcours, je remercie enfin celles et ceux qui me sont chers. Leurs attentions et encouragements m'ont accompagné tout au long de ces trois années. Je suis redevable à ma famille et plus particulièrement à mes parents pour votre soutien moral et matériel, votre confiance indéfectible dans mes choix et vos encouragements. Enfin, j'ai une pensée toute particulière à Inès, mon épouse qui partage ma vie depuis 8 ans. Tu es un pilier depuis notre rencontre et tu l'as été encore plus durant ces trois années. Merci d'avoir partagé tous ces moments avec moi, de m'avoir écouté, aidé et supporté quand ça allait moins bien. Cette réussite n'est pas que mienne, elle est nôtre.

Table des matières

Introduction **4**

I Contexte, objectifs et éléments bibliographiques **7**

1 Contexte industriel 7

2 Microstructure des disques en alliages γ/γ' et évolution des précipités 9

2.1 Matrice 9

2.2 Précipités 10

3 Traitements thermiques post-forgeage de l'alliage AD730^{TM} 13

3.1 Mise en solution (MES) 15

3.2 Refroidissement contrôlé 18

3.3 Revenu 22

4 Echelles de contraintes internes 23

5 Relaxation industrielle et essais de laboratoire de relaxation et de fluage isotherme 27

6 Mécanismes de déformation à l'échelle microscopique 32

6.1 Mécanismes diffusionnels 32

6.1.1 Diffusion transgranulaire - Modèle de Nabarro-Herring . . 33

6.1.2 Diffusion intergranulaire - Modèle de Coble 33

6.1.3 Glissement des joints de grains 35

6.2 Mécanismes dislocationnels 36

6.2.1 Contournement 36

6.2.2 Cisaillement avec création d'une paroi d'antiphase 37

6.3 Loi phénoménologique de Norton 41

II Matériaux et techniques expérimentales **45**

1 Matière disponible 45

1.1 Demi-disques polycristallins (PX : « polycristalline ») brut de forge en AD730^{TM} 45

1.2 Monograins d'alliage AD730^{TM} (SX : « Single Crystal ») 47

1.3 Synthèse des différentes microstructures initiales 48

2 Méthodes d'analyses macroscopiques 49

2.1 Essai de relaxation isotherme 49

2.2 Essai de fluage isotherme 55

2.3 Essai de dilatométrie isotherme 55

2.4 Résonance dynamique 56

3 Méthodes d'analyses microscopiques 56

3.1 Observation de la microstructure dans son ensemble 57

3.2 Analyse quantitative des précipités 58

3.2.1 Préparation métallographique et mode d'imagerie 58

3.2.2 Quantification de la précipitation durcissante 61

3.2.3 Observation des joints de grains 63

3.3 Analyse des paysages de dislocations 64

3.3.1 Image par contraste de canalisation d'électrons (ECCI : « Electron Channeling Contrast Imaging ») 65

3.3.2 Microscopie Electronique en Transmission (MET) 69

3.3.3 Analyses EBSD : « Electron BackScatter Diffraction » et cartographies KAM : « Kernel Average Misorientation » . . 71

3.4 Analyse chimique 74

3.4.1 EDX « Energy Dispersive X-ray » 74

3.4.2 Sonde Atomique Tomographique 76

3.4.3 Nano-SIMS 77

3.5 Evolution du paramètre de maille en température par Diffraction des Rayons X (DRX) in situ 79

III Comportement macroscopique **85**

1 Résultats des essais de dilatométrie isotherme 85

1.1 Condition de référence : Evolution à 760 °C 86
1.2 Paramètres influents 87
2 Module d'Young en fonction de la température et au cours d'un maintien à 760 °C 89
3 Essais de relaxation 91
3.1 Condition de référence : Relaxation à 760 °C / 500 MPa 91
3.2 Influence de la contrainte initiale 95
3.3 Influence de la température 97
3.4 Influence de la microstructure initiale 99
3.4.1 Vitesse de refroidissement après mise en solution - Taille des précipités secondaires 99
3.4.2 Influence d'un traitement thermique préalable - Stabilisation de la microstructure 101
3.4.3 Pré-déformation - introduction de dislocations 102
3.5 Influence des joints de grains et de la texture cristallographique à 730 °C et 760 °C 105
4 Analyse des mécanismes de déformation au moyen de la loi de Norton 106
4.1 Analyse de la condition de référence : relaxation à 760 °C / 500 MPa 106
4.2 Influence de la contrainte et de la température 108
4.3 Influence de la microstructure initiale 112
5 Essais de fluage 115
6 Conclusions et comparaison avec le superalliage Rene 65 118

IV Mécanismes de déformation dislocationnels et diffusionnels 124
1 Mécanismes de déformation dislocationnels 124
2 Mécanismes de déformation diffusionnels 130
3 Conclusion 138

V Mécanismes responsables de la contraction isotherme 141
1 Taille et fraction surfacique des précipités γ'_{II} et γ'_{III} 141
1.1 Précipités à coeur de grains 141
1.1.1 Cinétiques d'évolution des précipités durcissants au cours d'un traitement thermique 141

1.1.2 Evolution de la précipitation durcissante durant l'essai de relaxation à 760 °C sous une contrainte initiale de 500 MPa 146
1.1.3 Evaluation de la taille des précipités γ'_{III} par sonde atomique 148
1.2 Précipités aux abords des joints de grains 149
1.2.1 Microstructure de précipitation γ' aux abords des joints de grains à l'état initial PX-96 149
1.2.2 Evolution durant le traitement thermique 153
1.2.3 Apparition d'autres phases proches des joints de grains et des précipités γ'_I 155
2 Composition chimique des précipités durcissants et de la matrice environnante à coeur de grains 161
3 Evolution des paramètres de maille suivie par DRX 169
3.1 Evolution en fonction de la température (SX) 169
3.1.1 Première montée en température de 20 à 760 °C 169
3.1.2 Seconde montée en température de 20 à 900 °C après un maintien de 40 heures à 760 °C et un retour à la température ambiante 173
3.2 Evolution des paramètres de maille au cours du temps (SX) 179
3.3 Retour à la température ambiante après 40 heures à 760 °C (SX) . . . 181
3.4 Evolution au cours du temps (PX) 182
4 Relation entre les changements de composition chimique locaux, la diminution du paramètre de maille et la contraction macroscopique 183
5 Conclusion 186

VI Synthèse et perspectives **190**

Table des acronymes

γ : Matrice

γ' : Précipités

γ'_I, γ'_{II} et γ'_{III} : Précipités primaires, secondaires et tertiaires

δ : Désaccord paramétrique

ε : Déformation

$\dot{\varepsilon}$: Vitesse de déformation

σ : Contrainte

$\dot{\sigma}$: Vitesse de relaxation des contraintes

$\bar{d}$: Diamètre équivalent des précipités γ'_I, γ'_{II} et γ'_{III}

$\bar{D}$: Diamètre des grains

f_s : Fraction surfacique

a : Paramètre de maille

APT : Atom Probe Tomography

BSE : Back-Scattered Electrons

CFC : Cubique à Faces Centrées

d_{hkl} : Distance interréticulaire

DRX : Diffraction des Rayons X

EDX : Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy

FEG : Field Emission Gun

KAM : Kernel Average Misorientation

MEB : Microscope Electronique à Balayage

MET : Microscope Electronique en Transmission

PX : Poly crystal

SE : Secondary Electrons

SX : Single crystal

V_{ref} : Vitesse de refroidissement

Introduction

Cette thèse s'inscrit dans le cadre de la chaire industrielle ANR-Safran OPALE qui porte sur l'optimisation des propriétés de superalliages à base nickel polycristallins, par le contrôle de la microstructure issue de la mise en forme. OPALE réunit les compétences du CEMEF (MINES ParisTech UMR CNRS 7635), de l'Institut Pprime (ISAE-ENSMA UPR CNRS 3346) et du groupe Safran. Cette thèse est consacrée à l'analyse des mécanismes métallurgiques survenant dans l'alliage AD730^{TM} au cours du revenu de relaxation des contraintes. La société Aubert & Duval (A&D) suit également ce travail dans le cadre d'un contrat de partenariat R&T avec Safran.

Le superalliage AD730^{TM} pour disques de turbines utilisé dans cette étude est un nouveau superalliage polycristallin à base nickel γ/γ' élaboré par Aubert & Duval, potentiellement capable de surpasser les alliages actuellement employés pour la fabrication de disques de turboréacteur. Le groupe Safran souhaite en parfaire sa maîtrise. Après une phase d'élaboration (coulée, conversion du lingot et traitement thermique d'homogénéisation), ces disques de turbines sont mis en forme par forgeage à chaud et traités thermiquement afin de contrôler la microstructure finale. Étant donné la complexité des gammes de traitements thermo-mécaniques réalisées lors de la mise en forme des composants, des niveaux élevés de contraintes résiduelles sont introduits au sein de ces pièces notamment à l'issue du traitement thermique de mise en solution. La thèse discutera principalement des mécanismes métallurgiques à l'œuvre lors du revenu de relaxation de contraintes qui est réalisé après mise en forme. Optimiser ce revenu est nécessaire au bon déroulement des opérations d'usinage ultérieures.

D'une manière générale, pour les alliages γ/γ', le traitement thermique est une phase très importante dans le processus de fabrication des disques car il conditionne en partie la microstructure et donc les propriétés mécaniques et la durabilité des pièces en service. Classiquement le traitement thermique pour ce type d'alliage se compose d'une mise en solution

suivie d'un refroidissement contrôlé puis d'un revenu à plus basse température. Cette étape de revenu est importante car elle permet de relaxer et/ou redistribuer les contraintes résiduelles générées lors du refroidissement après mise en solution à l'échelle d'un composant. Toutefois, aussi bien les mécanismes de relaxation des contraintes que les éventuelles évolutions microstructurales lors du revenu restent à l'heure actuelle en grande partie méconnus. Les résultats de cette thèse apporteront donc non seulement des éléments concrets pour le développement des gammes de mise en forme pour l'alliage AD730^{TM}, mais élargiront également le socle de connaissances fondamentales des mécanismes physiques menant à la relaxation des contraintes résiduelles. Il s'agira, par exemple, d'évaluer la contribution à ces processus de l'évolution des densités de dislocations résiduelles issues de la mise en forme ou celle de la précipitation la plus fine. De plus, il y aura aussi quelques points de comparaison entre les superalliages AD730^{TM} et Rene 65.

Cette thèse s'articule autour de deux principaux objectifs, le premier à caractère académique et le second à caractère industriel :

— Analyse des processus métallurgiques mis en jeu lors du revenu.
— Optimisation du revenu vis-à-vis des propriétés mécaniques et de la relaxation des contraintes internes, en s'appuyant sur les élements de compréhension collectés en première partie.

Le manuscrit de thèse est organisé en cinq parties auxquelles s'ajoute une synthèse de cette étude.

La première est dédiée au contexte, aux objectifs et aux éléments bibliographiques permettant de définir le périmètre de l'étude.

La deuxième concerne les dispositifs expérimentaux et la méthodologie d'analyse réalisés pour obtenir nos résultats. La présentation de l'essai de relaxation effectué en laboratoire sur des éprouvettes permettra de mettre en relief et de comparer ces essais avec la relaxation industrielle qui a lieu, à une échelle géométrique bien supérieure, sur les disques de turbines. Les préparations métallographiques seront présentées avec un travail sur la caractérisation des précipités durcissants γ'_{II} et γ'_{III} (ou γ' secondaires et tertiaires) grâce à des micrographies d'électrons secondaires. Différentes techniques complémentaires utilisées pour répondre à la problématique seront également présentées dans cette partie :

— les méthodes d'observation directe des dislocations comme l'imagerie par contraste de canalisation d'électrons (ECCI : « Electron Channeling Contrast Imaging ») et de Microscopie Electronique en Transmission (MET) conventionnelle,
— la Diffraction des Rayons X (DRX) qui permettra de suivre l'évolution du paramètre de maille en température,
— la sonde atomique tomographique (APT : « Atom Probe Tomography ») qui permettra d'accéder à la composition chimique de la matrice et des précipités à l'échelle nanométrique,
— la spectrométrie de masse des ions secondaires (SIMS : « Secondary Ion Mass Spectrometry ») permettra d'obtenir les éléments constituant les particules aux joints de grains,
— la spectrométrie à dispersion d'énergie (EDX : « Energy Dispersive X-ray ») couplée au MEB ou au MET.

La troisième partie présentera le comportement à l'échelle macroscopique. L'influence de la contrainte et de la température sera discutée au travers d'essais de relaxation et d'essais de fluage. De plus, des essais de dilatométrie isotherme permettront de s'affranchir de l'influence de la contrainte et d'isoler l'influence de la température. Une conclusion importante sera tirée de ces essais. Les essais de relaxation et de fluage révéleront deux mécanismes de déformation bien distincts dépendant principalement de la contrainte dans la fenêtre de température considérée.

La quatrième partie permet de distinguer, à l'échelle microscopique, les mécanismes classiques de déformation diffusionnels et dislocationnels visibles sur les essais macroscopiques de relaxation et de fluage. Pour cela, on s'appuiera sur des analyses MEB-ECCI, -SE et MET permettant de comparer la densité de dislocations et les conséquences du mécanisme diffusionnel entre les échantillons après les essais de relaxation et fluage.

La cinquième partie s'articulera autour de la compréhension d'un mécanisme responsable d'un comportement macroscopique atypique. Une caractérisation de l'évolution de taille et de fraction surfacique des précipités durcissants au cours du temps en fonction de la température et de la contrainte sera présentée. Ensuite, des analyses par sonde atomique tomographique (APT) permettront d'accéder à la composition chimique des précipités durcissant γ'_{II} et γ'_{III} et de la matrice. L'évolution du paramètre de maille en température sera suivie par Diffraction

des Rayons X (DRX).

Enfin, les résultats présentés dans ces différentes parties serviront de base à une synthèse globale présentée en fin de manuscrit.

Contexte, objectifs et éléments bibliographiques

Chapitre I

Contexte, objectifs et éléments bibliographiques

1 Contexte industriel

De nos jours, le travail des motoristes est de développer des moteurs performants et sûrs en améliorant les propriétés en service de leurs composants tout en abaissant leur empreinte environnementale. Pour ce faire, ils s'appuient sur des matériaux résistants soumis à des sollicitations mécaniques et thermiques non monotones de plus en plus sévères et sur de grandes durées de fonctionnement.

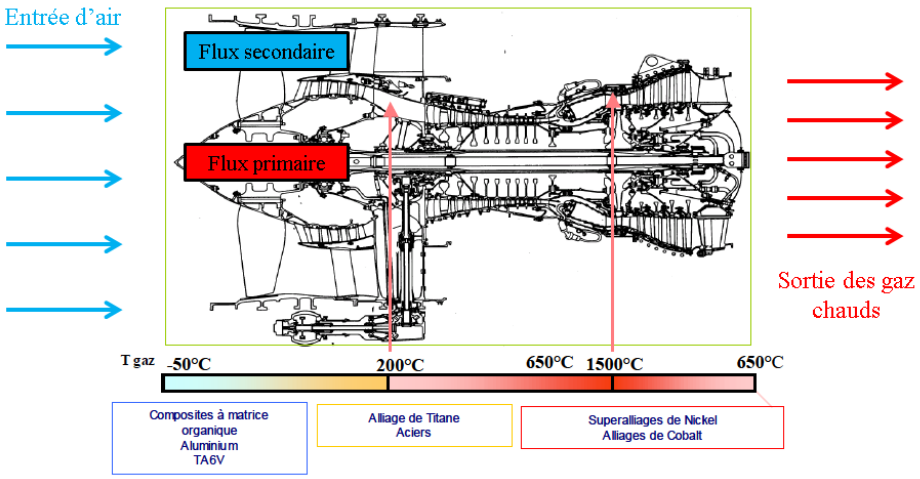


FIGURE I.1 – Vue en coupe simplifiée du moteur d'avion CFM56.

Le turboréacteur fait avancer l'avion par le principe d'action-réaction. Une certaine quan-

tité d'air est aspirée par les aubes de la souflante puis expulsée à grande vitesse à l'arrière du moteur, créant ainsi la poussée nécessaire (figure I.1). L'air va, dans un premier temps, entrer dans les étages des compresseurs. Les compresseurs basse pression et haute pression vont graduellement augmenter la pression de l'air aspiré pour l'amener dans la chambre de combustion dans les conditions optimales de pression et de température. Le mélange air comprimé / kérosène produit une grande quantité de gaz chauds qui est éjectée dans la turbine après la combustion. Ces gazs fournissent l'énergie nécéssaire pour faire tourner la turbine et l'arbre qui à son tour entraine le compresseur et la soufflante. L'objectif des motoristes est d'avoir un maximum de débit dans le flux secondaire et moins dans le flux primaire.

De nos jours, la recherche s'efforce à toujours repousser les limites technologiques en améliorant les matériaux composant les disques de turbines. Différents alliages ont été mis en place pour les pièces critiques depuis le début des premiers turboréacteurs. Les superalliages à base nickel sont employés pour les disques de turbines dans les turboréacteurs car ces pièces tournantes sont exposées à de hautes températures et à des contraintes mécaniques élevées [1, 2].

Pour augmenter les performances des disques de turbines, il est nécessaire de développer de nouveaux superalliages, capables de garantir les propriétés mécaniques à des températures toujours plus élevées. Jusqu'à présent, l'alliage Inconel 718 de type $\gamma/\delta/\gamma''(\gamma')$ est largement utilisé dans les turboréacteurs en raison de son excellent compromis entre propriétés mécaniques et coût de production [3, 4]. Il voit néanmoins ses propriétés mécaniques se dégrader fortement à partir de 650 °C, en raison de la transformation de la phase γ'' en phase δ au-delà de 650 °C [5, 6].

Pour satisfaire les nouveaux objectifs d'amélioration du rendement et de diminution de la pollution, des nouveaux moteurs comme le LEAP (Leading Edge Aviation Propulsion) ont été développés. Des température de 700 à 750 °C peuvent être rencontrées au niveau de la jante du disque (figure I.2). Ceci a obligé les motoristes comme Safran à se tourner vers les superalliages polycristallins à durcissement par précipitation de type γ/γ'. Dans cette famille d'alliages, on trouve notamment les superalliages Waspaloy, Udimet 720Li et les superalliages AD730^{TM} et Rene 65 étudiés ici. En effet, si cette thèse porte principalement sur l'alliage AD730^{TM}, des comparaisons seront effectuées avec l'alliage Rene 65 afin d'élargir le champ d'application des conclusions qui seront tirées de ce travail. La composition de ces

deux alliages étudiés sont indiquées dans le tableau I.1.

% mass.	Ni	Fe	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	B	C	Zr
AD730^{TM}	Bal.	4,0	8,5	15,7	3,1	2,7	2,25	3,4	1,1	0,01	0,015	0,03
Rene 65	Bal.	1,0	16,0	13,0	4,0	4,0	2,1	3,7	0,7	0,016	0,01	0,05

Tableau I.1 – Composition nominale des superalliages AD730^{TM} [7] et Rene 65 [8] (% mass.).

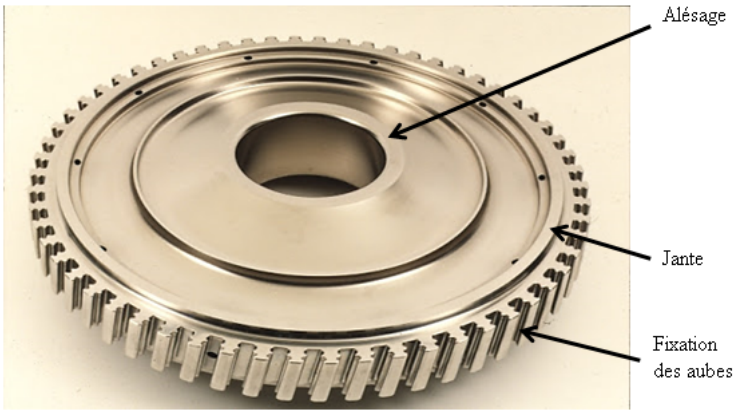
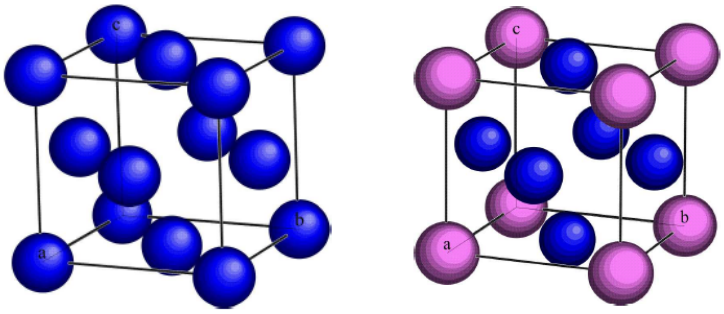


FIGURE I.2 – Disque de turbine aéronautique haute pression.

2 Microstructure des disques en alliages γ/γ' et évolution des précipités

2.1 Matrice

La phase γ généralement majoritaire dans les superalliages polycristallins, appelée matrice γ, est une solution solide de nickel de structure cristallographique cubique à faces centrées de type austénitique (figure I.3a). Dans les superalliages AD730^{TM} et Rene 65, les éléments d'addition comme le Cr, le Co, le Fe, le W et le Mo peuvent venir se placer en substitution des atomes de Ni dans la matrice et provoquer une distorsion du réseau de par la différence de rayon atomique. Cette distorsion entraîne un renforcement de la matrice aussi appelé durcissement par solution solide. Les gammes de forgeage sont adaptées pour produire une taille de grains de la matrice d'environ 10 μm pour satisfaire un bonne tenue en fatigue.

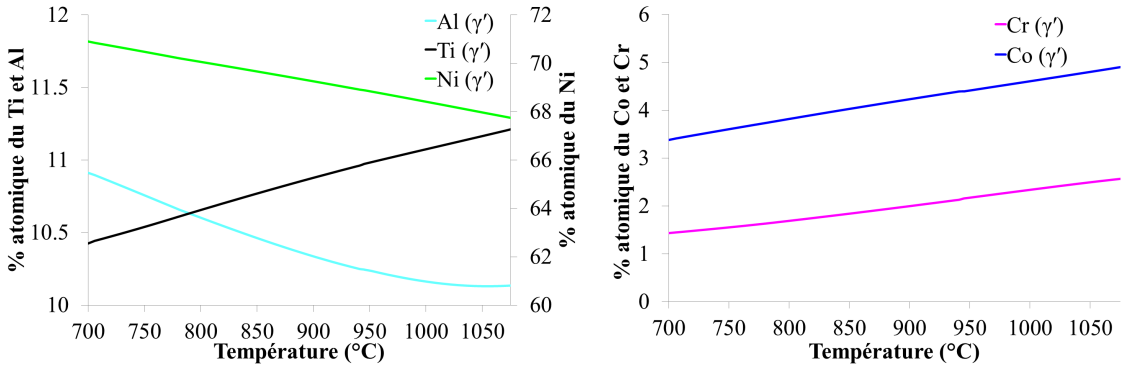


(a) Matrice γ (b) Précipités γ'-$Ni_3(Al-Ti)$

FIGURE I.3 – Structure cristallographique de (a) la matrice et des (b) précipités γ'. En bleu, les atomes de nickel et autres éléments substitués et en rose, les atomes d'aluminium ou titane [9].

2.2 Précipités

La phase γ' est un composé intermétallique de structure cubique simple, ordonné et ayant un paramètre de maille proche de celui de la matrice $a_\gamma \simeq a_{\gamma'}$. Elle se présente sous forme de précipités de formule $Ni_3(Al,Ti)$ (figure I.3b) avec des substitutions possibles du Ni par du Cr, W, Mo ou du Co visibles sur les mesures de composition par APT dans la suite (chapitre V). De plus, la composition de la phase γ' varie en fonction de la température (figure I.4).



(a) (b)

FIGURE I.4 – Calcul Thermocalc montrant les évolutions de composition d'équilibre (%.at) de (a) Ni, Al et Ti et (b) Cr et Co en fonction de la température dans le superalliage AD730^{TM}.

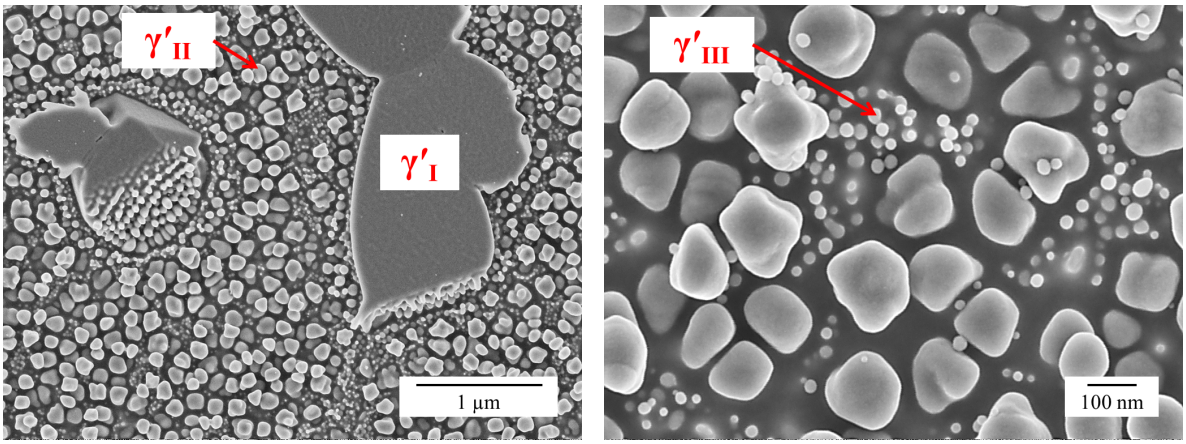
Plusieurs populations de précipités γ' peuvent être discernées dans l'alliage AD730^{TM} (figure I.5a) et plus largement dans les alliages γ/γ' (figure I.6a) :

— Les précipités γ' primaires (γ'_I) sont de taille micrométrique, généralement incohérents et ont pour rôle l'ancrage des joints de grains lors du forgeage à chaud et des

traitements thermiques ultérieurs, par le phénomène d'ancrage de Smith-Zener [10]. Leurs mécanismes exacts de formation sont encore mal connus mais on considère qu'ils sont issus de la germination au passage du solvus lors des opérations de conversion.

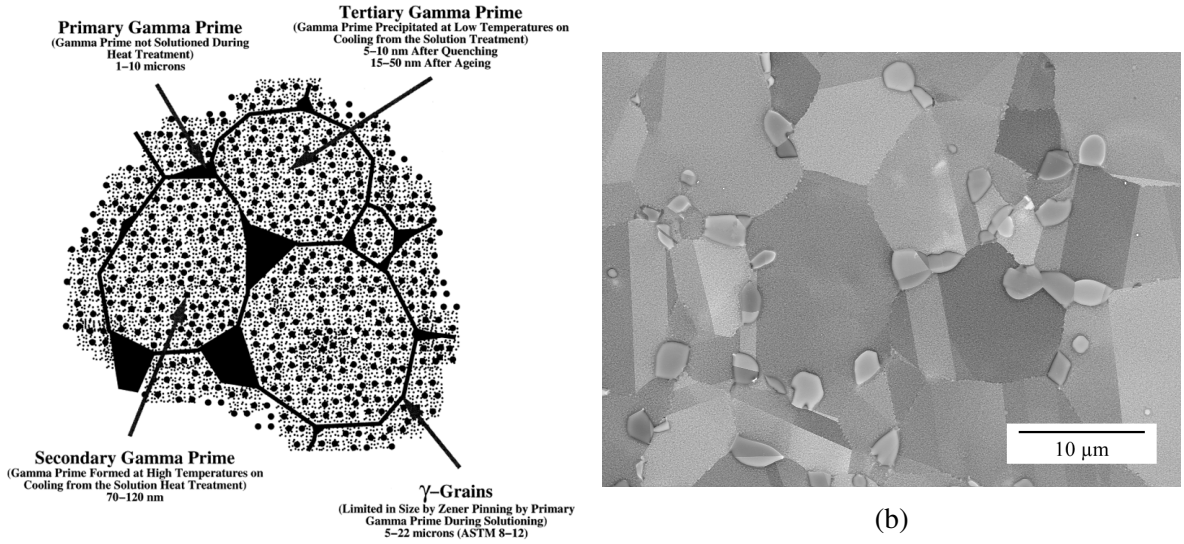
— Les précipités γ' secondaires (γ'_{II}) sont cohérents avec la matrice et sont situés à l'intérieur des grains. Ils se forment lors de la phase de refroidissement après la mise en solution finale, alors que la matrice devient sur-saturée en éléments γ'-gènes. Leur morphologie et leur distribution de taille (50 - 300 nm) dépendent directement de la vitesse de refroidissement (figure I.7).

— Les précipités γ' tertiaires (γ'_{III}) situés entre les précipités γ'_{II}, aux abords des joints de grains et des précipités γ'_{I} se forment éventuellement selon la composition de l'alliage et la vitesse de refroidissement après la précipitation de γ'_{II} au cours du refroidissement donc à plus basse température [11], lorsque les couloirs de matrice γ entre les précipités γ'_{I} et γ'_{II} sont suffisamment sursaturées en éléments γ'-gènes. Ils sont eux aussi cohérents avec la matrice et sont de morphologie sphéroïdale.



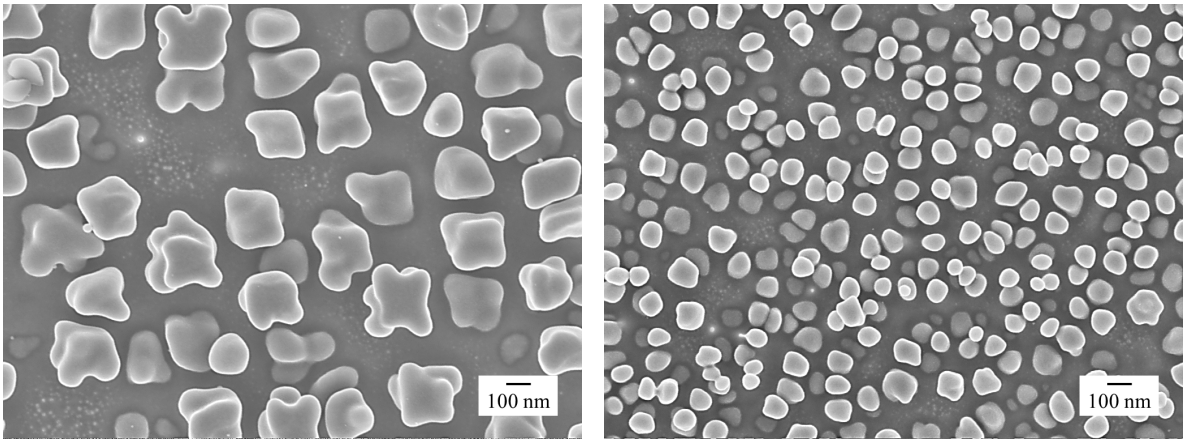
(a) (b)

FIGURE I.5 – (a) (b) Exemple de précipitation γ' primaires, secondaires et tertiaires observés dans le superalliage AD730^{TM} γ/γ'.



(a) (b)

FIGURE I.6 – (a) Microstructure typique d'un superalliage base nickel γ/γ' [12]. (b) Microstructure globale AD730^{TM} dans les disques de turbines.

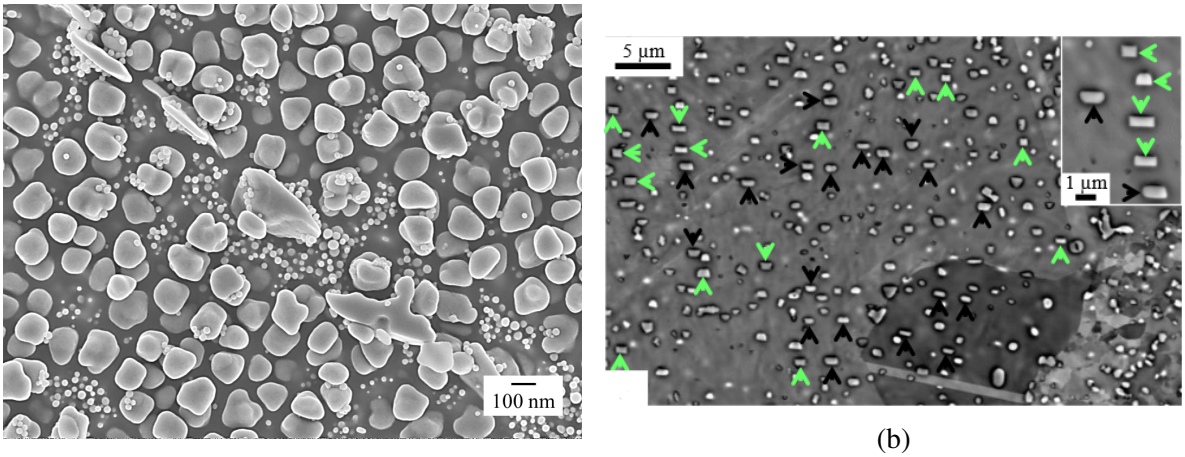


(a) (b)

FIGURE I.7 – Taille et morphologie des précipités secondaires obtenus après refroidissement (a) 10 °C/min (b) 100 °C/min de l'alliage AD730^{TM} (ce travail de thèse).

En pratique, cette classification simplifiée ne suffit pas à décrire tous les types de précipités γ' rencontrés au cours et après la mise en forme. Dans notre étude, nous verrons des précipités γ' qui n'entrent pas dans cette classification. C'est le cas des précipités situés au joints de grains, plus gros que les γ'_{II} mais plus petits que les γ'_{I} (figure I.8a). D'autres précipités n'entrent pas non plus dans cette classification simplifiée, comme les précipités de type C et T. Ces derniers ont une orientation et une morphologie particulière, issue d'un mécanisme de recristallisation spécifique étudiés dans la thèse de Suzanne Vernier dans le cadre

de la chaire industrielle Opale (figure I.8b) [13].



(a) (b)

FIGURE I.8 – (a) Images SE représentant les précipités γ' grossiers au niveau des joints de grains. (b) Images BSE représentant les précipités de type T mis en évidence par des flèches vertes et les précipités de type C mis en évidence par des flèches noires [13].

3 Traitements thermiques post-forgeage de l'alliage AD730^{TM}

Les grandes étapes de la fabrication d'une pièce en superalliage polycristallin sont les suivantes (figure I.9) :

— Élaboration par la voie Coulée-Forgée (Cast & Wrought) à partir des matières premières ;

— Traitement d'homogénéisation et conversion du lingot obtenu pour créer une billette ;

— Forgeage du disque : cette opération consiste à chauffer et à déformer, en plusieurs étapes successives, un lopin issu de la billette pour former une ébauche de la pièce ;

— Traitement thermique (mise en solution, refroidissement et revenu) ;

— Usinage et finition.

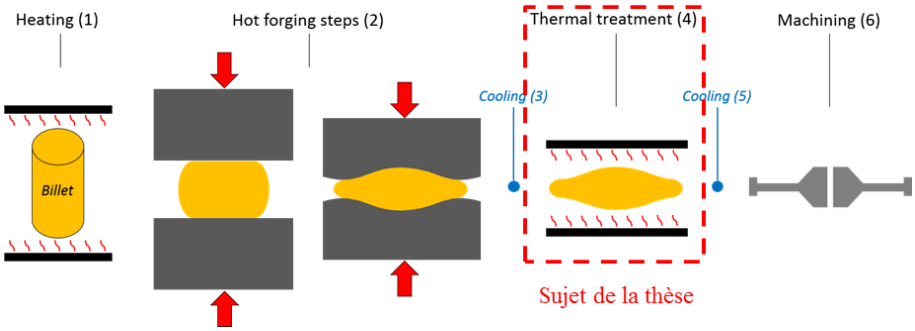


FIGURE I.9 – Etapes d'obtention d'un disque en superalliage base nickel et périmètre de la thèse. Figure tirée de [14]

Dans ce travail, nous nous concentrerons sur le revenu et sur les étapes de mise en solution et de refroidissement qui le précèdent. Les traitements thermiques (pour accéder aux propriétés mécaniques requises) consistent la plupart du temps en une mise en solution suivis d'un ou plusieurs revenus. La figure I.10 présente de manière schématique un traitement thermique typique pour le superalliage AD730^{TM}.

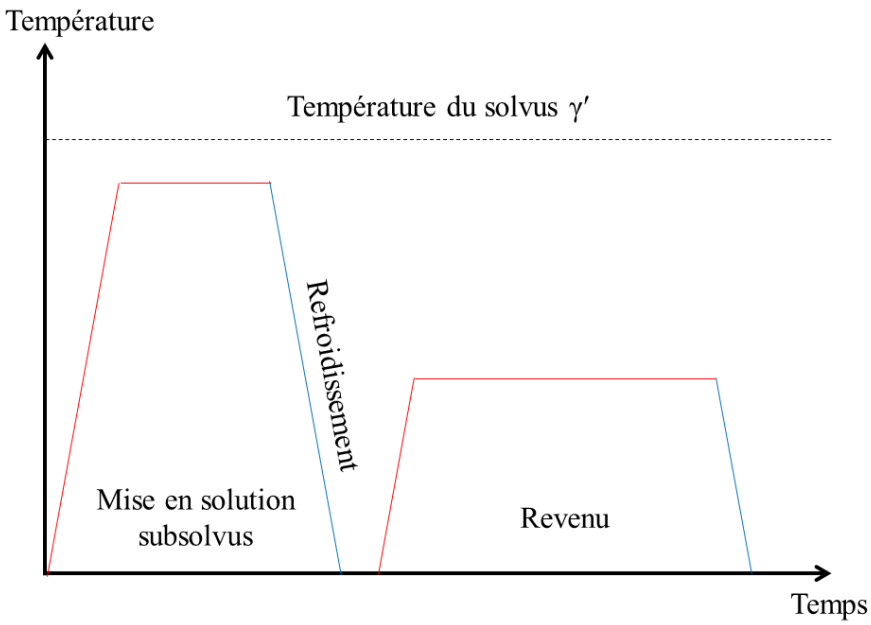


FIGURE I.10 – Traitement thermique du superalliage AD730™

Les différentes étapes du traitement thermique post-forgeage ont un effet significatif sur la microstructure de précipitation des superalliages base-nickel γ/γ' constituée de plusieurs populations de précipités dont la taille et la morphologie diffèrent selon les conditions de traitement thermique.

3.1 Mise en solution (MES)

La mise en solution consiste en la dissolution partielle (subsolvus) ou totale (supersolvus) des précipités présents dans la matrice. L'objectif du traitement de mise en solution est de dissoudre la phase durcissante γ' pour la reformer ensuite de manière contrôlée et d'homogénéiser la chimie de l'alliage. Cette étape est importante d'un point de vue taille des grains et répartition de la phase γ'.

La figure I.11 présente le résultat d'une analyse thermique différentielle (ATD) obtenue à une vitesse de chauffage de 1 °C/s pour l'alliage AD730^{TM} [15]. Un pic endothermique est associé à la dissolution de chaque type de précipités γ', à des températures spécifiques. La position du pic en ATD se situe au maximum de transformation. Le premier pic (A), se produit autour de 620 °C et correspond à la dissolution des précipités tertiaires γ'_{III}, le deuxième pic (B), survenant autour de 800 °C, à la dissolution des précipités secondaires γ'_{II}, et le troisième pic (C), lié à la dissolution des précipités primaires γ'_{I}, se situe autour de 1100 °C.

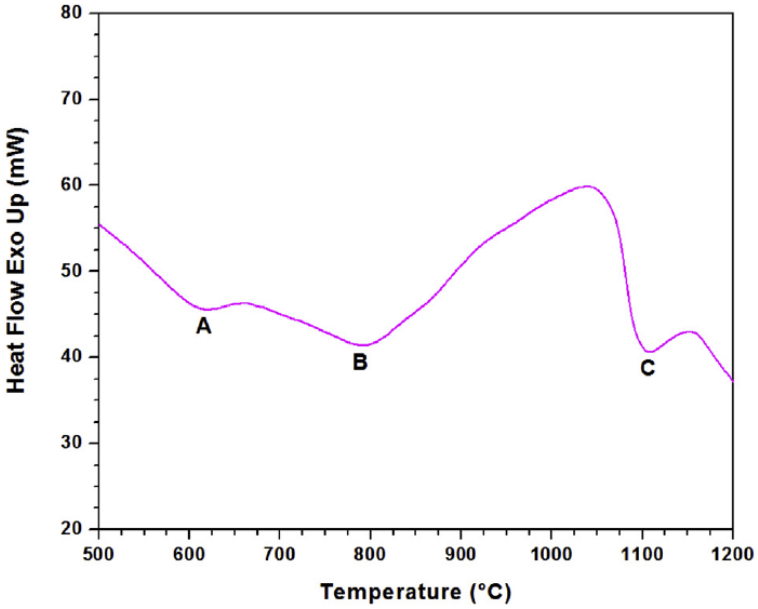


FIGURE I.11 – Courbe ATD à la vitesse de chauffage de 1 °C/s, montrant trois réactions endothermiques qui se produisent pendant le chauffage, indiquant les températures de dissolution des précipités γ'_{III} (pic A), γ'_{II} (pic B) et γ'_{I} (pic C) de l'alliage AD730^{TM} [15].

La température de dissolution des précipités γ' plus fins (γ'_{II} et γ'_{III}) est inférieure à celle des précipités primaires γ'_{I} (figure I.11). La température de dissolution dépend de la taille

des précipités mais également du temps, de la vitesse de chauffage, de la fraction volumique des précipités, et de la composition chimique exacte des précipités γ'. La figure I.12 montre notamment la température de dissolution effective des précipités γ'_{III} dans l'alliage N18 en fonction du temps de traitement thermique.

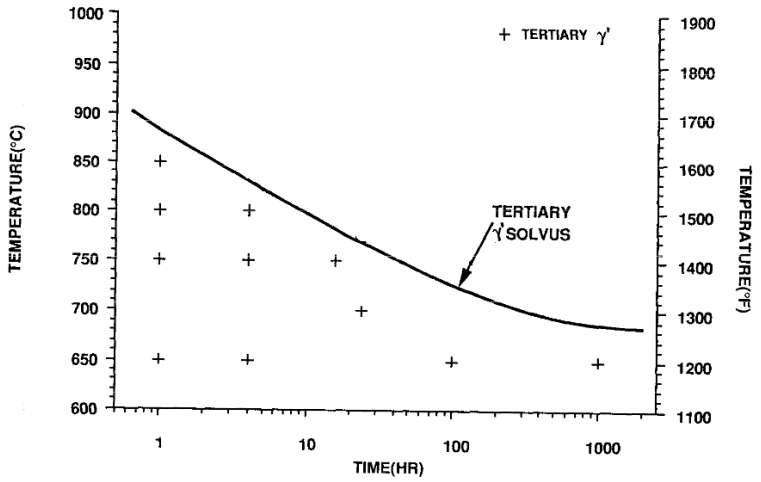
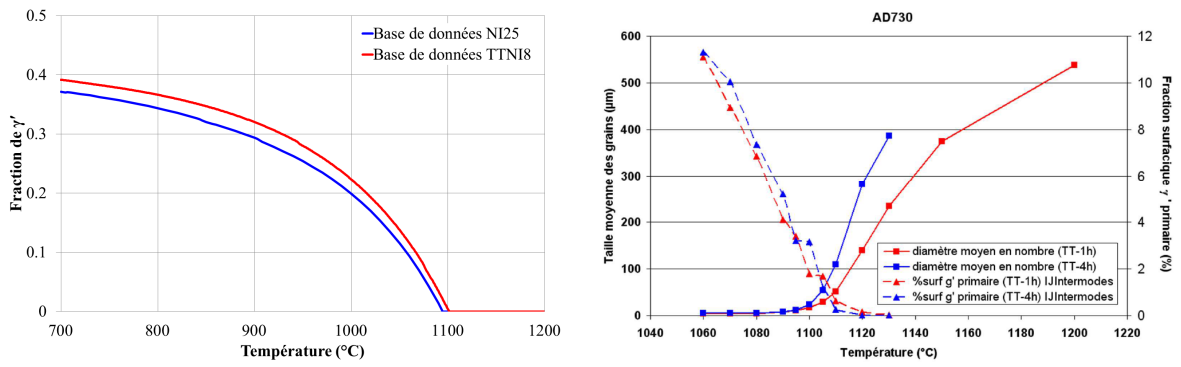


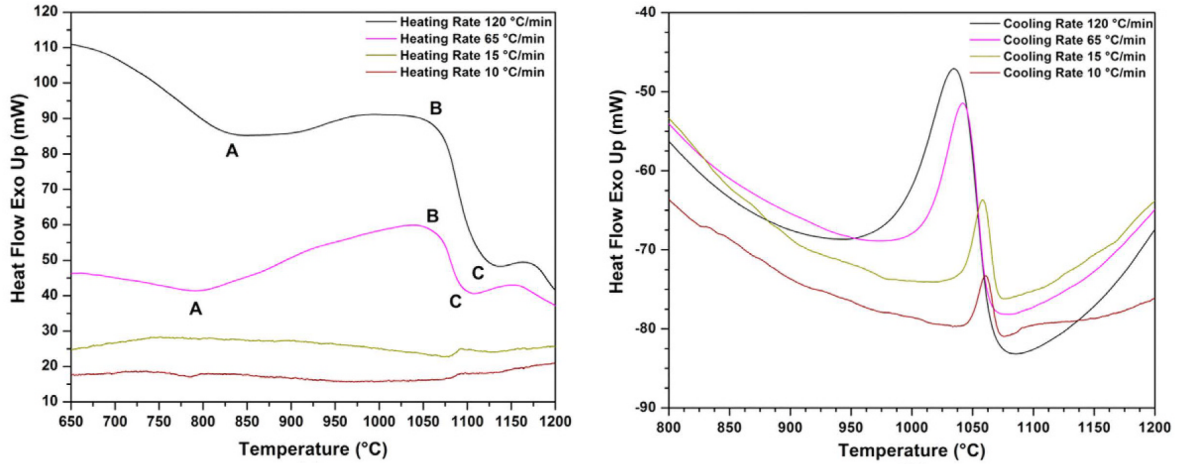
FIGURE I.12 – Courbes représentant le solvus des précipités γ'_{III} en fonction du temps dans l'alliage N18 [16].

La température de solvus T_{Solvus} de la phase γ' du superalliage AD730^{TM} a été déterminée par Masoumi et al. comme égale à 1105 °C [15, 17]. Cette valeur peut être determinée de manière théorique par des calculs ThermoCalc (figure I.13a) et expérimentale (figures I.13b et I.14b). Les valeurs théoriques dependent de la base de données et de la composition chimique exacte utilisées alors que les valeurs experimentales dépendent fortement de la vitesse de chauffage et de refroidissement (figure I.14), ainsi que du temps de traitement (figure I.13b). Pour le même superalliage AD730^{TM}, différentes valeurs de température de solvus peuvent être répértoriées. Les calculs théoriques Thermocalc présentent des températures de solvus égales à 1094 °C et 1100 °C pour respectivement les bases de données NI25 et TTNI8. Expérimentalement, on trouve d'autres travaux qui présentent une température de solvus de 1120 °C (figure I.13b) supérieure à celle avancée par les travaux de Masoumi et al [15, 17].



(a) (b)

FIGURE I.13 – (a) Calculs théoriques ThermoCalc présentant l'évolution de la fraction de γ' en fonction de la température de l'alliage AD730^{TM}, base TT-Ni-Alloys V8 et NI25. (b) Evolution de la taille des grains et de la fraction des précipités γ'_I en fonction de la température pour le superalliage AD730^{TM} pour des durées de 1 heure et 4 heures [18].



(a) (b)

FIGURE I.14 – Courbes Analyse ThermoDifférentielle (ATD) montrant (a) les pics de dissolution et de précipitation pendant le chauffage pour différentes vitesses de chauffage (b) les pics de précipitation pendant le refroidissement pour différentes vitesses de refroidissement de l'alliage AD730^{TM} [15, 17].

La mise en solution dite **supersolvus** s'effectue à des températures supérieures à celle de la dissolution de la phase γ' (T > T$_{solvus}$). Elle dissout tous les précipités γ' et relâche les joints de grains, ce qui provoque un grossissement important des grains (figures I.13b et I.15b).

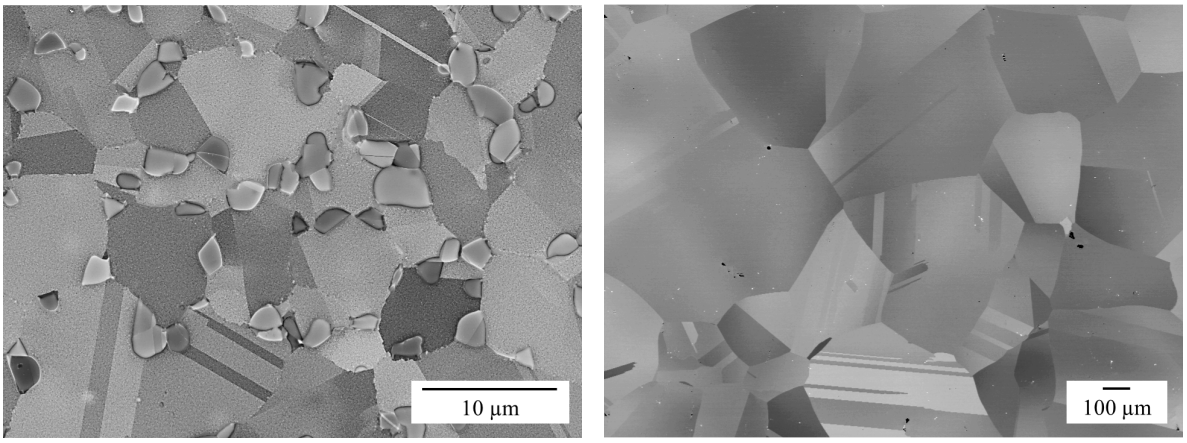
La mise en solution dite **subsolvus** est réalisée à une température inférieure à la température de dissolution des précipités γ' (T < T$_{solvus}$). Une certaine proportion de précipités

γ'_I non dissous vont épingler les joints de grains et éviter le grossissement rapide des grains grâce au processus d'ancrage de Smith-Zener [10] (figure I.15a).

Pour les disques de turbines en AD730^{TM}, une mise en solution partielle est généralement réalisée à 1080 °C pendant 4 heures.

Il a été démontré qu'avec cette mise en solution, le diamètre moyen des grains de 10 μm obtenu en fin de forgeage est conservé [19]. Quant au diamètre des précipités γ' non dissous après la mise en solution subsolvus (1080 °C pendant 4 h), il varie de 1 à 3 μm [19, 20].

Pour le superalliage Rene 65, le traitement thermique standard comprend une mise en solution subsolvus à 1065 °C pendant 1 heure. La température de solvus est d'environ 1110 °C pour cet alliage [21, 22].



(a) (b)

FIGURE I.15 – Microstructure de l'alliage AD730^{TM} (a) après mise en solution partielle (subsolvus) pendant 4 heures à 1080 °C et (b) après mise en solution totale (supersolvus) pendant 4 heures à 1130 °C.

3.2 Refroidissement contrôlé

Le refroidissement qui fait suite au traitement de mise en solution est une phase primordiale pour la précipitation durcissante. C'est à ce stade que germent les populations de précipités γ'_{II} et γ'_{III}. Le paramètre important contrôlant leur taille est la vitesse de refroidissement.

Le processus de germination multiple conduisant à la formation de plusieurs populations de précipités avec des distributions de taille différentes a été étudié et décrit pour le superal-

liage à base de nickel γ/γ' Rene 88DT [23]. Ces mécanismes sont pilotés par une interaction entre la force motrice de germination et la diffusion des éléments d'alliages. Lors d'un refroidissement lent, en dessous de la température de solvus, la sursaturation de la matrice en éléments d'alliages γ'-gènes et la force motrice de germination augmentent. Cela va déclencher une première vague de précipitation. Le composé Ni_3(Al, Ti) étant thermodynamiquement stable et la température étant encore élevée, la diffusion des éléments d'alliage dans le nickel est facilitée. Les éléments aluminium et titane vont ségréger pour faire grossir les précipités. A ce stade, on observe une population de « gros » précipités γ' entourés de zones à très faible concentration en aluminium et titane mais à forte concentration en Cr et Co comme illustré en figure I.16a. L'équilibre de composition est atteint près de l'interface pour la première génération de précipités et un profil de diffusion à longue distance dans la matrice apparait. Ce dernier est, en grande partie, responsable de nouvelles vagues de précipitation à des températures plus basses (figure I.16b). De plus, comme ces populations de précipités ultérieures se forment à des températures plus faibles, elles sont de taille plus fine et présentent des compositions loin de l'équilibre à la température ambiante (figure I.16c). Une étude similaire sur l'Udimet 720Li s'accorde à cette description des mécanismes de germination [11].

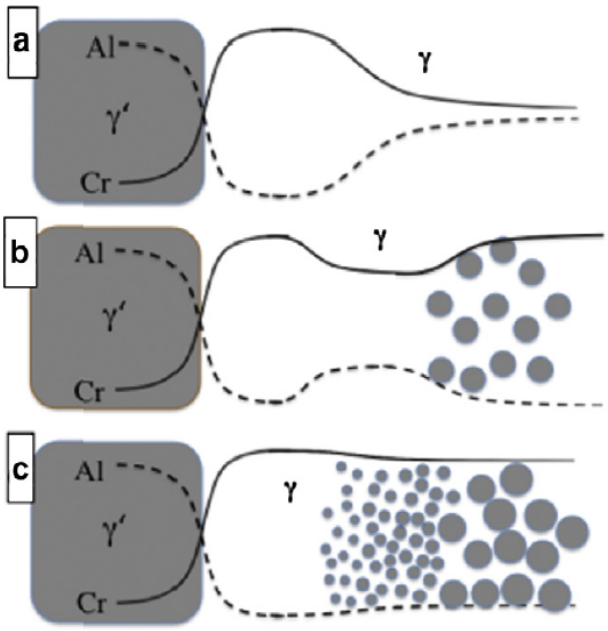


FIGURE I.16 – Illustration schématique de la façon dont plusieurs populations de précipités γ' peuvent se former lors du refroidissement lent de l'alliage Rene 88 DT à partir d'une mise en solution supersolvus [23].

Le nombre de vagues de précipitation dépend de la vitesse de refroidissement [24] (figure I.17). Plus cette vitesse est rapide et moins de populations de précipités seront observées car les précipités sont plus nombreux et la distance interprécipités est plus faible dans le cas du refroidissement rapide.

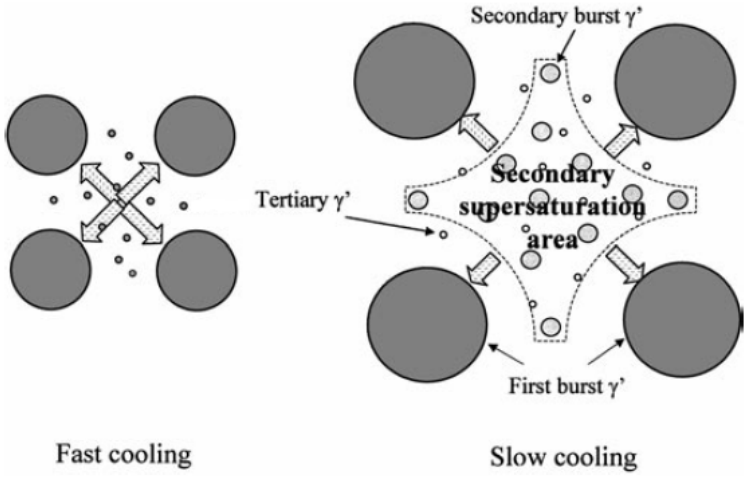


FIGURE I.17 – Schéma de formation des précipités γ' sous différentes vitesses de refroidissement. Figure tirée de [24].

La vitesse va fixer la taille, la morphologie ainsi que la répartition des précipités γ' secondaires et tertiaires (γ'_{II}, γ'_{III}) dans les superalliages à base nickel [25–29]. Une vitesse de refroidissement plus lente va donner un nombre de précipités par unité de volume plus faible mais avec des tailles plus importantes (figure I.18).

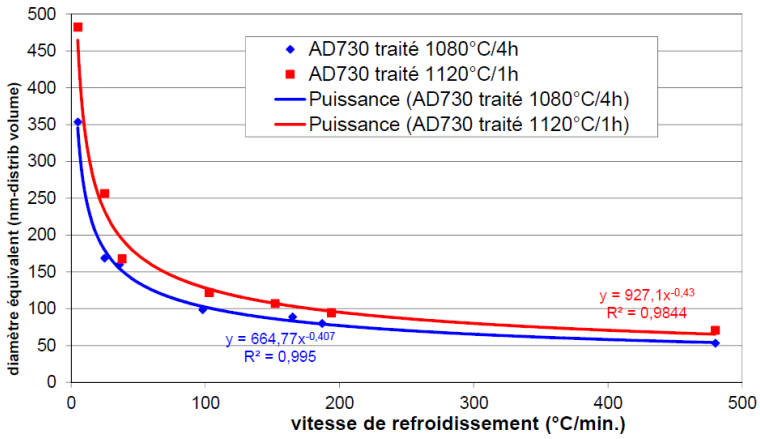


FIGURE I.18 – Variation de la taille moyenne des précipités γ'_{II} en fonction de la vitesse de refroidissement dans le superalliage AD730^{TM}. Figure tirée de [18].

L'influence de la vitesse de refroidissement et les principales morphologies rencontrées sont présentées respectivement en figure I.7 pour l'alliage AD730^{TM}. Lorsque la vitesse de refroidissement est faible, le nombre des précipités est faible et leur morphologie est irrégulière (figure I.7a).

La cohérence et la morphologie des précipités γ' évoluent en fonction de leur taille (figure I.19). La taille critique à partir de laquelle la relation de cohérence est perdue dépend du désaccord paramétrique. La différence de paramètre de maille entre les deux phases génère des contraintes élastiques sur les précipités et/ou dans la matrice proche de l'interface. Cette contrainte augmente jusqu'à ce que la taille des précipités atteigne une taille critique où il n'y a plus d'accommodation possible dans la configuration cohérente. Des dislocations se forment à l'interface précipités/matrice afin d'accommoder ces contraintes du 3eme ordre, ce qui induit une désorientation à l'interface et donc une perte de cohérence lorsque le précipité grandit.

La figure I.19 décrit l'évolution de morphologie avec à gauche la forme initiale dans le cas d'un refroidissement rapide, jusqu'à, à droite, l'obtention de dendrites si le refroidissement est très lent.

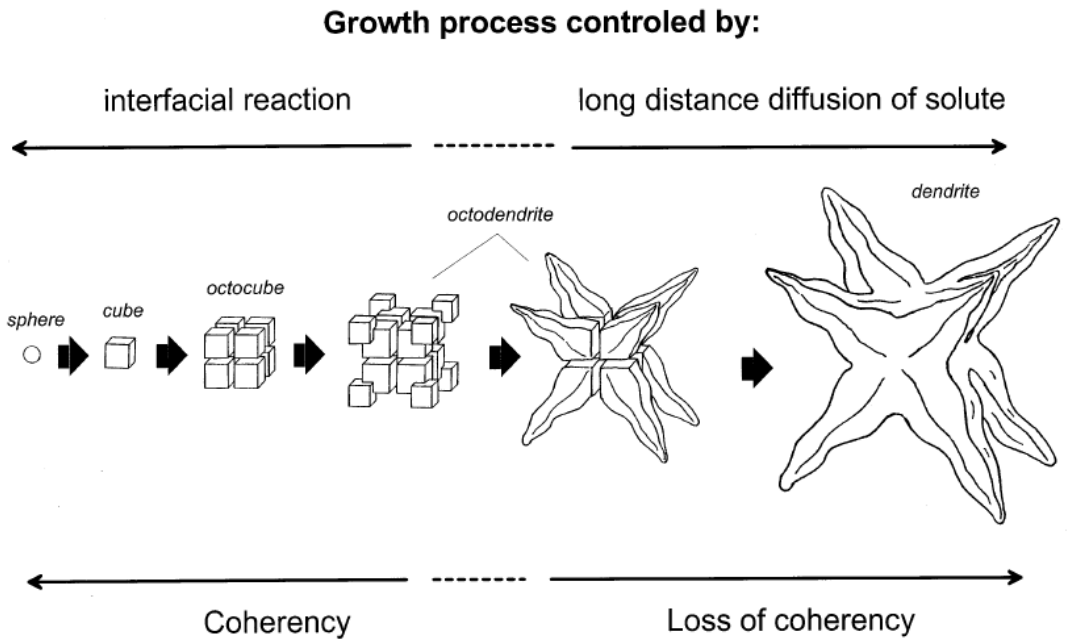


FIGURE I.19 – Représentation schématique des morphologies rencontrées lors de la croissance d'un précipité initialement cohérent. Figure tirée de [29].

La mise en solution subsolvus de l'alliage AD730^{TM} suivie par une trempe à 200 °C/min mène à une seule population de précipités intragranulaires [20] : des précipités γ'_{II} répartis de manière homogène avec un diamètre moyen de 27 nm. Sur l'alliage Rene 65, A. Laurence [21] et A. Wessman [22] ont réalisés des refroidissements à des vitesses respectives de 50 à 110 °C/min et de 65 à 95 °C/min. Tous deux observent alors la présence de deux populations de précipités intragranulaires : les précipités γ'_{II} et γ'_{III}. Les précipités tertiaires se forment en intragranulaires, mais aussi aux abords des joints de grains et des précipités primaires.

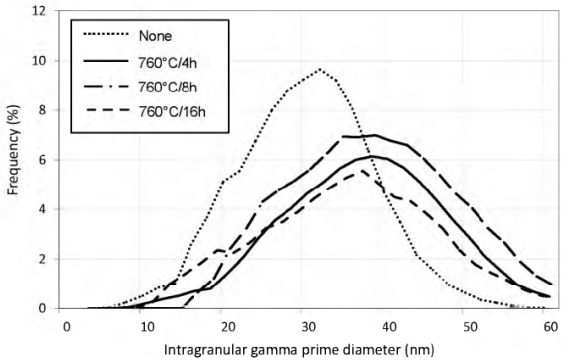
3.3 Revenu

La dernière étape du traitement appelée le revenu, consiste à maintenir le matériau à une température inférieure à la température de solvus T_{Solvus} des précipités. La température choisie doit permettre aux précipités d'évoluer vers les caractéristiques de fraction volumique et de composition chimique qui correspondent à l'équilibre thermodynamique. Les deux paramètres importants de cette étape du traitement thermique sont la température et la durée du traitement.

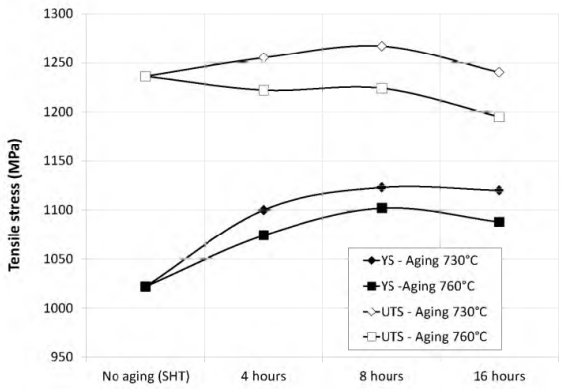
Le revenu sert également à relaxer les contraintes avant de réaliser les opérations de finition de la pièce, notamment l'usinage et d'avoir une microstructure stabilisée aux températures d'emploi de l'alliage. En effet, pour des pièces relativement massives l'étape de refroidissement après mise en solution peut potentiellement générer des niveaux élevés de contraintes résiduelles hétérogènes au sein des pièces (typiquement jusqu'à quelques centaines de MPa : selon les simulations réalisées par Safran avec le logiciel Forge® pour un refroidissement à l'air). Le revenu, en relaxant une partie des contraintes résiduelles, facilite les opérations d'usinage ultérieures. La température du revenu doit être choisie suffisamment élevée pour que les contraintes relaxent, mais pas trop pour que la microstructure n'évolue pas fortement (taille de grains, état de précipitation ajusté au cours du refroidissement précédent). Pour l'alliage AD730^{TM}, la température de revenu est typiquement dans la plage 700 - 800 °C. Celui jugé optimal par A. Devaux et al. [20] consiste en un maintien de 8 heures à 730 °C (compromis qu'il apporte entre les propriétés en traction, fluage et propagation de fissures). Le revenu standard du superalliage Rene 65 est un maintien de 8 heures à 760 °C [21, 22].

Certaines études ont montré l'influence de la température et de la durée d'un maintien en température sur la précipitation et les propriétés mécaniques dans les alliages AD730^{TM} [20]

et Udimet 720Li [12,30]. Les auteurs montrent que seuls les plus petits précipités (γ'_{II} et γ'_{III}) semblent être affectés par le traitement thermique. Pour un échantillon de l'alliage AD730^{TM} qui a subi une mise en solution subsolvus (1080 °C / 4 h) et un refroidissement à l'air (200 °C/min), un revenu à 760 °C pendant 8 h conduit à une augmentation d'environ 10 nm (30 à 40 nm) de la taille moyenne des précipités secondaires (figure I.20a) [20]. De plus, ces travaux ont montré que les propriétés mécaniques en service dépendent de la température, du temps de revenu ainsi que de la vitesse de refroidissement préalable au revenu (figure I.20b). Enfin, après un long temps de revenu, les petits précipités murissent, coalescent et tendent à se dissoudre au profit de la croissance des plus gros : murissement d'Ostwald [22, 30].



(a)



(b)

FIGURE I.20 – (a) Evolution de la taille des précipités durcissants durant le revenu à 760 °C pour différents temps. (b) Influence du temps et de la température de revenu sur les propriétés mécaniques.

4 Echelles de contraintes internes

En conditions industrielles, sur des pièces relativement massives, l'étape de refroidissement après mise en solution génère des contraintes résiduelles.

Les contraintes résiduelles sont des contraintes qui subsisttent alors que les pièces ne sont plus soumises à aucun effort extérieur [31]. Ces contraintes sont en équilibre sur l'ensemble du volume de la pièce. Il existe trois échelles de contraintes :

— **Du 1er ordre** : Les contraintes d'ordre 1 sont homogènes et varient sur des échelles centimétrique ou millimétrique, sur plusieurs grains et sont en équilibre avec le reste du matériau. Elles sont considérées continues à travers les phases et les joints de

grains. Macroscopiquement, des zones d'une même pièce peuvent se trouver dans un état de contrainte différent.

Ce type de contraintes est créé généralement en raison de la déformation plastique non uniforme lors de traitements thermo-mécaniques. Par exemple (figure I.21 - type I), elles peuvent être introduites par refroidissement rapide. Si les contraintes dues aux gradients de température lors du refroidissement dépassent la limite d'élasticité, le matériau plastifie et les contraintes seront présentes à température ambiante dans la pièce. La plupart des procédés d'usinage introduisent également ce type de contraintes.

— **Du 2eme ordre** : Les contraintes d'ordre 2 sont homogènes à l'échelle microscopique c'est-à dire à l'échelle d'un grain, et sont équilibrées à l'échelle de plusieurs grains. Les contraintes internes d'ordre 2 peuvent provenir par exemple de la différence d'orientation cristalline entre grains voisins et de l'incompatibilité de déformation de grain à grain. Dans un matériau polyphasé, cette incompatibilité de déformation peut être liée à la présence de plusieurs phases. D'une manière générale, tout contraste thermoélastique à l'interface des grains peut générer des contraintes d'ordre 2 liées aux propriétés différentes de part et d'autre de l'interface. La moyenne de ces contraintes sur un ensemble de grains donne la valeur qui était considérée à l'échelle précédente.

  Dans l'exemple en figure I.21 - type II, il est démontré que la différence des coefficients d'expansion thermique des constituants d'un alliage polyphasé génère, en moyenne, des contraintes de tension dans la phase qui a le coefficient le plus faible (en blanc) et des contraintes de compression dans l'autre (en gris).

— **Du 3eme ordre** : Les contraintes d'ordre 3 se produisent à l'échelle submicronique à nanométrique lorsque la déformation plastique n'est plus uniforme à l'intérieur d'un même grain. Les discontinuités de déformation créeront des champs de contraintes très variables localement. Ces contraintes peuvent être inhomogènes à des échelles aussi nanométriques. Ce sont les moyennes de ces contraintes qui ont été considérées à l'échelle supérieure. Les contraintes d'ordre 3 sont générées à l'échelle du cristal, elles sont dues aux défauts tels que les lacunes, les atomes en substitution, les dis-

locations, les défauts d'empilement, les mâcles et/ou à la présence de précipités le cas échéant (figure I.21 - type III). Elles sont équilibrées sur des petites parties d'un grain. Une modification de cet équilibre n'entraîne pas de modification à l'échelle macroscopique. Les contraintes élastiques à l'interface γ/γ' introduites par le désaccord paramétrique font partie des contraintes d'ordre 3.

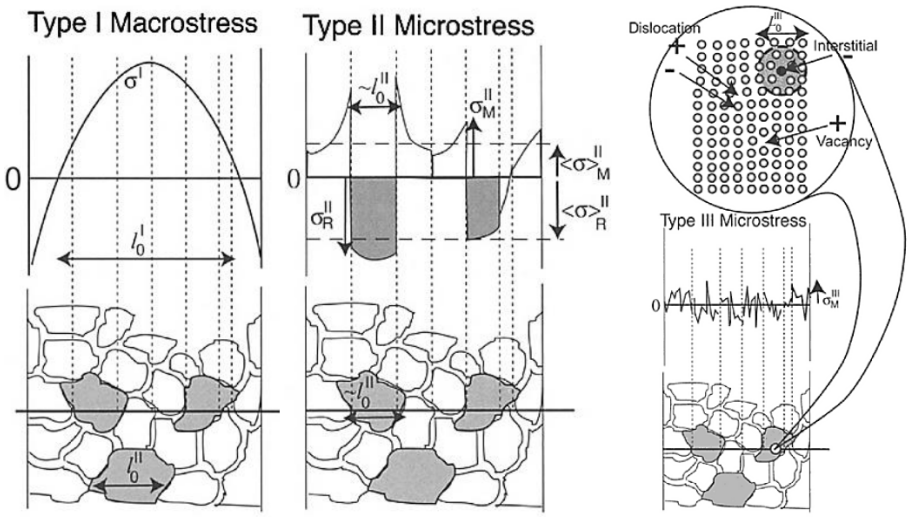


FIGURE I.21 – *À gauche*, les contraintes de type I sur une échelle de longueur l_0^I de l'ordre de la taille de l'échantillon. *Au centre*, les contraintes de type II sur une échelle de longueur l_0^{II} de l'ordre de la taille de grain. *À droite*, les contraintes de type III sur une partie d'un grain d'une longueur de l_0^{III} [32].

Les précipités γ' intragranulaires, le plus souvent cohérents avec la matrice, présentent un léger désaccord paramétrique (également appelé misfit en anglais). Le désaccord paramétrique correspond littéralement à la différence relative entre le paramètre de maille de la phase γ et celui de la phase γ'. On définit le désaccord paramétrique naturel non contraint, noté δ, comme :

$$\delta = 2 \times \frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma'} + a_{\gamma}} \tag{I.1}$$

Où :

a_{γ} est le paramètre de maille non contraint de la phase γ.

$a_{\gamma'}$ est le paramètre de maille non contraint de la phase γ'.

Conformément à la loi de Végard, ces paramètres de maille varient en fonction de la composition chimique :

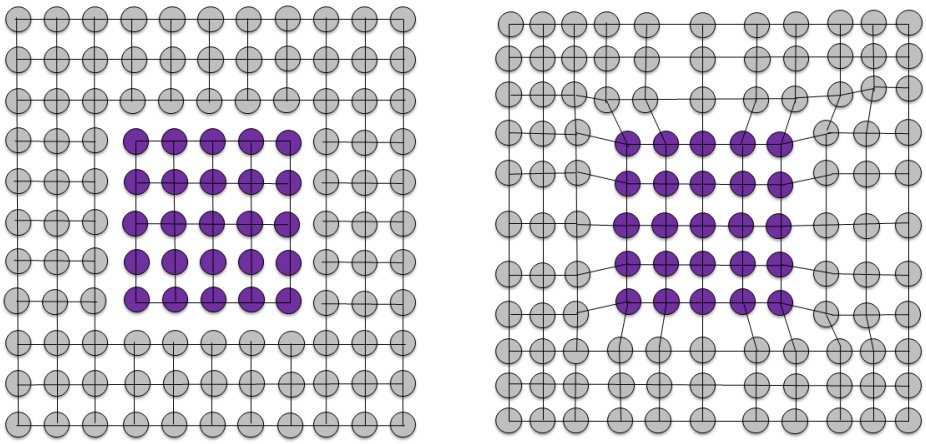
$$a_\varphi = a^0_\varphi + \Sigma_i \, \Gamma_i^{\varphi} x_i^{\varphi} \tag{I.2}$$

Où :

Γ_i^{φ} : Coefficient de Végard de l'élément i dans la phase φ ;

x_i^{φ} : Fraction molaire de l'élément d'alliage i dans la phase φ.

Selon cette définition, le désaccord paramétrique non contraint δ (figure I.22a) dépend alors seulement de la composition chimique de l'alliage, via la répartition des solutés i entre γ et γ' et de l'influence des éléments d'addition i sur le paramètre de maille en accord avec la loi de Végard. En réalité, la cohérence des phases γ et γ' conduit, au niveau de l'interface, à une déformation élastique de leurs réseaux (figure I.22b). Alors, un désaccord paramétrique contraint peut être considéré et correspond aux interfaces γ/γ' déformées élastiquement. Cet écart paramétrique contraint est plus difficile à définir que le non-contraint puisqu'il dépend principalement de la microstructure qui résulte de l'histoire thermique du superalliage [33] et plus précisément de la fraction, forme et taille des précipités [34–36] ainsi que du degré de cohérence/incohérence à l'interface précipités/matrice.



(a) (b)

FIGURE I.22 – Schémas illustrant la notion de désaccord paramétrique (a) non contraint et (b) contraint, avec un précipité (atomes sombres) dans une matrice (atomes clairs).

La cohérence des précipités et le désaccord paramétrique sont les moteurs de l'apparition de champs de contraintes et de déformations internes et élastiques dans le matériau à l'échelle

des précipités très fins. Lorsqu'il y a cohérence, le désaccord paramétrique peut générer un champ de contraintes élastiques à l'interface précipités/matrice de l'ordre de plusieurs centaines de MPa comme cela a été montré sur des précipités cuboïdaux du superalliage monocristallin CMSX-3 [37, 38] (figure I.23).

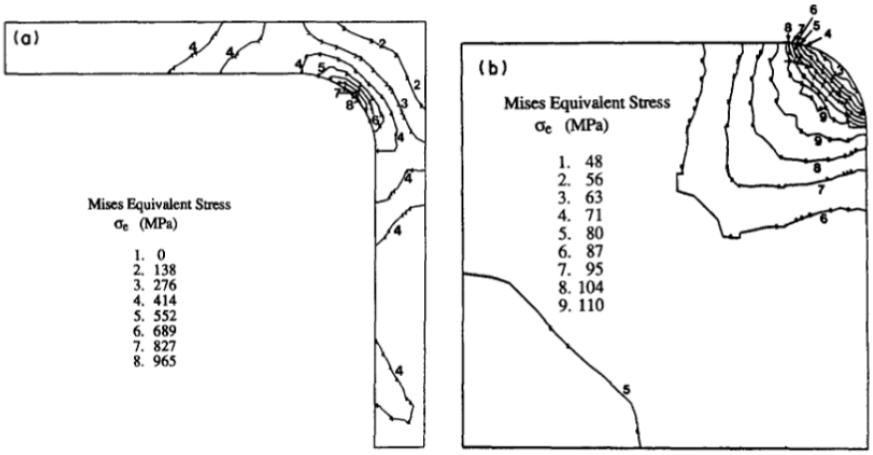


FIGURE I.23 – Contraintes équivalentes de von Mises associées au désaccord paramétrique dans CMSX-3 à 1050 °C dans (a) la matrice et (b) le précipité cuboïde cohérent [38].

5 Relaxation industrielle et essais de laboratoire de relaxation et de fluage isotherme

Pour simuler les conditions mises en oeuvre industriellement sur les disques de turbines massifs, des essais de relaxation, de fluage et des traitements thermiques à l'échelle du laboratoire ont été réalisés. La relaxation des contraintes est caractérisée par la décroissance de la contrainte en fonction du temps quand une déformation constante est appliquée à un matériau après chargement.

Lors de l'essai de relaxation des contraintes à température constante, la déformation maintenue constante est la déformation totale et la déformation élastique est graduellement convertie en déformation plastique [39]. La contrainte diminuant au cours de l'essai, la déformation plastique doit augmenter pour compenser la diminution de la déformation élastique d'après l'équation suivante :

$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_e + \varepsilon_p + \varepsilon_{th} = \frac{1}{E} \cdot \sigma + \varepsilon_p + \alpha \Delta T \tag{I.3}$$

Où :

ε_{tot} : Déformation totale ;

ε_e : Déformation élastique ;

ε_p : Déformation plastique ;

ε_{th} : Déformation thermique ;

E : Module d'Young ;

σ : Contrainte ;

α : Coefficient de dilatation thermique ;

ΔT : Ecart de température.

La différence entre les conditions de relaxation des contraintes industrielles et de laboratoire se situe dans la nature de la contrainte. Au niveau industriel, le gradient de vitesse de refroidissement génère des contraintes internes et résiduelles. Dans l'essai de laboratoire, le refroidissement n'induit pas de contraintes internes en raison de la faible taille de la pièce. Pour reproduire les conditions industrielles, une contrainte externe est appliquée, ici en traction.

Cet essai se rapproche de l'essai de fluage. La principale différence entre ces deux essais est la suivante : dans un essai de relaxation la déformation totale est maintenue constante et l'évolution de la contrainte est suivie alors que dans un essai de fluage c'est la contrainte qui est maintenue constante et la déformation qui est suivie. Les essais de fluage mènent à la rupture du matériau alors que les essais de relaxation non, sauf cas particuliers. Pour être plus précis, les essais de fluage amènent à une déformation très avancée, la section de l'éprouvette évolue, donc ce n'est pas réellement la contrainte qui est maintenue constante mais la force. Pour les essais de relaxation, la déformation étant faible, la section de l'éprouvette est constante donc on peut parler de déformation totale imposée.

Il existe relativement peu d'études traitant de la relaxation des contraintes de superalliages en lien avec des traitements thermiques. Néanmoins, celles-ci ont montré que l'amplitude de relaxation augmente avec la température et/ou la déformation imposée les alliages Aerex350, Waspaloy [39], Inconel 718 [40, 41], CMSX-4, EPM-102 [42], MD2 [43, 44] et Inconel 625 [45], Inconel 738 [46].

D'autres études montrent des comportements en relaxation atypiques avec un ralentissement de la relaxation ou une augmentation de la contrainte due à une tendance intrinsèque à la contraction macroscopique de l'échantillon durant l'essai de la relaxation pour les alliages de la famille Ninomic et les alliages Inconel 718 et 783 [47–49]. D'autres encore observent un fluage négatif pour les mêmes raisons sur les alliages Inconel 718 et IN100 [48, 50]. Classiquement, le fluage à haute température se décompose en trois stades successifs (figure I.24) :

— **Le fluage primaire - stade I** : La vitesse de déformation plastique diminue, ce qui correspond au durcissement de l'alliage.

— **Le fluage secondaire - stade II** : Une longue phase à faible vitesse de fluage quasi constante est observée.

— **Le fluage tertiaire - stade III** : La vitesse de fluage s'élève très fortement avec une transition rapide de la microstructure et/ou le développement de l'endommagement (cavitation, fissuration, etc.), ce qui conduit à la rupture du matériau.

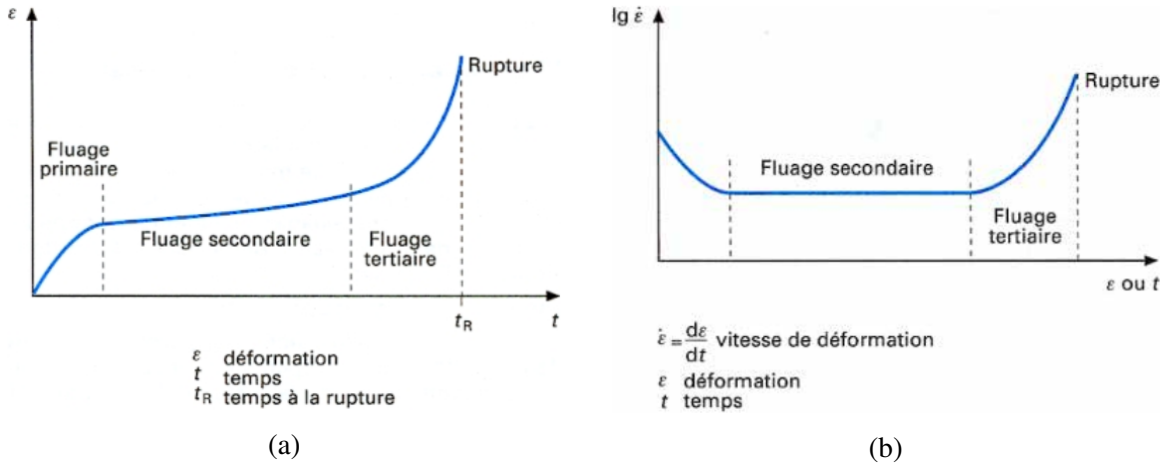


FIGURE I.24 – Courbes de fluage montrant (a) les différents types de fluage ($\varepsilon = f(t)$) et (b) l'évolution de la vitesse de déformation ($\dot{\varepsilon} = f(t$ ou $\varepsilon)$) [51].

Les évolutions microstructurales durant le fluage à haute température ont pour origine principale les dislocations et la diffusion des éléments sous l'effet combiné de la contrainte appliquée, de la température et du désaccord paramétrique δ. En effet, lorsque les superalliages fluent, il subissent une évolution forte de la microstructure appelée mise en radeau (« rafting » en anglais) lorsque la température est supérieure à 750 - 800 °C. Ce phénomène de mise en radeaux a été découvert en 1971 [52]. C'est un phénomène diffusif qui a lieu en

début du stade II en fluage et qui a pour moteur la coalescence de précipités γ' allongés pour former une structure lamellaire γ/γ'. La force motrice du *rafting* dépend de la sollicitation, de la température et du désaccord paramétrique [53]. Celui-ci est un paramètre primordial pour le contrôle de la mise en radeaux car elle repose sur le signe et l'amplitude de ce désaccord.

La valeur du désaccord paramétrique va jouer sur la cinétique du phénomène de mise en radeaux. Ceci a été montré lors d'essais de fluage à 1050 °C sous 140 MPa pour deux superalliages proches chimiquement avec des valeurs de désaccord paramétrique différentes. La cinétique de mise en radeaux est plus rapide pour l'alliage dont le désaccord paramétrique est le plus élevé en valeur absolue [54].

Le signe du désaccord paramétrique influe, quant à lui, sur la direction de coalescence [54]. Lorsque la contrainte extérieure en fluage est en traction et que le misfit est négatif, la microstructure va évoluer pour former des radeaux de γ' perpendiculairement à l'axe de sollicitation (coalescence de type N pour « normale ») visible sur la figure I.25. Par contre si le misfit est positif pour la même solicitation, la microstructure va évoluer pour former des radeaux γ' parallèles à l'axe de sollicitation (coalescence de type P pour « parallèle »).

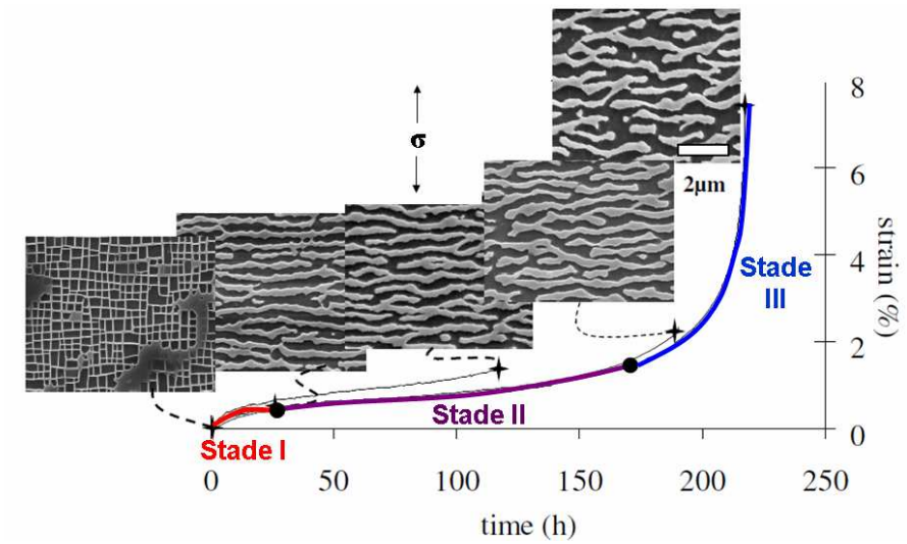


FIGURE I.25 – Superposition d'une courbe de fluage schématique et de l'évolution de la microstructure durant l'essai dans l'AM1 à 1050 °C / 150 MPa. Cas d'un misfit négatif et une contrainte en fluage définie en traction. Figure tirée de [55] et adaptée de [56].

Pour décrire la mise en radeaux et l'importance du désaccord paramétrique, la figure I.26a illustre schématiquement l'état initial dans lequel est le superalliage. Un désaccord

paramétrique, même faible, induit des contraintes de cohérence dans le matériau. Dans cet exemple, il est décrit des contraintes de compression biaxiale dans les canaux de la matrice qui sont compensées par un état de contraintes de traction triaxiale dans les précipités.

L'ensemble est symétrique en l'absence de sollicitation extérieure. Cependant, lorsqu'une contrainte extérieure est exercée au système (ici, l'exemple pris est une contrainte de traction appliquée dans la direction [001]), la superposition de cette sollicitation aux contraintes de cohérence induites par le misfit va favoriser une déformation dans les canaux horizontaux car la contrainte totale y est alors plus élevée que dans les couloirs verticaux.

Les dislocations qui vont être générées dans la matrice γ lors du fluage vont alors s'écouler dans les canaux horizontaux et relaxer les contraintes d'ordres 3 dues au misfit à l'interface γ/γ' [57,58]. Cela aura pour conséquence une diminution de l'énergie élastique stockée dans les couloirs horizontaux. Un gradient énergétique de déformation élastique va alors être créé entre les couloirs horizontaux et verticaux générant ainsi une force motrice pour le transport de matière entre ceux-ci qui conduit à une redistribution des éléments γ-gènes et γ'-gènes (figure I.26b). Les couloirs verticaux de matrice vont ainsi disparaitre progressivement par coalescence des précipités γ' dans la direction perpendiculaire à l'axe de traction. Cette évolution morphologique est caractéristique de la mise en radeaux [59]. L'association de ces phénomènes conduit à la mise en radeaux perpendiculairement à l'axe de contrainte [60]. Le transport de matière associé aux dislocations durant la mise en radeaux a été montré dans les références suivantes [61,62].

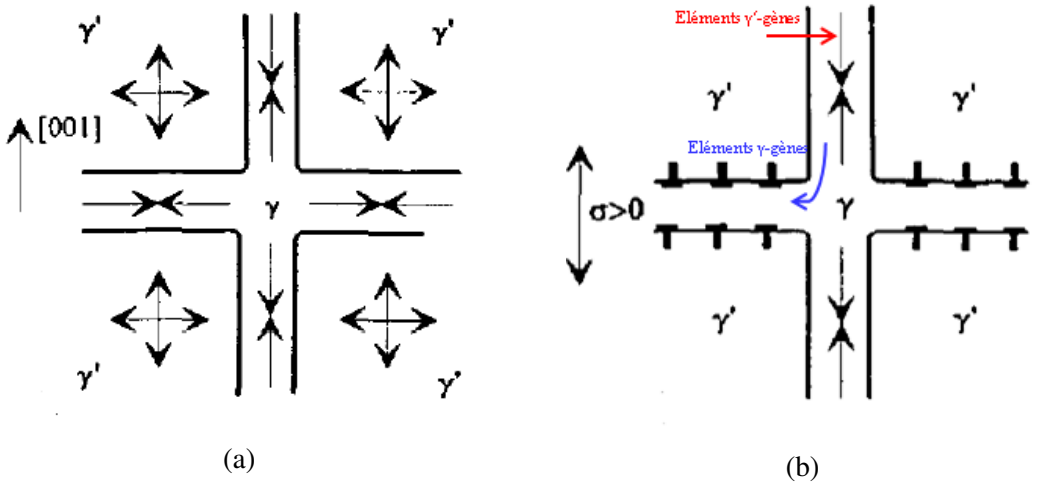


FIGURE I.26 – (a) Réprésentation schématique en 2D des contraintes de cohérence dans une structure cuboïdale initiale γ/γ'. (b) Illustration schématique de la formation d'un réseau de dislocations à l'interface γ/γ' au début de déformation plastique d'un superalliage avec un $\delta < 0$ en traction [63]

6 Mécanismes de déformation à l'échelle microscopique

Il existe deux principaux types de mécanismes à l'origine de la déformation plastique à haute température durant les essais de relaxation et de fluage : les mécanismes diffusionnels et dislocationnels. La déformation du superalliage est gouvernée par l'un ou l'autre des mécanismes en fonction de la température et/ou de la contrainte appliquée. Ces mécanismes sont présentés ci-dessous.

6.1 Mécanismes diffusionnels

La diffusion des lacunes est une phénomène thermiquement activé. Elle contrôle la déformation inélastique pour des températures élevées ($> 0,6 \cdot T_f$). Ce sont alors ces mécanismes qui contrôlent la déformation inélastique plutôt que le mouvement des dislocations. Donc à haute température et à faibles contraintes, la déformation des matériaux polycristallins se produit par diffusion des lacunes thermiquement activée, de manière transgranulaire (modèle Nabarro-Herring) et/ou intergranulaire (modèle de Coble), et par glissement au niveau des joints de grains [64, 65].

6.1.1 Diffusion transgranulaire - Modèle de Nabarro-Herring

Le mécanisme par diffusion transgranulaire a été prédit théoriquement avant d'être observé. Si le transport de la matière se fait par diffusion transgranulaire (figure I.27a), il s'agit du mécanisme de Nabarro-Herring (1950) avec une vitesse de déformation (équation I.4) :

$$\dot{\varepsilon} = B \cdot \frac{J_v \cdot \sigma \cdot \Omega}{\bar{D}^2 \cdot k \cdot T} \tag{I.4}$$

Où :

B est un coefficient dépendant de la forme des grains,

J_v est le coefficient d'auto-diffusion en volume,

σ est la contrainte appliquée,

Ω est le volume atomique,

$\bar{D}$ est la taille de grains,

k est la constante de Boltzmann,

T est la température.

Nabarro (1948) a été le premier à proposer qu'un champ de contrainte non hydrostatique puisse donner lieu à différentes concentrations de lacunes entre les surfaces d'un cristal avec des orientations différentes. Cela provoque un flux de lacunes entre les surfaces et un flux d'atomes dans le sens opposé. De toute évidence, ce processus ne peut être important que si le flux de lacunes est important, c'est-à-dire s'il y a suffisamment de sources (joints de grains) et si la mobilité des lacunes est suffisamment élevée. En conséquence, le mécanisme de diffusion est attendu à des températures très élevées et pour de petites tailles de grains.

6.1.2 Diffusion intergranulaire - Modèle de Coble

Si le transport de la matière se fait par diffusion des lacunes aux joints des grains (figure I.27b), il s'agit du mécanisme de Coble. La vitesse de déformation varie en fonction de la taille des grains portée à la puissance -3. En supposant que les grains sont sphériques et que le glissement aux joints de grains est possible, Coble (1963 [66]) a determiné que la vitesse de déformation est donnée par :

$$\dot{\varepsilon} = B' \cdot \frac{J_j \cdot \delta_j \cdot \sigma \cdot \Omega}{\bar{D}^3 \cdot k \cdot T} \tag{I.5}$$

Où :

B' est un coefficient dépendant de la forme des grains,

J_j est le coefficient de diffusion aux joints de grains,

δ_j est l'épaisseur effective pour la diffusion du joint de grains,

σ est la contrainte appliquée,

Ω est le volume atomique,

$\bar{D}$ est la taille des grains,

k est la constante de Boltzmann,

T est la température.

La différence importante entre le modèle Nabarro-Herring et celui de Coble réside dans le fait que, pour ce dernier, la vitesse de déformation dépend de l'inverse de la taille des grains au cube plutôt qu'au carré dans le modèle de Nabarro-Herring et qu'elle dépend également de la diffusion aux joints des grains. L'énergie d'activation pour la diffusion aux joints des grains étant plus petite que pour la diffusion transgranulaire, le mécanisme de Coble peut devenir prépondérant à des températures moins élevées que celles nécessaires pour le mécanisme de Nabarro-Herring. En outre, le mécanisme de Coble est favorisé pour les polycristaux de petite taille de grains, présentant ainsi une grande proportion de joints de grains.

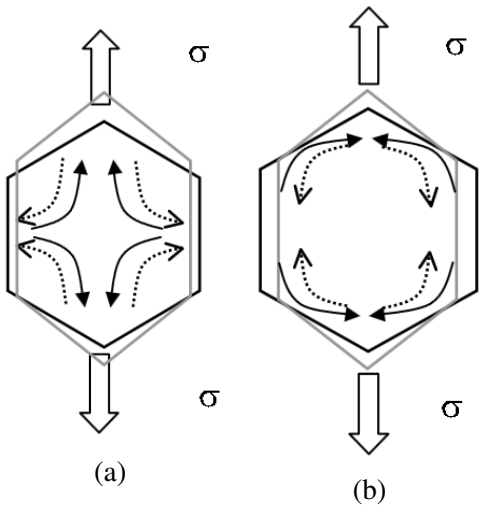


FIGURE I.27 – Schémas de déformation par mécanismes de diffusion des lacunes (a) transgranulaire (modèle de Nabarro-Herring) et (b) intergranulaire (modèle de Coble) [67].

6.1.3 Glissement des joints de grains

Les modèles susmentionnés ne tiennent pas compte du fait que la morphologie des grains évolue pour s'allonger dans le sens de la sollicitation. Etant donné que les grains doivent rester en contact les uns avec les autres pendant la déformation, le mécanisme de déformation par diffusion doit être accompagnée de glissements intergranulaires. Le mécanisme diffusionnel permet de faire glisser les joints de grains les uns par rapport aux autres (figure I.27). Le glissement aux joints de grains crée des lacunes qui doivent être compensées par les mécanismes de diffusion, et ces mécanismes de diffusion, en déformant les grains, va également créer des lacunes qui doivent être compensées par le glissement aux joints de grains. Ainsi, la diffusion crée la force motrice du glissement aux joints de grains et vice versa. Ces processus sont donc fortement couplés et s'accommodent mutuellement, l'un ne peut exister sans l'autre.

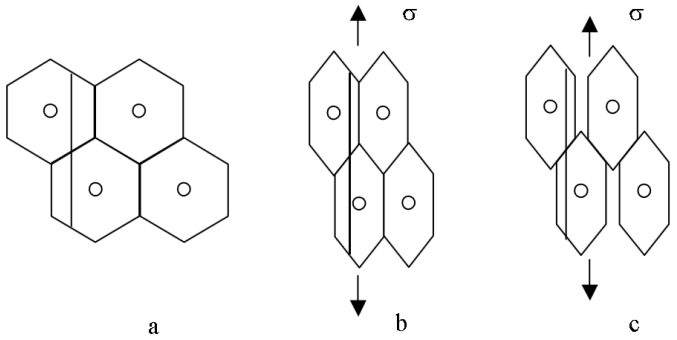


FIGURE I.28 – Compatibilité de la déformation aux joints de grains sur une microstructure (a) avant déformation, (b) accommodée ou (c) non [67].

La diffusion implique le déplacement des lacunes, ce qui permet de relâcher la contrainte. La diffusion des lacunes est plus intense aux joints des grains. En effet, la diffusion de ces défauts est plus facile le long des surfaces caractérisées par des désordres structurels et physico-chimiques comme les joints de grains qui sont par ailleurs des zones d'accommodation pour les différences d'orientations cristallographiques entre les grains et donc de localisation de contrainte. De plus, la déformation par des mécanismes de diffusion génère des incompatibilités de déformation aux joints de grains qui sont accommodées par le glissement intergranulaire.

6.2 Mécanismes dislocationnels

Dans la structure cristallographique CFC qui caractérise les alliages base Ni et plus particulièrement de la matrice, 12 systèmes de glissement sont possibles, de type $(111)[110]$.

Les propriétés mécaniques sont liées à la propagation des dislocations et plus particulièrement à leur vitesse de glissement. Lorsqu'une dislocation vient rencontrer des précipités, elle est bloquée par un processus d'épinglage. Au fur et à mesure que la contrainte appliquée augmente, la dislocation se courbe entre ses points d'attache, une compétition entre deux phénomènes physiques pour franchir ces obstacles est constatée : le contournement ou le cisaillement des précipités.

6.2.1 Contournement

Le contournement s'effectue par un mouvement de la dislocation qui reste dans son plan de glissement initial. C'est le contournement d'Orowan (figure I.29). Les deux brins de la dislocation se courbent de plus en plus du fait de l'épinglage et vont finalement se rejoindre à l'arrière du précipité. La dislocation passe l'obstacle en laissant autour de celui-ci une boucle de dislocation.

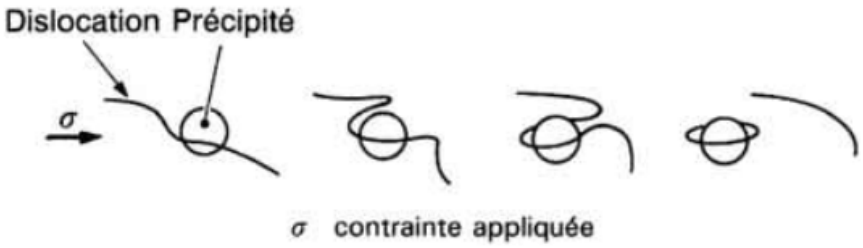


FIGURE I.29 – Contournement d'Orowan [68]

Il existe deux conditions dans lesquelles le mécanisme de contournement peut avoir lieu :

— Les précipités sont incohérents avec la matrice, ce qui engendre une impossibilité pour la dislocation de pénétrer dans le précipité (précipité non cisaillable).
— Le bilan énergétique du contournement est favorable par rapport au mécanisme de cisaillement dans le cas de précipités cohérents ou semi-cohérents.

Ce mécanisme se produit si la contrainte de franchissement des précipités dépasse la contrainte dite d'Orowan.

$$\tau_{Orowan} \simeq \frac{3\mu b}{2L} \tag{I.6}$$

Où :

μ le module de cisaillement élastique de la matrice ;

b, la norme du vecteur de Burgers de la dislocation ;

L, la distance inter-précipités.

6.2.2 Cisaillement avec création d'une paroi d'antiphase

Le cisaillement des précipités par les dislocations fait intervenir des effets à courte distance impliquant les caractéristiques chimiques et cristallographiques du précipité et de l'interface précipité/matrice. Ce n'est possible que si les précipités sont cohérents ou semi-cohérents. Lors du cisaillement, la dislocation pénètre dans le précipité et modifie l'ordre chimique génèrant ainsi une paroi d'antiphase (APB : « Antiphase Boundary »). Pour effacer la paroi d'antiphase et rétablir l'ordre dans le précipité, le passage d'une deuxième dislocation avec le même vecteur de Burgers est nécessaire. Ces deux dislocations constituent une

« superdislocation ». Deux types de cisaillement par une superdislocation sont possibles en fonction du diamètre de la particule à franchir :

— le cisaillement de type I recourt à deux dislocations faiblement couplées pour franchir les précipités de plus petite taille (figure I.31a).
— le cisaillement de type II recourt à deux dislocations fortement couplées pour franchir les précipités de plus grande taille (figure I.31b).

Dans les superalliages à durcissement par précipitation, Hüther met en évidence en 1978 [69] que le cisaillement par paires de dislocations faiblement et fortement couplées dépend de la taille des précipités γ'. Pour cela, il trace la contrainte CRSS (Critical Resolved Shear Stress) nécessaire au cisaillement par paire de dislocations et au contournement pour une fraction volumique constante (figure I.30).

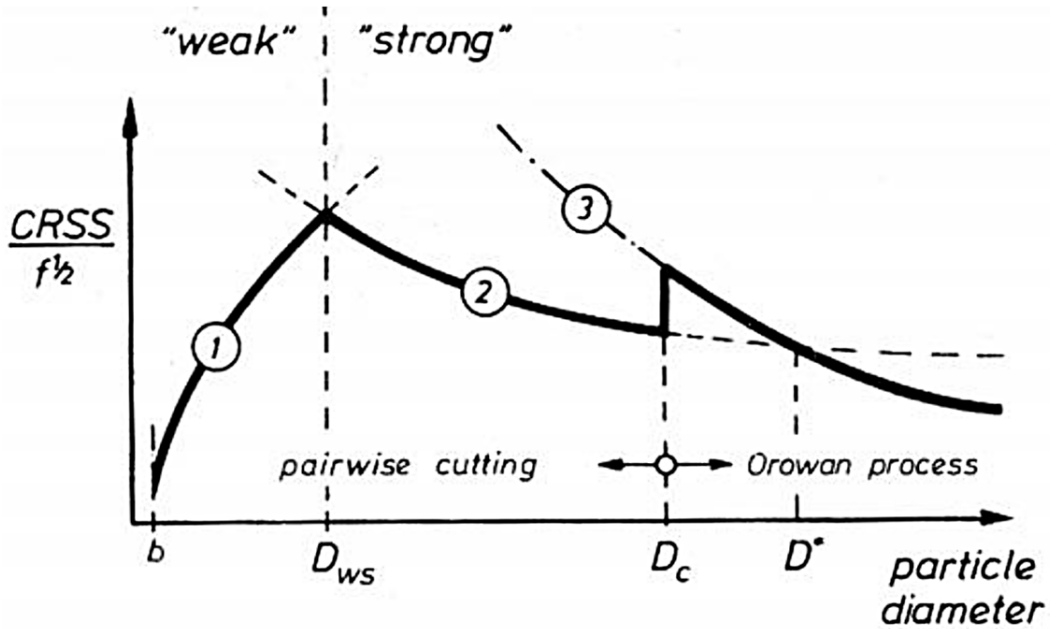


FIGURE I.30 – Évolution des différents mécanismes de franchissement en fonction du diamètre des précipités durcissants [69].

Lorsque les précipités sont de petite taille, ils sont totalement cisaillés avant le passage de la deuxième dislocation (figure I.31a). L'ordre n'est pas immédiatement rétabli et les dislocations sont alors faiblement couplées (« Weak »). Alors que lorsque les précipités dépassent un diamètre seuil D_{ws} (figure I.30), la deuxième dislocation cisaille le précipité avant que la première ne l'ait complètement traversée (figure I.31b). Les deux dislocations traversent

alors ensemble les précipités, elles sont appelées fortement couplées (« Strong »).

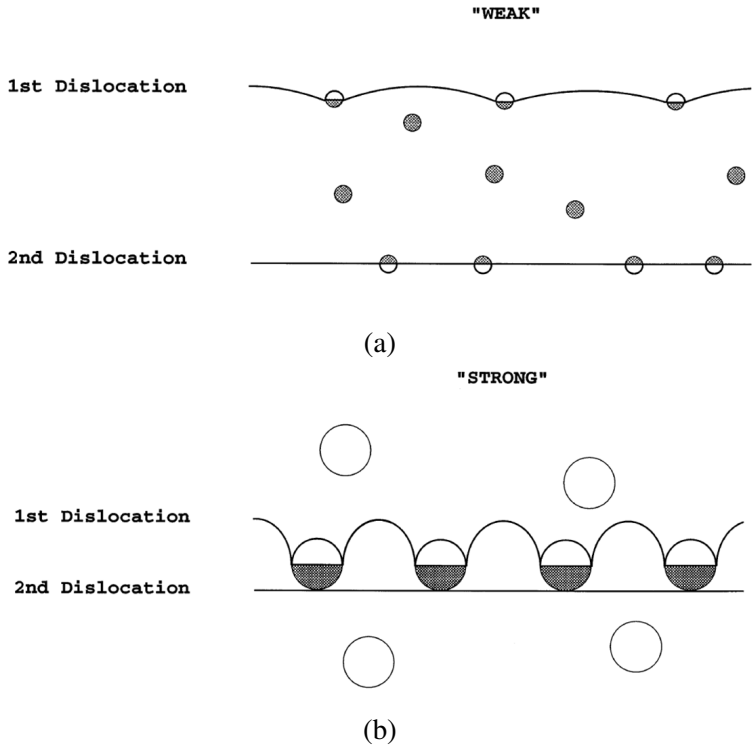


FIGURE I.31 – Schéma de principe du mécanisme de cisaillement des précipités par paires de dislocations (a) faiblement couplées (type I - Weak) et (b) fortement couplées (Type II - Strong) [12].

Les contraintes dues au cisaillement des précipités γ' dans le cas des dislocations faiblement couplées et fortement couplées sont données respectivement par les équations I.7 et I.8 [70]. La contrainte de cisaillement des paires de dislocations faiblement couplées est croissante avec le rayon r des précipités. Contrairement à la contrainte proposée pour les paires de dislocations faiblement couplées, la contrainte de cisaillement associée aux dislocations fortement couplées décroît lorsque le rayon r des précipités augmente.

$$\tau_{cis}^{Weak} = \frac{\gamma_{APB}}{2b}\left(\left(\frac{2\gamma_{APB} r f_v}{2\pi T_{ten}}\right)^{1/2} - f_v\right) \tag{I.7}$$

Où :

γ_{APB} est l'énergie de paroi d'antiphase des précipités dans les plan 111.

b est la norme du vecteur de Burgers.

T_{ten} est la tension de ligne.

r est le rayon moyen des particules.

f_v est fraction volumique des précipités.

$$\tau_{cis}^{Strong} = \frac{\gamma_{APB} l_1}{2bL} = \sqrt{\frac{3}{2}} \left(\frac{\mu b}{\pi^{3/2}} \right) \frac{f_v^{1/2}}{r} \sqrt{\frac{2\pi\gamma_{APB}}{\mu b^2} - 1} \tag{I.8}$$

Où :

γ_{APB} est l'énergie de paroi d'antiphase des précipités dans les plan 111.

b est la norme du vecteur de Burgers.

r est le rayon moyen des particules.

f_v est fraction volumique des précipités.

l_1 est la longueur du segment de dislocation de tête active dans le cisaillement.

μ est le module de cisaillement.

$L = \left(\frac{2\pi}{3f_v} \right)^{1/2} r$ est la distance interparticulaire moyenne.

Plusieurs phénomènes, parfois cumulatifs, gouvernent le cisaillement tels que la création d'une nouvelle interface précipité/matrice, la modification de l'énergie des dislocations ou encore la création de fautes d'empilement dans les précipités. Tous ces phénomènes physiques mis en jeu pour le cisaillement induisent une dépendance du durcissement au diamètre du précipité. Le cisaillement change de mode quand la taille du précipité grandit. Par ailleurs, plus la taille des particules augmente, moins le cisaillement devient favorable. Selon le modèle de Hüther, la transition entre les mécanismes de cisaillement par APB et le contournement a lieu lorsque le diamètre des précipités atteint la valeur D_c.

L'association de la déformation ou contrainte et de la température provoque la nucléation, la mobilité ainsi que la recombinaison des dislocations dans la matrice, tous ces processus étant thermiquement activés. La vitesse de déformation va dépendre, à la fois, de la capacité des dislocations à se mouvoir et franchir les précipités par contournement et/ou cisaillement et/ou, à la fois, de la diffusion des lacunes. De plus, les zones proches des joints de grains sont le siège de concentrations de contraintes en raison de la différence d'orientation cristallographique de part et d'autre du joint, elles vont plastifier plus tôt. De plus, les joints de grains sont des chemins où la diffusion est facilitée. Donc selon la température et la contrainte, une

compétition aura lieu entre les mécanismes diffusionnels et dislocationnels pour piloter la déformation en relaxation ou fluage.

6.3 Loi phénoménologique de Norton

La loi de Norton est l'une des lois phénoménologiques les plus classiques pour analyser les mécanismes de viscoplasticité [71]. Le principe est basé sur le calcul de la vitesse de déformation plastique en relaxation ou fluage pour chaque niveau de contrainte [72]. Le coefficient de Norton n peut être facilement déterminé en reprenant la vitesse de déformation plastique et l'évolution de la contrainte dans le temps déterminées dans les essais de relaxation. Cela donne l'équation I.9 suivante :

$$\dot{\varepsilon}_p = -\frac{1}{E} \cdot \dot{\sigma} = A \cdot \sigma^n \tag{I.9}$$

Où :

ε_p est la vitesse de déformation plastique ;

E est le module d'Young ;

$\dot{\sigma}$ est la dérivé de la contrainte par rapport au temps ;

A **et** n sont des constantes dans un domaine de température/contrainte donné ;

σ est la contrainte.

La vitesse de déformation en relaxation ou fluage est alors reportée en fonction de la contrainte sur un graphique avec une échelle logarithmique. En fonction des valeurs du coefficient de Norton obtenues, on distingue trois domaines correspondant à des mécanismes distincts [19] :

— n = 1 : la relaxation (ou fluage) résulte de mécanismes diffusionnels purs, elle correspond au domaine des températures élevées et des faibles contraintes appliquées ;
— n ϵ 1 - 7 : les mécanismes de déformation peuvent être liés soit au mouvement des dislocations, soit au phénomène de diffusion, soit à une combinaison des deux ;
— n > 7 : la relaxation (ou fluage) est contrôlée principalement par des mécanismes basés sur le glissement des dislocations. La production et le déplacement des dislocations

assurent la déformation, elle correspond généralement au domaine des températures modérées et des contraintes élevées.

En réalité la loi de Norton comme définie ci-dessus est simpliste. En effet, elle suppose que la limite d'élasticité est nulle et l'influence de la microstructure n'est pas prise en compte. Donc on peut suggérer que la vitesse de déformation ne dépend pas seulement de la contrainte appliquée σ mais de la contrainte effective donnée par l'équation I.10 :

$$\sigma_{eff} = \sigma - \sigma_{int} \tag{I.10}$$

Avec σ_{int} étant la contrainte interne représentant la résistance des précipités au déplacement des dislocations. Ce terme σ_{int} permet donc de prendre en compte la limite d'élasticité, l'écrouissage ou encore les évolutions microstructurales.

La contrainte effective permet donc de décrire le supplément de contrainte nécessaire au franchissement des précipités par les dislocations après leur blocage. Ainsi, la loi puissance complète s'écrit comme l'équation I.11 :

$$\dot{\varepsilon}_p = A \cdot (\sigma - \sigma_{int})^n \tag{I.11}$$

Avec la loi puissance, il existe une autre formulation (équation I.12) qui prend en compte la variation de vitesse de déformation plastique $\dot{\varepsilon_p}$ en fonction de la contrainte σ à faibles et à fortes contraintes :

$$\dot{\varepsilon}_p = \dot{\varepsilon}_0 \cdot (\sinh(\alpha\sigma))^n \tag{I.12}$$

Où :

$\dot{\varepsilon}_0$**,** A **et** n sont des paramètres ajustables ;

Cette loi est principalement utilisée aux Etats-Unis ou en Angleterre et elle permet de determiner les paramètres viscoplastiques à partir d'une fonction sinus hyperbolique alors que le modèle de Norton utilisé dans cette thèse (équation I.9) determine ces paramètres à partir d'une loi puissance avec deux coefficients de Norton de part et d'autre de la rupture de pente.

Matériaux et techniques expérimentales

Chapitre II

Matériaux et techniques expérimentales

1 Matière disponible

1.1 Demi-disques polycristallins (PX : « polycristalline ») brut de forge en AD730^{TM}

Pour étudier la capacité de l'alliage AD730^{TM} à relaxer les contraintes durant le traitement thermique ainsi qu'observer l'effet de la précipitation durcissante, des ébauches ont été prélevées sur des demi-disques de turboréacteur forgés par Safran Aircraft Engines à Gennevilliers. Les conditions d'élaboration et de forgeage ne sont pas détaillées dans ce manuscrit pour des raisons de confidentialité. Le matériau mis en solution subsolvus a une microstructure optimisée pour fournir le meilleur compromis entre les propriétés statiques et cycliques (fatigue) [20].

Les ébauches prélevées ont un diamètre de 14 mm et une longueur 60 mm (figure II.1b). Ces ébauches sont traitées thermiquement comme suit :

— Mise en solution subsolvus dans les mêmes conditions de température et de temps que les pièces industrielles : 1080 $\pm$ 5 °C pendant 4 heures.
— Refroidissement à vitesse contrôlée. Différentes vitesses de refroidissement sont appliquées pour reproduire les conditions vues en différents endroits des disques et pour obtenir des états de précipitation différents à des fins de compréhension des phénomènes : de 100 °C/min ou de 10 °C/min.
— Les éprouvettes sont ensuite usinées à partir de ces ébauches.

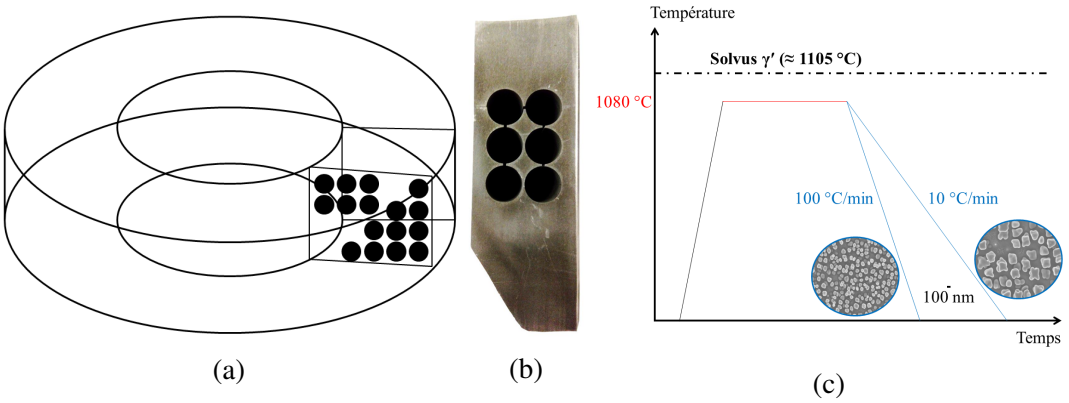


FIGURE II.1 – (a), (b) Prélèvement des ébauches sur disques. (b) Mise en solution subsolvus suivie de deux refroidissements différents.

Vu la petite taille des ébauches, on peut considérer que la différence des contraintes résiduelles entre le coeur et la peau est très limitée, en principe négligeable, après ce traitement thermique. La mise en solution a été effectuée en dessous de la température du solvus afin de préserver les précipités primaires γ' qui épinglent les joints de grains et maintenir ainsi la taille des grains obtenus après forgeage. La vitesse de refroidissement post mise en solution contrôle la taille, la distribution des précipités secondaires et tertiaires ainsi que la répartition des éléments entre la matrice γ et la phase γ' [16, 73]. Les microstructures polycristallines résultantes produisent l'état considéré comme l'état initial dans ce travail. La microstructure initiale sera ainsi constituée de grains équiaxes d'une taille moyenne de 10 μm, de précipités primaires γ'_I représentant une fraction surfacique d'environ 5 %, avec un diamètre équivalent de 1 à 3 μm et situés principalement aux joints de grains (figure II.2a). Les précipités secondaires (γ'_{II}) sont d'une taille d'environ 95 nm pour 100 °C/min et 250 nm pour 10 °C/min, intragranulaires et cohérents avec la matrice. Les précipités tertiaires γ'_{III} sont plus fins, également cohérents et situés aux joints de grains (figure II.2b) ou entre les secondaires (figure II.2c). Les précipités tertiaires sont visibles sur les microstructures mais pas suffisamment résolus pour pouvoir être quantifiés. A ce stade, ils sont d'une taille inférieure à 5 nm.

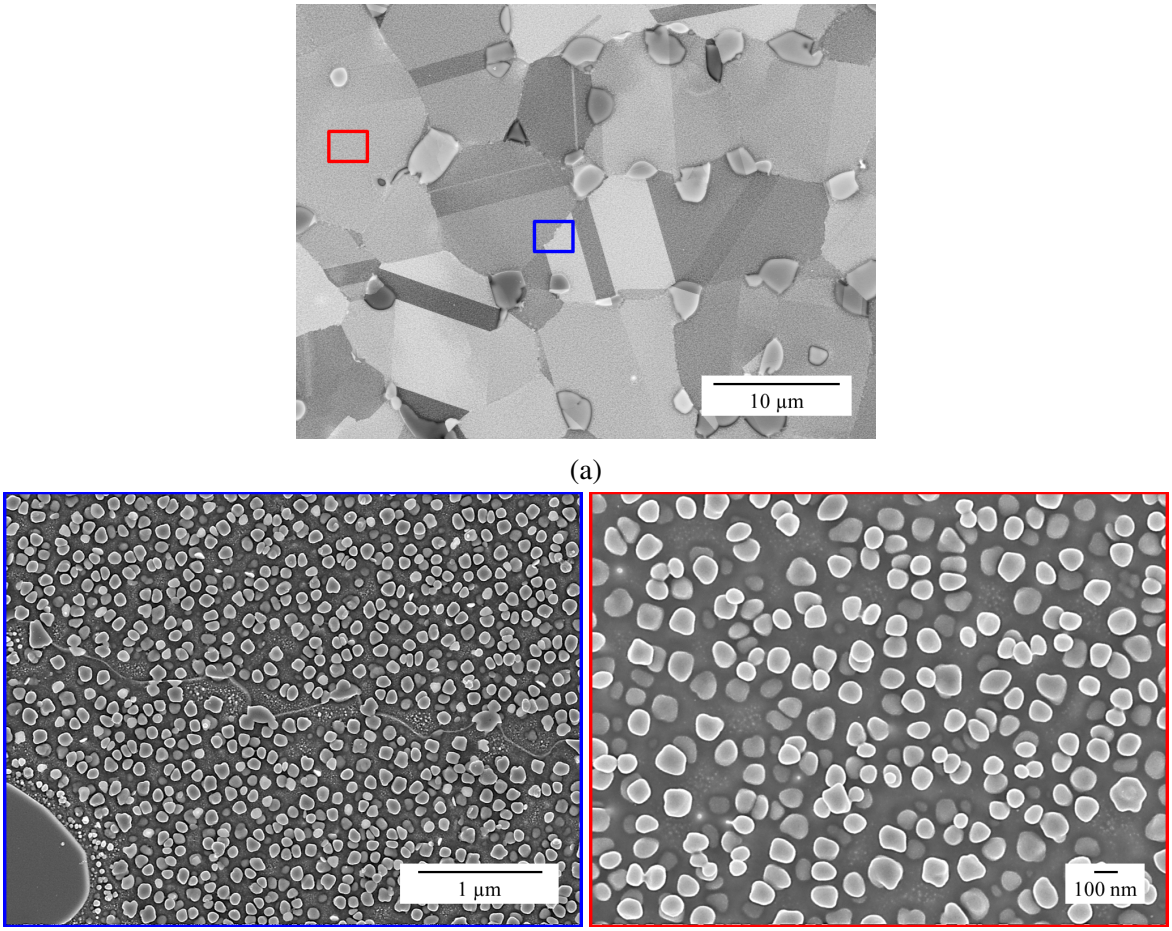


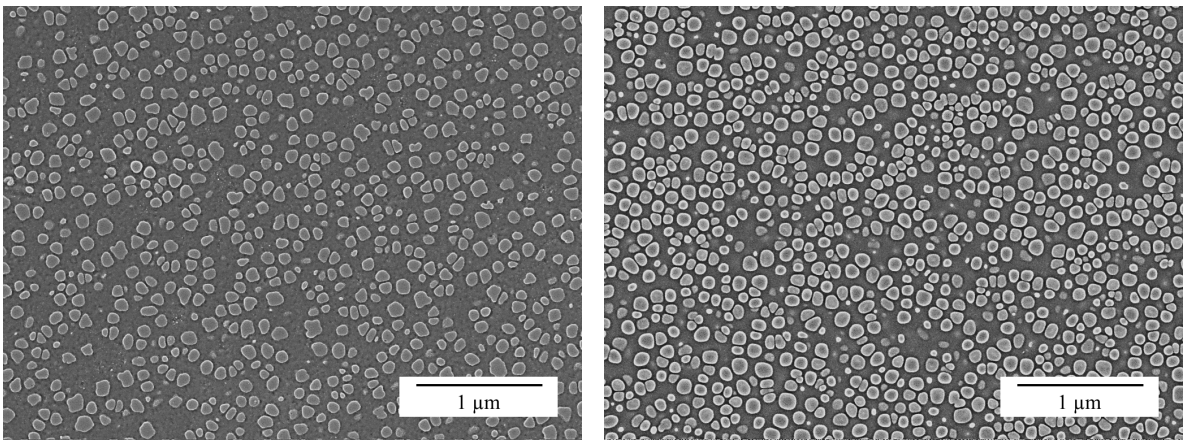
FIGURE II.2 – (a) Microstructure globale acquise en éléctrons rétrodiffusés, (b) intergranulaire et (c) intragranulaire acquise en éléctrons secondaires après mise en solution à 1080 °C / 4 heures et refroidissement à 100 °C/min.

1.2 Monograins d'alliage AD730^{TM} (SX : « Single Crystal »)

Dans l'objectif de décorréler les effets des joints de grains et de la précipitation durcissante, des barreaux monogranulaires d'alliage AD730^{TM} ont été coulés par Safran Aircraft Engines, suivant une direction cristallographique proche de $\langle$ 001 $\rangle$. Cette version monogranulaire du matériau n'a pas d'applications industrielles prévues mais elle est très utile à la compréhension du rôle de la précipitation γ' durcissante et permet de simuler ce qui se passe à l'intérieur des grains en s'affranchissant des effets associés aux joints de grains et de la présence de précipités γ'_I.

Après la coulée monocristalline, un traitement d'homogénéisation a été réalisé sur les barreaux pour réduire au maximum les ségrégations chimiques, inhérentes au procédé de

fonderie : 24 h / 1180 °C + chauffage à 2°C/min + 24 h / 1200 °C + trempe air. Ensuite un traitement de précipitation à 1120 °C / 2 h + refroidissement dans la laine de roche (environ 80 °C / min) a été réalisé. Ce traitement a permis d'obtenir une distribution de taille des précipités secondaires et tertiaires similaire au polycristal refroidi à une vitesse de 100 °C/min (figure II.3). Cependant, étant donné qu'il n'y a pas de précipités primaires dans le SX, il est inévitable que la fraction des précipités secondaires soit plus importante (43 % contre 33 % dans le PX). Comme dans la microstructure polycristalline, des précipités tertiaires sont visibles sur les microstructures mais trop peu résolus pour pouvoir les quantifier. Ils sont d'une taille inférieure à 5 nm. Les caractéristiques de cette microstructure qui constituera l'état initial pour la suite de l'étude sont résumées dans le tableau II.1.



(a) (b)

FIGURE II.3 – Comparaison des précipités secondaires dans les microstructures initiales (a) polycristallines et (b) monogranulaires.

1.3 Synthèse des différentes microstructures initiales

Le tableau II.1 résume les caractéristiques des microstructures initiales polycristallines et monogranulaires.

Nom	TTH		γ'_I		γ'_{II}		γ'_{III}		Grains
	MES (°C) / Temps (h)	Vref (°C/min)	$\bar{d}$ (μm)	f_s (%)	$\bar{d}$ (nm)	f_s (%)	$\bar{d}$ (nm)	f_s (%)	$\bar{D}$ (μm)
PX-250	1080 / 4	10	1-3	5	250	28	< 5	/	10
PX-96		100	1-3	5	96	33	< 5	/	
SX-100	1120 / 2	$\sim$ 80	Non	Non	100	43	< 5	/	Non

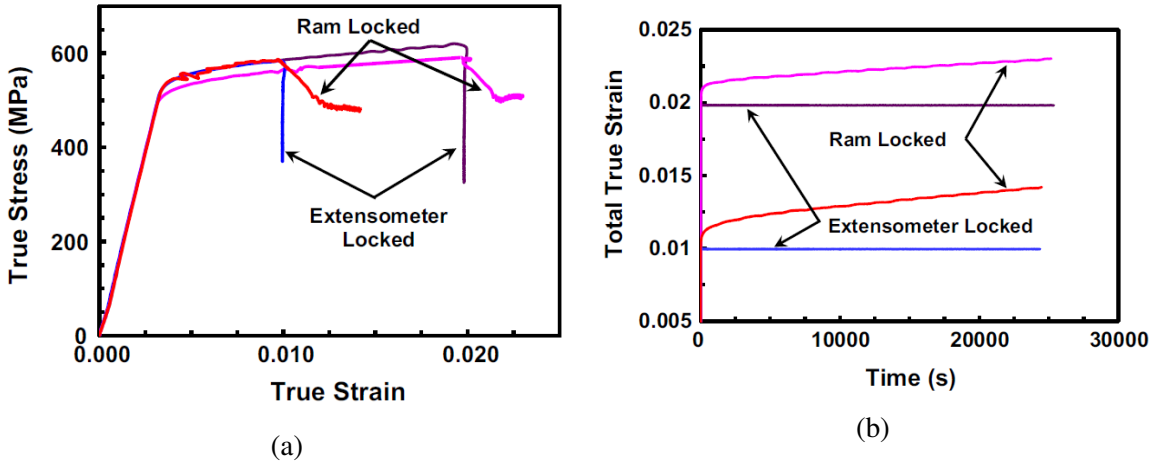
Tableau II.1 – Traitements thermiques et caractéristiques des grains et précipités durcissants de la microstructure polycristalline et monogranulaire à l'état initial. Les tailles sont des diamètres de cercles équivalents moyens.

2 Méthodes d'analyses macroscopiques

Les essais macroscopiques de relaxation et de fluage ont été réalisés à l'institut Pprime avec la contribution de Jonathan Cormier. Les mesures de module d'Young par résonance dynamique ont, elles aussi, été réalisées à l'Institut Pprime par Pascal Gadaud. Enfin les essais de dilatométrie en isotherme ont été réalisés par Florence Legay à Aubert & Duval, site des Ancizes.

2.1 Essai de relaxation isotherme

La relaxation des contraintes dans l'alliage AD730^{TM} pour disques de turbine est étudiée à l'aide d'essais de relaxation à l'échelle du laboratoire. Les premiers à proposer ce type d'essai ont été Lee et Hart en 1971 [74], le principe exposé est le suivant : une éprouvette est mise en charge à une contrainte donnée dans une machine d'essai mécanique, la traverse est verrouillée et la diminution de la contrainte est suivie au cours du temps. L'essai de relaxation des contraintes utilisé dans cette thèse est un essai de traction contrôlé avec un extensomètre fixé sur la partie utile de l'éprouvette. Semiatin a montré l'importance d'utiliser un extensomètre pendant l'essai de relaxation [75]. Le comportement de relaxation de l'alliage Inconel 718 traité à une température de vieillissement de 718 °C a en effet montré un comportement nettement différent selon que la déformation était maintenue constante via le signal extensométrique ou par la traverse bloquée pendant l'essai (figure II.4).



(a) (b)

FIGURE II.4 – Comparaison entre le blocage de l'extensomètre et celui de la traverse. (a) Courbe représentant la contrainte en fonction de la déformation et (b) la deformation totale en fonction du temps durant l'essai de relaxation en traction [75].

Les essais de relaxation de laboratoire ont été réalisés à l'air sur des échantillons cylindriques (longueur de 13 mm et diamètre de $\sim$ 4,3 mm - figure II.5a) usinés à partir d'ébauches mises en solution et refroidies à 10 ou 100 °C/min (considérées exemptes de contraintes internes), à l'aide d'une machine électromécanique Instron 8562 (figure II.5). Avant les essais de relaxation, la partie utile des éprouvettes a été soigneusement polie avec des papiers SiC jusqu'à la granulométrie 4000 pour éliminer les contraintes/l'écrouissage de surface qui auraient pu être induits par l'usinage.

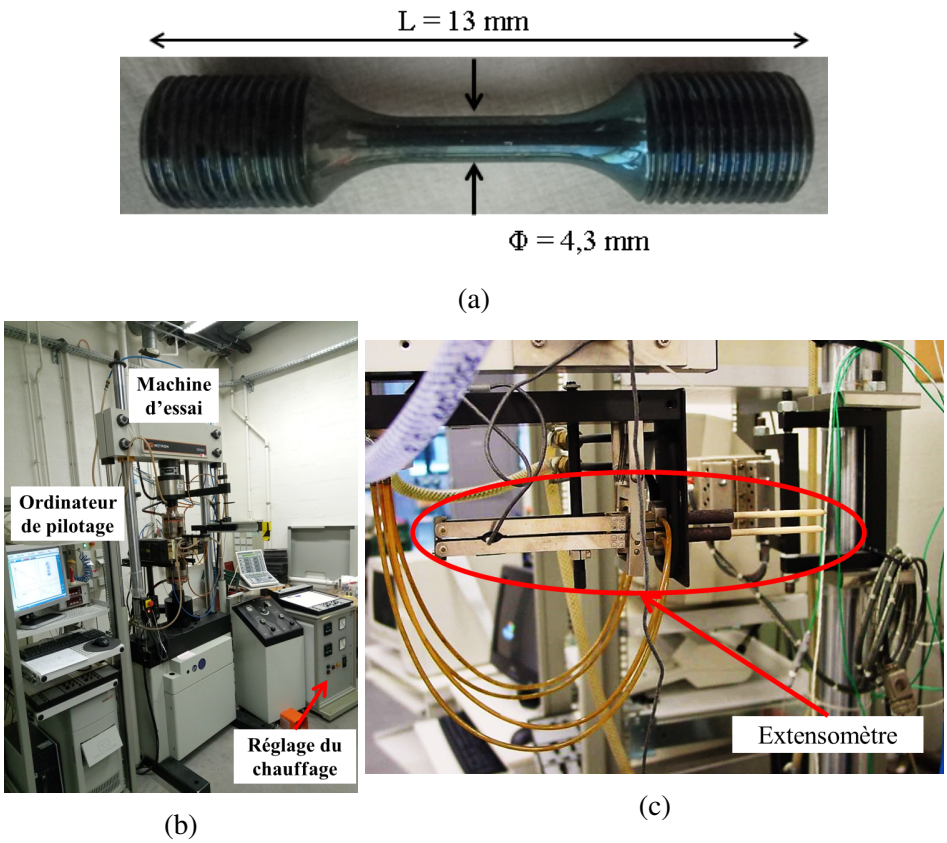


FIGURE II.5 – (a) Machine électromécanique Instron 8562. (b) Zoom sur l'extensomètre à couteaux céramiques utilisé pour le suivi de déformation pour essais à haute température.

L'essai de relaxation comporte trois phases consécutives (figure II.6a) :

— Mise en température : l'éprouvette exempte de contraintes internes est soumise à une montée en température jusqu'à atteindre la température de l'essai.

— Mise en charge : l'éprouvette est déformée en traction à vitesse de déformation imposée jusqu'à un niveau de contrainte souhaité, le plus souvent une valeur reproduisant celles estimées pour les contraintes internes dans les pièces industrielles.

— Relaxation : Pendant cette phase, la température et la déformation appliquées sont maintenues constantes et l'évolution de la contrainte est enregistrée au cours du temps.

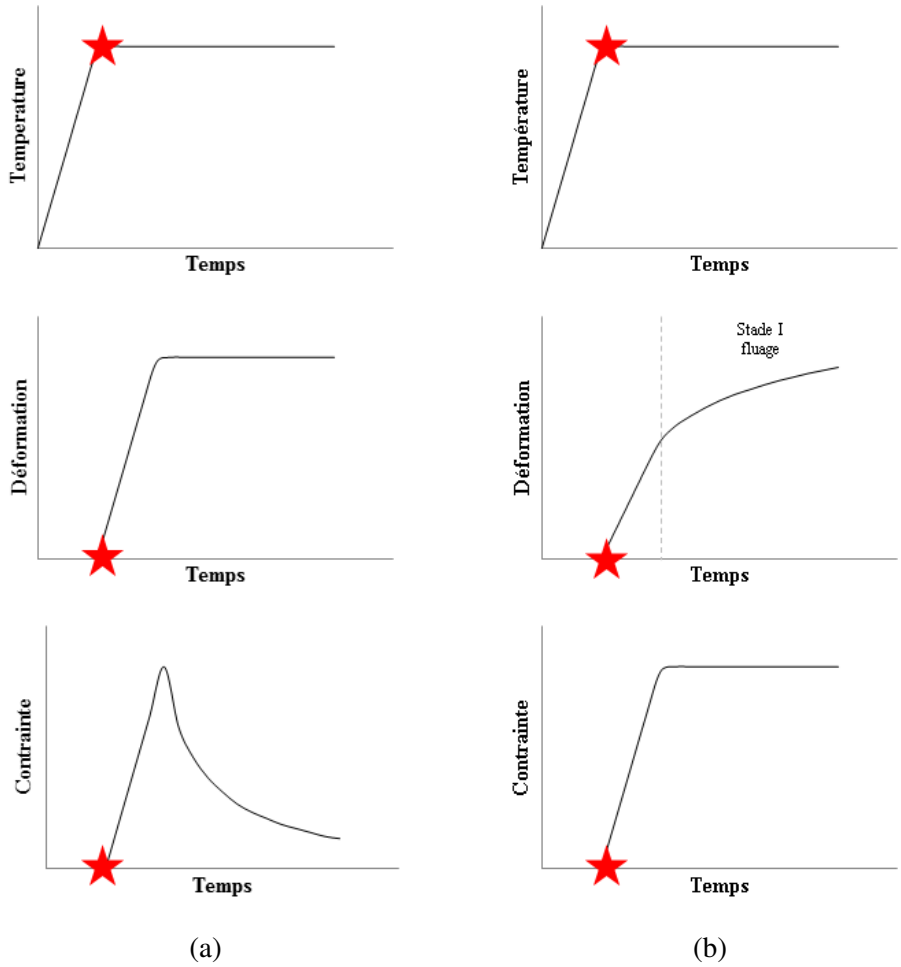
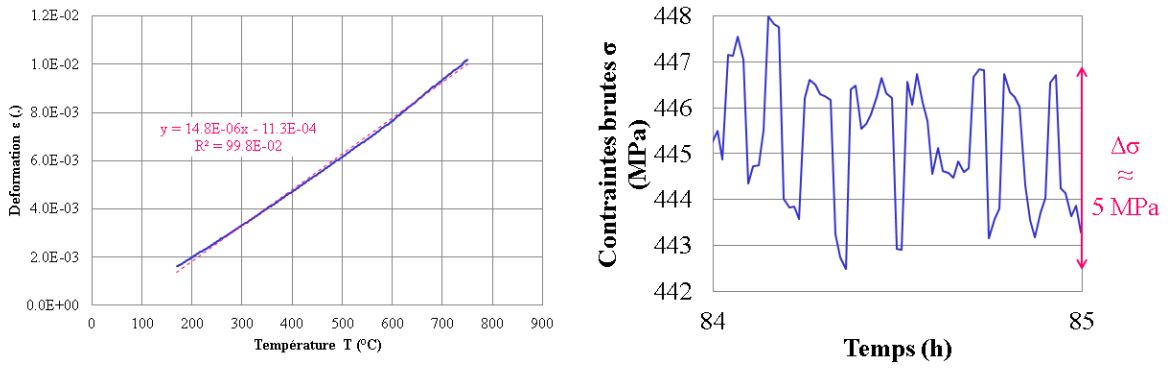


FIGURE II.6 – Représentation schématique de l'évolution de la température, de la déformation et de la contrainte au cours du temps pendant (a) un essai de relaxation et (b) un essai de fluage (l'étoile rouge montre le début de la mise en charge).

Les essais ont été contrôlés à l'aide d'un extensomètre refroidi à l'eau avec des bras en céramique en contact avec la partie utile de l'échantillon (figure II.5c). Tous les essais de relaxation ont été contrôlés en déformation, avec une vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1} jusqu'à atteindre la contrainte de traction initiale ciblée. La déformation totale appliquée a ensuite été maintenue constante durant les essais, tandis que le niveau de contrainte est mesuré au cours du temps. Une vitesse de chauffage de 15 °C/min jusqu'à 35 °C en dessous de la température cible, puis de 3 °C/min jusqu'à la température d'essai a été appliquée, en utilisant un four à résistance à deux zones. Un temps de 15 minutes, suffisant pour atteindre la stabilité thermique de l'échantillon et des bras en céramique de l'extensomètre, a été appliqué avant mise en charge. Le respect de la température de consigne a été contrôlée avant les essais à l'aide d'éprouvettes de calibration instrumentées de thermocouples S avec une précision de

+/- 2°C entre 700 et 800°C. La température varie de 1 à 2 °C sur la longueur de la partie utile alors que l'écart de température par rapport à la consigne dans le temps peut atteindre 2 °C. Avec un coefficient de dilatation $\alpha_{(150-750)}$ égal à $14,8 \cdot 10^{-6}$ °C^{-1} sur la plage de température comprise entre 150 et 750 °C déterminé par essai de dilatométrie (figure II.7a) et un module d'Young E égal à 175 GPa à 760 °C visible sur les résultats dans le chapitre III, section 2, 2 °C au cours du temps induit une amplitude de variation maximale d'environ 5 MPa du niveau de contrainte. Cela est de l'ordre de grandeur de l'amplitude des fluctuations de contrainte observées sur la courbe brute de relaxation (figure II.7b).



(a) (b)

FIGURE II.7 – (a) Courbe de dilatation thermique entre 150 et 750 °C obtenue sur le dilatomètre présenté dans la section 2.3. (b) Fluctuations de contraintes sur la contrainte brute d'un essai de relaxation sur une periode d'environ 1 heure à haute température.

Durant l'essai de relaxation, la force F et l'allongement ΔL sont enregistrés permettant de remonter à la contrainte et à la déformation appliquées selon les équations II.1 et II.2 respectivement. C'est sur la base de la contrainte et de la déformation que l'essai de relaxation est évalué :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \tag{II.1}$$

$$\varepsilon = \frac{L - L_0}{L_0} = \frac{\Delta L}{L_0} \tag{II.2}$$

Où :

S_0 est la plus petite section initiale le long de la partie utile de l'éprouvette. Elle est mesurée par microscopie binoculaire à partir du diamètre minimal de la partie utile

après polissage.

L_0 est la longueur initiale de l'extensomètre.

Pendant l'essai de relaxation, lorsque la contrainte souhaitée est atteinte, la position de l'extensomètre est maintenue fixe et la contrainte peut varier. La déformation totale est donc constante (équation II.3) ; la vitesse de déformation plastique est égale et opposée à la vitesse de déformation élastique (équation II.4). De cette façon, les diagrammes de Norton (équation I.9) sont facilement obtenus à partir de la déformation élastique qui est déterminée à partir du module d'Young et de la pente des mesures de contrainte au cours du temps (équation II.5).

$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_e + \varepsilon_p + \varepsilon_{th} = constante \tag{II.3}$$

$$\begin{gathered} \dot{\varepsilon}_{tot} = \dot{\varepsilon}_e + \dot{\varepsilon}_p + \dot{\varepsilon}_{th} = 0 \Rightarrow \dot{\varepsilon}_p = -\dot{\varepsilon}_e \\ (\dot{\varepsilon}_{th} = 0 \rightarrow \Delta T = constante) \end{gathered} \tag{II.4}$$

$$\dot{\varepsilon}_p = -\dot{\varepsilon}_e = -\frac{1}{E} \cdot \dot{\sigma} \tag{II.5}$$

Où :

ε_{tot} est la déformation totale.

ε_e est la déformation élastique.

ε_p est la déformation plastique.

$\dot{\varepsilon_e}$ est la vitesse déformation élastique.

$\dot{\varepsilon_p}$ est la vitesse déformation plastique.

σ est la contrainte.

$\dot{\sigma}$ est la dérivée de la contrainte par rapport au temps.

E est le module d'Young du matériau à la température de l'essai.

Dans les résultats situés dans la partie III, section 3.1, la première courbe de relaxation présentera le signal brut et la courbe lissée par moyenne mobile permettant de supprimer les fluctuations transitoires de façon à en souligner les tendances à plus long terme. Toutes les courbes de relaxation suivantes seront présentées sans le signal brut et lissées par la méthode des moyennes mobiles.

2.2 Essai de fluage isotherme

Les essais de fluage sont venus en complément des essais de relaxation et ont été réalisés sur le même type d'éprouvettes et sur le même banc d'essai afin d'éviter le plus possible de variabilité d'un type d'essai à l'autre.

Les essais de fluage sont très similaires aux essais de relaxation. Les phases de montée en température, de stabilisation ainsi que de mise en charge sont identiques à celles des essais de relaxation (figure II.6b). D'un point de vue purement pratique, les essais de fluage et de relaxation sont complémentaires pour définir les mécanismes de déformation.

2.3 Essai de dilatométrie isotherme

Afin de découpler les effets de la température et de la contrainte/déformation, des essais de dilatométrie isotherme ont été effectués sur un appareil Netzsch DL402 Classic (figure II.8). Des échantillons d'un diamètre de 3,7 mm et d'une longueur initiale L_0 de 25 mm ont été chauffés sous atmosphère inerte jusqu'à la température cible identique à celle utilisée pour les essais de relaxation ou de fluage (c'est-à-dire en suivant le même profil de température que dans la figure II.6) et maintenus pendant des durées différentes. La variation de la longueur de l'échantillon est mesurée au cours du maintien à température constante par un système de dilatométrie à poussoir. La position de poussoir est mesurée grâce à un système de mesure, « NanoEye », basé sur la combinaison d'un capteur optoélectronique et d'un capteur de force. La précision de la mesure ($\frac{\Delta L}{L_0}$) pour l'alliage AD730^{TM} à 760 °C est de $\pm$ 0,0015 $\%$ due à la précision de température égale à $\pm$ 1 °C. Etant donné que l'erreur est liée principalement à la température, la précision dépend du matériau et de son coefficient de dilatation.

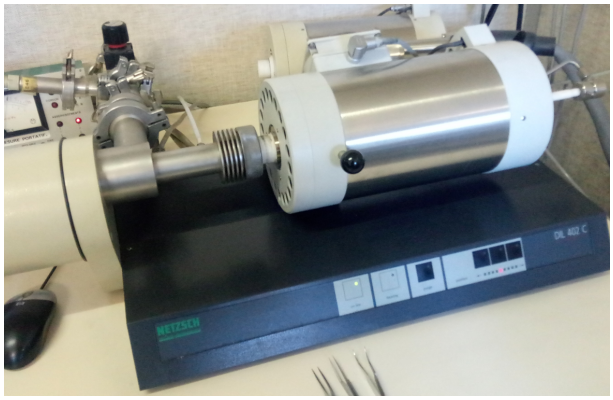


FIGURE II.8 – Dilatométre Netzsch DL402 Clasic.

2.4 Résonance dynamique

Une méthode de mesure dynamique du module Young de l'AD730^{TM} polycristallin en flexion [76] a été utilisée et permet de mesurer la cinétique de précipitation [77]. Le principe consiste à déterminer les fréquences de résonance des échantillons soumis à des vibrations transversales et longitudinales sous flexion. Ces modes de vibration permettent de calculer le module d'élasticité ou le module d'Young noté E. Le module d'Young d'un échantillon massif en mode de flexion est directement déterminé par la relation II.6 suivant la norme internationale ASTM E-1876 00 [78] :

$$E = 0,9464 \cdot \rho \cdot F_F^2 \cdot \frac{L^4}{B^2} \tag{II.6}$$

Où :

F_F est la fréquence de résonance de flexion mesurée,

ρ est la densité du matériau,

ν est la coefficient de Poisson,

B, L sont respectivement l'épaisseur et la longueur de l'échantillon.

L'essai a été effectué dans un dispositif sous vide secondaire comprenant un four à résistances avec une vitesse de chauffage d'environ 2 °C/min où l'échantillon est maintenu horizontalement entre des fils d'acier situés aux nœuds de vibration. Les mesures ont été effectuées au cours du chauffage, d'un maintien à 760 °C et du refroidissement. Pour les matériaux homogènes et isotropes, la précision intrinsèque est d'environ ± 0,5 GPa à 760 °C. Les principales sources d'erreur sont associées à l'incertitude des dimensions et de la densité de l'échantillon.

3 Méthodes d'analyses microscopiques

Dans le cadre de cette thèse, différentes collaborations ont eu lieu pour accéder à différents dispositifs experimentaux et répondre aux questions soulevées durant l'étude :

— Analyses par Microscopie Electronique en Transmission (MET) réalisées au Centre d'Elaboration de Matériaux et d'Etudes Structurales (CEMES) à Toulouse (France) par Florence Pettinari-Sturmel, Muriel Hantcherli et Cécile Marcelot.

— Analyses de composition chimique des précipités fins et de la matrice par Sonde Atomique Tomographique réalisées à Max Planck Institut de Dusseldorf (Allemagne) par Paraskevas Kontis et Shyam Katnagallu.
— Analyses Nano SIMS réalisées à Orsay Physics à Fuveau (France) par Arnaud Houel et Jean Almoric.
— Analyses par Diffraction des Rayons X in situ réalisées à l'Institut Pprime à Chasseneuil du Poitou (France) par Fabien Paumier.
— Analyses EBSD et cartographies KAM réalisées au CEMEF à Sophia Antipolis avec l'aide d'Alexis Nicolaÿ.

De plus, au CEMEF, un microscope électronique à balayage à canon à émission de champ de type Zeiss Supra 40 FEG-SEM a été utilisé pour la caractérisation de la microstructure, sur des échantillons préparés selon différentes méthodes détaillées ci-dessous et avec différents modes d'imagerie.

3.1 Observation de la microstructure dans son ensemble

Le tableau II.2 résume la préparation métallographique, et les conditions d'imagerie employées pour l'observation de la microstructure dans son ensemble. Le mode d'imagerie retenu est le mode BSE car l'intensité des électrons rétrodiffusés (BSE : « BackScattered Electrons ») pour des conditions d'observations données et un échantillon poli miroir dépendent à la fois de l'orientation cristallographique et de la composition chimique locales. L'orientation cristallographique permet de distinguer les grains les uns des autres, les joints de grains, les mâcles et les zones écrouies de par les contrastes intragranulaires induits (exemple d'image dans le tableau II.2). La composition chimique mettra en évidence les différences phases (matrice, précipités γ' ou carbures/borures/phases TCP) selon leur numéro atomique Z moyen. Le contraste en BSE permet d'observer la microstructure dans son ensemble et ainsi de mettre en évidence la structure granulaire et l'état de précipitation.

Découpe et polissage mécanique
Polisseuse Presi Mecatech 334
Pré-polissage : papier abrasif Presi SiC grain 600 à 4000
Polissage de finition : solution diamantée 3 μm puis 1 μm
Électro-polissage
Equipement de préparation électrolytique Struers Lectropol-5
10 % méthanol + 90 % acide perchlorique
Tension : 35 V / Temps : 8 secondes / Température = 5 - 10 °C
Conditions d'observations
Détecteur : BSE
Mode fort courant
Diaphragme : 60 μm
Distance de travail : 10 mm
Tension : 10 kV

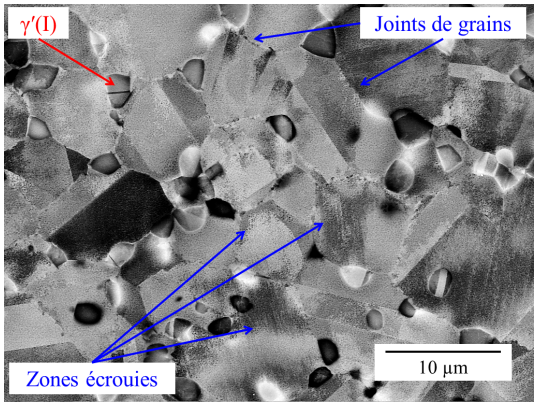


Tableau II.2 – Protocole expérimental pour visualiser la microstructure globale avec le contraste BSE.

3.2 Analyse quantitative des précipités

3.2.1 Préparation métallographique et mode d'imagerie

L'analyse de la précipitation fine par MEB nécessite une préparation soignée de la surfaces des échantillons. Le mode d'imagerie SE est employé car il permet une résolution spatiale plus élevée que le mode BSE. La préparation des échantillons et les conditions d'observations sont résumées dans le tableau II.3. Pour dissoudre la phase matricielle et révéler les précipités durcissants γ', une attaque électro-chimique a été réalisée avec un électrolyte composé de 45 % d'acide sulfurique, 42 % d'acide nitrique et 13 % d'acide phosphorique entre 0 et 5 °C. Deux conditions de tension et de temps ont été utilisées :

— L'immersion de l'échantillon pendant 2 secondes sous 1 V a permis de dissoudre légèrement la matrice sur quelques nanomètres et de produire des images électroniques secondaires adaptées à la mesure de la taille et de la fraction superficielle des précipi-

tés γ' (tableau II.3).

— L'immersion de l'échantillon pendant 4 - 6 secondes sous 2 V a dissous la matrice plus profondément (quelques dizaines de nanomètres) et a révélé la morphologie des précipités γ' (tableau II.3).

Découpe puis polissage mécanique

Polisseuse Presi Mecatech 334

Pré-polissage : papier abrasif Presi SiC grain 600 à 4000

Polissage de finition : solution diamantée 3 μm et 1 μm

Électro-polissage

Equipement de préparation électrolytique Struers Lectropol-5

10 % méthanol + 90 % acide perchlorique

Tension : 35 V /Temps : 8 secondes / Température = 5 - 10 °C

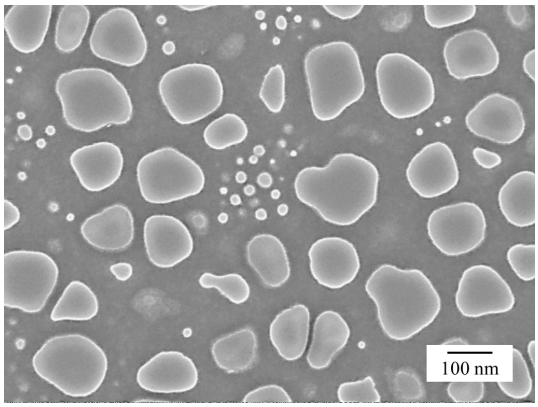
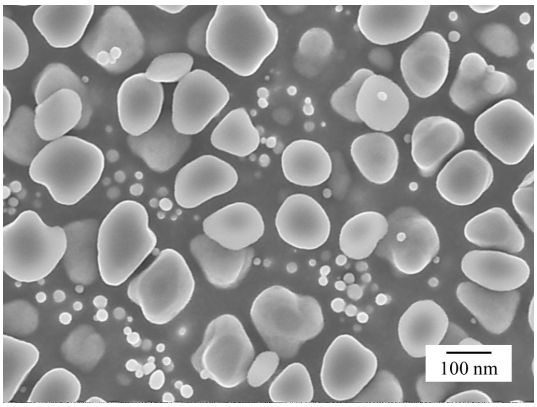
Attaque chimique

Equipement de préparation électrolytique Struers Lectropol-5

42 % HNO_3

45 % H_2SO_4

13 % H_3PO_4

2 V / 1 seconde	2 V / 4 - 6 secondes
Analyse quantitative	Analyse morphologique 3D
	

Conditions d'observations

Détecteur : SE/In-lens

Mode fort courant désactivé

Diaphragme : 15 μm

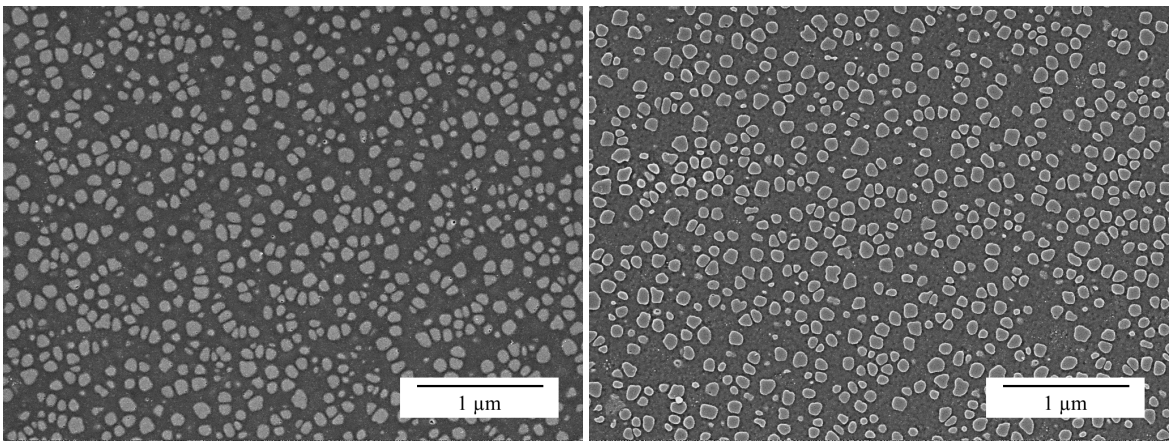
Distance de travail : 1 mm

Tension : 3 kV

Résolution spatiale minimale : environ 5 nm

Tableau II.3 – Protocole expérimental pour visualiser et quantifier la phase durcissante γ'.

Les attaques positives sont habituellement utilisées pour décrire finement la forme des précipités et obtenir des images illustrant leur caractère tridimensionnel. Cependant, avec le protocole utilisé, une analyse quantitative des microstructures est alors possible. L'attaque tri-acide est une attaque positive et elle est souvent comparée aux attaques négatives comme l'attaque à l'Eau Régale. Au contraire de l'Eau Régale, l'attaque tri-acides offre une très bonne reproductibilité et ceci sur de nombreux échantillons alors qu'il y a une forte dépendance de l'âge et de la dilution de la solution ainsi que du temps de dépôt pour l'Eau Régale. Néanmoins, de par le principe de l'attaque tri-acides et le décapage de la matrice, il est possible de visualiser des précipités qui sont juste en dessous de la surface et ainsi augmenter la fraction surfacique. Mais cet effet est limité par le protocole d'attaque électrochimique mis en place et du type d'imagerie. En effet, en comparant une image de la microstructure PX-96 prise après polissage électrolytique (figure II.9a) et une image après polissage électrolytique et attaque électrochimique tri-acides (figure II.9b), on observe que l'attaque est peu profonde.



(a) (b)

FIGURE II.9 – Comparaison entre la microstructure PX-96 avec une préparation après (a) polissage électrolytique et après (b) polissage électrolytique et attaque chimique tri-acides.

3.2.2 Quantification de la précipitation durcissante

Les images en éléctrons secondaires acquises au MEB-FEG ont été analysées au moyen du logiciel Fiji afin d'obtenir un diamètre équivalent et la fraction surfacique des précipités durcissants γ'_{II} et γ'_{III}. Les images de référence permettant d'obtenir les résultats sur les précipités γ'_{II} et γ'_{III} sont présentées sur les figures II.10a et II.10e.

La première étape consiste à binariser l'image. Pour cela, il faut tout d'abord transformer

l'image en échelle de gris. Ensuite, on adapte le contraste et la luminosité afin de faire ressortir les précipités γ' de la matrice γ (figures II.10b et II.10f). Une fois ces étapes réalisées, un seuillage en niveau de gris est défini pour binariser l'image et l'option remplissage des particules (« Fill Holes ») est activée afin de remplir les particules (figures II.10c et II.10g). L'aire de chaque particule est calculée par Fiji sans prendre en compte les particules en bord d'image (figure II.10d et II.10h). Cela permet d'obtenir le diamètre du cercle équivalent et de tracer les histogrammes de distribution de taille des précipités γ'. La fraction surfacique de la population des précipités analysée est déterminée simplement par le rapport entre le nombre de pixel occupé par les particules (sans prendre en compte celles du bord) et le nombre total de pixels composant l'image. Le même principe a été appliqué à la population γ'_{III} mais avec des grandissements et une résolution d'image supérieure.

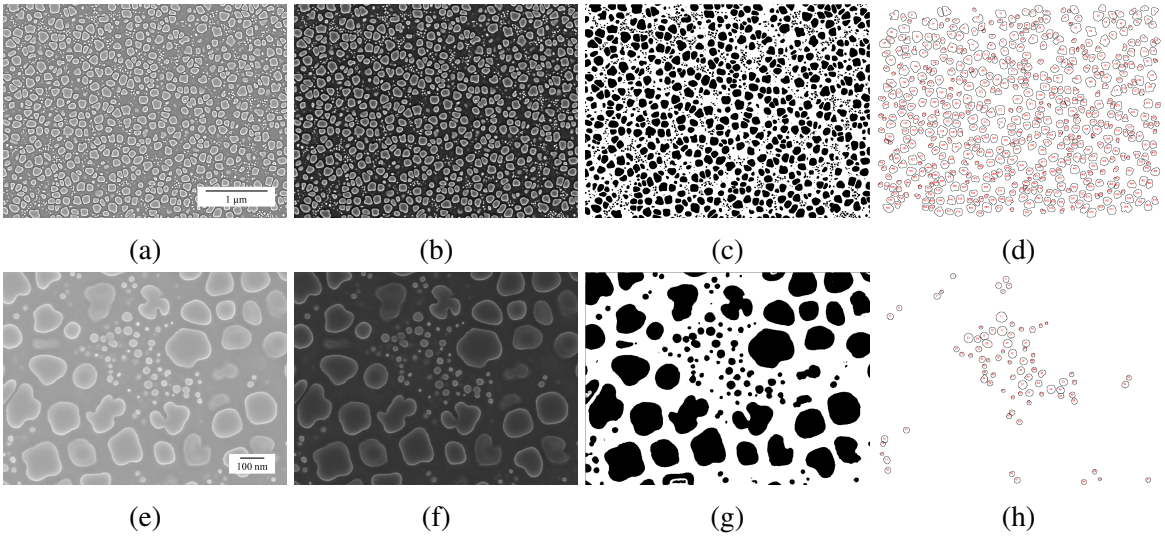


FIGURE II.10 – Etapes pour le seuillage des précipités γ'_{II} et γ'_{III} : (a), (e) Images brutes utilisées pour la quantification des précipités γ'_{II} et γ'_{III}. (b), (f) Images après les réglages du contraste et de la luminosité. (c), (g) Binarisation des images par seuillage. (d), (h) Images permettant les analyses quantitatives des précipités γ'_{II} et γ'_{III} en retirant respectivement la population des précipités tertiaires γ'_{III} et secondaires γ'_{II}.

Les analyses ont été effectuées sur les précipités secondaires et tertiaires en adaptant le grandissement de l'image SE afin de parvenir à un compromis entre la résolution spatiale et le nombre de précipités analysés. Les analyses d'images pour les précipités γ'_{II} ont été effectuées sur 10 images de dimension 4,6 μm $\times$ 3,5 μm, soit environ 10 000 précipités alors que pour les précipités γ'_{III} les analyses ont été réalisées sur 20 images ayant une dimension de 1,2 μm $*$ 0.9 μm soit environ 3000 à 5000 précipités. L'incertitude de mesure sur le seuillage

des précipités est de l'ordre de 3 nm pour les précipités γ'_{II} et de 2 nm pour les précipités γ'_{III}. Pour chaque distribution, un ensemble de 10 images pour les précipités γ'_{II} et de 20 pour γ'_{III} d'un échantillon donné ont été seuillées par 5 utilisateurs différents afin de déterminer une erreur de mesure pour une gamme de taille des précipités (tableau II.4). Chaque utilisateur détermine une valeur moyenne pour la taille de γ'_{II} et γ'_{III}. Pour les échantillons à l'état initial issu d'un refroidissement de 100 °C/min, les précipités γ'_{II} ont une taille moyenne minimale de 93 nm, moyenne maximale de 99 nm et moyenne moyenne de 96 nm (tableau II.4). Nous avons appliqué la même valeur d'incertitude de $\pm$ 3 nm obtenue à partir de ce test de référence à toutes les tailles moyennes de particules γ'_{II} comprises entre 90 et 120 nm. Etant donné que les précipités γ'_{III} ne sont pas quantifiables sur l'état initial, les analyses d'incertitudes ont été réalisées sur un échantillon issu d'un refroidissement de 100 °C/min après un revenu à 760 °C pendant 2 heures. Les données sont présentées dans le tableau II.4.

Utilisateurs	Diamètre moyen équivalent (nm)	
	γ'_{II}	γ'_{III}
Utilisateur 1	93	9
Utilisateur 2	99	11
Utilisateur 3	96	9
Utilisateur 4	96	8
Utilisateur 5	97	7

Tableau II.4 – Détermination de l'incertitude par 5 utilisateurs sur le diamètre équivalent des précipités γ'_{II} et γ'_{III}.

3.2.3 Observation des joints de grains

Les joints de grains ont été observés par MEB grâce au contraste SE. L'attaque tri-acide a permis de mettre en relief les joints de grains et ainsi leur observation par imagerie SE grâce au protocole décrit dans la section 3.2.1 (figure II.11).

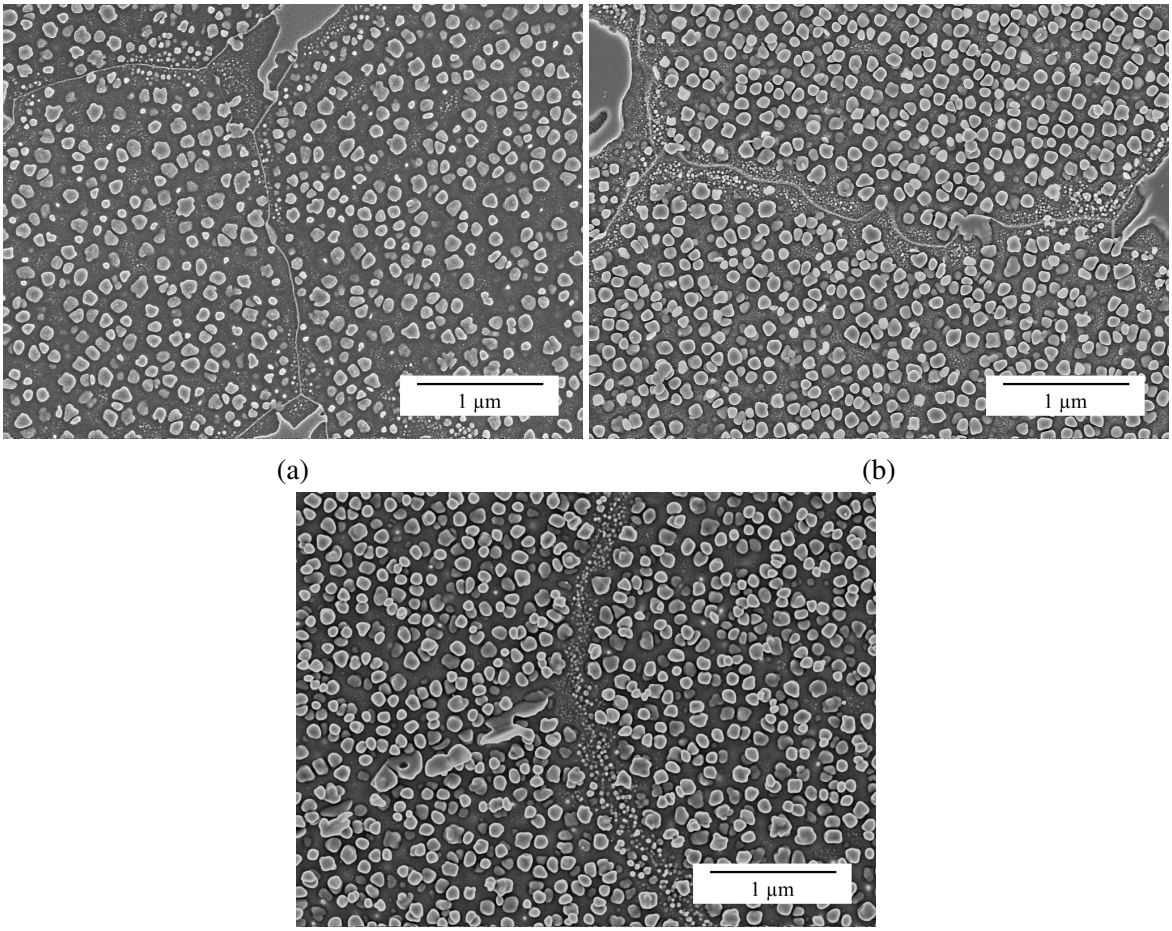


FIGURE II.11 – Observation par imagerie MEB-SE d'un liseré décorant un joint de grain après une attaque tri-acides à 2 V pendant (a) 1 s, (b) 3 s et (c) 6 s sur la microstructure PX-96.

Etant donné que l'attaque tri-acides est censé dissoudre la matrice et laisser en relief les précipités, on ne comprend pas pourquoi les joints de grains présentent un liseré. Cela s'explique probablement par une ségrégation des éléments aux abords de ces joints de grains. De plus, lorsque l'attaque tri-acides est plus profonde, le liseré a un aspect 3D et tend à disparaître de nos micrographies (figure II.11).

3.3 Analyse des paysages de dislocations

La méthode la plus courante pour observer les dislocations est l'utilisation du contraste de diffraction en Microscopie Electronique en Transmission (MET). Cependant, cette technique souffre d'un certain nombre de limitations liées à la préparation de l'échantillon, la réalisation de lames minces transparentes aux électrons d'une épaisseur < 100 nm étant nécessaire et à

la zone d'observation limitée pour chaque échantillon MET à quelques microns. L'imagerie de contraste de canalisation des électrons ECCI (« Electron Channeling Contrast Imaging ») offre la possibilité de visualiser les dislocations dans un microscope électronique à balayage (MEB), éliminant les limitations imposées par l'analyse MET, et offrant la possibilité d'explorer des zones plus étendues.

3.3.1 Image par contraste de canalisation d'électrons (ECCI : « Electron Channeling Contrast Imaging »)

Principe

La technique d'imagerie par contraste de canalisation des électrons (ECCI) a été développée dans les années 1970 - 1980. Les premières études expérimentales d'observation des dislocations individuelles par ECCI ont été réalisées dans un MEB équipé d'un canon à émission de champ à cathode froide en 1977 [79] et en 1979 [80]. Cette technique permet d'effectuer des analyses de microstructure sur des échantillons massifs où les défauts cristallins tels que les dislocations peuvent être observées.

Le phénomène de canalisation a été décrit a plusieurs reprises [81–83]. Le terme « canalisation » est utilisé pour décrire un processus de pénétration des électrons à l'intérieur d'un réseau cristallin. Deux approches existent pour la présentation du principe de la canalisation d'électrons selon la nature attribuée à l'électron. Bien que le formalisme d'onde soit préféré pour l'analyse quantitative, l'approche particulaire est simple pour expliquer qualitativement le contraste d'orientation et le contraste associé aux défauts [83].

Dans l'approche particulaire, le réseau est décrit comme un ensemble d'atomes formant des rangées entre lesquelles apparaissent des « canaux » vides. La canalisation suppose que l'effet du réseau cristallin peut être décrit en termes de canaux ou de chemins où les électrons peuvent pénétrer sur une grande profondeur avant de se disperser par diffusion inélastique (figure II.12a et b). La probabilité pour un électron d'être rétrodiffusé et collecté par le détecteur BSE diminue lorsque la distance de pénétration dans le cristal augmente. Par conséquent, certaines orientations du cristal rétrodiffuseront plus d'électrons que d'autres, ce qui donnera lieu à un contraste d'orientation (figure II.13a).

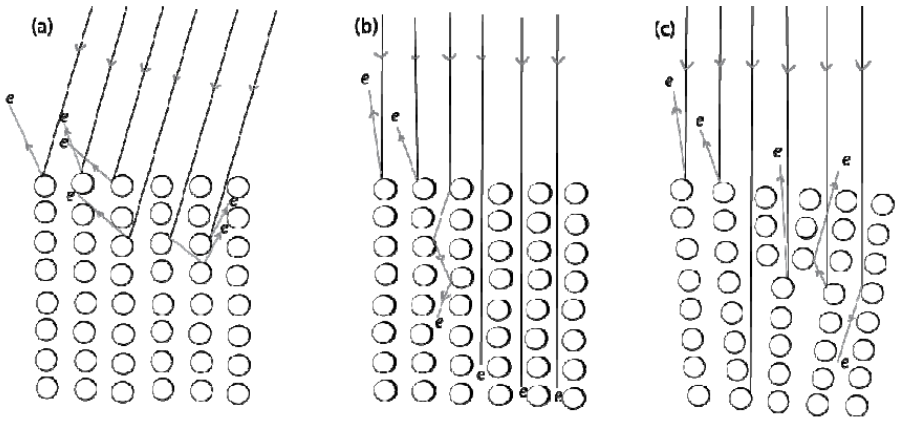
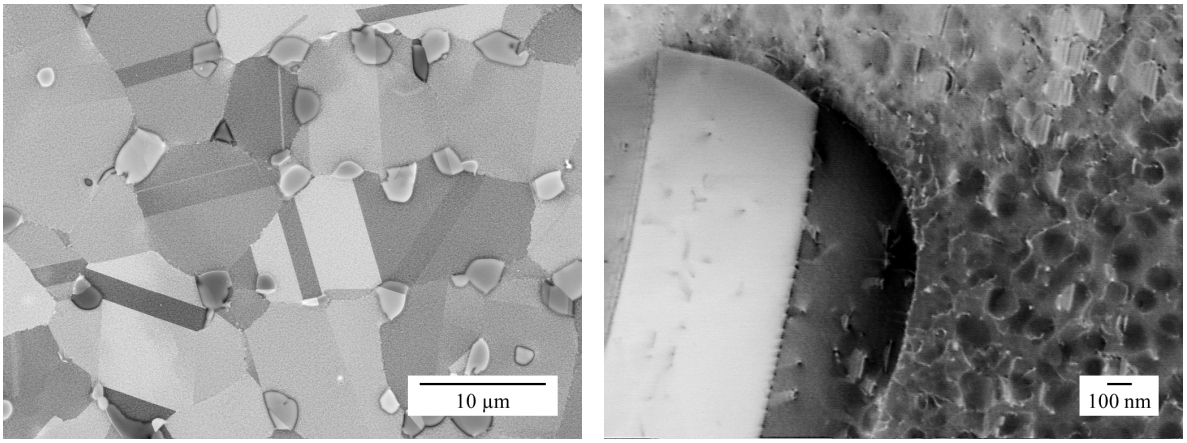


FIGURE II.12 – Schéma d'un réseau atomique par rapport aux trajectoires des électrons entrants de manière à obtenir une condition (a) canal fermé donnant un contraste clair ou (b) canal ouvert donnant un contraste sombre. La présence d'une dislocation (c) peut localement convertir un état de canal ouvert en un état de canal fermé [83].

À grandissement élevé, l'angle d'incidence du faisceau électronique est considéré comme constant puisqu'il est défléchi sur une zone très limitée de l'image. Par conséquent, l'image BSE d'un cristal parfait à fort grandissement ne doit présenter aucun contraste. Mais la présence d'un défaut du cristal, comme une dislocation ou un défaut d'empilement, peut réduire la distance de pénétration et donc augmenter localement l'intensité BSE (figure II.12c). A l'inverse, il se peut aussi qu'une dislocation laisse les électrons pénétrer à une plus grande profondeur, réduisant ainsi l'intensité BSE. Dans les deux cas, l'effet donne lieu à un contraste d'orientation cristalline qui compte tenu des conditions d'orientation permettent de mettre en évidence les dislocations par canalisation des électrons (figure II.13b). La difficulté de ce type d'imagerie sur l'AD730^{TM} est liée à la combinaison du contraste d'orientation avec le contraste chimique entre la matrice et les précipités γ' (figure II.13b).



(a) (b)

FIGURE II.13 – Contrastes d'orientation (ou ECCI) révélant (a) la structure granulaire et (b) la présence de dislocations dans l'AD730^{TM}.

Dans ces travaux, la technique ECCI a été utilisée pour la mise en évidence de dislocations de manière qualitative, dans le but notamment d'apprécier les densités de dislocations présentes après essais de relaxation. Comme vu précédemment, les dislocations contenues dans un cristal sont observables selon l'orientation du cristal par rapport au faisceau d'électrons incidents. La mise en évidence d'une dislocation en ECCI et en MET obéit aux mêmes critères. C'est-à-dire, aux règles d'extinctions suivantes $\overrightarrow{g} \cdot \overrightarrow{b} = 0$ et $\overrightarrow{g} \cdot \overrightarrow{b} \times \overrightarrow{u} = 0$ pour les dislocations vis, coins, et mixtes [79, 80, 84, 85], avec $\overrightarrow{g}$ le vecteur de diffraction pour un plan réticulaire donné, $\overrightarrow{b}$ le vecteur de Burgers, et $\overrightarrow{u}$ la direction de la ligne de dislocation.

Dans ce travail, le but des observations par ECCI est de comparer les densités de dislocations d'un grain et d'un échantillon à l'autre. Pour cela plusieurs images ont été acquises à différents angles de tilt autour de la position initiale afin d'éviter les conditions d'extinction (figure II.14) [14]. Donc on considère qu'il n'y a pas de dislocations si aucune des images ECCI ne montrent la présence de dislocations. Sur la figure II.14, certains angles de tilt ne dévoilent pas de dislocations (- 2, - 1 et + 2°) alors que d'autres oui (0, + 1°). Il est donc très important d'utiliser cette technique pour localiser les dislocations. Obtenir une condition ECCI optimale pour chaque grain et l'existence de différentes conditions optimales au sein d'un même grain en raison des désorientations intragranulaires serait complexe à mener car le travail s'effectue à l'échelle d'une microstructure polycristalline [14].

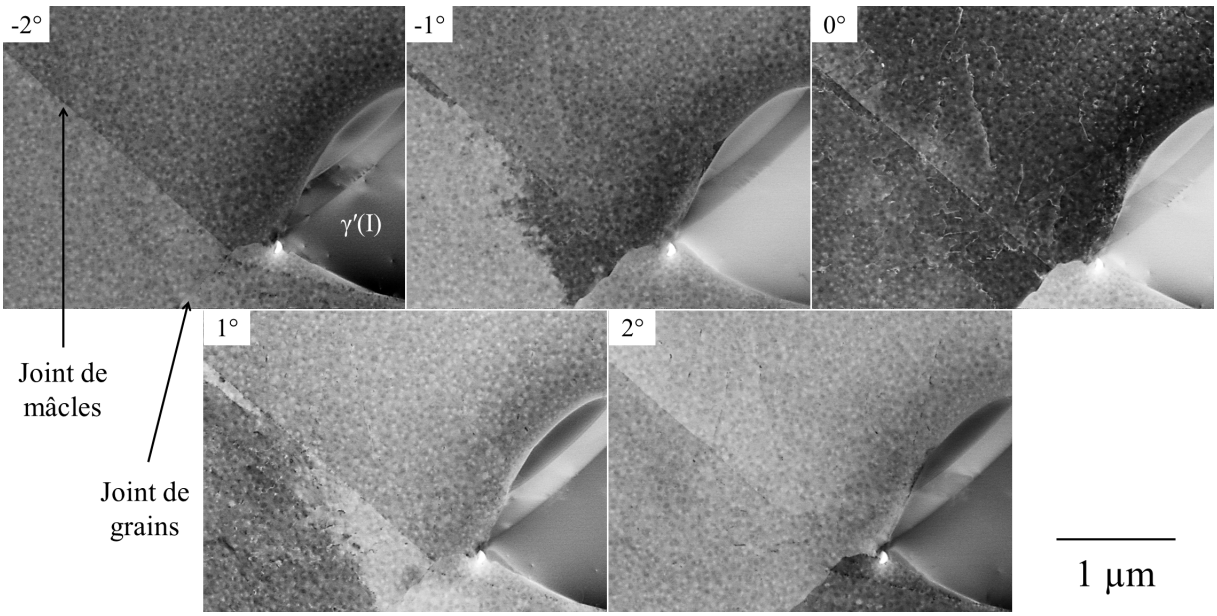


FIGURE II.14 – Images ECCI de l'AD730^{TM} d'une même zone prises à différents angles de tilt permettant d'observer la présence des dislocations ou non hors des conditions d'extinction.

L'ECCI présente des caractéristiques de contraste assez comparables à celles d'images en champ sombre acquises au MET (figure II.15), avec l'avantage que les images soient obtenues sur des échantillons massifs plutôt que sur des lames minces et la possibilité d'observer de larges zones. En revanche, la résolution et le contraste sont moins bons qu'avec un MET.

Préparation des échantillons et conditions des observations

Pour rechercher la présence de dislocations, l'ECCI a été réalisée en utilisant un détecteur rétractable d'électrons rétrodiffusés (BSE), une tension d'accélération de 30 kV, un diaphragme de 60 μm et une distance de travail de 12 mm en mode fort courant (« High Current ») dans des conditions de grande profondeur de champ sur des échantillons polis électrolytiquement. Les paramètres de polissage sont identiques à ceux utilisés pour observer la microstructure globale en contraste BSE (tableau II.2). Une image typique est présentée en figure II.15.

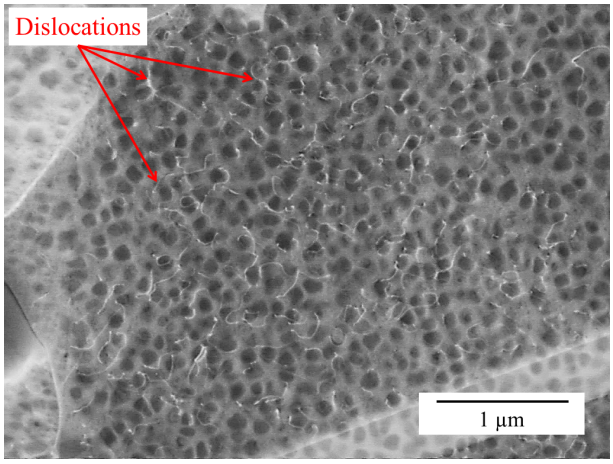


FIGURE II.15 – Image ECCI permettant de révéler les dislocations.

3.3.2 Microscopie Electronique en Transmission (MET)

Principe de l'imagerie conventionnelle

Pour compléter les études réalisées par ECCI, le MET permet d'étudier les dislocations à une échelle plus fine. Cette technique repose sur l'interaction des électrons avec la matière et la détection des électrons ayant traversé l'échantillon.

En MET, seuls les électrons traversant l'échantillon sont analysés. À la sortie de l'échantillon, on distingue trois types d'électrons :

— les électrons transmis n'ayant pas interagi avec l'échantillon.
— les électrons diffusés élastiquement (sans perte d'énergie) résultant de l'interaction des électrons incidents avec les atomes de l'échantillon. Si celui-ci est cristallin, les électrons sont diffractés par les plans réticulaires selon la loi de Bragg.
— les électrons diffusés inélastiquement (avec perte d'énergie) provenant de l'interaction des électrons incidents avec les cortèges électroniques ou les noyaux des atomes de l'échantillon.

La distinction entre les électrons transmis et les électrons diffusés élastiquement au moyen d'un diaphragme situé dans le plan focal image de la lentille objectif permet de créer le contraste dit de diffraction des images de MET.

Lorsque le diaphragme objectif est centré sur le faisceau transmis, seuls les électrons non diffractés contribuent à la formation de l'image dite en champ clair. Si elles ne sont pas en

condition d'extinction, les dislocations apparaissent alors sombres (figures II.16a et II.16b).

Si le diaphragme est centré sur un faisceau diffracté par le cristal, on obtient une image en champ sombre où les dislocations apparaissent claires (figure II.16c).

Comme pour les images ECCI, le critère d'extinction des dislocations s'applique aux images MET [86, 87] : $\overrightarrow{g} \cdot \overrightarrow{b} = 0$ et $\overrightarrow{g} \cdot \overrightarrow{b} \times \overrightarrow{u} = 0$. Pour les observations MET, afin de bien observer les dislocations, on se place sur certains $\overrightarrow{g}$ particuliers, sur lesquels on n'a pas le critère d'extinction.

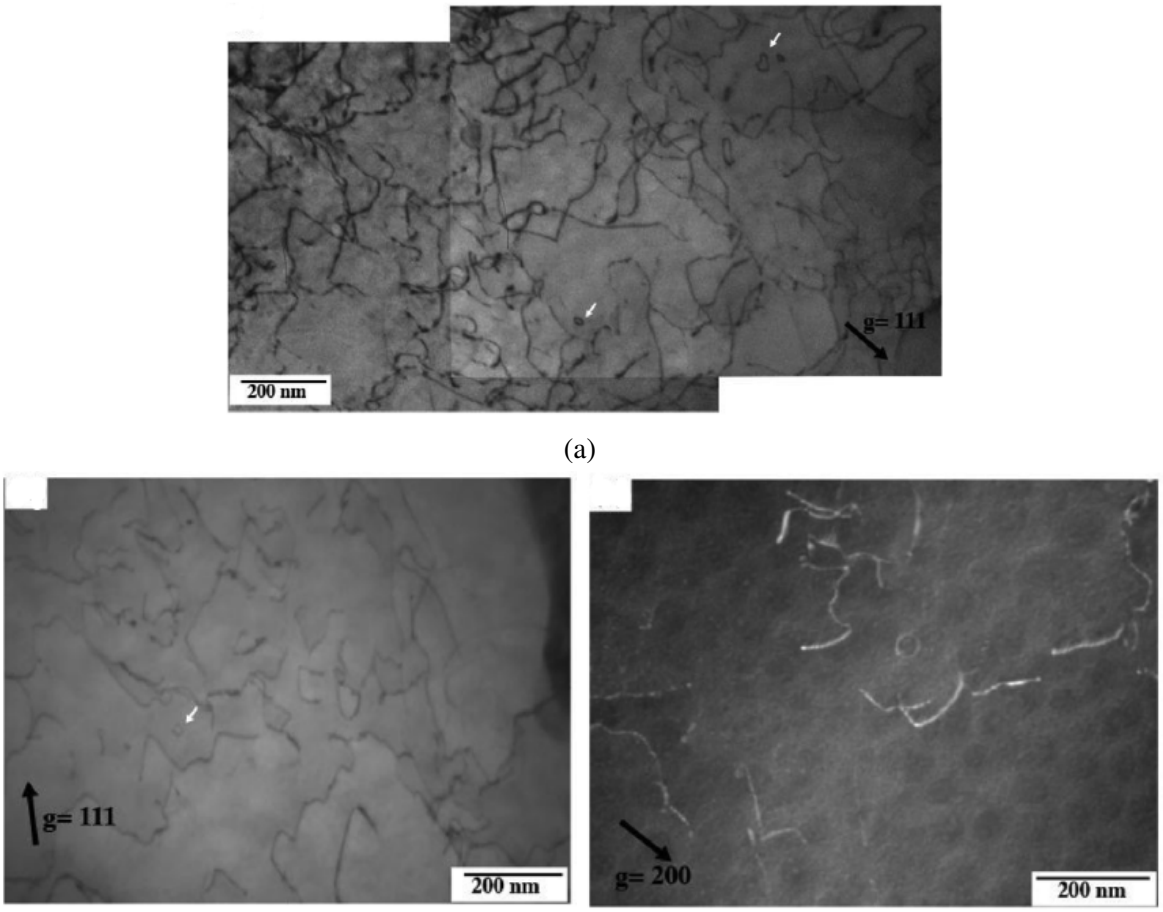


FIGURE II.16 – Images MET des dislocations observées dans un échantillon du superalliage AD730^{TM} après déformation en fluage. Les micrographies (a), (b) et (c) correspondent à différentes zones d'observation en utilisant la condition de champ clair (a, b) et la condition de champ sombre (c) [88].

Préparation des échantillons et conditions des observations

Les caractérisations par Microscopie Electronique en Transmission conventionnelle ont

été réalisées avec un microscope JEM 2010 fonctionnant sous une tension d'accélération de 200 kV. Les lames minces ont été extraites de tranches d'environ 1 mm d'épaisseur découpées normalement à l'axe de traction et préparées comme suit. La première phase consiste en l'extraction par électroérosion d'échantillons rectangulaires de faibles dimensions. Les échantillons sont ensuite polis mécaniquement sur les 2 faces avec des papiers abrasifs en SiC de granulométrie décroissante pour atteindre une épaisseur d'environ 50 μm. L'étape finale est un polissage électrolytique permettant d'amincir encore l'échantillon jusqu'à y créer un trou dont les bords sont suffisamment minces (< 100 nm) pour permettre la transmission des électrons. La solution électrolytique composée de 5 % d'acide perchlorique et 95 % de méthanol est utilisée à une température d'environ – 30 °C. La tension appliquée est de 60 V entre la cathode et l'anode. Les échantillons amincis sont collés sur des grilles en cuivre pour consolider la lame et faciliter sa manipulation.

3.3.3 Analyses EBSD : « Electron BackScatter Diffraction » et cartographies KAM : « Kernel Average Misorientation »

La désorientation intragranulaire permet d'évaluer la densité de dislocations géométriquement nécessaires (GND) [89–91]. Elle a été analysée au moyen du microscope double faisceau électronique et ionique TESCAN FERA3 équipé d'un détecteur C-nano couplé au logiciel Aztec de la société Oxford. Des cartographies de KAM ont été réalisées par EBSD. Celles-ci ont été obtenues avec les conditions d'acquisitions suivantes :

— Tension : 20 kV
— Distance de travail : 24,8 mm
— Courant : 5 nA
— Pas de mesure : 0.1 μm

Le KAM est un paramètre de quantification des désorientations intragranulaires à l'échelle locale, sa valeur mesurée étant calculée pour chaque point de la grille de mesure. Le KAM est la valeur moyenne des angles de désorientation θ_{ij} entre le pixel i considéré et ses v_i voisins j.

$$KAM(p_i) = \frac{1}{v_i} \cdot \Sigma_{j=1}^{v_i} \theta_{ij} \tag{II.7}$$

Où :

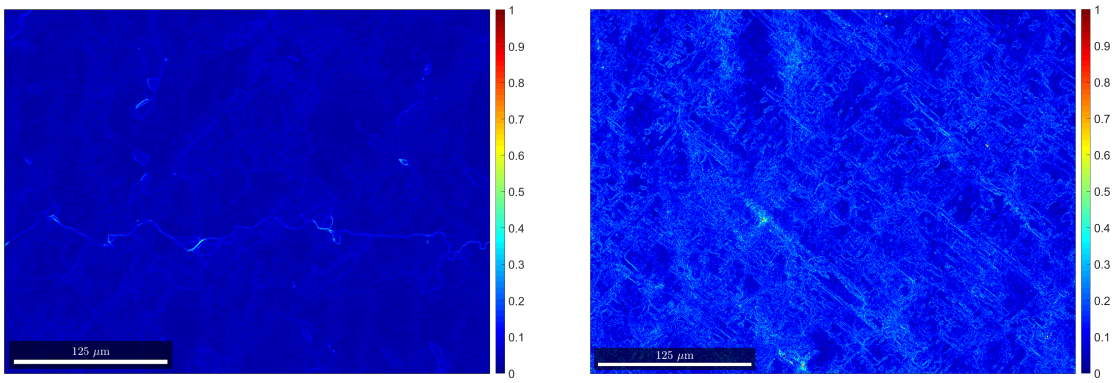
v_i est le nombre de voisins du pixel i.

θ_{ij} est l'angle de désorientation entre le pixel i et ses v_i voisins j

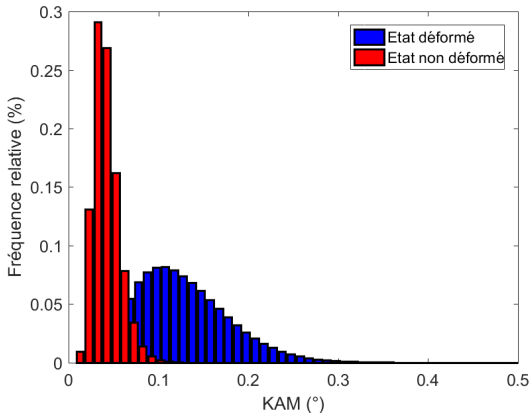
Les deuxièmes voisins sont considérés pour le calcul du KAM. Pour obtenir des mesures de désorientation de la plus haute précision, le mode Refined Accuracy a été utilisé [92]. Cette nouvelle méthode de raffinement de bande de Kikushi améliore considérablement la résolution angulaire et la précision de l'EBSD classique sans avoir d'impact sur la vitesse de l'analyse. Cette méthode reconnaît que les bandes de Kikuchi sont hyperboliques et affine l'ajustement en conséquence. Cette méthode suit trois étapes :

— Détection primaire de la bande.
— Indexation : déterminer la phase et l'orientation en faisant correspondre les bandes mesurées à une base de données.
— Raffinement de la bande secondaire : étant donné l'angle de Bragg, l'hyperbole attendue est simulée. Une optimisation relativement rapide peut maintenant être effectuée, en ajustant la bande simulée à la bande réelle enregistrée.

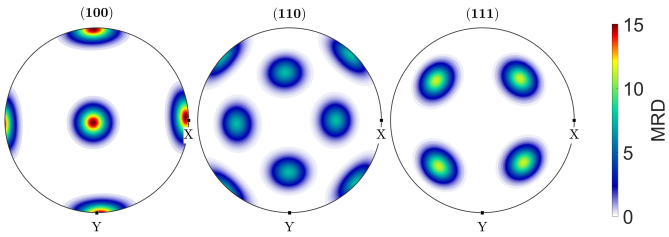
Alexis Nicolaÿ a montré que la résolution angulaire est de 0,05 ° avec ce type de détecteur accompagné de la phase de « Refined Accuracy » [14]. Un exemple de cartographie KAM réalisé sur un échantillon non déformé (figure II.17a) et déformé (figure II.17b) révèle la présence de bandes de glissement. Les histogrammes KAM comparant l'échantillon non déformé et déformé montrent que le bruit de mesure est bien de 0,05 ° et que l'influence de la déformation permet d'aplanir et d'élargir la distribution (figure II.17c). Cependant l'orientation est susceptible d'avoir une influence sur le bruit de mesure, nous avons donc présenté sur les figures II.17d et II.17e, les figures de pôles qui révèlent que l'orientation est similaire entre ces deux échantillons SX. Cela prouve que les interprétations extraites de l'échantillon déformé sortent du bruit de mesure.



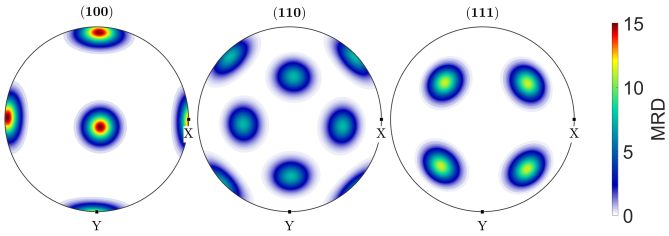
(a) (b)



(c)



(d)



(e)

FIGURE II.17 – Cartographies KAM (°) d'un échantillon SX de l'alliage AD730^{TM} (a) avant et (b) après déformation (°). (c) histogrammes KAM révèlant le bruit de mesure sur l'état non déformé et l'action des dislocations sur la distribution. Figures de pôles MRD « Multiple Random Distribution » (paramètre qui permet de quantifier l'intensité de la texture sur les figures de pôles) entre l'échantillon (d) non déformé et (e) déformé.

3.4 Analyse chimique

Différentes techniques d'analyse chimique ont été mises en oeuvre, selon la résolution spatiale et la sensibilité requise.

3.4.1 EDX « Energy Dispersive X-ray »

Principe

La spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDX : « Energy Dispersive X-ray spectroscopy ») est une technique de micro-analyse chimique, qui peut fournir des informations sur la composition chimique d'un échantillon pour des éléments de numéro atomique (Z) > 3, utilisée conjointement avec la microscopie électronique à balayage ou la microscopie électronique en transmission. Les électrons du faisceau primaire pénètrent dans l'échantillon et interagissent avec les atomes composant l'échantillon. Suite à l'ionisation des atomes produite par les électrons énergétiques, les atomes reviennent à leur état fondamental par un processus de désexcitation. Dans le cas de la désexcitation radiative, le transfert d'un électron moins lié vers la couche ionisée (ou lacune) s'accompagne de l'émission d'un photon dont l'énergie est égale à la différence d'énergie entre les deux niveaux. Les niveaux d'énergies étant caractéristiques des atomes, les transitions entre les niveaux le sont aussi.

Les rayons X sont détectés par un détecteur EDX et le logiciel de traitement affiche le signal sous forme de spectre d'intensité (nombre de rayons X ou taux de comptage des rayons X en fonction de l'énergie des rayons X) où la position des pics en énergie permet d'identifier les éléments présents et leur intensité d'évaluer la concentration des éléments. Sans usage d'échantillon témoin, l'analyse de composition par EDX doit être considérée semi-quantitative. Aussi, des résultats seront comparés mais pas interprétés de manière absolue (figure II.18).

Les principes sous-jacents pour la génération de rayons X et la détection par EDX sont les mêmes pour les MEB et MET. Cependant, en raison des différences entre les deux types de microscope et des gammes de tension d'accélération utilisées, la résolution spatiale de l'analyse EDX dans le MEB dépend de la taille du volume d'interaction qui est contrôlée par la tension d'accélération et le numéro atomique moyen de l'échantillon. La résolution spatiale et la résolution en profondeur sont alors de l'ordre de 1 μm. En MET, l'échantillon

est une lame mince, la poire d'interaction est tronquée, de sorte que la résolution spatiale est meilleure. La résolution spatiale de l'analyse EDX dans le MET est de l'ordre du nanomètre tandis que la résolution en profondeur est régie par l'épaisseur de l'échantillon. La limite de détection de l'analyse EDX dépend de la composition de l'échantillon analysé et de l'élément considéré.

Les analyses EDX ont été réalisées dans un premier temps dans un MEB et dans un MET. Les caractéristiques du MEB sont les suivantes : MEB FEG Carl Zeiss Supra 40 équipé d'un détecteur EDX Bruker Nano GmbH XFlash detector 5030 - 127 eV associé au logiciel Esprit 1.9. Pour le MET, les caractéristiques sont les suivantes : MET CM20FEG à 200 kV en mode STEM avec une taille de sonde de 1 nm équipée d'un détecteur EDX Bruker associé aussi au logiciel Esprit 1.9.

La figure II.18 montre un spectre MEB-EDX obtenu sur l'AD730^{TM} PX. Les éléments qui sont les plus faciles à qualifier sont le Cr (5,415 keV), le Ni (7,480 keV), le Ti (4,512 keV) et le Co (6,931 keV) de la raie Kα_1 car les pics sont séparés et de fortes intensités. D'autres éléments sont plus difficiles à qualifier comme les raies Kα_1 du B (0,183 keV) et du C (0,277 keV) et les raies Lα_1 du Nb (2,166 keV) et du Mo (2,293 keV) car les pics sont très proches et de faibles intensités.

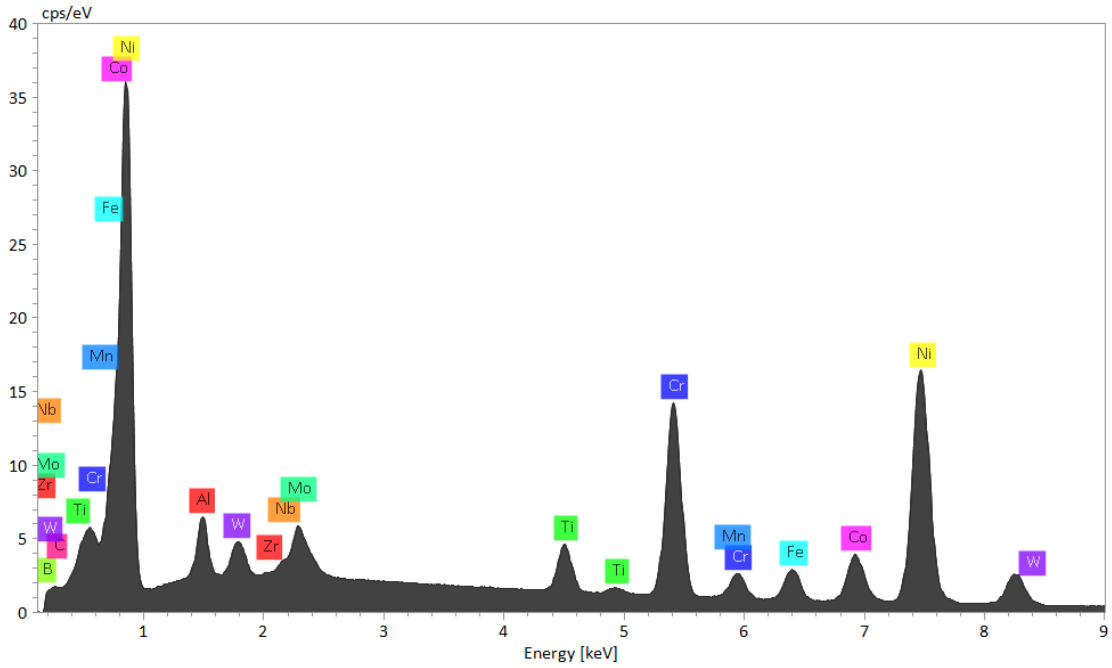


FIGURE II.18 – Spectre MEB EDX sur l'alliage AD730^{TM} représentant les limitations de la méthode.

3.4.2 Sonde Atomique Tomographique

Principe

La Sonde Atomique Tomographique (APT : « Atom Probe Tomography ») est une technique de microanalyse chimique quantitative capable de fournir une cartographie élémentaire tridimensionnelle avec une résolution proche de l'atome [93–95]. Les concentrations locales peuvent être extraites de n'importe quelle région du petit volume qui est analysé et reconstruit.

Une fine pointe est prélevée dans l'échantillon massif à analyser par Faisceau d'Ions Focalisés (FIB : « Focused Ions Beam ») permettant d'avoir des pointes d'une longueur de quelques microns avec un rayon de courbure inférieur à quelques dizaines de nanomètres. Les ions sont évaporés de la pointe par l'application de plusieurs impulsions électriques ou laser [96, 97] sous un vide poussé à une température cryogénique et une fréquence dans la gamme des centaines de kilohertz. Généralement, l'amplitude de l'impulsion sur l'échantillon est contrôlée pour obtenir l'ionisation d'un seul atome à la fois, mais de multiples ionisations sont possibles. Chaque impulsion déclenche un décompte de temps et lorsque l'ion impacte le détecteur, ce décompte s'arrête. Leur masse peut alors être mesurée via le temps de vol entre le lieu d'émission sur la pointe analysée et le detecteur.

Dans le processus d'évaporation par effet de champ, l'énergie potentielle d'un atome situé à la surface causée par les impulsions sur la pointe, $n \cdot e \cdot V$, est convertie en énergie cinétique $\frac{1}{2} \cdot m \cdot v^2$, lorsque l'ion quitte l'échantillon.

n est le nombre d'électrons éjectés de l'atome pendant le processus d'évaporation par effet de champ, e est la charge d'un électron, V est la tension totale appliquée à l'échantillon, m est la masse de l'atome, et $v = \frac{d}{t}$ est la vitesse de l'atome avec d est la distance entre l'échantillon et le détecteur et t est le temps de vol. Par conséquent, le rapport masse sur charge $\frac{m}{n}$ de l'ion est donné par l'équation II.8.

$$\frac{m}{n} = \frac{2 \cdot e}{d} \cdot (V_{dc} - \alpha \cdot V_{pulse}) \cdot t^2 \tag{II.8}$$

Où :

α est un facteur inférieur à 1.

V_{dc} est la tension stationnaire de la pointe.

V_{dc} est l'amplitude de la tension d'impulsion.

Il est possible de calculer la position initiale des atomes de chaque couche évaporée à partir des coordonnées des impacts sur un détecteur 2D. Grâce à la position de l'impact des ions et de la cartographie obtenue, la position initiale de l'échantillon pourra être obtenue. A partir de là, les informations reçues sont à deux dimensions. La troisième dimension concerne la profondeur de la pointe analysée. La construction du volume analysé se réalise donc couche atomique par couche atomique.

Préparation des échantillons et conditions des observations

Les échantillons d'APT ont été prélevés dans des régions intragranulaires d'échantillons d'AD730^{TM} en utilisant un FEI à faisceau d'ions focalisé (PFIB : « Plasma Focused Ion Beam ») en suivant les procédures décrites dans la référence [98] et adaptées au PFIB comme indiqué dans la référence [99]. Les échantillons ont tout d'abord été polis miroir avant de subir un polissage de finition à la silice colloïdale. L'APT a été réalisée sur une sonde atomique d'électrode locale LEAP-5000XR équipée d'un réflectron (miroir électrostatique) qui dévie les ions grâce à un champ électrique, doublant ainsi la longueur du chemin de vol de l'ion et augmentant la résolution de l'instrument. Les échantillons ont été analysés en mode d'impulsion laser avec une énergie d'impulsion de 50 pJ à une fréquence de répétition d'impulsions de 125 kHz et à une température de 50 K (- 223 °C). L'analyse APT a été réalisée en utilisant le logiciel IVAS 3.8.2. Le mode d'impulsion laser utilisé ici a vu le jour dans les années 1980. Les impulsions électriques ont été remplacées par ces impulsions laser ultracourtes de l'ordre de quelques nanosecondes [97, 100]. L'évaporation est alors activée thermiquement par une élévation brutale de la température de quelques centaines de degrés celsius.

3.4.3 Nano-SIMS

Certaines particules ont été étudiées par la technique de spectromètrie de masse à ionisation secondaire temps de vol orthogonal (O-TOFSIMS : « Orthogonal Time-Of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry ») couplé à un MEB FIB. Cet instrument peut analyser tous les éléments du tableau périodique en un seul coup, tandis que l'analyse EDX ne peut pas observer les numéros atomiques en dessous du béryllium ou du lithium. Le principe est le

suivant : un faisceau à impulsion d'ions primaires est propulsé sur la surface de l'échantillon, produisant des ions secondaires dans un processus de pulvérisation (figure II.19). Les ions secondaires nous permettent d'accéder à des informations sur l'espèce élémentaire présente à la surface.

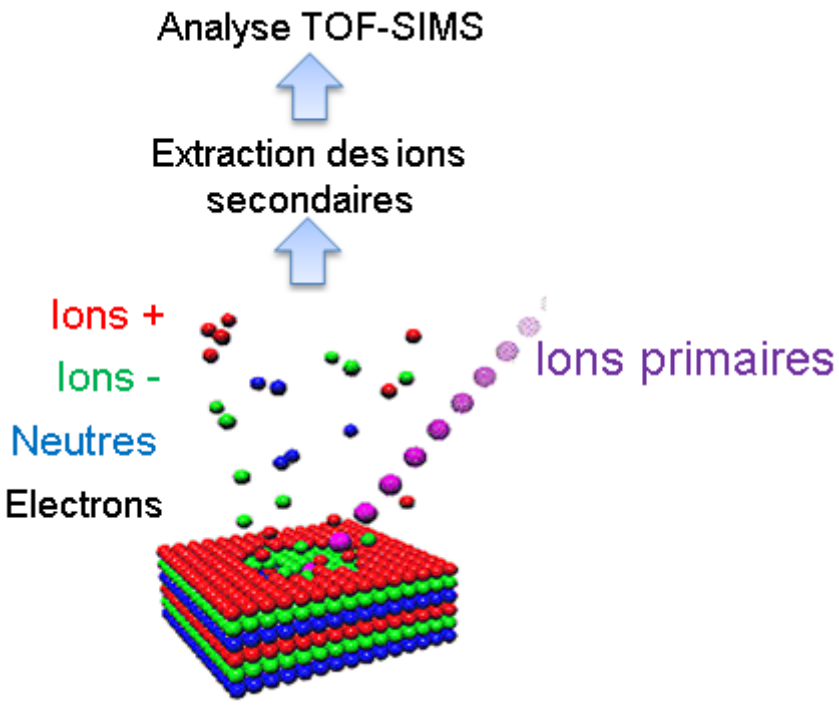


FIGURE II.19 – Principe de la technique Nano-SIMS.

Un O-TOF de la société TOFWERK nommé « HTOF » a été intégré et couplé à l'extraction d'ions secondaires pour augmenter la transmission et la résolution massique, dans le respect des limites géométriques de la plateforme. Pour nos applications, les analyses nano-SIMS semblent être une très bonne alternative à la tomographie par sonde atomique (APT) ou à l'EDX dans le MET qui nécessitent une préparation d'échantillons fastidieuse.

Toutes les analyses ont été réalisées avec les conditions suivantes :

— FIB Ga à 30 kV et 1,8 pA ;
— Mode SIMS sur les ions positif ;
— 50 μs temps par pixel ;
— 800x800 pixels sur 4x4 μm ;
— Dose : 10^{+14} ions/cm^2 ;

— Temps totale d'analyse : 32 secondes.

La résolution de cette technique dans nos superalliages est de l'odre de quelques dizaines de nanomètres. En effet, on arrive à résoudre des précipités tertiaires situés au joints de grains ayant un diamètre d'environ 50 nm (figure II.20).

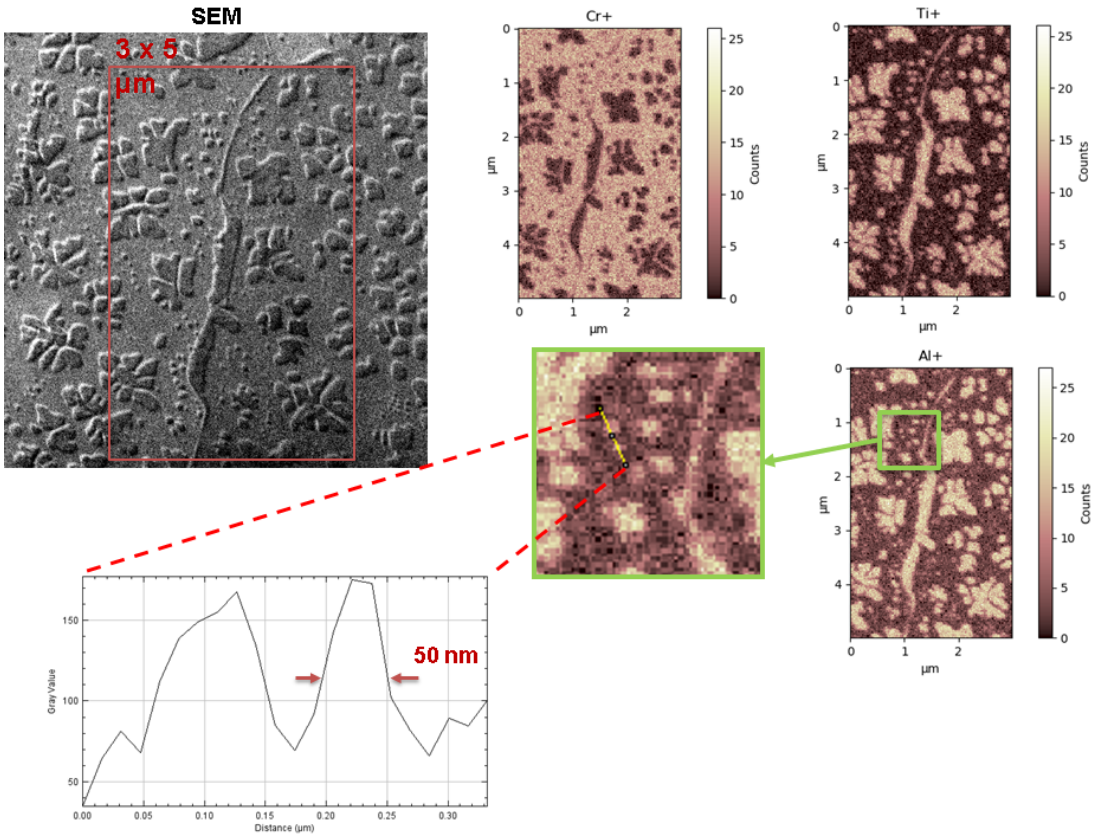


FIGURE II.20 – Cartographies Nano-SIMS Cr, Ti et Al sur un échantillon d'AD730^{TM} et graphique des valeurs en niveau de gris en fonction de la distance d'une ligne qui comprend deux précipités γ'_{III}.

3.5 Evolution du paramètre de maille en température par Diffraction des Rayons X (DRX) in situ

Principe

La méthode de diffraction des rayons X en configuration Bragg-Brentano permet d'analyser sélectivement différentes raies de diffraction (figure II.21). Avec cette géométrie, la source de rayons X, l'échantillon et le détecteur doivent se trouver sur un même cercle de focalisation. Le montage est composé d'une source de rayons X à anticathode de Cu, d'un

goniomètre, d'un échantillon, d'un système de fentes et d'un détecteur. Un faisceau incident divergent provenant de la source de rayons X est focalisé sur l'échantillon à l'aide d'un collimateur avec un angle d'incidence θ par rapport à la surface de l'échantillon. L'angle θ est choisi pour correspondre à l'angle de Bragg d'une famille de plans (hkl) donnée de sorte que le faisceau est diffracté selon le même angle θ en direction du détecteur si les plans (hkl) sont parallèles à la surface. En pratique le rayonnement X utilisé n'est pas parfaitement monochromatique, dans le cas de l'anticathode de Cu, les rayonnements Kα_1 et Kα_2 ne peuvent pas être séparés.

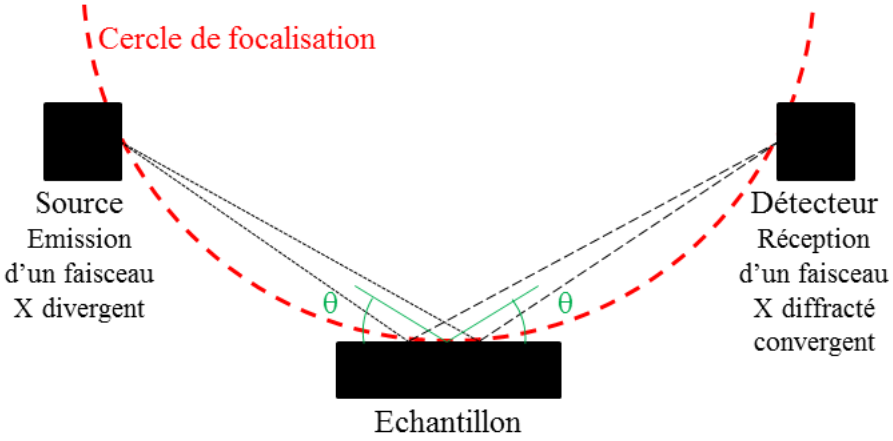


FIGURE II.21 – Schéma répresentatant la configuration Bragg-Brentano $\theta - 2\theta$.

Connaissant la longueur d'onde λ et la mesure de l'angle θ, il est possible de remonter à la distance inter-réticulaire d_{hkl} par la loi de Bragg (équation II.9). La valeur de la distance inter-réticulaire d_{hkl} est liée au paramètre de maille a (équation II.10 pour le système cubique). Dans un système cubique simple, il n'y a aucune condition d'extinction. Dans un système à faces centrées, les conditions d'extinctions sont telles que les plans dont les indices h, k et l sont de parités différentes ne diffractent pas.

$$2 \cdot d_{hkl} \cdot sin\theta = n \cdot \lambda \tag{II.9}$$

Où :

d_{hkl} est la distance inter-réticulaire, c'est-à-dire la distance entre deux plans cristallographiques d'indice de Miller (hkl).

θ est l'angle de Bragg.

n est l'ordre de diffraction (nombre entier).

λ est la longueur d'onde des rayons X.

$$a = \frac{d_{hkl}}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \tag{II.10}$$

Pour la détermination des valeurs de paramètres de maille, il est judicieux de travailler avec un échantillon monogranulaire [101]. En effet les pics de diffraction des monograins ont une plus forte intensité et une largeur plus étroite que les matériaux polycristallins. C'est essentiellement la taille des volumes diffractants qui affecte la largeur des pics. L'erreur de mesure sur le paramètre de maille a est d'autant plus petite l'angle θ est grand (équation II.11 obtenue par dérivation de la loi de Bragg).

$$\frac{\Delta d_{hkl}}{d_{hkl}} = \frac{\Delta a}{a} = \frac{\Delta 2\theta}{2tan\theta} \tag{II.11}$$

Pour les grands angles θ, les raies Kα_1 et Kα_2 sont séparées permettant l'utilisation des seules raies correspondant à Kα_1 et/ou Kα_2. Aux grands angles, une meilleure précision sur θ et une meilleure résolution sur λ est observée [101].

Conditions

Les analyses par diffraction X ont été réalisées à l'aide d'un diffractomètre Bruker D8 équipé d'une source de rayons X au cuivre ($\lambda_{K\alpha 1}$ = 1,54059 Å, $\lambda_{K\alpha 2}$ = 1,54443 Å) fonctionnant à 40 kV et 40 mA. Le détecteur utilisé est le Lynxeye^{TM}, c'est un détecteur linéaire discriminant en énergie composé de 192 détecteurs ponctuels qui permet d'avoir un très bon rapport signal sur bruit. Le diffractomètre est également équipé d'une chambre de chauffage à haute température (chauffage par conduction, jusqu'à 1100 °C max) permettant le suivi in-situ des évolutions du paramètre de maille en fonction de la température et du temps [102, 103]. Le four est de marque Anton Paar, recouvert d'un dôme graphite transparent au rayons X et qui permet d'avoir une température homogène. La vitesse de montée en température est de 1 °C.s^{-1}. Avec ce montage il est possible de travailler sous atmosphère ambiante, atmosphère inerte ou sous vide primaire. La dilatation du four a été calibrée pour extraire le comportement intrinsèque de celui-ci. La dilatation intrinsèque du four a été mesurée comme étant

inférieure à $1 \cdot 10^{-7}$ °C^{-1} donc négligeable devant la variation des échantillons de calibration. De plus, la précision de mesure de 2θ est garantie à 0,01° ($\Delta 2\theta$) grâce à diverses poudres de références sur toute la gamme angulaire [20 – 140°]. L'erreur absolue Δa peut alors être calculée et les résultats sont présentés dans le tableau II.5 pour un paramètre de maille global à température ambiante de 3,5905 Å et pour différents angles de diffraction.

Plans (hkl)	2θ (°)	Δa (Å)
200	50	$7{\cdot}10^{-4}$
300	80	$4{\cdot}10^{-4}$
400	118	$2{\cdot}10^{-4}$

Tableau II.5 – Calcul de l'erreur absolue sur le paramètre de maille pour différents plan de diffraction (200), (300) et (400).

Enfin, les analyses des pics de diffraction et des positions 2θ ont été réalisées à l'aide du logiciel Analyze et de fonctions pseudo Voigt pour l'ajustement des positions 2θ.

Comportement macroscopique

Chapitre III

Comportement macroscopique

L'analyse des résultats d'essais thermo-mécaniques constituent le point central de la compréhension des mécanismes opérant à l'échelle macroscopique.

Dans un premier temps, l'influence de la température seule est analysée à travers des essais de dilatométrie isotherme. L'influence de la température, de l'état de précipitation initial ou encore de la nature monogranulaire ou polycristalline du matériau est discutée dans la suite. Dans un deuxième temps, l'influence de la contrainte est ajoutée à celle de la température avec les essais de relaxation des contraintes et de fluage. La condition de référence sur laquelle s'appuiera la réflexion des mécanismes en présence est la suivante : une température de 760 °C pour le traitement thermique seul et avec une contrainte initiale de 500 MPa (ε = 0,28 %) pour les essais de relaxation et fluage. Sur la base des essais de relaxation et des informations disponibles dans la littérature, les mécanismes de relaxation seront analysés dans les alliages AD730^{TM} et Rene 65.

1 Résultats des essais de dilatométrie isotherme

Le plan d'expériences des essais de dilatométrie de départ était basé sur des revenus industriels de 8 heures, en accord avec le temps de revenu recommandé dans la littérature pour les superalliages AD730^{TM} et Rene 65 [19–22]. Certaines conditions d'essais ont pu être reproduites avec des temps plus longs alors que d'autres non, par manque de matière et/ou de temps.

1.1 Condition de référence : Evolution à 760 °C

La figure III.1 montre les mesures dilatométriques de l'alliage AD730^{TM} polycristallin pendant un maintien en température à 760 °C sans chargement mécanique. L'échantillon initial, qui sera noté PX-96, était issu d'une mise en solution pendant 4 heures à 1080 °C suivie d'un refroidissement à 100 °C / min. Deux essais dilatométriques ont été réalisés : le premier d'une durée d'environ 8 heures et le second d'environ 40 heures. Une bonne reproductibilité est constatée entre les deux essais. Sous l'influence du seul traitement isotherme à 760 °C, l'alliage présente une contraction croissante en fonction du temps jusqu'à un équilibre atteint après environ 25 heures d'essai et un ralentissement de la cinétique de contraction dès environ 15 heures. Après 8 heures, l'équilibre n'est pas atteint et la contraction est de 0,01 % (avec un module d'Young de 175 GPa à 760 °C, la contrainte macroscopique équivalente est d'environ 17 MPa). Après 25 heures la contraction s'est stabilisée à 0.016 %, soit 28 MPa de contrainte équivalente.

Dans la littérature, lorsqu'une contraction est observée durant le traitement thermique, elle est attribuée à la précipitation de phases durcissantes et/ou à l'évolution de celles-ci dans les superalliages γ/γ' [47, 49, 50] et γ/γ'' [48]. Il a été rapporté, que pendant cette évolution, la composition chimique de la matrice et/ou des précipités durcissants pouvaient potentiellement varier, contribuer à un changement du paramètre de maille et ainsi piloter la contraction volumique des échantillons [48, 104–106]. Cette hypothèse sera discutée dans le chapitre V de ce manuscrit de thèse.

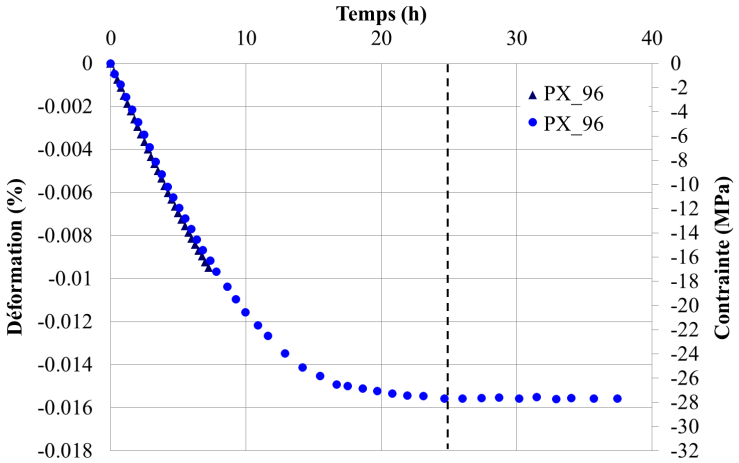


FIGURE III.1 – Contraction de l'alliage AD730^{TM} (PX-96) mesurée par dilatométrie à une température de 760 °C durant le maintien isotherme.

1.2 Paramètres influents

L'influence de différents paramètres sur le comportement en dilatométrie isotherme a été évaluée afin de comprendre les mécanismes associés. L'influence de la température de mise en solution, de la vitesse de refroidissement ainsi que de la température d'essai sera analysées sur la base des résultats présentés en figure III.2.

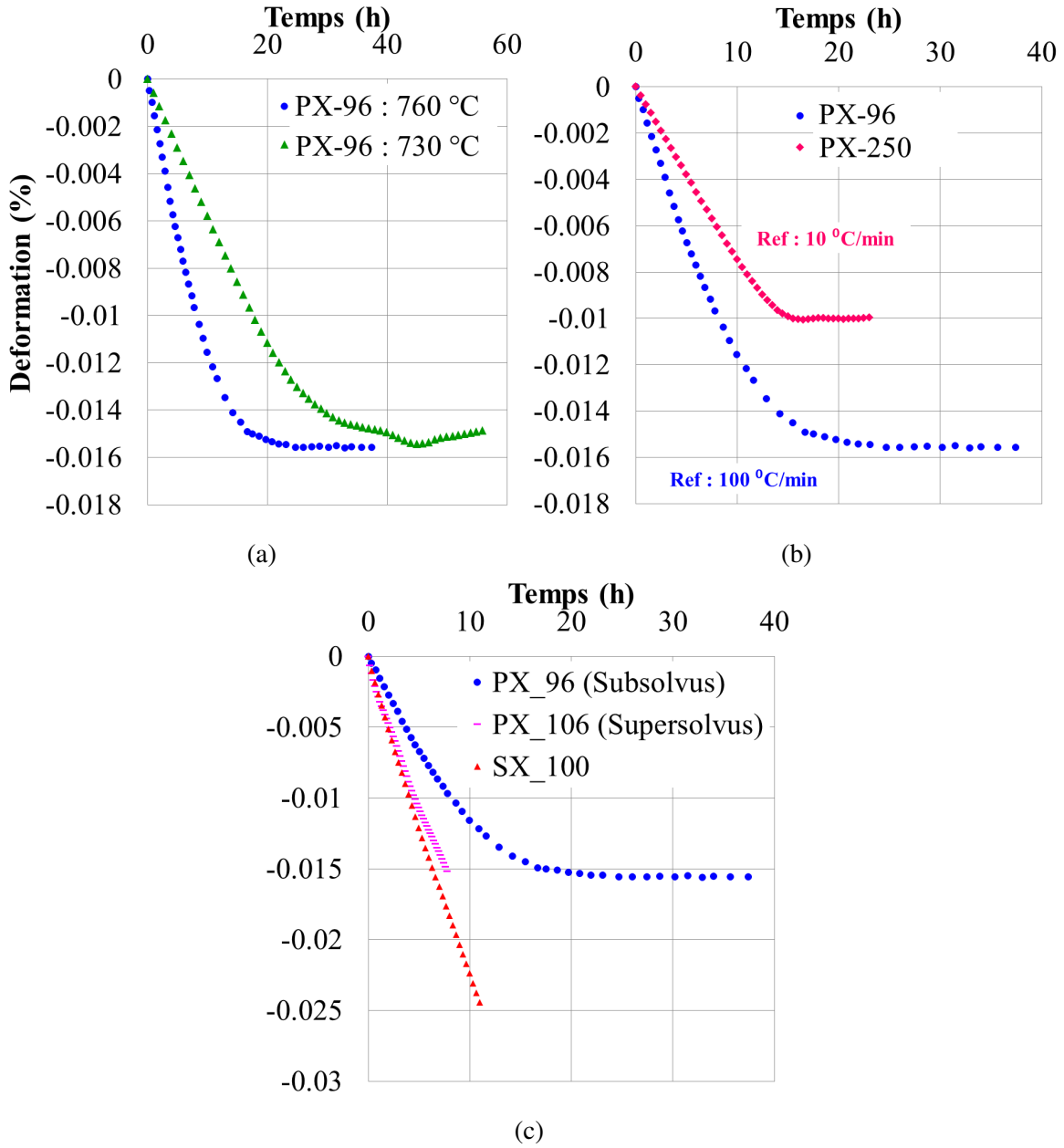


FIGURE III.2 – Influences de la (a) température, (b) vitesse de refroidissement et (c) du type de mise en solution et de la nature du matériau sur la cinétique et l'amplitude de contraction.

La température d'essai a une influence sur la cinétique de la contraction. A une tempéra-

ture plus basse (730 °C), la cinétique de contraction est plus lente qu'à 760 °C (figure III.2a). Ce résultat est tout à fait logique et cohérent car dans la gamme de température analysée, les évolutions microstructurales sont plus lentes à plus faibles températures. On peut toutefois noter que la contraction se stabilise à la même valeur pour les 2 températures.

La vitesse de refroidissement a aussi un impact sur la contraction de l'alliage durant le traitement thermique à une température de 760 °C. Avec un refroidissement plus lent (10 °C/min), les évolutions en dilatométrie montrent une contraction bien moins importante qu'avec un refroidissement plus rapide (100 °C/min). A un refroidissement de 10 °C/min, l'équilibre est atteint après environ 15 heures avec une amplitude de contraction de 0,010 % alors qu'à 100 °C/min, il est atteint après 25 heures avec une amplitude de 0,016 % (figure III.2b). Cela se conçoit assez bien : avec une vitesse de refroidissement plus lente, la microstructure initiale est plus proche de l'équilibre thermodynamique que celle qui a été refroidie plus rapidement. Etant initialement plus proche de l'équilibre, les évolutions microstructurales ultérieures durant le traitement thermique sont moins importantes.

L'influence de la température de mise en solution est notable. La figure III.2c compare le comportement d'une microstructure qui a subi une mise en solution supersolvus à 1130 °C à celle présentée précédemment qui a subi une mise en solution subsolvus à 1080 °C. La vitesse de refroidissement est identique dans les deux cas, soit 100 °C/min. La contraction a une cinétique plus rapide et, semble-t-il, une amplitude plus importante après mise en solution supersolvus. La mise en solution supersolvus provoque un grossissement des grains très important (figure I.15) étant donné qu'il n'y a pas d'ancrage par les précipités primaires qui sont dissous à 1130 °C. La densité de joints de grains s'en trouve nettement diminuée après la mise en solution supersolvus. Lors du refroidissement, une fraction plus importante de précipités durcissants γ'_{II} précipitent en intragranulaire comparativement à la mise en solution subsolvus en raison de l'absence de précipités primaires. La fraction surfacique post-refroidissement a été mesurée à environ 41 - 42 % après mise en solution supersolvus contre 33 % après mise en solution subsolvus. La taille des précipités γ'_{II} est supérieure pour la mise en solution supersolvus avec une même vitesse de refroidissement appliquée (100 °C/min). Elle est de 106 nm pour la mise en solution supersolvus (PX-106) et 96 nm pour la mise en solution subsolvus (PX-96) en accord avec le résultat en figure I.18. Compte tenu de la proportion plus importante de précipités durcissants et cohérents avec la matrice après mise en

solution supersolvus, les évolutions s'en trouvent affectées avec à la fois une cinétique plus rapide et une amplitude plus grande.

La comparaison entre le matériau polycristallin mis en solution subsolvus (PX-96) et monogranulaire (SX-100) montre qu'à température identique la contraction est légèrement plus importante dans l'alliage monogranulaire (figure III.2c). Sur le même principe que les comparaisons entre les deux types de mises en solution, la microstructure intragranulaire du polycristal mis en solution subsolvus est similaire à celle de l'alliage monogranulaire en termes de taille des précipités γ'_{II}. La fraction surfacique, cependant, est différente. Elle est d'environ 33 % pour le polycristal et 43 % pour le monograin. Il existe plusieurs façons d'expliquer la différence entre PX et SX. Le premier est le nombre de précipités γ'_{II} qui est plus grand dans la microstructure SX-100 par rapport au PX-96. Les canaux matriciels entre les précipités γ'_{II} sont plus resserrés dans le SX permettant des échanges chimiques plus importants dans le SX par rapport au PX. Cette hypothèse est appuyée par les résultats de la comparaison entre la microstructure polycristalline mise en solution supersolvus PX-106 et la microstructure monogranulaire SX-100. La microstructure supersolvus a une densité de joints de grains très faible par rapport à la microstructure subsolvus, pas de précipités γ'_{I} et une fraction et taille de précipités γ'_{II} très proches de ce que l'on trouve dans l'échantillon monogranulaire SX-100. Les courbes sont donc quasi superposées (figure III.2c). Par ailleurs, il existe d'autres différences à considérer, notamment la présence de joints de grains dans la version polycristalline de l'alliage. De plus, le SX est testé et observé selon une direction cristallographique définie et proche de <001>, avec des biais d'anisotropie possibles, alors que plusieurs directions sont prises en compte dans les données PX.

L'influence de chacun des paramètres étudiés est compatible avec l'hypothèse proposée dans la littérature [47–50] qui s'appuie sur une évolution de l'état de précipitation. Cela sera analysée et confirmée dans le chapitre V.

2 Module d'Young en fonction de la température et au cours d'un maintien à 760 °C

Après mise en solution à 1080 °C et un refroidissement de 100 °C/min, l'échantillon PX-96 présente un module d'Young de 218 GPa à température ambiante. Pendant le chauffage, la

valeur du module d'Young diminue pour atteindre environ 174 GPa à 760 °C sous le simple effet de la température (figure III.3a).

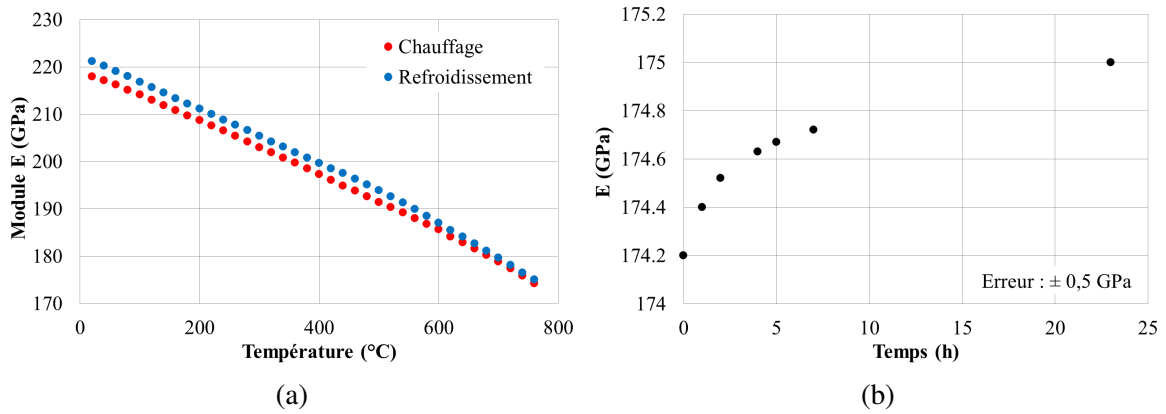


FIGURE III.3 – Evolution du module d'Young déterminé par résonnance dynamique en flexion durant (a) la phase de chauffage et de refroidissement et durant (b) 23 heures de maintien à 760 °C.

Une évolution pendant le traitement thermique est aussi observée mais l'effet est très limité avec une augmentation de 0,8 GPa au bout de 23 heures (figure III.3b). Il faudrait attendre environ 30 - 40 heures pour stabiliser la valeur du module. Avec la loi d'élasticité, une évolution du module d'Young de 0,8 GPa provoque, durant l'essai de relaxation, une augmentation de la contrainte égale à 2,4 MPa pour une déformation constante d'environ 0,3 % (contrainte initiale de 500 MPa). Cette évolution suggère qu'il n'y a quasiment pas de précipitation durant le maintien isotherme. En effet, la formation de précipités supplémentaires serait synonyme d'une augmentation beaucoup plus importante du module d'Young [77]. Ce qui n'est pas le cas ici.

Au retour à la température ambiante après le traitement thermique, la valeur du module est de 221 GPa soit un écart de 3 GPa en comparant avec la valeur avant traitement thermique. En refroidissant à 2 °C/min, on peut supposer qu'une faible précipitation a lieu car il existe une différence du taux de γ' entre l'ambiante et 760 °C même si elle est faible. Cette précipitation entre 760 °C et l'ambiante serait plus importante à 2 °C/min qu'à 100 °C/min (vitesse de refroidissement contrôlant l'état de précipitation de l'état initial).

3 Essais de relaxation

Les essais de relaxation couplent à la fois l'influence de la température et celle de la contrainte. Ces essais ont pour but de reproduire ce qui se passe dans certaines zones de disques industrielles avec des contraintes initiales qui sont de 200 et 500 MPa (contrainte observée industriellement dans les disques de turbines) et d'observer à une contrainte supérieure (900 MPa) si les mécanismes de relaxation changent.

Le profil de relaxation des contraintes classique et typique du comportement d'un superalliage à base de nickel a l'allure d'une décroissance exponentielle : le niveau de contrainte baisse rapidement dès le début de l'essai, puis la diminution de la contrainte ralentit comme illustré en figure III.4.

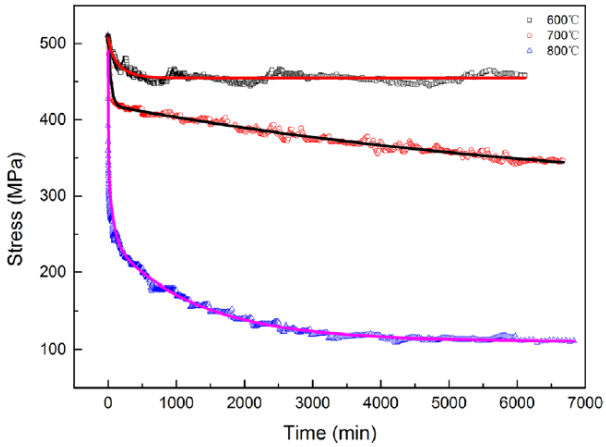


FIGURE III.4 – Relaxation typique dans les superalliages base nickel. Cas du Waspaloy [39].

3.1 Condition de référence : Relaxation à 760 °C / 500 MPa

La courbe de relaxation des contraintes avec une contrainte initiale de 500 MPa (figure III.5a) révèle un comportement atypique entre 0 et 25 heures et un comportement plus classique après 25 heures. La courbe montre une diminution globale de la contrainte dans le temps avec plusieurs régimes successifs : d'abord une légère augmentation du niveau de la contrainte d'environ 20 MPa, visible dans l'insert agrandi en figure III.5b (régime 1), puis une diminution lente de la contrainte (régime 2) suivie d'une diminution plus rapide après environ 25 heures (régime 3), et enfin un ralentissement du taux de relaxation de la contrainte et un comportement asymptotique à des temps plus longs (régime 4).

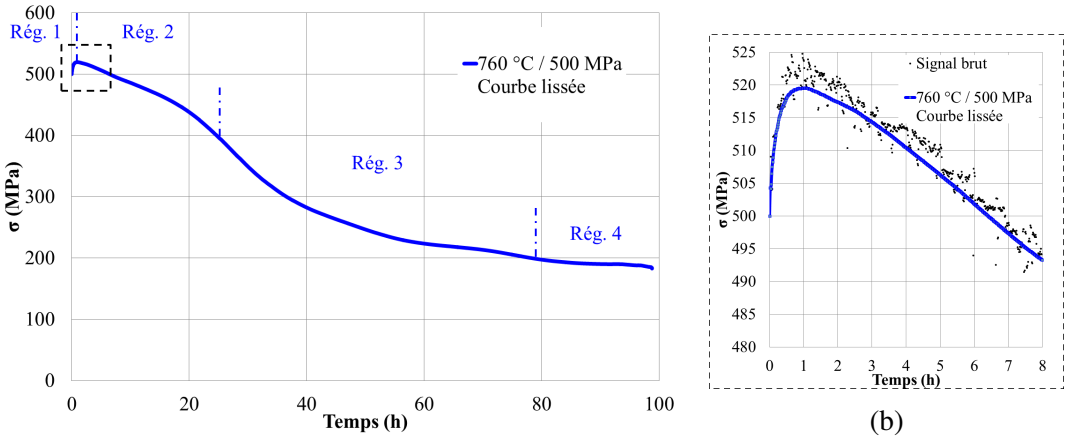


FIGURE III.5 – Courbes de relaxation à 760 °C sous une contrainte initiale de 500 MPa (a) totale et (b) un agrandissement de la zone en pointillée où la courbe lissée en bleu est superposée aux données brutes en noir.

La reproductibilité des essais de relaxation à 760 °C est très bonne (figure III.6) même réalisés avec des éprouvettes de géométries et préparation différentes. La matière utilisée pour ces 2 essais provient de la même pièce industrielle :

— L'essai de relaxation arrêté à 40 heures provient d'une éprouvette usinée en 2019 avec une géométrie propre à l'Institut Pprime, rectifiée et polie au papier abrasif jusqu'à la granulométrie 4000 dans le sens long, cela afin de retirer les contraintes de surface générées par l'usinage.

— L'essai de relaxation arrêté à 100 heures provient d'une éprouvette usinée en 2016 avec une géométrie propre à Safran, polie jusqu'à la granulométrie 4000 par les techniciens Safran.

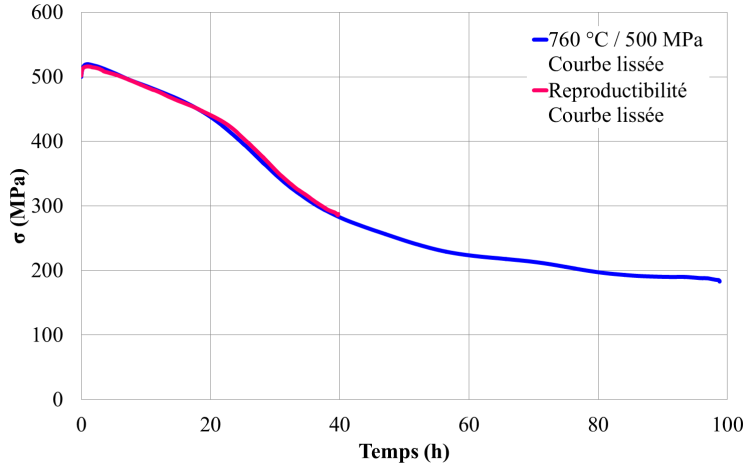


FIGURE III.6 – Essais de relaxation à 760 °C sous une contrainte initiale de 500 MPa, l'un arrêté après 40 heures et l'autre après 100 heures, réalisés avec des éprouvettes de géométries différentes.

Seules trois études ont fait état d'un comportement de relaxation aussi atypique, elles concernaient les alliages Inconel 718, Inconel 783 et Nimonic [47–49].

La contraction naturelle des échantillons d'AD730^{TM} à 760 °C observée grâce aux essais de dilatométrie isotherme permet d'expliquer que la relaxation des contraintes soit relativement lente pendant les 25 premières heures (régimes 1 et 2) sous une contrainte initiale de 500 MPa. Les deux phénomènes ont en effet lieu sur une échelle de temps comparable (figure III.7).

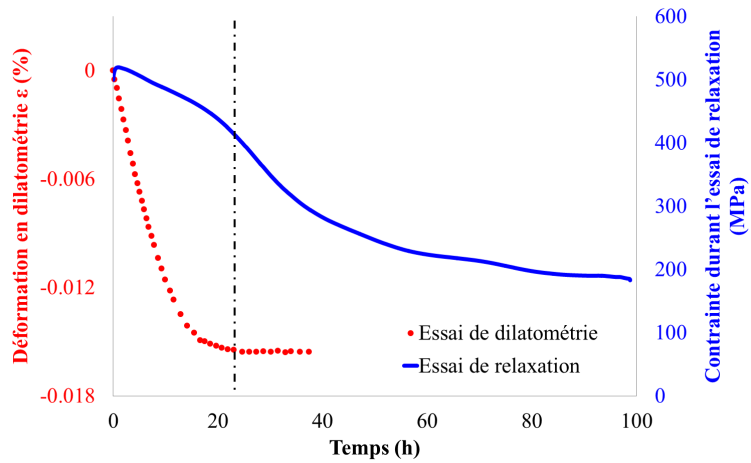


FIGURE III.7 – Comparaison entre les essais de dilatométrie et de relaxation.

Les schémas de la figure III.8 permettent de comprendre ce qui suit. À lui seul, le phéno-

mène de contraction entraînerait une augmentation de la contrainte. Néanmoins, lors d'un essai de relaxation, la déformation totale imposée étant constante, le comportement de contraction intrinsèque du matériau ne peut qu'entraîner une augmentation de la contrainte mesurée. Il est en concurrence avec les phénomènes classiques (dislocationnels et/ou diffusionnels) qui, au contraire, entraînent une diminution de la contrainte. Comme après 25 heures de maintien à la température d'essai de 760 °C, un équilibre est atteint en matière de contraction macroscopique, la relaxation des contraintes s'accélère (régime 3) du fait que seuls les mécanismes de relaxation intrinsèques de l'alliage subsistent.

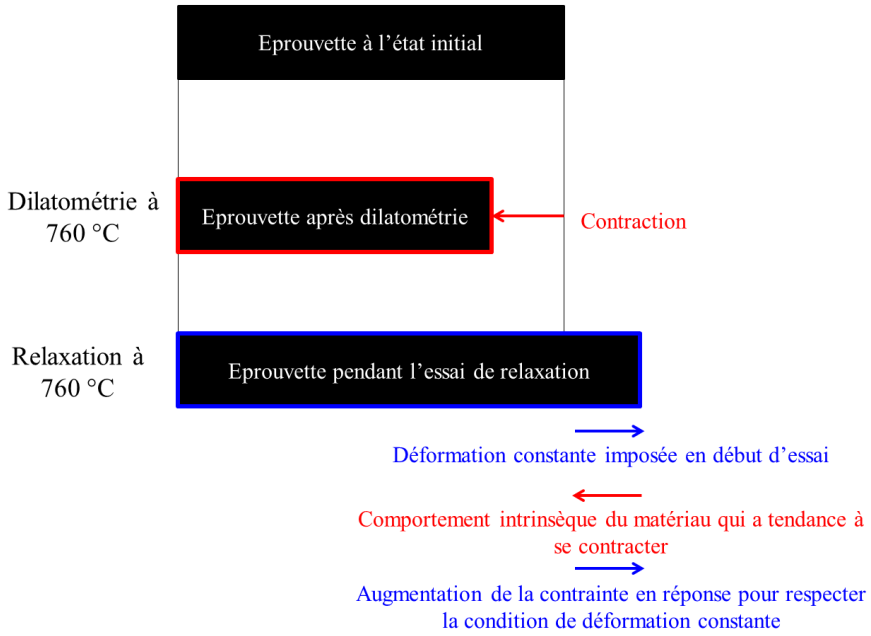


FIGURE III.8 – Relation entre les essais de dilatométrie et les essais de relaxation.

La relaxation des contraintes de l'échantillon semble donc être déterminée par deux phénomènes opposés durant les 25 premières heures :

— Le premier est la relaxation des contraintes par des mécanismes dislocationnels et/ou diffusionnels.

— Le second processus est lié aux évolutions des phases (fraction, taille et compositions de γ' et γ) qui provoquent une contraction isotherme de l'échantillon, gênée par la déformation totale qui est fixe, et entraînant ainsi une augmentation des contraintes.

Ces deux phénomènes opposés déterminent le comportement de relaxation observé au niveau macroscopique (figure III.7) et seront étudiés en détail par la suite (chapitre V).

3.2 Influence de la contrainte initiale

Des essais de relaxation ont été effectués à 760 °C sous une contrainte initiale de 200 MPa (ε = 0,12 %), 500 MPa (ε = 0,28 %) et 900 MPa (ε = 0,58 %). La contrainte maximale de 900 MPa a été choisie pour être proche de la limite d'élasticité macroscopique (environ 1000 MPa à 760 °C) avec peu de déformation plastique (figure III.9).

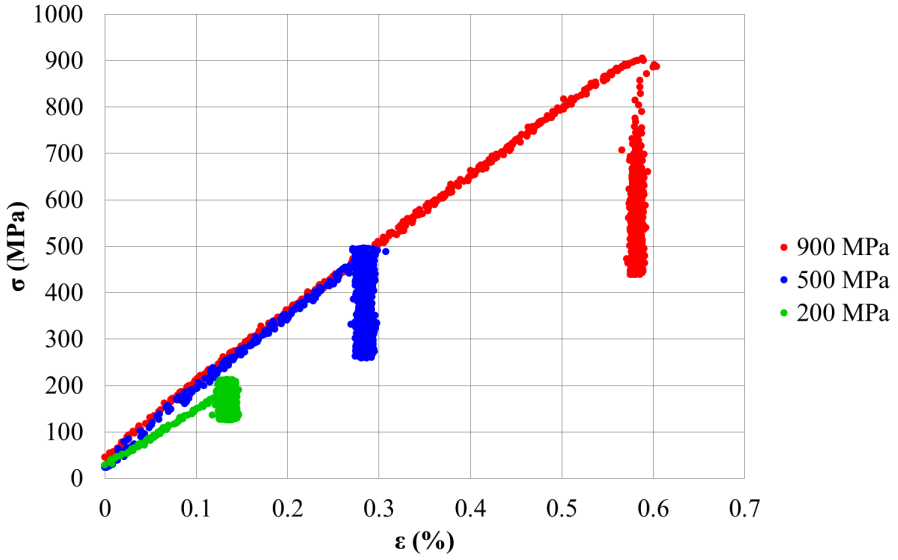


FIGURE III.9 – Graphique contrainte en fonction de la déformation pour les essais de relaxation à 760 °C pour des contraintes initiales égales à 900, 500 et 200 MPa.

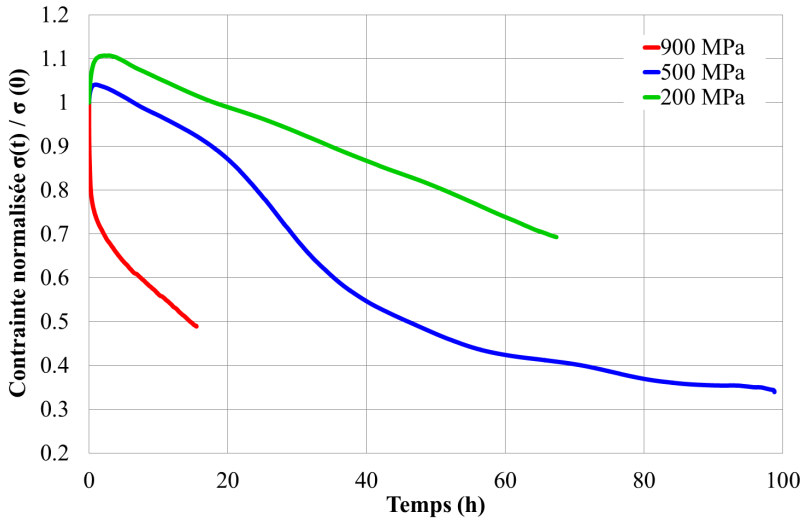
Le profil de relaxation des contraintes obtenu à 760 °C en appliquant une contrainte initiale de 900 MPa est typique du comportement classique d'un superalliage à base de nickel (courbe rouge dans les figures III.10a et III.10b). Les courbes de relaxation avec des contraintes initiales inférieures de 200 et 500 MPa (courbe verte et bleue respectivement dans les figures III.10a et III.10b) montrent un comportement bien différent et atypique. La différence dans le comportement de relaxation des contraintes du superalliage AD730^{TM} initialement soumis à 200 et 500 ou 900 MPa suggère qu'il existe différents mécanismes de déformation qui pourraient s'activer en fonction du niveau de contrainte.

Les régimes 1 et 2 sont similaires entre l'essai à 200 MPa et à 500 MPa. Contrairement à l'essai à 500 MPa, celui à 200 MPa continue sur une décroissance régulière et très lente au delà de 25 heures. Cela est dû au fait que la contrainte seuil atteinte aux temps longs est d'environ 100 - 150 MPa (figure III.10b) donc l'amplitude de relaxation avec une contrainte

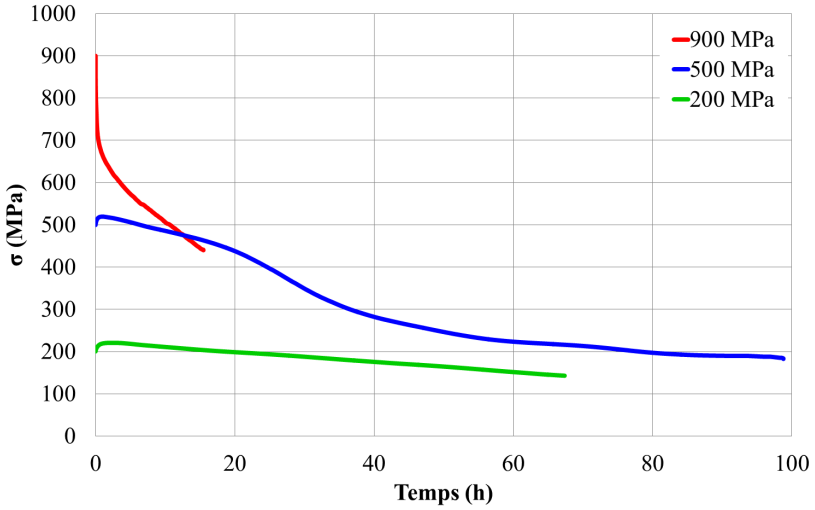
initiale de 200 MPa est très faible ainsi que la force motrice du mécanisme qui pilote la relaxation.

T. Gabb et al. [107] ont remarqué qu'après une campagne d'essais avec des contraintes, des températures et des durées différentes, l'amplitude de relaxation augmente avec l'augmentation de la contrainte initiale. Cela est visible ici aussi (figure III.10b).

Lorsque la contrainte est faible lors de l'essai de relaxation, l'énergie nécessaire à l'activation du glissement des dislocations n'est pas atteinte. Le mécanisme de déformation change et la diffusion des lacunes devient prédominante. Par ailleurs, le mouvement des lacunes est facilité aux plus hautes températures [39].



(a)



(b)

FIGURE III.10 – Influence de la contrainte initiale à 760 °C. Courbes de relaxation présentant (a) la contrainte normalisée et (b) la contrainte classique en fonction du temps.

3.3 Influence de la température

L'influence de la température pour une même contrainte initiale a aussi été étudiée. Trois températures ont été appliquées : 730, 760, 790 °C, pour deux contraintes initiales : 500 et 900 MPa. À la température de 790 °C, la contrainte de 900 MPa se situe au delà de la limite d'élasticité. Il a donc été décidé de réaliser l'essai à une contrainte initiale d'environ 800 MPa pour rester dans le domaine macroscopique élastique avec la vitesse de déformation employée (10^{-4} s^{-1}). Les résultats sont présentés sur la figure III.11.

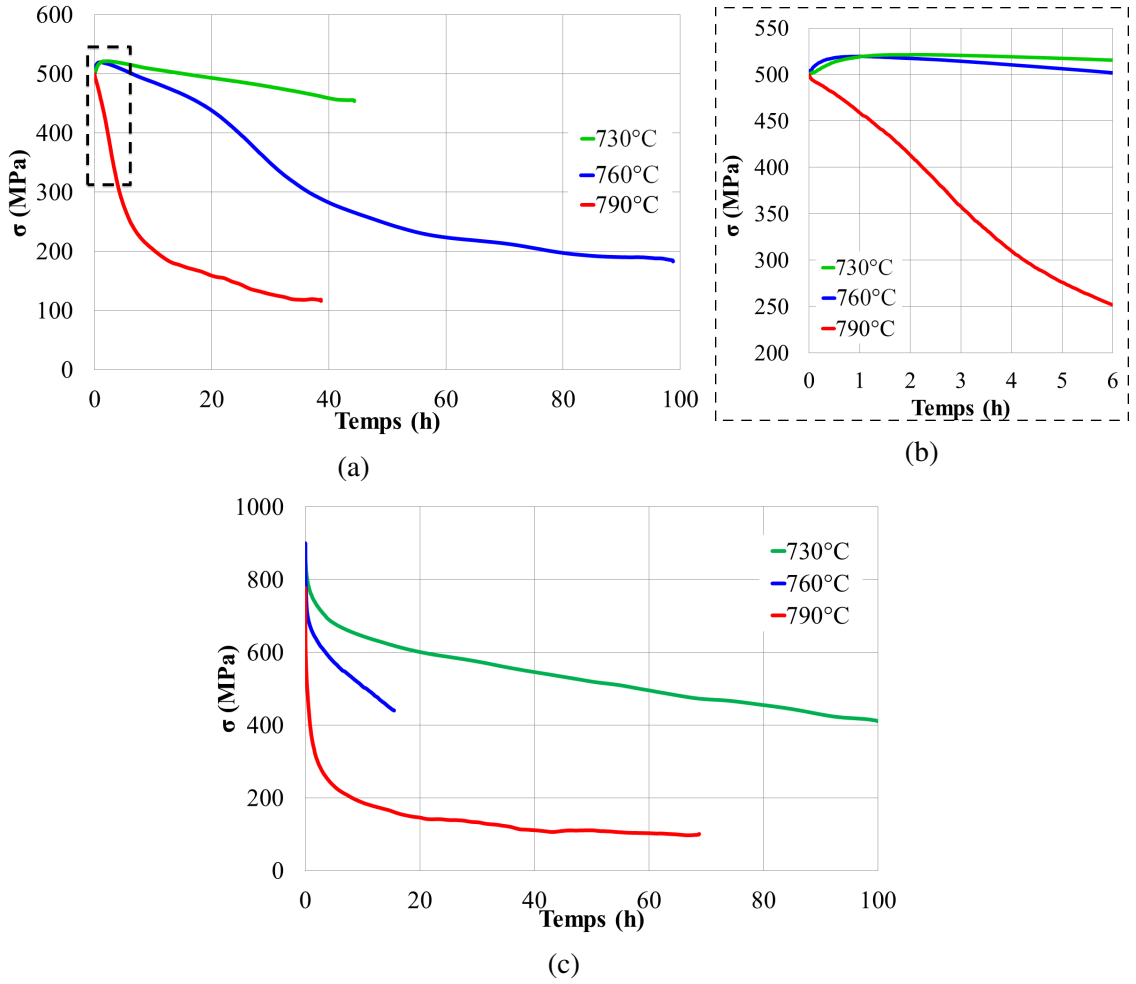


FIGURE III.11 – Influence de la température sur les courbes de relaxation de contrainte en fonction du temps pour une contrainte initiale de (a), (b) 500 MPa et (c) 900 MPa (800 MPa à 790 °C).

Il est nettement visible qu'il existe un comportement bien différent entre les essais de relaxation à 500 MPa et à 900 MPa. La relaxation est plus lente et atypique à 500 MPa, et plus classique avec une décroissance exponentielle à 900 MPa. En effet, en zoomant sur le début des essais de relaxation à une contrainte initiale de 500 MPa, tous les essais montrent un ralentissement de la relaxation même à une température de 790 °C (figure III.11b).

L'amplitude de relaxation augmente lorsque la température de l'essai de relaxation est plus haute. Ceci est vrai pour les deux contraintes initiales appliquées. L'interprétation de Wang et al. [39] est la suivante : le glissement des dislocations et le mouvement des lacunes sont des processus thermiquement activés qui sont favorisés à haute température. L'augmentation de la température réduit la vitesse de glissement des dislocations et du déplacement des lacunes, ce qui contribue à augmenter l'amplitude de relaxation.

3.4 Influence de la microstructure initiale

3.4.1 Vitesse de refroidissement après mise en solution - Taille des précipités secondaires

La vitesse de refroidissement est le paramètre qui contrôle la taille des précipités secondaires γ'_{II}. Lorsque la vitesse de refroidissement est faible, les précipités sont plus gros, moins nombreux et la distance inter précipités est plus grande (figure I.7). Deux vitesses de refroidissement après mise en solution à 1080 °C ont été appliquées sur PX, 100 °C/min (PX-96) et 10 °C/min (PX-250), menant respectivement à 96 nm et 250 nm de taille moyenne de γ'_{II} (voir section 1.3). Les deux microstructures ont été soumises aux mêmes essais de relaxation, à 760 °C sous 200, 500 ou 900 MPa. Avec un refroidissement de 10 °C/min (PX-250), la limite d'élasticité est d'environ 800 MPa à 760 °C. Pour rester dans le domaine macroscopiquement élastique, l'essai de relaxation comparatif n'a pas été réalisé à une contrainte initiale de 900 MPa mais de 780 MPa pour cette vitesse de refroidissement. Les résultats sont présentés sur la figure III.12.

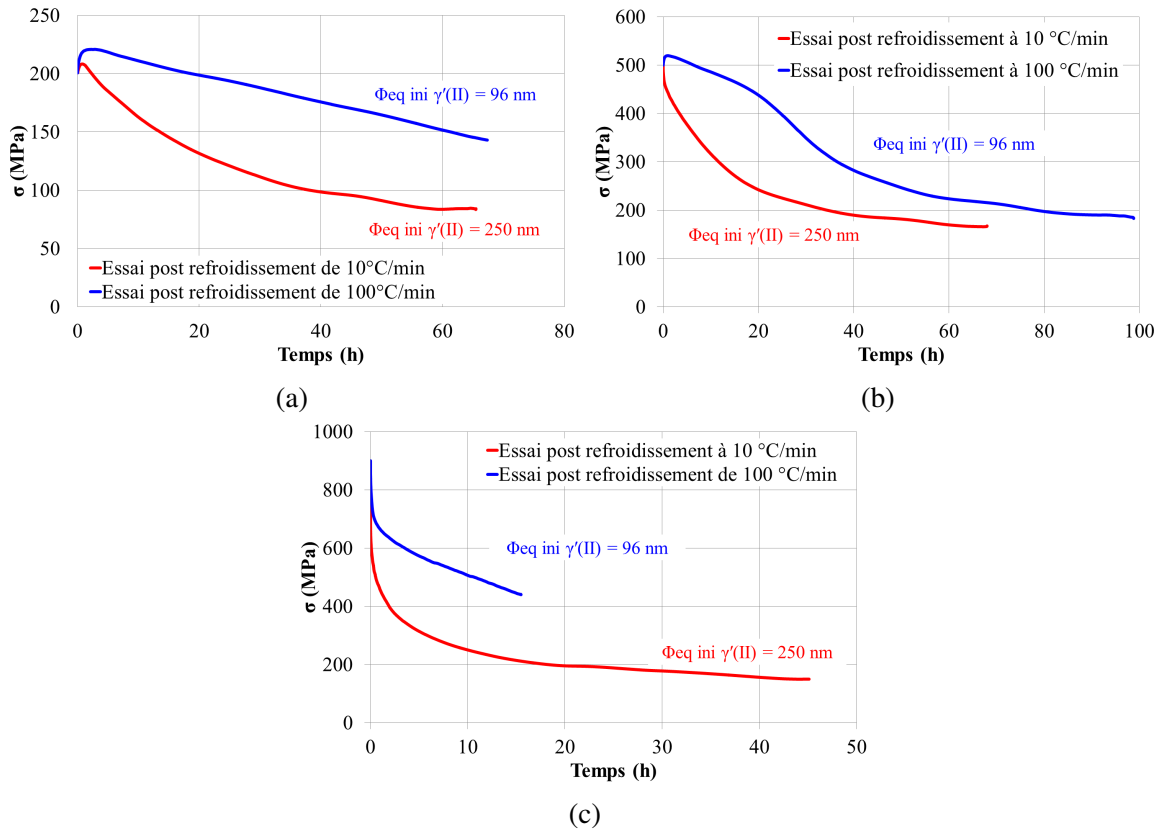


FIGURE III.12 – Influence de la vitesse de refroidissement après mise en solution à 1080 °C sur les courbes de relaxation (contrainte en fonction du temps) pour une contrainte initiale de (a) 200 MPa, (b) 500 MPa et (c) 900 MPa (780 MPa pour la microstructure refroidie à 10 °C/min).

La relaxation du matériau refroidit à 10 °C/min est plus rapide que la microstructure refroidie à 100 °C/min. C'est visible avec une contrainte initiale de 200, 500 et 780 / 900 MPa (figure III.12). Cela met en évidence l'importance de la taille des précipités.

Comme les essais de dilatométrie isotherme l'ont montré, l'amplitude de la contraction intrinsèque est beaucoup plus faible après un refroidissement à 10 °C/min qu'à 100 °C/min car l'équilibre thermodynamique de la microstructure obtenue est plus proche. Cet effet est peu visible sur les graphiques de la figure III.12 car, avec un refroidissement à 10 °C/min, la contraction ne ralentit pas la relaxation avec une contrainte initiale de 500 ou 780 MPa et son influence est faible sous 200 MPa.

3.4.2 Influence d'un traitement thermique préalable - Stabilisation de la microstructure

L'hypothèse proposée pour expliquer une contraction intrinsèque de l'éprouvette et son influence sur l'essai de relaxation repose sur une mise à l'équilibre thermodynamique de la microstructure, il a donc été imaginé un essai de relaxation avec une microstructure stabilisée au préalable afin de prouver ou de réfuter cette hypothèse. Pour cela un essai a été réalisé dans les conditions de référence (760 °C sous une contrainte initiale de 500 MPa) après un traitement thermique de stabilisation à 760 °C pendant 72 heures. Les résultats sont présentés en figure III.13.

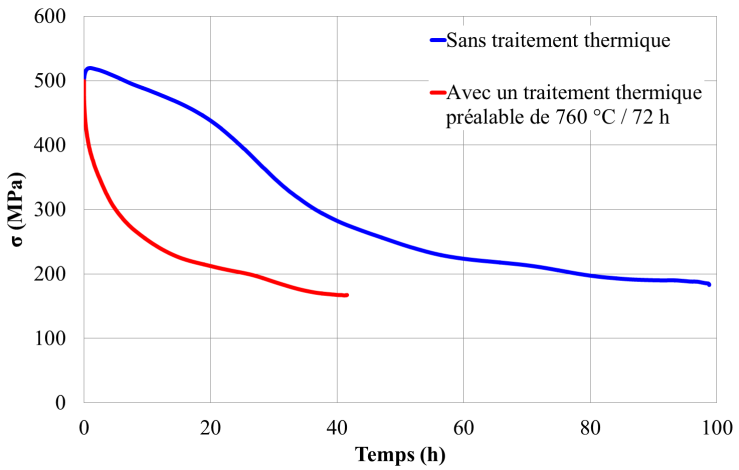
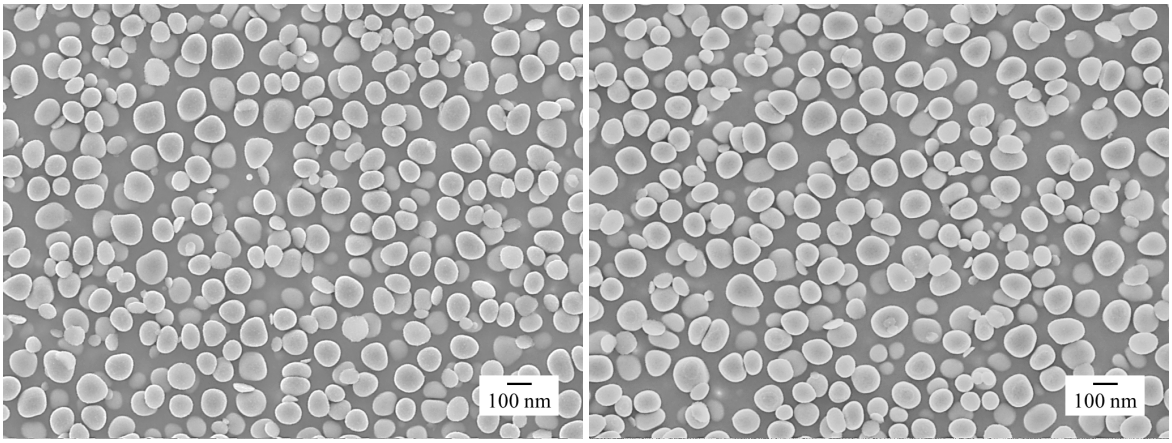


FIGURE III.13 – Influence d'un traitement thermique préalable à 760 °C pendant 72 heures sur le comportement en relaxation à 760 °C sous une contrainte initiale de 500 MPa.

L'échantillon ayant été traité thermiquement au préalable ne présente pas de relaxation atypique, mais au contraire, une relaxation classique avec décroissance exponentielle. Le traitement thermique a permis de stabiliser la microstructure et de s'affranchir de la contraction. On confirme que la contraction intrinsèque interagit avec les mécanismes de relaxation qui provoquent ce comportement atypique. De plus, on peut remarquer que la même valeur de contrainte seuil est atteinte en fin d'essai. L'amplitude de relaxation est donc identique, seule la cinétique est affectée par l'évolution de la microstructure et la contraction associée.

La figure III.14 confirme que la microstructure préalablement stabilisée n'a pas évolué en termes de taille de précipité et de fraction de surface pendant l'essai de relaxation.



γ'(II) : $\phi_{eq} = 114 \pm 3\ nm \Rightarrow f_s = 42 \pm 1$ %

(a)

γ'(II) : $\phi_{eq} = 114 \pm 3\ nm \Rightarrow f_s = 42 \pm 1$ %

(b)

FIGURE III.14 – Précipites intragranulaires a) après traitement thermique à 760 °C pendant 72 heures et b) après l'essai de relaxation ultérieur à 760 °C pendant 42 heures à partir d'une contrainte initiale de 500 MPa.

3.4.3 Pré-déformation - introduction de dislocations

Afin de determiner l'influence de l'introduction de dislocations sur la cinétique de relaxation indépendamment des autres paramètres structuraux, deux essais comparatifs ont été réalisés dans les conditions de référence (760 °C, 500 MPa) sur une microstructure monogranulaire (figure III.16).

Une pré-charge plastique a été appliquée à l'une des 2 éprouvettes. C'est-à-dire que l'éprouvette a d'abord été déformée en traction jusqu'à une déformation totale de 1.5 % puis la contrainte a été ramenée à 500 MPa très rapidement (2 secondes) en contrôle de force, avant de procéder à l'essai de relaxation classique (en contrôle de déformation).

Le comparatif entre les cartographies KAM (figure III.15a et III.15b) et les images MEB-BSE (figure III.15d et III.15e) montrent que la pré-charge a permis effectivement de plastifier l'échantillon avant le retour à 500 MPa alors que sans pré-charge aucune désorientation intragranulaire n'est observable, confirmant la faible densité initiale de dislocations présente initialement après mise en solution. L'activité plastique s'organise sous forme de bandes de glissements (figure III.15c). De plus les images MEB-BSE révèlent que le matériau « monogranulaire » présente en réalité quelques sous joints de grains très faiblement désorientés.

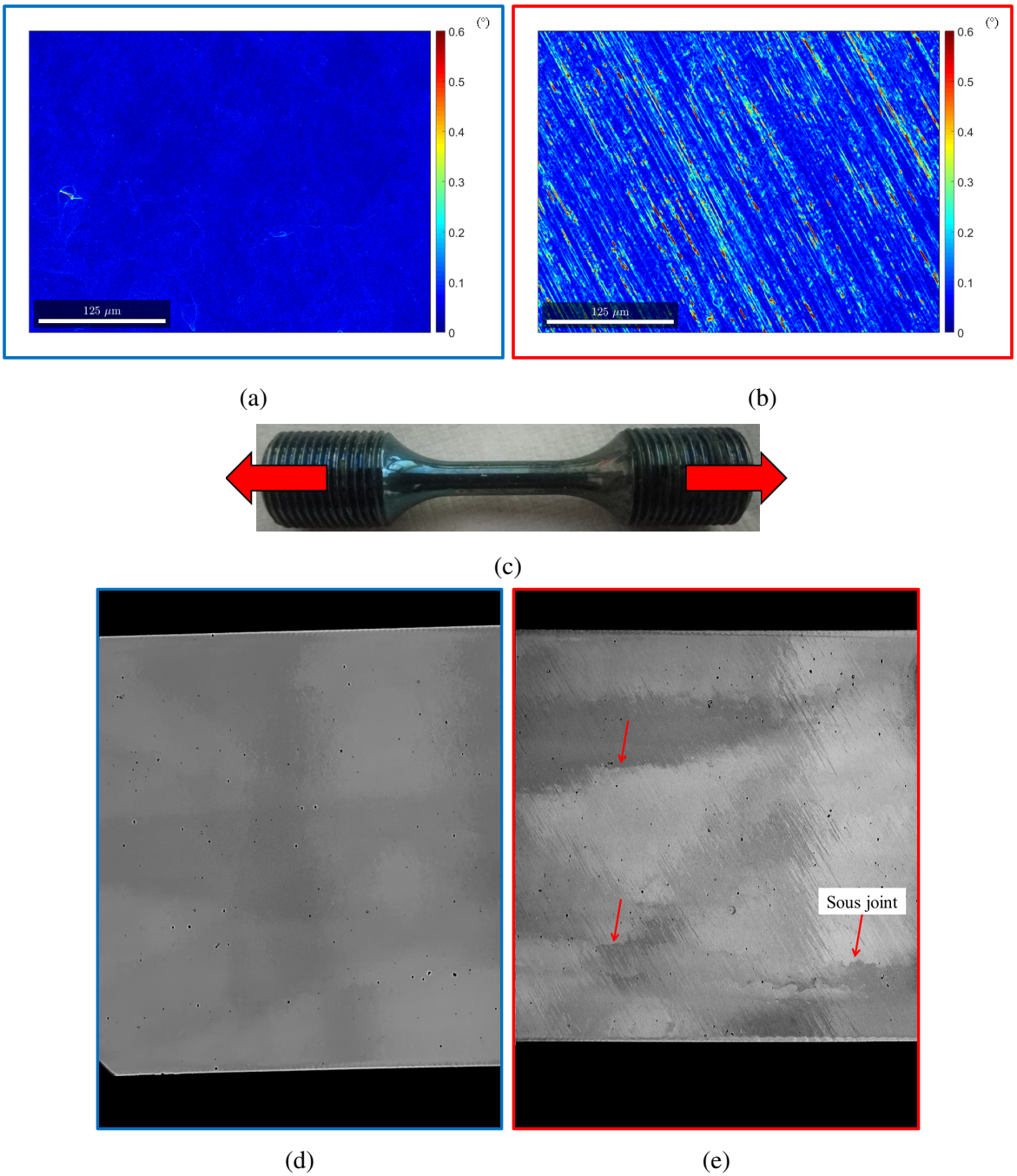
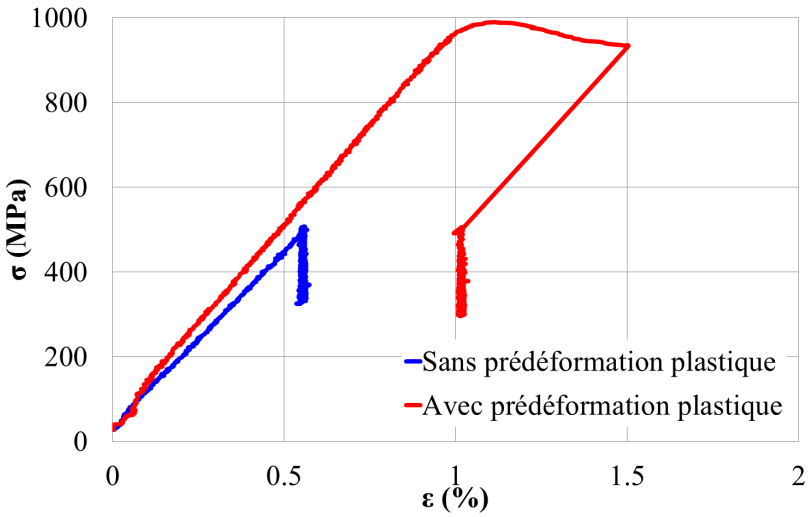
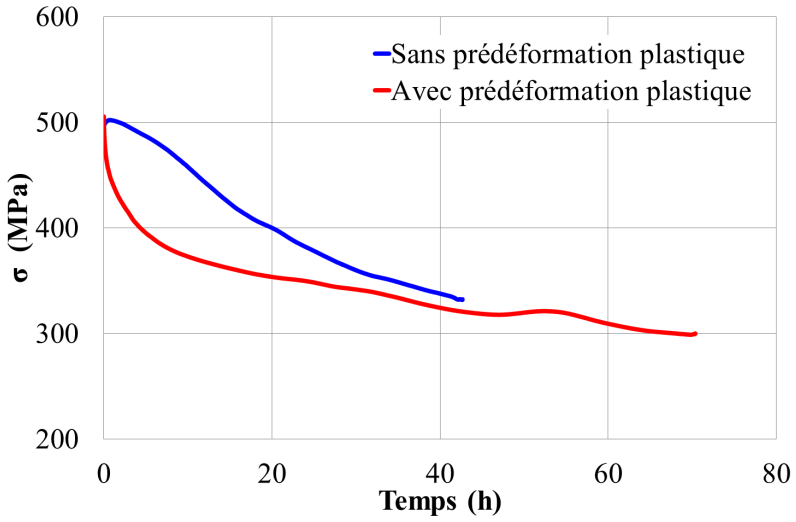


FIGURE III.15 – (a, b) Cartographie KAM et (d, e) images MEB en électrons rétrodiffusés après les essais de relaxation à 500 MPa (a, d) sans déformation préalable et (b, e) avec déformation préalable totale de 1,5 % sur (c) une éprouvette de relaxation.

Le comportement en relaxation de l'éprouvette prédéformée (courbe rouge) est comparé à celui de l'éprouvette non prédéformée (courbe bleue) sur la figure III.16.



(a)



(b)

FIGURE III.16 – Influence d'une pré-déformation plastique sur le comportement en relaxation à 760 °C / 500 MPa d'éprouvettes SX-100 : courbe rouge par rapport à la courbe bleue sans pré-déformation.

On notera une légère différence de module d'élasticité entre les deux éprouvettes monogranulaires car elles sont probablement orientées différemment de quelques degrés autour de la direction <001>.

La courbe de relaxation en figure III.16b montre nettement l'influence de la présence initiale de dislocations qui permet d'accélérer la relaxation. De plus, la contrainte seuil est identique entre les deux essais, on peut donc en déduire que la densité de dislocations n'influe que sur la cinétique.

3.5 Influence des joints de grains et de la texture cristallographique à 730 °C et 760 °C

Dans cette partie, le comportement d'éprouvettes PX sera comparé à celui d'éprouvettes SX afin de dégager des informations sur l'influence des joints de grains et de l'orientation cristalline.

La figure III.17 compare le comportement en relaxation à 730 et 760 °C à partir de 500 MPa de la microstructure polycristalline PX-96 et monogranulaire SX-100 (direction de chargement le long de la direction cristallographique $\sim < 001 >$).

Avec une microstructure de précipitation similaire (voir section 1.3), l'échantillon SX-100 relaxe beaucoup moins que l'échantillon PX-96 à 760 °C et ne relaxe pas du tout à 730 °C. Au contraire, à 730°C, la contrainte augmente dans l'éprouvette SX-100 du fait de la contraction intrinsèque qui semble donc dominer sur les mécanismes de relaxation. A 760 °C, la contrainte limite de fin d'essai est d'environ 250 - 300 MPa pour l'échantillon SX-100 et 100 - 150 MPa pour l'échantillon PX-96. Les différences entre les deux échantillons sont la présence ou l'absence de joints de grains ainsi que l'orientation cristalline. L'absence de joints de grains dans l'échantillon monogranulaire implique qu'il n'y a pas de glissement intergranulaire et pas de diffusion aux joints de grains. La contrainte limite est alors plus faible pour le polycristal car la relaxation y est également assistée par les joints de grains. Pour discerner ces 2 contributions, il aurait fallu observer le comportement d'éprouvettes monogranulaires dans plusieurs directions cristallographiques.

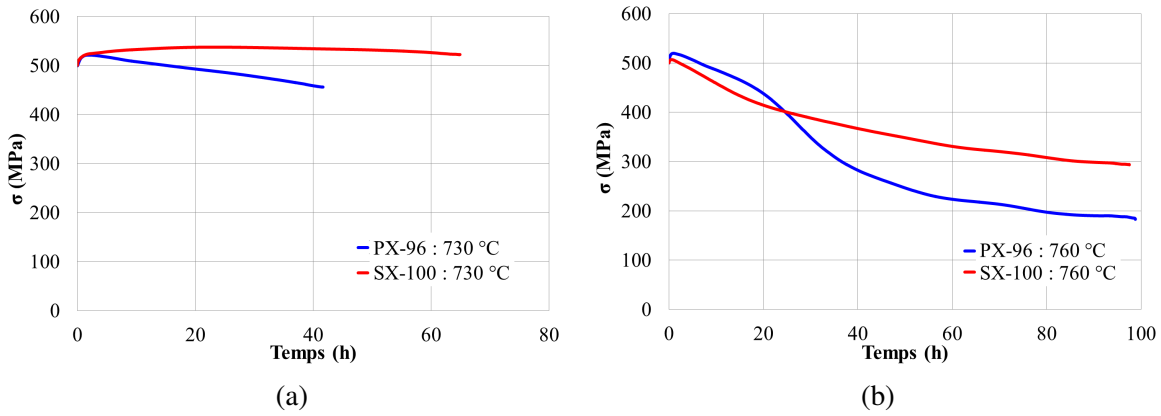


FIGURE III.17 – Influence des joints de grains et de l'orientation cristallographique à (a) 730 et (b) 760 °C.

À haute température et à faible contrainte, la diffusion des lacunes accompagnée d'un glissement des joints de grains peut devenir le mécanisme qui contrôle la vitesse de déformation macroscopique [64]. Les joints de grains jouent un rôle important sur les mécanismes de relaxation. La diffusion implique le mouvement des lacunes pour relaxer les contraintes qui est plus intense aux joints de grains, la diffusion des défauts étant facilitée le long de surfaces caractérisées par des désordres structurels et physico-chimiques comme les joints de grains. La densité de lacunes y est particulièrement élevée. De plus, la déformation par les mécanismes diffusifs génère des incompatibilités de déformation aux joints de grains qui sont accommodés par le glissement intergranulaire. Sans joints de grains, la capacité à relaxer sera amoindrie.

4 Analyse des mécanismes de déformation au moyen de la loi de Norton

Les essais de relaxation avec une contrainte initiale de 900 MPa présentent une chute « classique » de la contrainte dès le début de l'essai et ils ne semblent pas être affectés par l'effet de contraction intrinsèque. En fonction de la valeur de la contrainte initiale, le comportement est très différent, ce qui suggère différents mécanismes contrôlant la relaxation de la contrainte. Le mécanisme dominant à une contrainte de 900 MPa doit être différent et beaucoup plus fort qu'à 500 MPa ou 200 MPa pour ne pas être affecté par l'effet de contraction. Les mécanismes de déformation dépendent en effet fortement de la température et de la contrainte appliquée. Les diagrammes de Norton en échelle log-log des essais de relaxation permettant de discriminer entre les mécanismes de déformation sont présentés par la suite. Pour rappel, les diagrammes de Norton sont tracés via la relation I.9 pour accéder à la valeur du coefficient de Norton n définie dans le chapitre II, section 2.1.

4.1 Analyse de la condition de référence : relaxation à 760 °C / 500 MPa

Le diagramme de Norton obtenu à partir de la courbe de relaxation « de référence » (présentée sur la figure III.5a) est tracé sur la figure III.18.

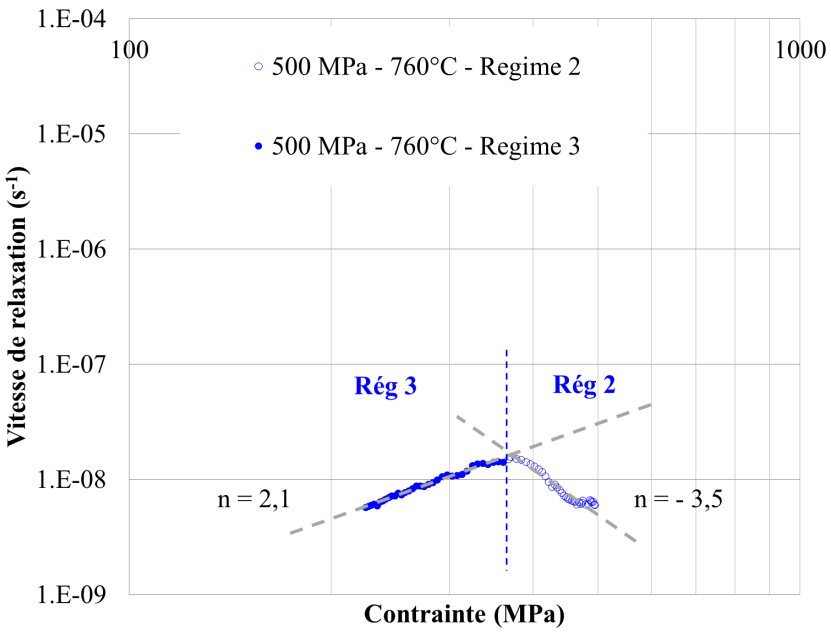


FIGURE III.18 – Diagramme de Norton présentant les régimes 2 et 3 de l'essai de relaxation sur PX-96 à une contrainte initiale de 500 MPa et une température de 760 °C présenté en figure III.5a.

Pour rappel, le comportement en relaxation à 760 °C et 500 MPa de contrainte initiale présentait deux parties (figure III.5a) :

— une première partie atypique (0 à 25 heures) composée de deux régimes.
— une seconde beaucoup plus classique (25 à 100 heures) composée aussi de deux régimes.

Le régime 1, qui est défini par l'augmentation de la contrainte pendant la première heure d'essai, n'a pas été tracé sur le diagramme log-log de Norton étant donné que la vitesse de relaxation est négative. Le début de l'essai de relaxation avec une contrainte initiale de 500 MPa montre une valeur globale négative du coefficient de Norton (n = - 3,5) correspondant au régime 2 durant les 25 premières heures. La vitesse de relaxation est constante dans un premier temps puis elle accélère avant d'atteindre le début du régime 3, ce qui est atypique de par la compétition entre mécanismes de relaxation intrinsèques et la contraction de l'échantillon observée par dilatométrie. Le régime 3 présente le comportement typique de la relaxation lié à des mécanismes de relaxation diffusionnels d'ordre 1 avec un coefficient de Norton égal à 2,1. Le régime 4 n'a, lui aussi, pas été représenté car ce régime marque la fin de la relaxation où la vitesse de relaxation devient quasi nulle.

Pour la description de l'influence de la contrainte, température et vitesse de refroidissement, les diagrammes de Norton seront tous tracés en retirant la partie où la relaxation est atypique, c'est à dire présentant des régimes 1 et 2 afin de pouvoir discuter des mécanismes classiques (intrinsèques) de relaxation.

4.2 Influence de la contrainte et de la température

La figure III.19 présente les diagrammes de Norton sur la microstructure PX-96 pour trois températures (730, 760 et 790°C) et deux contraintes initiales (500 et 900 MPa).

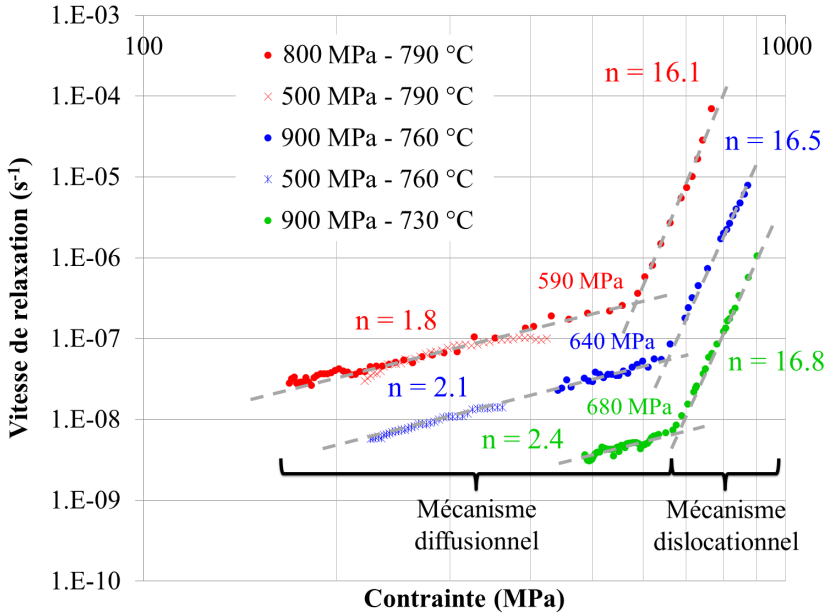


FIGURE III.19 – Diagrammes de Norton représentant les mécanismes de déformation pour trois température (730, 760 et 790 °C) et deux contraintes (500 et 900 MPa).

Pour les essais de relaxation à 760 °C rapportés ici (contrainte initiale de 900 et 500 MPa - nuage de points de couleur bleue), dans le cas de fortes contraintes σ (supérieures à 640 MPa), le coefficient de Norton est élevé (n = 16,5), ce qui correspondrait à une relaxation provoquée par un glissement de dislocations. Lorsque la contrainte tombe en dessous de 640 MPa, le coefficient de Norton diminue à environ 2,1. Elle correspond à la relaxation due au couplage entre glissement de dislocation et diffusion avec le mécanisme diffusionnel étant le facteur principal. Le coefficient de Norton est le même entre l'essai avec une contrainte initiale de 500 MPa et la fin de l'essai sous 900 MPa de contrainte initiale. Ainsi, les valeurs des coefficients de Norton confirment qu'il existe 2 mécanismes de déformation en jeu selon

la plage de contraintes à 760 °C :

— Relaxation causée principalement par le mécanisme diffusif entre 200 et environ 640 MPa.
— Relaxation causée par le glissement de dislocations intragranulaire entre environ 640 et 900 MPa.

Une étude des vitesses de déformation en fluage à 700 °C réalisée par ailleurs à l'Institut Pprime [19] a permis d'obtenir la valeur de la vitesse de déformation minimale des essais réalisés sur une microstructure polycristalline ayant subi un traitement thermique de mise en solution subsolvus γ' à 1080 °C pendant 4 heures, suivi d'une trempe à l'air ($\simeq$ 300°C.min^{-1}), puis d'un traitement thermique de revenu à 730°C pendant 8 heures, suivi d'une trempe à l'air.

Les essais de fluage à 700 °C ont montré une rupture de pente à 750 MPa soit un changement de mécanismes de déformation . Les résultats obtenus en relaxation comparativement aux essais de fluage réalisés à l'Institut Pprime sont parfaitement cohérents et confirment un changement dans les mécanismes de déformation (figure III.20). Dans cette dernière expérience de fluage, entre 750 MPa et 850 MPa, le coefficient de Norton est supérieur à 16, suggérant un type de mécanisme dislocationnel en fluage. En dessous de 750 MPa, le coefficient de Norton est de 2,2. Ainsi, les mécanismes de déformation en fluage en dessous de 750 MPa à 700 °C sont contrôlés principalement par le mécanisme diffusionnel.

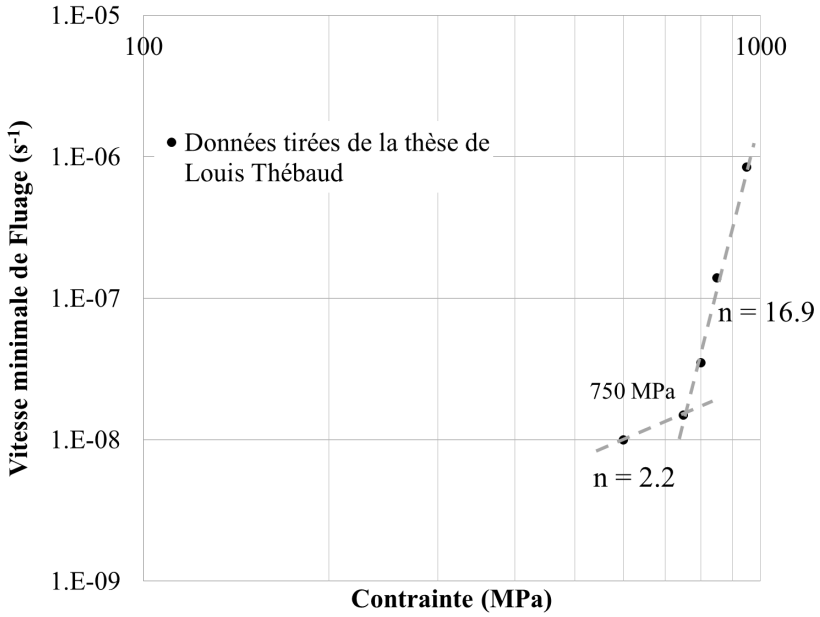


FIGURE III.20 – Diagramme de Norton représentant les coefficients de Norton à partir des essais de fluage à 700 °C de l'alliage AD730^{TM} refroidit à 300 °C/min [19].

Les résultats constatés dans nos essais de relaxation à la température de 760 °C dans la gamme de contraintes comprise entre 200 et 900 MPa sont similaires pour les températures de 730 et 790 °C (figure III.19), avec cependant, deux différences. La première est l'augmentation de la température qui augmente la vitesse de relaxation et décale ainsi les courbes sur l'axe Y. La seconde est le décalage de la valeur de rupture de pente vers les hautes contraintes lorsque la température diminue comme le montre le tableau III.1 et la figure III.21.

Etude	Actuelle			[19]
Température (°C)	790	760	730	700
Rupture de pente (MPa)	590	640	680	750

Tableau III.1 – Evolution de la contrainte à rupture de pente (transition de mécanismes) en fonction de la température.

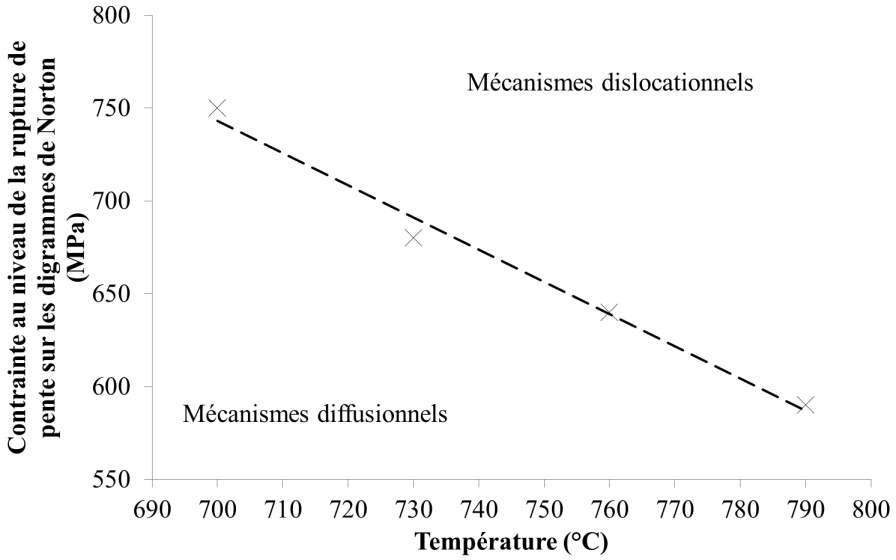


FIGURE III.21 – Graphique des valeurs de contrainte en fonction de la température présenté dans le tableau III.1 représentant la transition de mécanismes entre le mécanisme diffusionnel et dislocationnel.

Lorsque les températures vues par le matériau sous contrainte en fluage ou en relaxation sont élevées ($> 0,6 \cdot T_f$), les mécanismes de diffusion des lacunes seront activés thermiquement. Ce sont alors ces mécanismes qui contrôlent la plasticité (plutôt que le mouvement des dislocations) lorsque la contrainte/déformation est faible. Pour rappel, il existe deux modèles qui rendent compte de ces mécanismes de diffusion : le modèle de Nabarro-Herring et le modèle de Coble. Comme vu précédemment (chapitre I - section 6.1), le modèle de Coble suppose que la viscoplasticité est contrôlée par la diffusion aux joints de grains alors que pour le modèle Nabarro-Herring, elle est contrôlée par la diffusion transgranulaire à des températures plus élevées. Pour le nickel pur, la plage de relaxation Coble est de $0,4 < T/T_f < 0,8$, tandis que la plage de relaxation Nabarro-Herring est de $0,8 < T/T_f < 1$ [67,108]. Le superalliage AD730^{TM} fond vers 1280 - 1290 °C [109, 110]. Le rapport T/T_f à notre température d'essai (760 °C) est alors de 0,59 se trouvant ainsi dans la plage du modèle de Coble ou de la diffusion aux joints de grains. De plus, la diffusion aux joints de grains devient prédominante pour les polycristaux de petite taille de grain avec une grande densité de joints de grains. Les modèles mentionnés ci-dessus ne tiennent pas compte du fait que la morphologie des grains évolue dans le sens de la sollicitation. De plus, les grains doivent rester en contact pendant la déformation, ce qui implique que le mécanisme diffusif doit s'accompagner de glissements intergranulaires. Ce sont donc plutôt les phénomènes de diffusion des lacunes décrits par le modèle Coble et localisés aux joints de grains qui conduiraient à la relaxation lorsque nous

sommes à une contrainte initiale comprise entre 200 et 640 MPa à 760 °C. A des contraintes plus élevées pour les mêmes températures d'essai, les mécanismes contrôlant la déformation lors des essais de relaxation sont liés aux mouvements des dislocations. Dans un cristal CFC parfait, les dislocations se déplacent selon des systèmes de glissement spécifiques. Lors des essais de relaxation, les mécanismes activés thermiquement entrent en jeu, il peut y avoir de la montée de dislocations et/ou de glissements déviés. Lorsque ces dislocations rencontrent un précipité γ'_{II} ou γ'_{III}, elles peuvent passer soit par contournement soit par cisaillement.

Sur la figure III.19, une superposition des courbes dans le domaine diffusif entre les essais de relaxation à 500 MPa et les essais de relaxation à plus hautes contraintes est observée. A partir de ce constat, il est possible de reconstruire les courbes de relaxation complètes à 760 et 790 °C en supprimant la partie perturbée par la contraction et en recalant le temps (figure III.22).

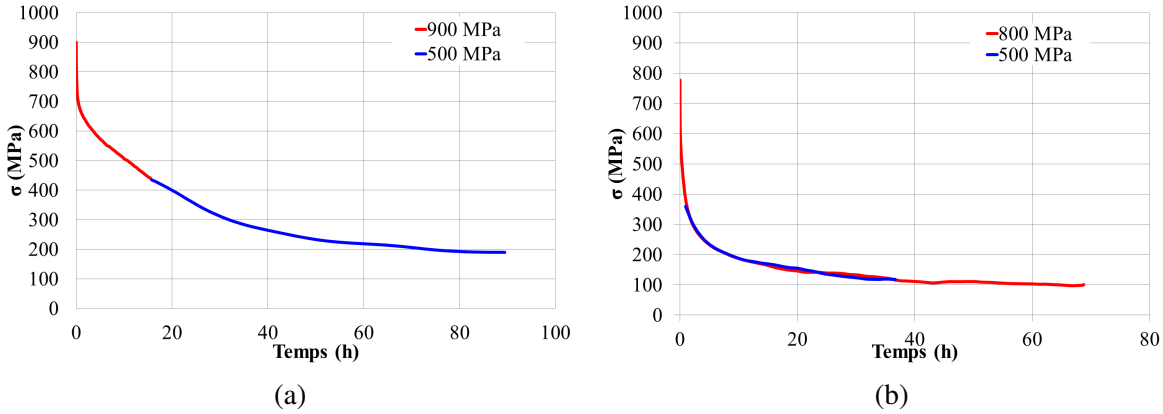


FIGURE III.22 – Superposition et reconstruction des courbes de relaxation $\sigma = f(t)$ à (a) 760 et (b) 790 °C.

Cette reconstruction montre bien que les mécanismes contrôlant la viscoplasticité, dans cette gamme de température et contrainte, sont les mêmes, quelle que soit la contrainte initiale de l'essai de relaxation.

4.3 Influence de la microstructure initiale

L'influence de la taille des précipités γ'_{II} a été discutée précédemment (voir section 3.4.1). Il a été montré que la vitesse de relaxation à 760 °C pour trois contraintes initiales de 200, 500 et 900 MPa est accélérée lorsque la vitesse de refroidissement est plus faible. Ce résultat

est observable sur les courbes du diagramme de Norton en comparant l'essai de relaxation à 900 MPa et 760 °C (figure III.23). Le décalage sur l'axe Y montre que la vitesse de relaxation est plus importante pour une taille de précipités plus grande, ce qui semble logique sachant qu'une microstructure plus grossière est moins efficace pour bloquer l'écoulement en fluage [12, 111, 112].

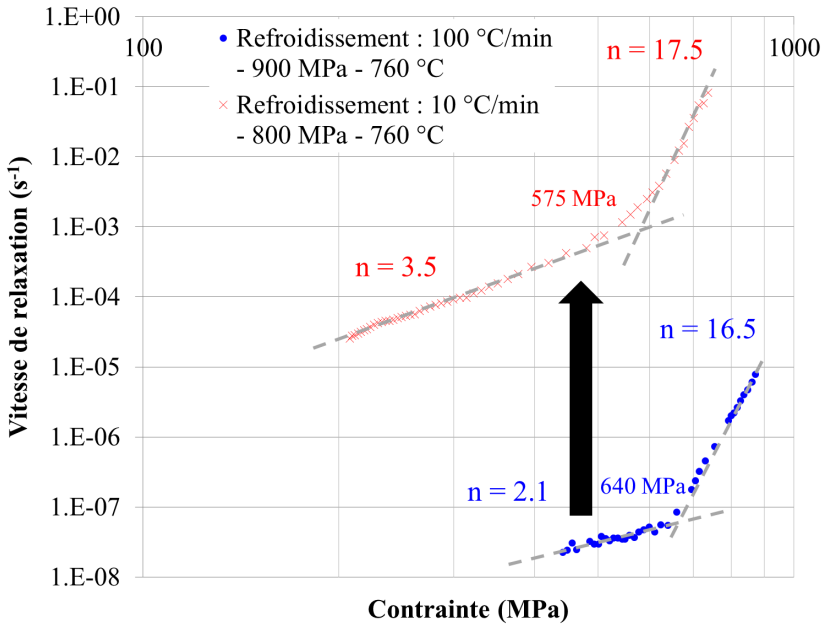


FIGURE III.23 – Influence de la vitesse de refroidissement et de la taille des précipités secondaires sur les courbes de Norton provenant des courbes de relaxation à 760 °C présentées sur la figure III.12c sur l'échantillon PX-250 (courbe rouge) et PX-96 (courbe bleue).

On observe que pour les deux échantillons avec des tailles de précipités différentes, il y a une transition de mécanismes. Cette transition est bien moins nette pour l'échantillon refroidi à 10 °C/min (PX-250). De plus, la valeur de la contrainte de transition est inférieure à l'échantillon refroidi à 100 °C/min (PX-96) : 575 MPa < 640 MPa. Le coefficient de Norton de l'échantillon PX-250 entre 200 et 575 MPa est égal à 3,5 soit une combinaison des mécanismes diffusionnels et dislocationnels contrôlant la viscoplasticité alors que l'échantillon PX-96 présente un mécanisme principalement diffusionnel. Cela est dû à la plus faible fraction en précipités secondaires γ'_{II} dans l'échantillon PX-250 et une largeur de canaux matriciels entre ces précipités plus importante qui ralentit moins l'écoulement des dislocations.

Les diagrammes Norton des microstructures ayant subi ou non un traitement thermique préalable de 72 heures à 760 °C (dit « de stabilisation ») et soumises à des essais de relaxation

à partir d'une contrainte initiale de 500 MPa à 760 °C montrent des réponses différentes en termes de mécanismes de déformation (figure III.24). La microstructure stabilisée présente deux mécanismes distincts et une discontinuité autour de 420 MPa. Au-dessus de 420 MPa, le coefficient de Norton correspond aux mécanismes dislocationnels (n = 16,6). En dessous de 420 MPa, le mécanisme est à la fois diffusionnel et dislocationnel avec un coefficient de Norton de 4. Cela prouve que la microstructure évolue durant le traitement thermique de revenu à 760 °C. On verra dans le chapitre V qu'à cette température les précipités secondaires augmentent en taille alors que les précipités tertiaires se dissolvent et disparaissent. La différence de pente à faible contrainte entre les 2 microstructures provient potentiellement de l'absence de la population des précipités tertiaires dans la microstructure stabilisée, qui laisse vide les canaux matriciels inter-précipités secondaires.

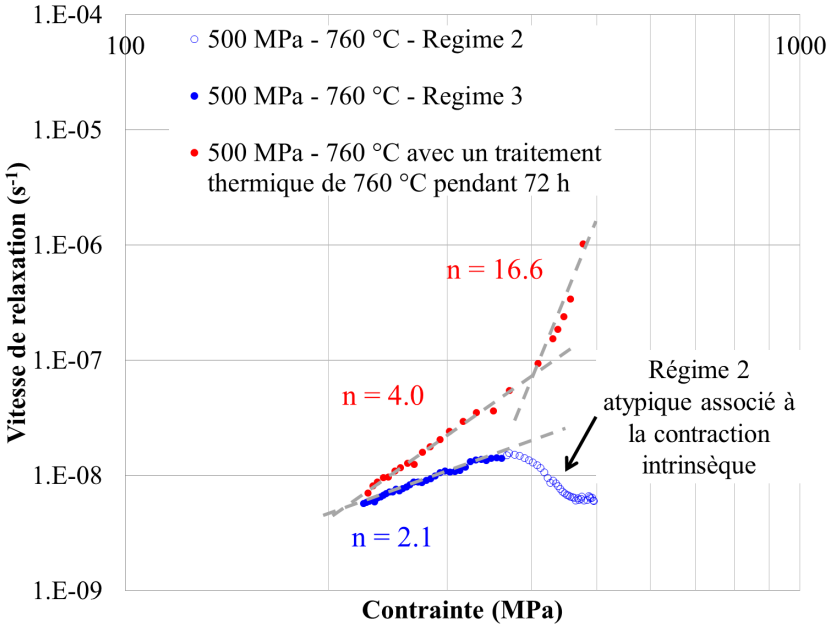


FIGURE III.24 – Influence du traitement thermique préalable sur les courbes de Norton provenant des courbes de relaxation à 760 °C, 500 MPa présentées en figure III.13.

Enfin, la figure III.25 montre le diagramme de Norton obtenu avec l'éprouvette pré-déformée pour y introduire des dislocations. La pré-déformation plastique a permis d'accélérer la relaxation grâce à l'introduction de dislocations et d'une activité plastique. Le diagramme de Norton montre deux coefficients très élevés sur le comportement avec pré-charge : 24,1 et 13,7. Le comportement reste contrôler par un mécanisme purement dislocationnel avec néanmoins deux régimes, un en dessous et un au dessus de 440 MPa. Sans

pré-déformation plastique, la diffusion est le mécanisme principal qui permet la relaxation (n = 2,3).

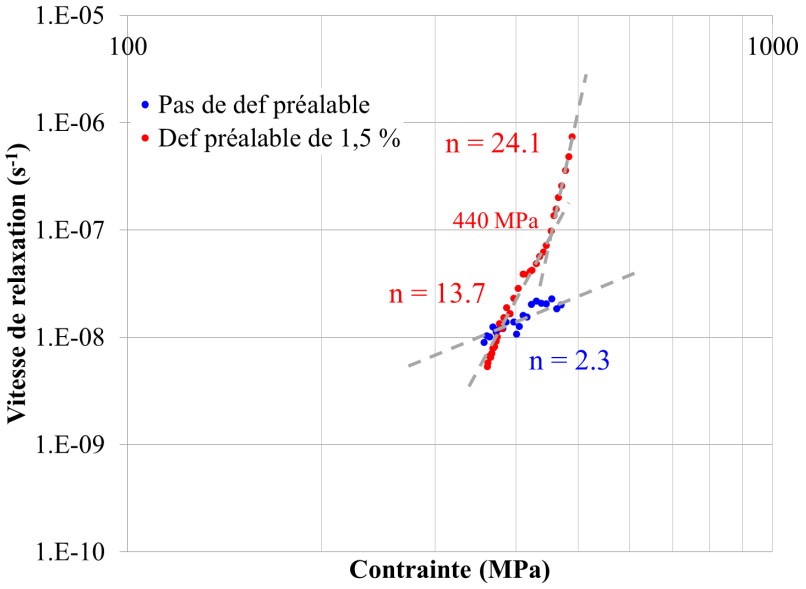


FIGURE III.25 – Influence de la présence initiale de dislocations sur les courbes de Norton dans les échantillons monogranulaires SX-100 à 760 °C, 500 MPa avec et sans pré-déformation provenant des courbes de relaxation présentées en figure III.16.

5 Essais de fluage

Deux essais de fluage ont été réalisés à 760 °C à des contraintes de 500 et 900 MPa afin de vérifier la validité des conclusions tirées des essais de relaxation.

Les résultats des essais de fluage sont présentés en figure III.26a. L'essai à 900 MPa présente un fluage classique, beaucoup plus rapide qu'à 500 MPa pour arriver à rupture pour une déformation plastique de 9 %. L'essai à 500 MPa montre un comportement atypique, comme en relaxation. Trois régimes sont définis :

— Régime 1 : de 0 à 1 heure, une absence totale de fluage est constatée. Le signal en relaxation montrait une augmentation de la contrainte dans la même échelle de temps, ce qui prouve une cohérence entre les essais (figure III.26b).

— Régime 2 : de 1 à 25 heures, la déformation plastique commence à augmenter lentement de 0 % jusqu'à une valeur de 0,10 %. La vitesse de fluage est très faible et constante ce qui fait écho à l'essai de relaxation qui montre une vitesse de relaxation

très faible et constante dans cette échelle de temps (figure III.26a).

— Régime 3 : de 25 heures à 55 heures, la vitesse de fluage s'accélère pour arriver à une déformation plastique de 16 %. L'essai a été interrompu à cette déformation plastique afin d'analyser les évolutions de microstructure et le développement de l'endommagement, sans avoir de pertubations associées à la rupture de l'éprouvette (figure III.26a).

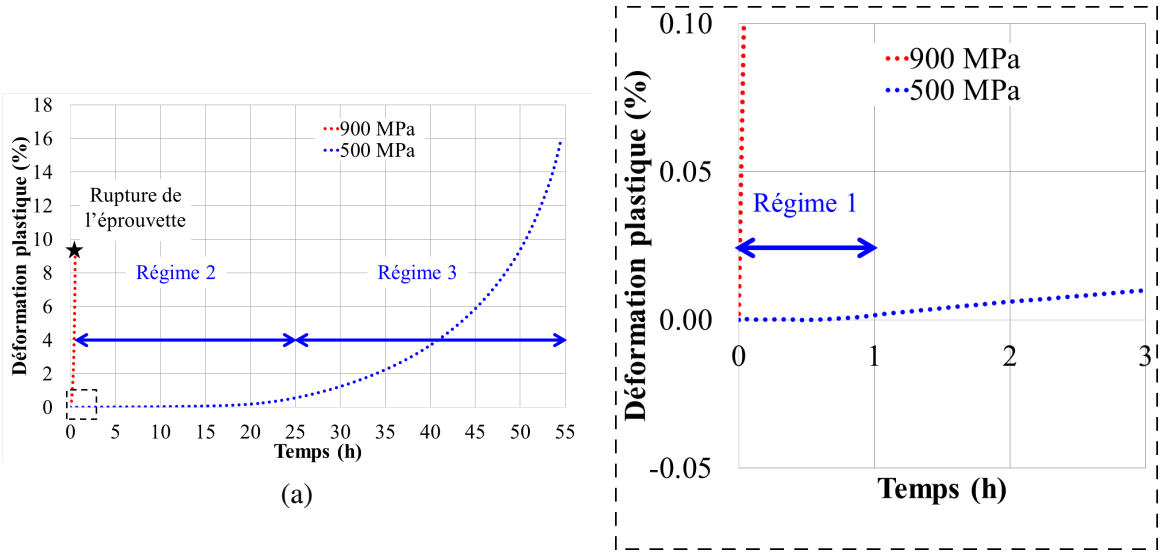


FIGURE III.26 – Résultats des essais de fluage à 760 °C à (a) 900 MPa et 500 MPa. (b) Zoom sur le début des essais de fluage (encadré en pointillé).

Une comparaison entre les essais de relaxation et les essais de fluage avec une contrainte de 500 MPa (figure III.27) montre une bonne concordance avec, durant les 25 premières heures, une évolution lente suivie d'un comportement plus classique.

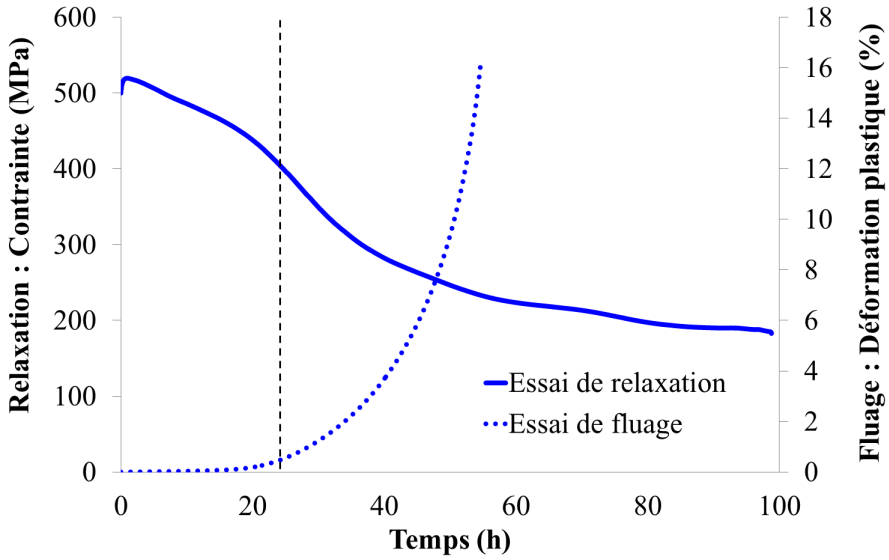


FIGURE III.27 – Comparaison entre les essais de relaxation et de fluage à une température de 760 °C pour une contrainte de 500 MPa correspondant à une déformation ε = 0,28 %.

La figure III.28 présente le diagramme de Norton de l'essai de relaxation à 900 MPa sur lequel a été superposée la vitesse de fluage minimale pour les essais de fluage à 500 MPa et 900 MPa à 760 °C. En effet, le diagramme de Norton peut se construire avec des essais de relaxation mais aussi avec plusieurs essais de fluage en représentant la vitesse de fluage secondaire (correspondant à la vitesse de déformation minimale de fluage) en fonction de la contrainte [19]. Pour l'essai de fluage à 500 MPa, la partie ralentie durant les 20-25 premières heures en début d'essai n'a pas été prise en compte pour déterminer cette vitesse de fluage minimale.

Les points provenant des deux essais de fluage se superposent parfaitement aux données de l'essai de relaxation. Cela montre qu'il existe deux mécanismes bien distincts de déformation dépendant directement de la contrainte : un mécanisme diffusionnel à basse contrainte et dislocationnel à plus forte contrainte.

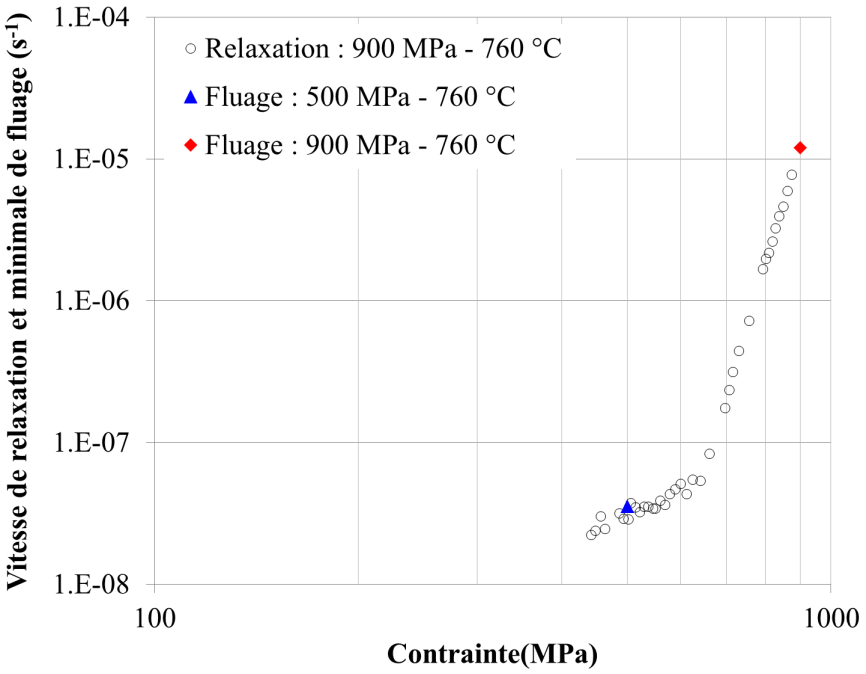


FIGURE III.28 – Diagramme de Norton à 760 °C représentant l'essai de relaxation à 900 MPa et les essais de fluage à 500 et 900 MPa.

6 Conclusions et comparaison avec le superalliage Rene 65

L'ensemble des résultats macroscopiques obtenus en dilatométrie, relaxation et fluage montre que selon les conditions de traitement thermique préalable, le comportement en relaxation et fluage de l'AD730^{TM} peut être atypique ou plus classique.

A 760 °C, une contraction de 0,016 % sur la matière polycristalline mise en solution sub-solvus (4 heures à 1080 °C) et refroidie à 100 °C/min a été constatée durant les 25 premières heures. Dans l'hypothèse d'une déformation élastique, la contrainte équivalente est de l'ordre de 30 MPa. Ce résultat n'est pas courant en condition isotherme et il reflète une évolution à une échelle plus fine. Un des objectifs du chapitre V est la compréhension de ce phénomène. La contraction ralentit la relaxation lorsque les contraintes initiales appliquées sont de faibles ampleurs (200 et 500 MPa). Lors des essais de relaxation à 760 °C, une compétition a lieu au cours des 25 premières heures entre la contraction macroscopique qui tend à augmenter la valeur de la contrainte et les mécanismes diffusionnels qui relaxent les contraintes. Lorsque la contrainte initiale est plus élevée (900 MPa), le mécanisme prédominant devient le mécanisme dislocationnel qui passe au premier ordre et qui prédomine sur tout autre phénomène

existant.

Il est important de noter que lorsque la microstructure est stabilisée avec un traitement thermique préalable de 760 °C pendant 72 heures, l'essai de relaxation à 760 °C sous 500 MPa ne présente plus de comportement atypique, les mécanismes dislocationnels étant alors facilités.

La fraction et la taille des précipités cohérents semblent jouer un rôle prépondérant sur la contraction : plus la fraction est élevée plus la contraction est importante. De plus, les joints de grains jouent un rôle non négligeable sur la capacité à relaxer de l'alliage.

Les superalliages à base nickel Rene 65 et AD730^{TM} de type γ/γ' sont des alliages très proches d'un point de vue chimique, microstructure et propriétés mécaniques. Il est donc intéressant d'observer s'ils ont les mêmes comportements en relaxation. Si oui, les explications dans les chapitres suivants concernant l'alliage AD730^{TM} pourront être extrapolées au superalliage Rene 65.

Les essais de relaxation et les diagrammes de Norton à 760 °C pour des contraintes initiales de 900 et 500 MPa ont donc été reproduits sur le Rene 65 et les résultats comparatifs sont présentés sur la figure III.29.

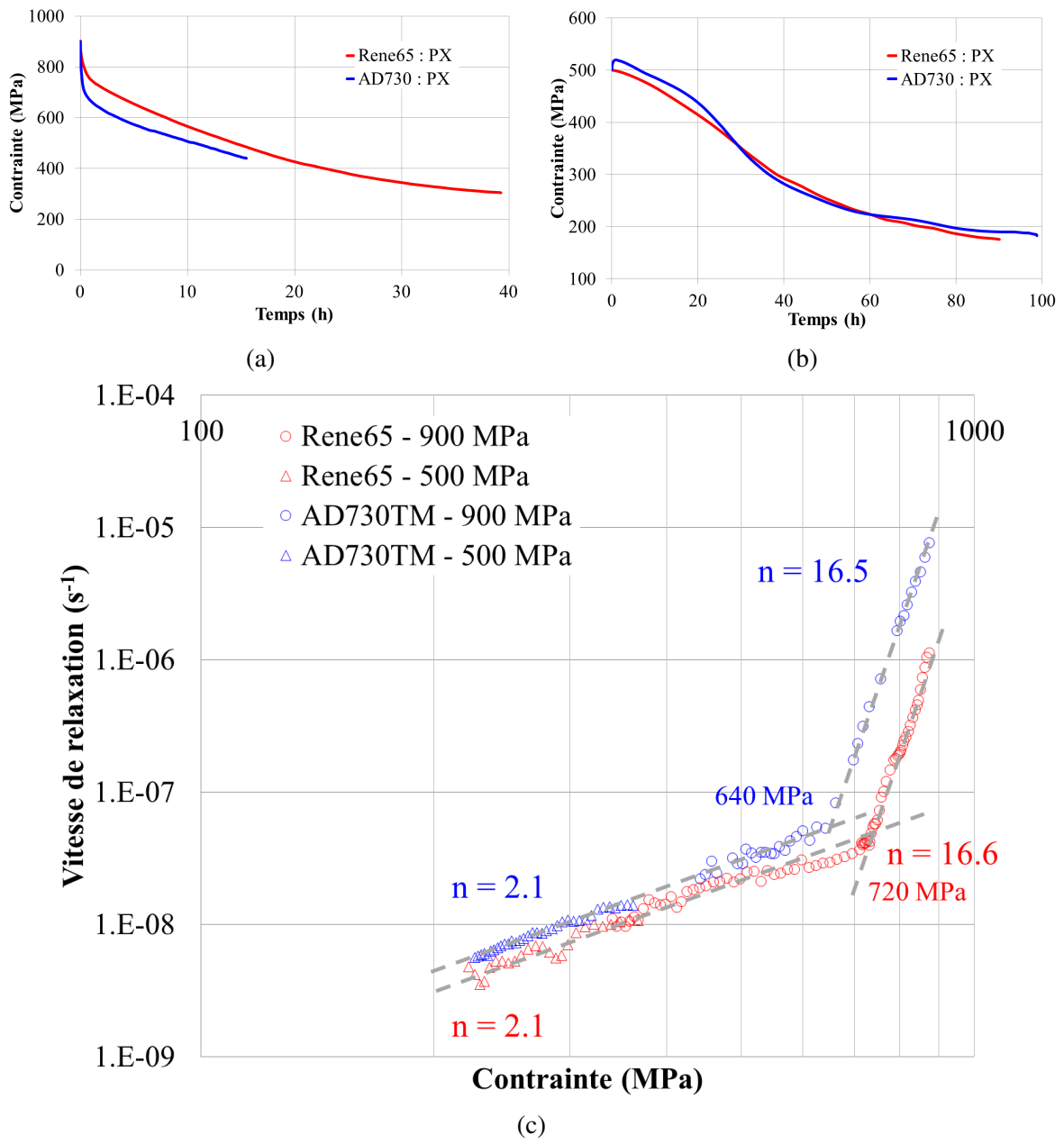


FIGURE III.29 – Comparaison du comportement en relaxation des superalliages AD730^{TM} et Rene 65 à 760 °C, (a) 500 MPa et (b) 900 MPa. (c) diagramme de Norton comparatif entre les deux superalliages.

Les courbes macroscopiques de relaxation à 760 °C du superalliage Rene 65 sont très similaires aux courbes de relaxation du superalliage AD730^{TM} pour la condition de 900 et 500 MPa. À la contrainte initiale de 500 MPa, les essais macroscopiques du Rene 65 présentent aussi un ralentissement durant les 20-25 premières heures d'essai. Les coefficients de Norton sont identiques sur les deux superalliages. La différence entre ces deux alliages se situe au niveau de la rupture de pente séparant une viscoplasticité contrôlée par des mécanismes dif-

fusionnels et dislocationnels. De plus, la vitesse de relaxation semble légèrement supérieure dans l'alliage AD730^{TM}.

Dans les deux prochains chapitres, nous allons chercher à comprendre, à l'échelle de la microstructure, les mécanismes qui pilotent la partie « **classique** » (courbes bleues sur la figure III.30) et les mécanismes responsables de la partie « **atypique** » (courbe rouge sur la figure III.30) de l'essai de relaxation.

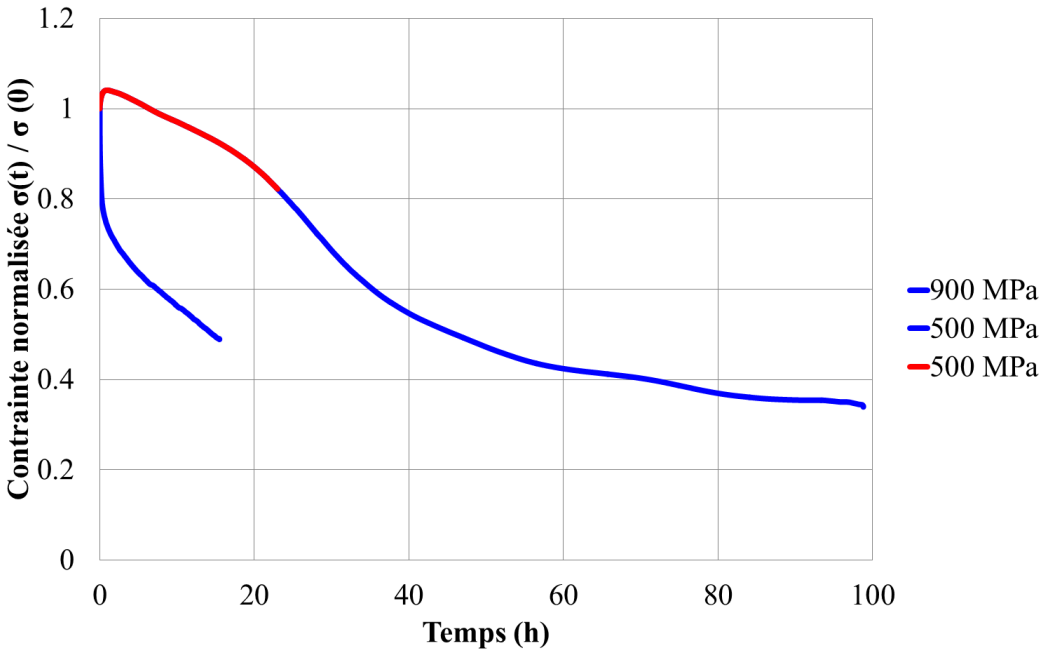


FIGURE III.30 – Essais de relaxation à 760 °C avec une contrainte initiale de 500 et de 900 MPa. En bleu, la partie « **classique** » de la relaxation et en rouge la partie « **atypique** »

Mécanismes de déformation dislocationnels et diffusionnels - Partie « classique » des courbes de relaxation

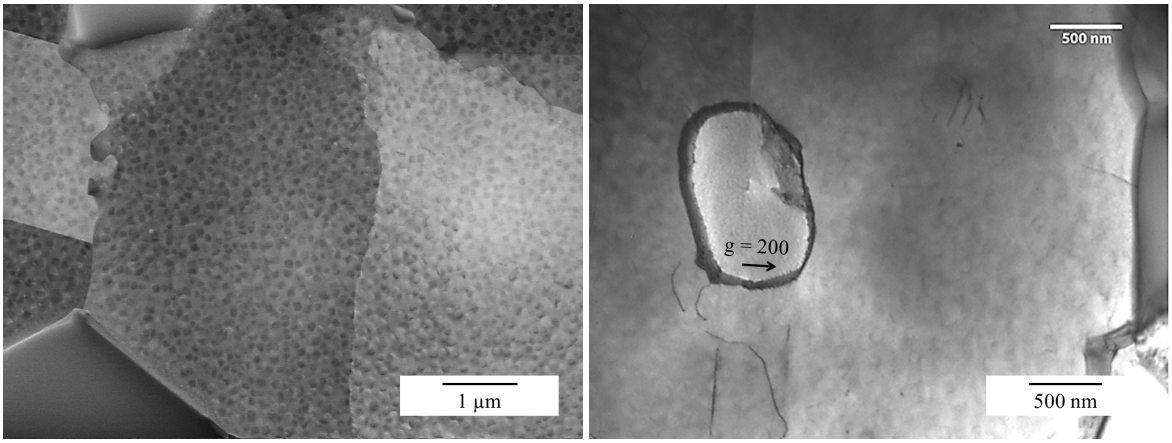
Chapitre IV

Mécanismes de déformation dislocationnels et diffusionnels

Le comportement durant les essais macroscopiques en fonction de la valeur de contrainte initiale, suggère que dans la partie « **classique** » (figure III.30), il existe deux mécanismes qui contrôlent l'aptitude d'un échantillon à relaxer ou à fluer. Ces deux mécanismes de déformation à 760 °C suggérés par l'analyse du diagramme de Norton (chapitre III, section 4) sont principalement le mécanisme diffusionnel entre 200 et 640 MPa et le mécanisme dislocationnel entre 640 et 900 MPa. Le but de ce chapitre est de confirmer ces mécanismes par des observations à l'échelle de la microstructure. Pour cela, une analyse des paysages de dislocations à coeur des grains et aux abords des joints de grains sera effectuée pour différentes contraintes appliquées afin de pouvoir distinguer le mécanisme dislocationnel. Quant au mécanisme diffusionnel, dont les traces microstructurales sont bien plus subtiles, il sera discuté à partir des microstructures obtenues après des essais de fluage qui permettent d'exacerber les phénomènes par l'application d'une force maintenue constante sur de longues durées.

1 Mécanismes de déformation dislocationnels

Dans la microstructure PX initiale (échantillon PX-96), il n'y a presque aucune dislocation visible sur les images ECCI et seulement quelques dislocations rectilignes peuvent être observées par MET (figure IV.1), provenant probablement des étapes de forgeage précédentes.



(a) (b)

FIGURE IV.1 – Echantillon polycristallin à l'état initial PX-96 observé par (a) ECCI et (b) MET en champ clair.

Après un maintien à 760 °C pendant 40 heures (tête de l'éprouvette de relaxation), aucune dislocation n'est visible sur les images ECCI (figures IV.2a et IV.2b). Par ailleurs, une faible densité de dislocations est présente au coeur des grains de l'échantillon prélevé dans la partie utile de l'éprouvette relaxée à partir d'une contrainte initiale de 500 MPa (ε = 0,28 %) à la même température (figures IV.2c et IV.2d). Par contre, une densité de dislocations plus forte se développe à proximité et dans les précipités primaires γ'_I ainsi qu'à proximité des joints de grains et des joints de mâcles (figure IV.3).

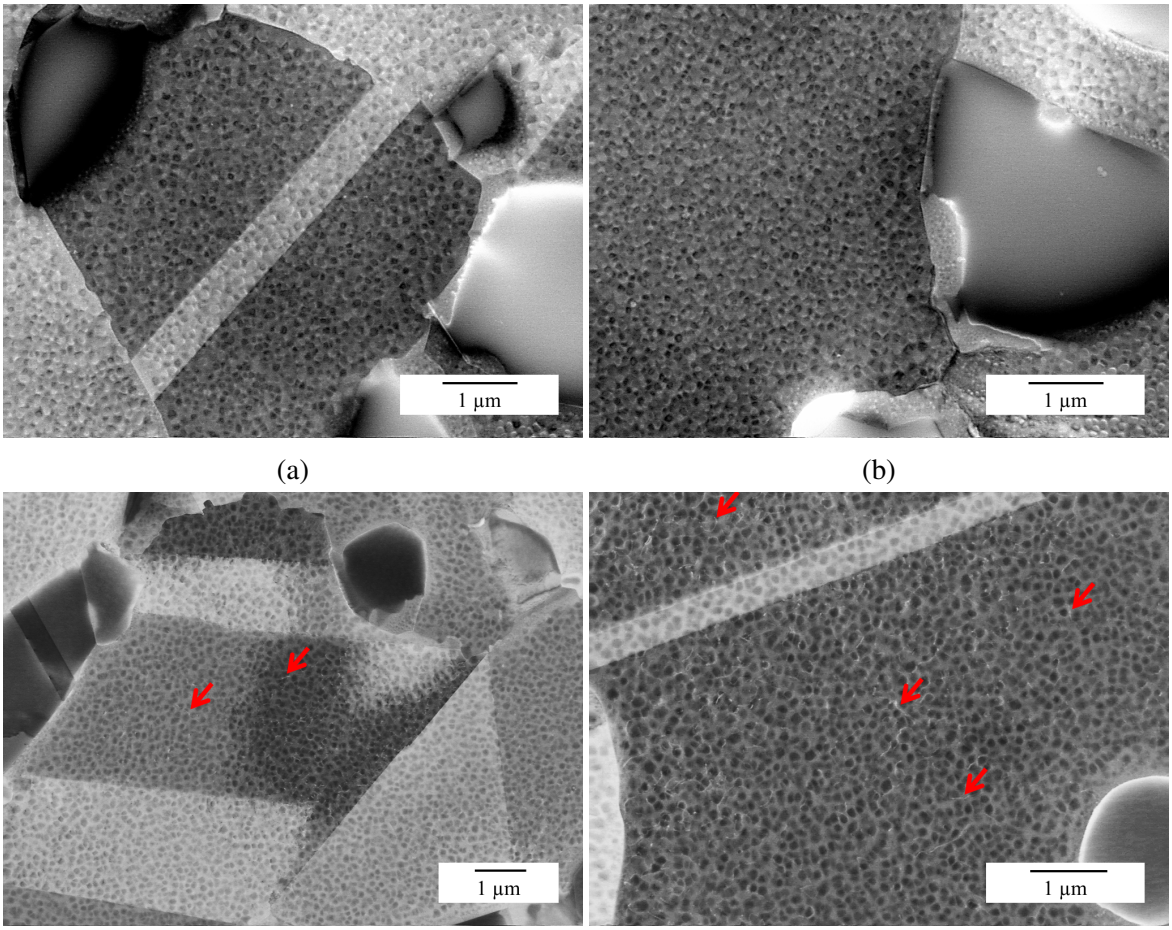


FIGURE IV.2 – Images ECCI montrant (a), (b) l'échantillon traité thermiquement à 760 °C pendant 40 heures : PX-96 + TTh 760 °C / 40 h (tête de l'éprouvette de relaxation) et (c), (d) l'échantillon relaxé à 760 °C sous une contrainte initiale de 500 MPa pendant 40 heures : PX-96 + Relax 760 °C / 40 h / 500 MPa (partie utile de l'éprouvette de relaxation).

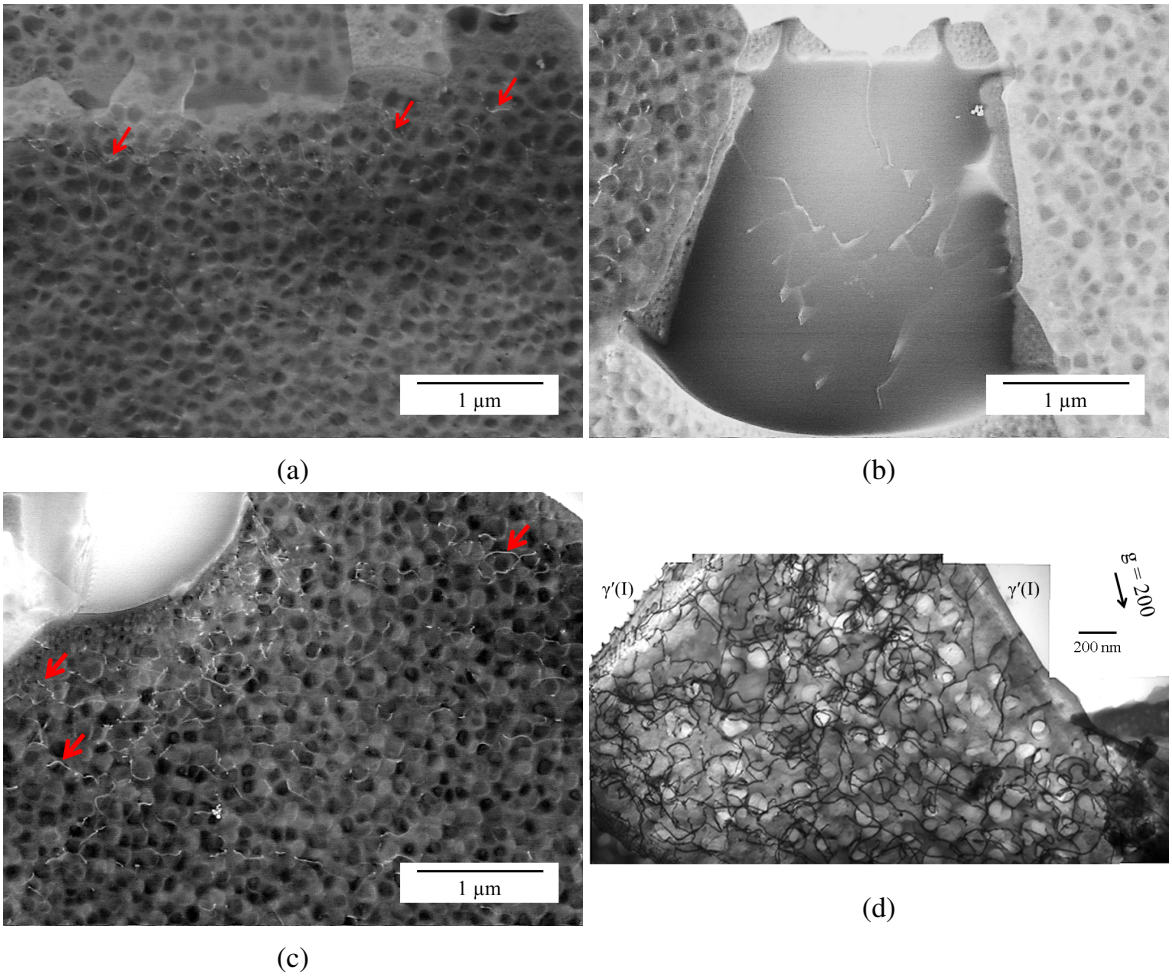


FIGURE IV.3 – Echantillon PX-96 après essai de relaxation à 760 °C / 40 h / 500 MPa. Images ECCI révelant la présence de dislocations (a) aux abords d'un joint de grains, (b) dans les précipités γ'_I et (c) autour d'un précipité γ'_I. (d) Image MET en champ clair montrant des dislocations parfaites courbées (contournement) près de précipités γ'_I.

Dans cet échantillon, les dislocations sont essentiellement des dislocations parfaites. Elles interagissent avec les précipités durcissants par des mécanismes de contournement au vu du fait que les dislocations soient fortement courbées. Même si la contrainte de 500 MPa initialement appliquée est dans le domaine élastique macroscopique, la déformation plastique a clairement été déclenchée dans les zones de concentration de contraintes.

Avec la contrainte initiale de 900 MPa, proche de la limite d'élasticité macroscopique qui est d'environ 1 GPa à 760 °C, les grains sont fortement déformés (figure IV.4a) avec une très forte densité de dislocations partielles et parfaites généralisée au sein des grains (figure IV.4b).

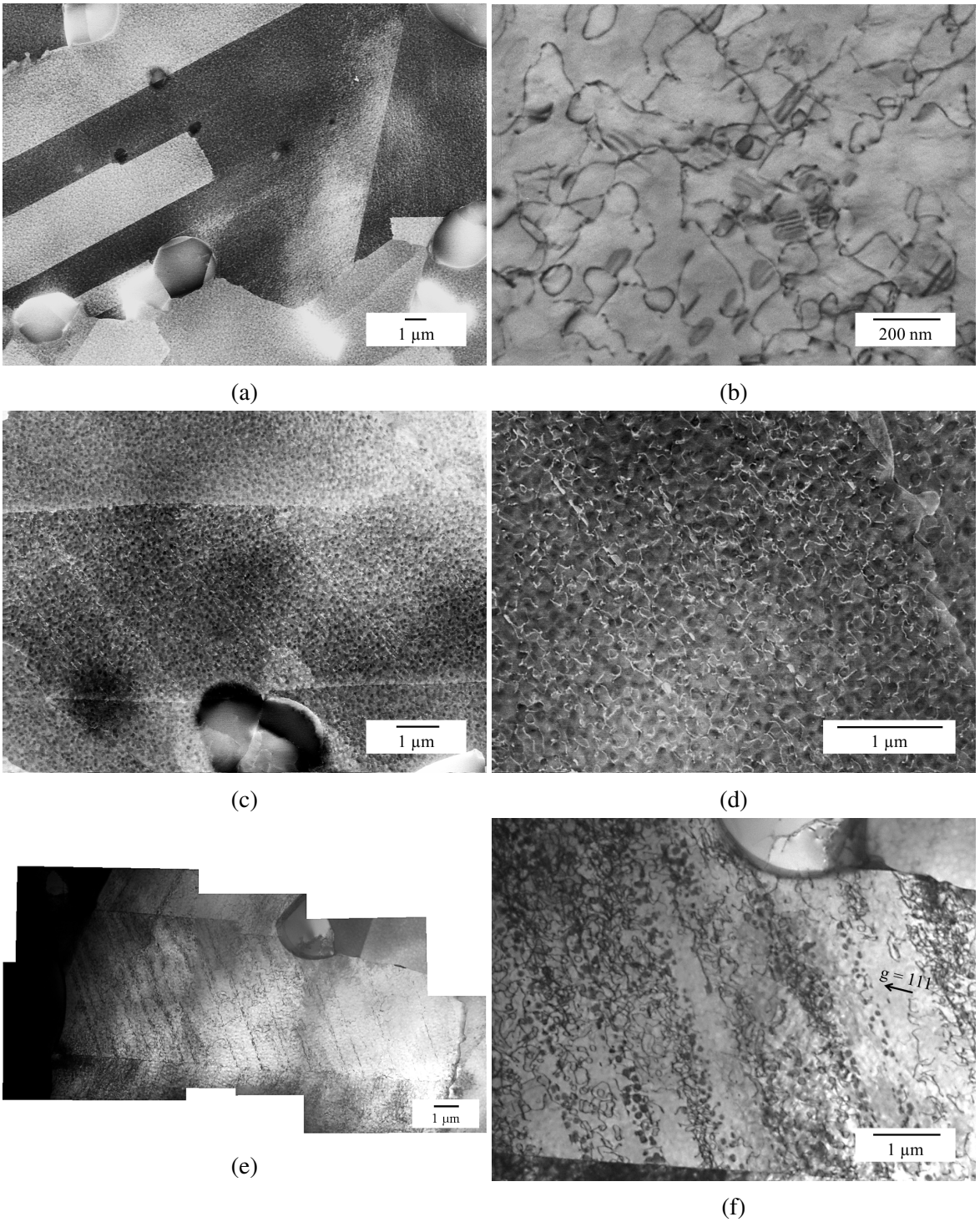


FIGURE IV.4 – Echantillon PX-96 relaxé à partir de 900 MPa à 760 °C après 16 heures. (a) image ECCI à faible grandissement permettant d'observer des fluctuations d'intensité BSE dues aux dislocations dans les grains. (b) image MET en champ clair à fort grandissement à cœur de grains révélant la coexistence de mécanismes impliquant des dislocations partielles et des parfaites. (c), (d) images ECCI et (e), (f) images MET représentant de nombreuses fautes d'empilement dans les précipités, dans les plans {111}, qui témoignent de l'activation des mécanismes impliquant des dislocations partielles.

La présence de nombreuses dislocations parfaites (courbées) révéle le mécanisme de contournement. De plus, de nombreuses fautes d'empilements visibles après relaxation à 900 MPa dans les précipités γ'_{II}, parallèles aux plans $\{111\}$, témoignent de l'activation des mécanismes impliquant des dislocations partielles (figures IV.4c et IV.4e). Le cisaillement des précipités peut également être déduit de leur morphologie (figure IV.5). Aucun signe de cisaillement des précipités secondaires n'a, en revanche, été observé sur les échantillons relaxés avec une contrainte initiale de 500 MPa.

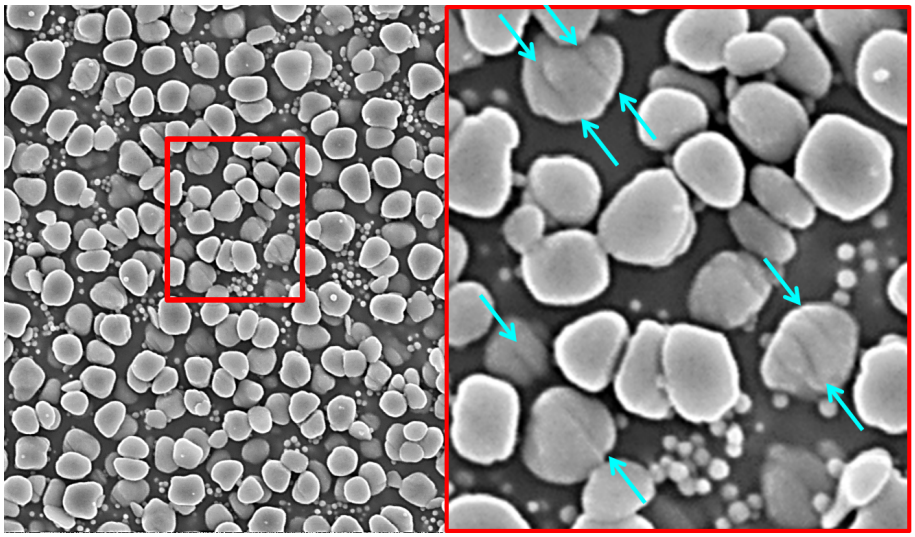


FIGURE IV.5 – Précipités γ'_{II} secondaires fautés / cisaillés observés par MEB-SE dans l'échantillon PX relaxé à partir de 900 MPa à 760 °C après 16 heures.

Une densité de dislocations aussi importante qu'à coeur de grains est visible proche des précipités γ'_{I}, dans ces précipités, aux abords des joints de mâcles (figure IV.6) et proche des joints de grains (figure IV.4d).

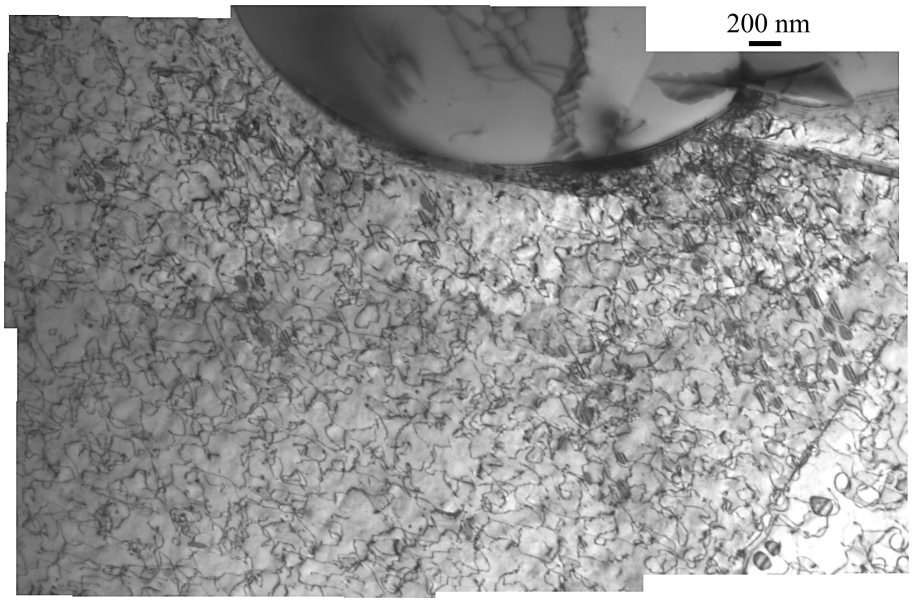


FIGURE IV.6 – Image MET montrant la densité de dislocations dans les précipités γ'_I, proches de ces précipités et à coeur de grains dans l'échantillon PX relaxé à partir de 900 MPa à 760 °C après 16 heures.

Lorsque la contrainte augmente (de 500 à 900 MPa ici), l'activité des dislocations parfaites augmente et des dislocations partielles apparaissent. Le passage du mécanisme diffusionnel au mécanisme dislocationnel est un processus continu.

2 Mécanismes de déformation diffusionnels

Après relaxation à 760 °C / 40 h sous une contrainte de 500 MPa, une faible densité de dislocations est observée à coeur de grains et une plus forte densité dans les zones de concentrations de contraintes (c'est-à-dire aux abords des joints de grains, et des précipités γ'_I, ainsi que dans les précipités γ'_I). Selon les diagrammes de Norton, entre 200 et 640 MPa à 760 °C, le mécanisme prépondérant devrait être un mécanisme diffusionnel aux joints de grains. Ce mécanisme est très difficile, voire impossible, à observer sur les échantillons de relaxation car la déformation des grains est faible mais apparait beaucoup plus clairement, grâce à une déformation plus avancée, dans l'échantillon PX-96 après fluage sous une contrainte de 500 MPa à 760 °C pendant 55 heures (figure IV.7).

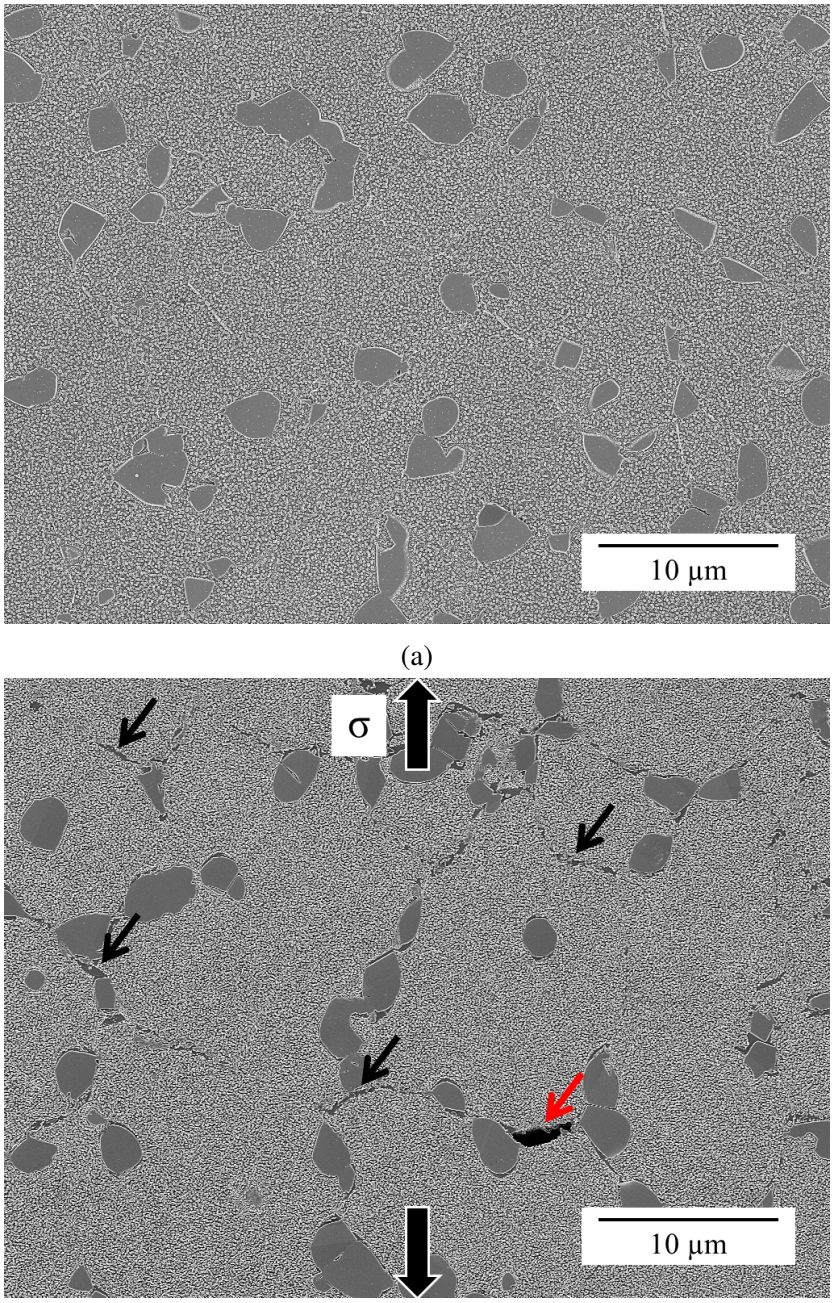


FIGURE IV.7 – Micrographies MEB-SE des échantillons PX-96 après (a) traitement thermique à 760 °C pendant 48 heures et (b) 55 heures de fluage à 760 °C sous une contrainte fixe de 500 MPa (la flèche rouge montre une cavité et les flèches noires des joints de grains appauvris en précipités).

L'échantillon ayant subit l'essai de fluage 760 °C / 500 MPa présente des traces de fluage diffusionnel consistant en des zones appauvries en précipités au niveau des portions de joints de grains perpendiculaires au chargement ou à 45 ° et aux abords des précipités γ'_I (flèches noires sur la figure IV.7b). De plus, on observe la création de cavités au niveau de ces mêmes

zones (flèche rouge sur la figure IV.7b). L'échantillon traité thermiquement à la même température et dans la même gamme de temps ne présente pas de tels phénomènes aux joints de grains (figure IV.7a). C'est donc bien l'application d'une contrainte qui actionne ces mécanismes diffusionnels aux joints de grains et non pas de la température seule. Des cavités se forment au niveau des joints de grains et des précipités γ'_I par l'alimentation en lacunes préférentielle le long des joints de grains (figure IV.8).

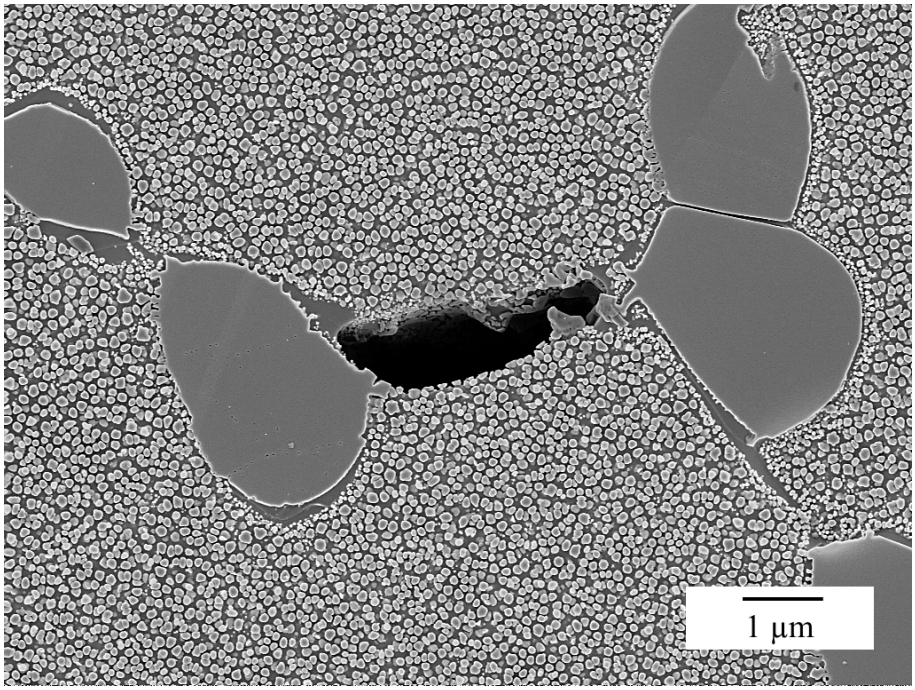
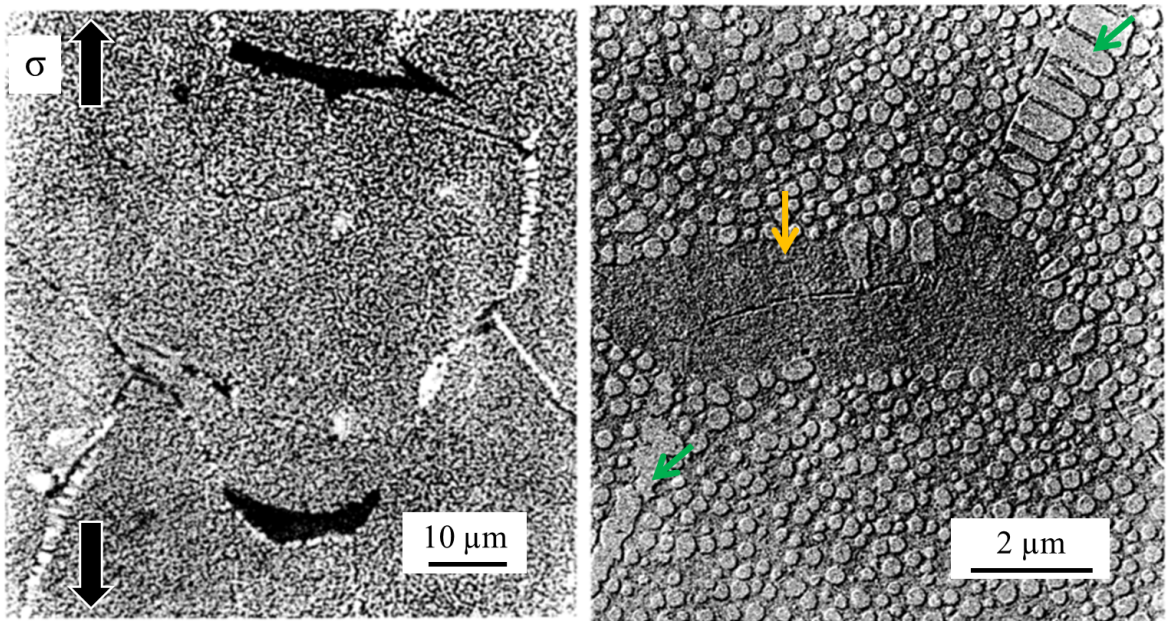


FIGURE IV.8 – Cavité située au niveau d'un joint de grains entre deux précipités γ'_I.

Le mécanisme de déformation diffusionnel provoque un allongement et un changement de forme des grains par diffusion le long des joints de grains à la température d'analyse. C'est ce que l'on retrouve classiquement en fluage. Comme notre matériau contient des précipités γ', cette diffusion affecte les précipités proches des joints de grains car les éléments d'alliages vont y ségréger préférentiellement, ce qui peut affecter potentiellement le taux de phase locale. Un mécanisme expliquant ce phénomène a été rapporté en 1971 dans un superalliage base nickel γ/γ' sans carbures et de composition chimique (% massique) 16 % Cr, 5 % Al et 4 % Ta [113]. Les observations sont présentées en figure IV.9. Les auteurs expliquent qu'une instabilité des précipités durcissants situés aux joints de grains est créée lors du fluage. La distribution des précipités va être modifiée par l'application d'une contrainte uniaxiale en fluage. Le fluage en traction entraîne la dissolution des précipités γ' aux joints de grains ali-

gnés plus ou moins transversalement à l'axe de sollicitation (flèche jaune - figure IV.9b), avec une augmentation de la fraction volumique des précipités de γ' au niveau des joints de grains orientés plus ou moins parallèlement à l'axe de la contrainte (flèches vertes - figure IV.9b). En revanche, l'inverse se produit lors du fluage compressif.



(a) (b)

FIGURE IV.9 – Morphologie des précipités γ' après un essai de fluage en traction, montrant un appauvrissement de la fraction des précipités γ' aux joints de grains perpendiculaires à l'axe de sollicitation et un enrichissement de la fraction des précipités γ' aux joints de grains parallèles à l'axe de sollicitation. L'axe de contrainte est vertical à la fois dans les vues à (a) grossissement inférieur et à (b) grossissement supérieur [113].

La figure IV.10 montre des images à plus fort grandissement qui révèlent, dans un premier temps, les abords des joints de grains plus ou moins perpendiculaires à la sollicitation dépourvus de tout type de précipités (flèches vertes et jaunes sur la figure IV.10a) alors que les abords de joints de grains plus ou moins parallèles à la sollicitation présentent une augmentation de la fraction volumique des précipités γ'_{IIGB} (GB pour « Grains Boundaries ») pointés par les flèches bleues sur les figures IV.10b et IV.10c. Ces précipités n'entrent pas dans la classification classique. Ils sont plus gros que les secondaires mais plus petits que les primaires. Ils seront appelés γ'_{IIGB} dans la suite.

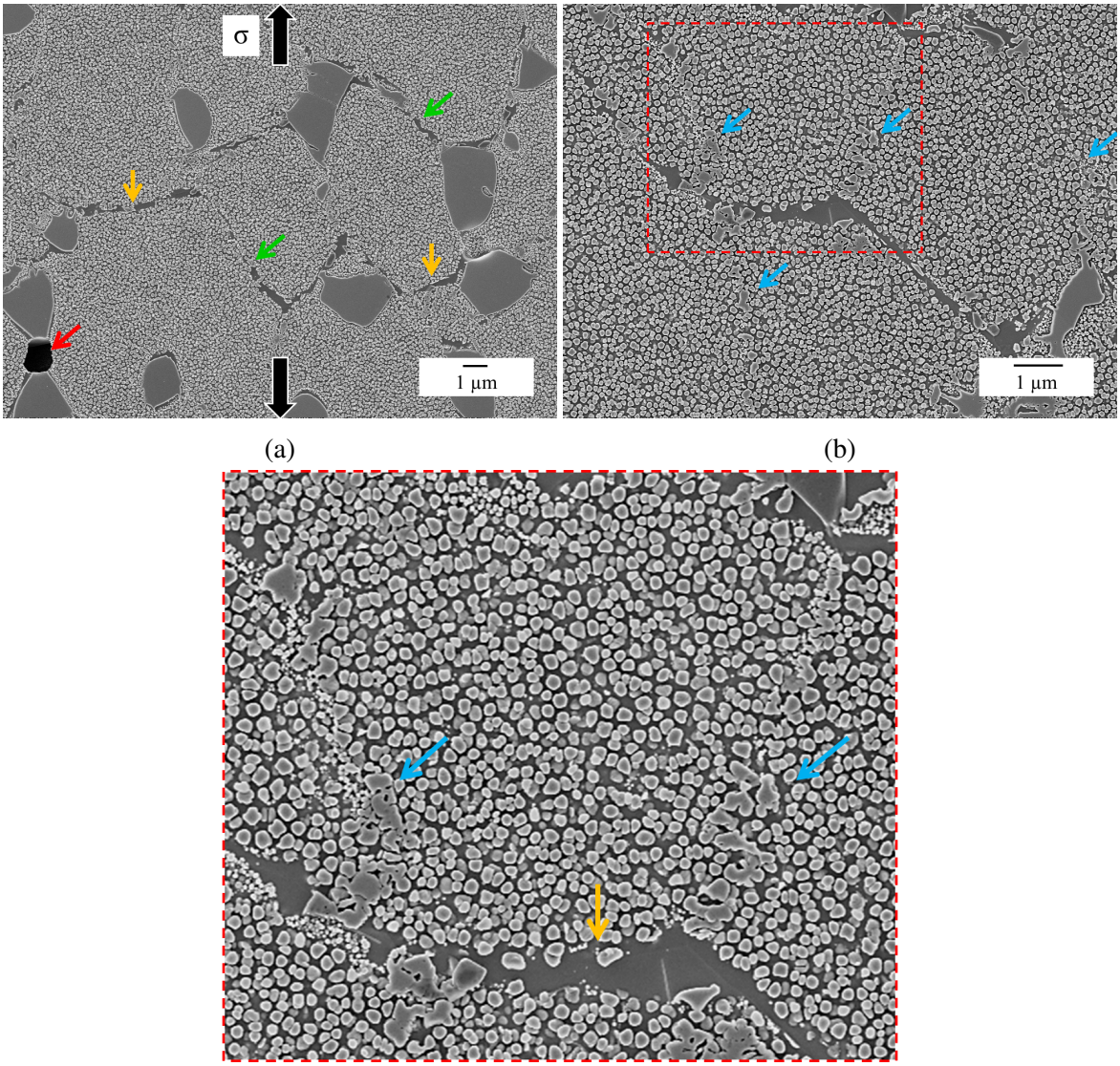


FIGURE IV.10 – Echantillon PX-96 après 55 heures de fluage sous une contrainte initiale fixée à 500 MPa à 760 °C. Images MEB-SE montrant (a) la formation d'une cavité (flèche rouge) et des zones appauvries en précipités durcissants au niveau des joints de grains perpendiculaires au chargement (flèches jaunes) ou à 45 ° (flèches vertes) et (b, c) image montrant les joints de grains orientés plus ou moins parallèlement à l'axe de sollicitation enrichis en précipités γ'_{IIGB} avec une morphologie aléatoire (flèches bleues)

Selon les observations et la morphologie des précipités proches des joints de grains, il semblerait que les joints de grains « migrent » durant l'essai de fluage provoquant ainsi la dissolution des précipités γ'_{II} et γ'_{III} et la formation de précipités de morphologie caractéristique sur le joint lui-même (figure IV.11a). La même morphologie typique a été observée dans les alliages γ/γ' associée à la migration d'un front de recristallisation (figures IV.11b et IV.11c) [114, 115]. Pour remarque, ce n'est pas une migration des joints de grains comme

celle que l'on peut observer durant la phase de croissance des grains mais un changement de morphologie 3D.

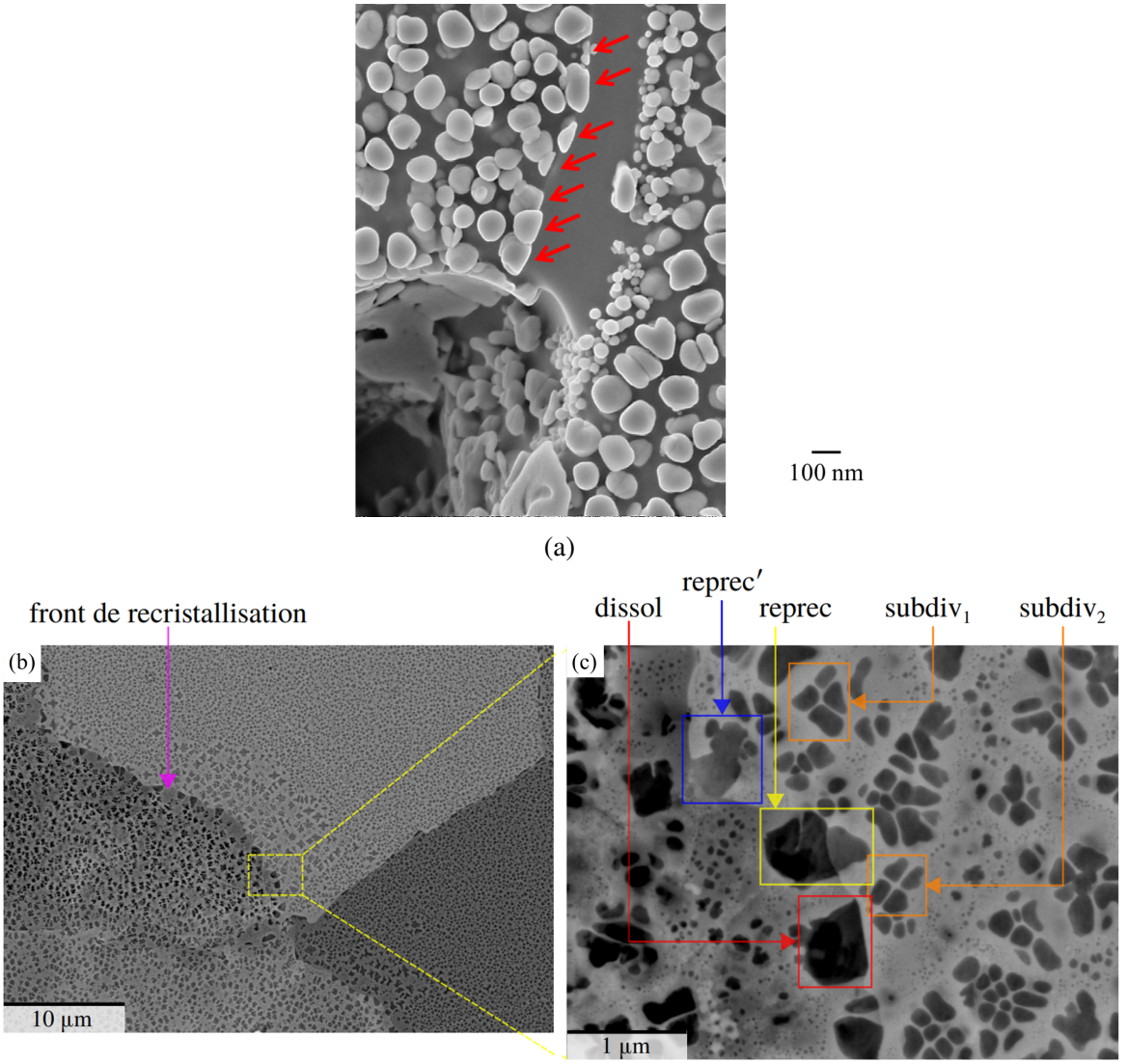
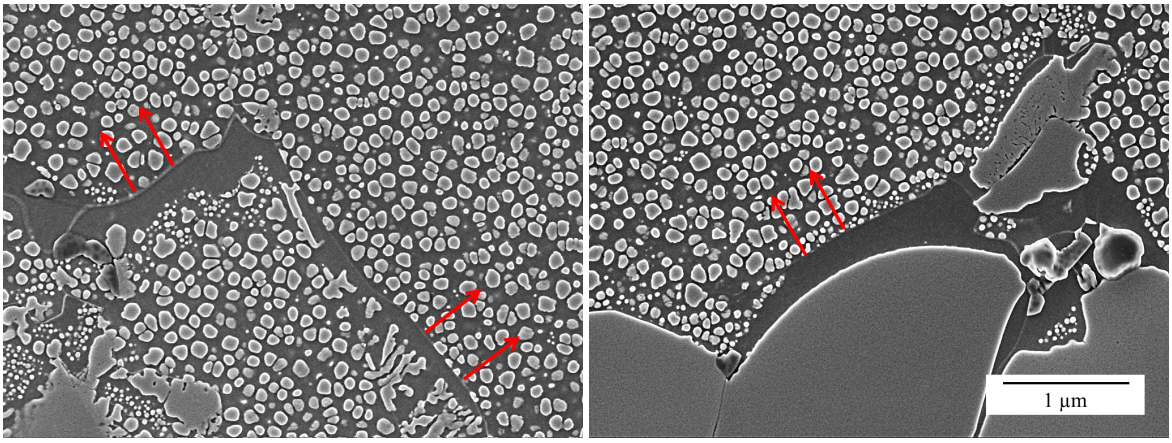


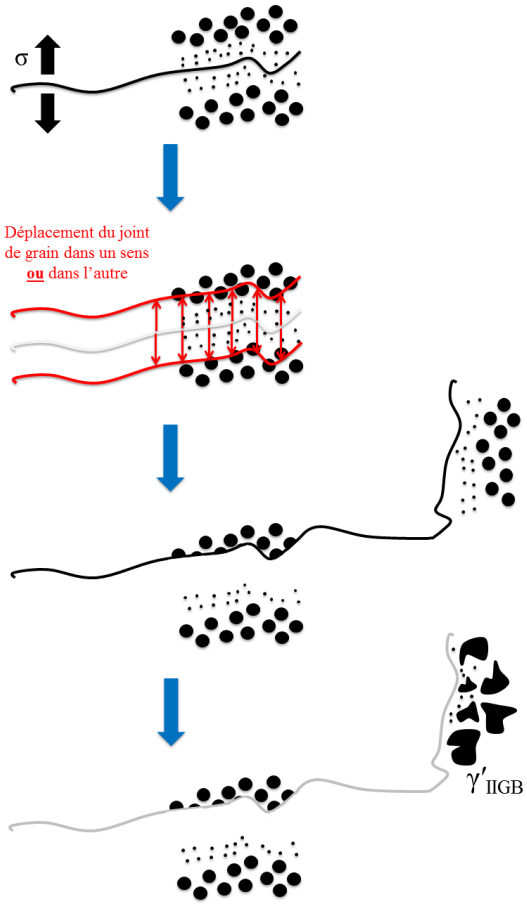
FIGURE IV.11 – (a) Image MEB-SE montrant des précipités γ'_{II} et γ'_{III} partiellement dissous (flèches rouges) proche d'une cavité sur l'échantillon PX-96 après 55 heures de fluage sous une contrainte fixée à 500 MPa à 760 °C.
(b) Zone contenant différents grains recristallisés et non recristallisés, et des précipités γ' et (c) zoom sur un front de recristallisation et des précipités γ' en contact avec ce dernier [114].

Par contre, nous ne savons pas quelle est la force motrice de migration des joints de grains, il faudrait des études complémentaires pour pouvoir répondre à cette question. Mis à part cela, le constat est le suivant : le fluage entraînerait la dissolution des précipités γ' aux joints de grains alignés plus ou moins perpendiculairement à l'axe de sollicitation. De plus,

on observe des précipités γ' plus gros car la diffusion nourrit leur croissance et par conséquent une augmentation de la fraction volumique de précipités γ'_{IIGB}. La topologie et l'évolution morphologique des précipités γ' associées à ce mécanisme sont schématisées sur la figure IV.12.



(a) (b)



(c)

FIGURE IV.12 – Micrographies montrant (a, b) la morphologie des joints de grains et de la phase γ' dans l'échantillon PX-96 après 55 heures de fluage à une contrainte de 500 MPa à 760 °C. (c) Représentation schématique de l'évolution morphologique des précipités γ' lors du déplacement des joints de grains.

Les résultats démontrent que la diffusion intergranulaire (modèle de Coble) dans les al-

liages polycristallins multiphasés peut provoquer des changements chimiques dans les régions aux abords des joints de grains qui, à l'extrême, entraînent des déplacements de phases et une évolution de leur morphologie aux joints de grains.

3 Conclusion

Pour la partie « **classique** » des essais macroscopiques de fluage et de relaxation présentés dans le chapitre III (figure III.30), le diagramme de Norton a montré qu'à 760 °C et entre 200 et 640 MPa, le mécanisme prépondérant est le mécanisme diffusionnel alors qu'entre 640 et 900 MPa, le mécanisme dislocationnel devient dominant. Ce chapitre IV a permis de confirmer ces différents mécanismes de déformation selon la contrainte/déformation appliquée à 760 °C. Les observations sur l'échantillon ayant vu l'essai de relaxation avec une contrainte initiale de 900 MPa ont révélé que les mécanismes dislocationnels combinent une forte densité de dislocations parfaites courbées à la fois à coeur de grains et proche des zones de concentrations de contraintes et des dislocations partielles. En partant d'une contrainte de 500 MPa, on retrouve des dislocations localisées proches des zones à concentrations de contraintes et/ou sources (proches des joints de grains, joints de mâcles et proches de précipités γ'_I) mais une densité très faible à coeur de grains. L'essai de fluage à 500 MPa a permis d'exacerber et de rendre visible les mécanismes diffusifs qui modifient la topologie de la phase γ' et peuvent provoquer la formation de cavités aux abords des joints de grains. Les précipités sont partiellement dissous aux joints de grains perpendiculaires à la sollicitation et au contraire grossissent et/ou se forment aux joints de grains plus ou moins parallèles à l'axe de sollicitation, en raison d'un transport de masse entre les joints de grains pendant le fluage. Ce mécanisme est associé à un flux diffusif intergranulaire qui cause des changements de morphologie des précipités aux joints de grains lors du fluage, permettant ainsi de faire glisser les grains les uns par rapport aux autres pour pouvoir accomoder la déformation.

Mécanismes responsables de la contraction isotherme et comportements associés - Partie « atypique » des courbes de relaxation

Chapitre V

Mécanismes responsables de la contraction isotherme

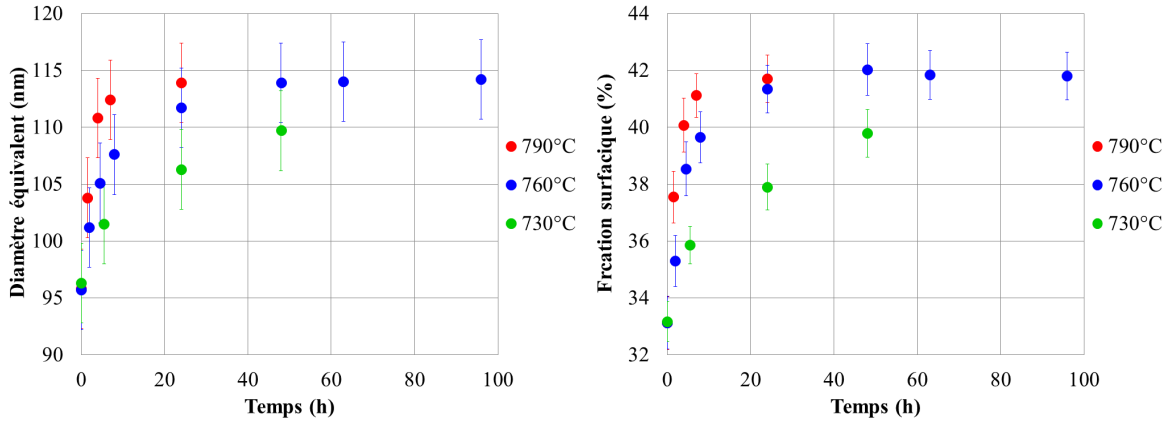
Le comportement macroscopique en dilatométrie isotherme révèle qu'il existe une contraction de l'éprouvette qui cause un comportement en relaxation et fluage « **atypique** » sur les 25 premières heures à 760 °C (figure III.30). Ce chapitre cherche à expliquer les mécanismes microstructuraux responsables de ce comportement. L'évolution de la taille moyenne des précipités γ'_{II} et γ'_{III} et de leur fraction surfacique durant le traitement thermique sera d'abord présentée. Puis, les évolutions de composition seront mesurées à coeur de grains par APT et leur impact sur les paramètres de maille des phases γ et γ' sera évalué par DRX de laboratoire avec traitement thermique *in-situ*. Enfin, le lien entre ces évolutions microstructurales et le comportement macroscopique en relaxation sera discuté.

1 Taille et fraction surfacique des précipités γ'_{II} et γ'_{III}

1.1 Précipités à coeur de grains

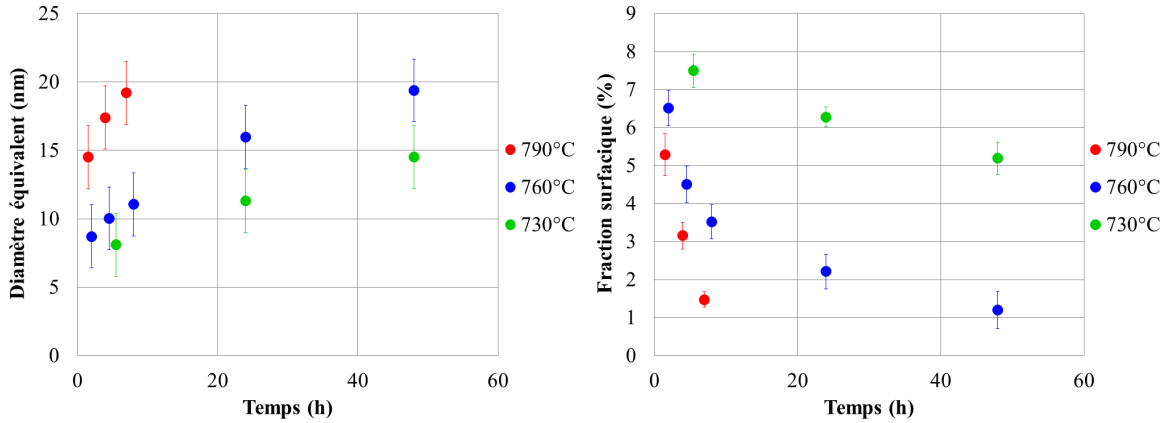
1.1.1 Cinétiques d'évolution des précipités durcissants au cours d'un traitement thermique

Les mesures d'évolution de la précipitation intragranulaire ont été réalisées sur l'échantillon PX-96. Les changements de taille et de fraction surfacique des précipités γ'_{II} et γ'_{III} ont été quantifiés après différentes durées de maintien isotherme à 730, 760 et 790 °C jusqu'à 100 h (figures V.1 et V.2).



(a) (b)

FIGURE V.1 – Evolution des précipités secondaires γ'_{II} lors du maintien isotherme à 730, 760 et 790 °C. (a) Diamètre équivalent moyen et (b) fraction surfacique des précipités.



(a) (b)

FIGURE V.2 – Evolution des précipités tertiaires γ'_{III} lors du maintien isotherme à 730, 760 et 790 °C. (a) Diamètre équivalent moyen et (b) fraction surfacique des précipités.

A 760 °C, au cours des 25 - 30 premières heures, les précipités γ'_{II} évoluent de manière significative : leur taille augmente de 96 nm à 114 nm, et leur fraction surfacique augmente de 33 % à 42 %. Après 30 heures, un équilibre semble être atteint, la taille et la fraction de surface restent constantes jusqu'à 100 h. Ceci est cohérent avec les résultats de Devaux et al. [20]. En effet, ces auteurs ont rapporté que, dans un échantillon d'AD730^{TM} qui avait subi la même mise en solution subsolvus (1080 °C / 4 h) mais avec un refroidissement à l'air, il y avait une légère augmentation de la taille des précipités secondaires après 8 heures à 760 °C.

Selon les calculs Thermocalc, entre 700 et 800°C, nous sommes dans un domaine où

théoriquement la fraction totale de phase γ' devrait diminuer [20]. Même si cela n'est qu'une simulation, la fraction est censée baisser mais cela n'est pas visible sur les mesures à l'équilibre des précipités γ'_{II} entre 760 et 790 °C (figure V.1b - à 730 °C, l'équilibre n'est pas atteint). Deux éléments de réponse peuvent alors être évoqués. Les images ont été réalisées sur les échantillons après un retour à la température ambiante. La fraction volumique des précipités étant supérieure à 20 °C qu'à 760 ou 790 °C, il est donc possible que le refroidissement final ait conduit à ce résultat malgré une trempe à l'eau. De plus, l'écart de température entre 760 et 790 °C n'est seulement que de 30 °C, soit une différence de fraction qui se situe un peu en dessous de 1 % donc dans notre erreur de mesure.

La population des précipités tertiaires γ'_{III} n'est quantifiable, par MEB, qu'au bout de 2 heures et pas dans l'état initial en raison de leur taille très faible (voir chapitre V, section 1.1.3). Cette population disparait au cours du temps, par dissolution et mûrissement d'Ostwald qui fait qu'après un certain temps, ils ne peuvent plus être séparés des précipités γ'_{II} sur un critère de taille. Le mûrissement d'Ostwald se produit afin de diminuer l'énergie d'interface du système et consiste en un grossissement des plus gros précipités au détriment des plus petits à fraction volumique totale constante. C'est un phénomène lent et contrôlé par la diffusion sous l'effet de gradients de concentrations en éléments précipitants qui se développent dans la matrice entre le voisinage des précipités les plus fins et celui des précipités les plus gros (phénomène connu sous le nom de l'effet Gibbs-Thompson).

Après 24 heures de traitement thermique (figure V.3), les précipités γ'_{III} sont très nombreux mais de petite taille à 730 °C, plus gros et beaucoup moins nombreux à 760 °C et ils ont disparu à 790 °C. La dissolution de cette population au profit de la population des précipités γ'_{II} et des plus gros précipités γ'_{III} par murissement d'Ostwald est visible sur les images à 760 °C après 2 heures et 24 heures de traitement thermique.

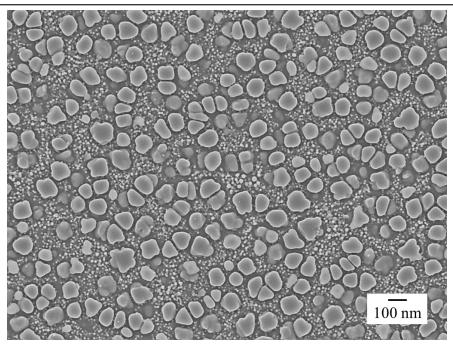
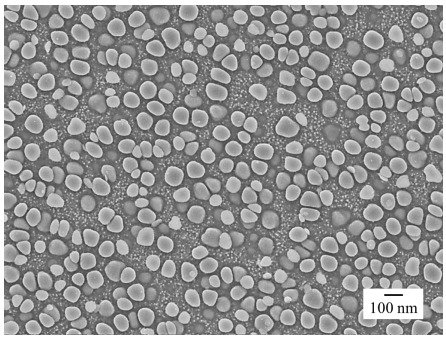
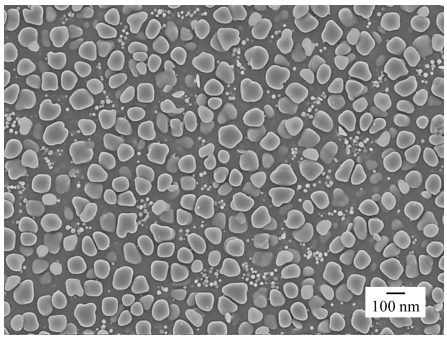
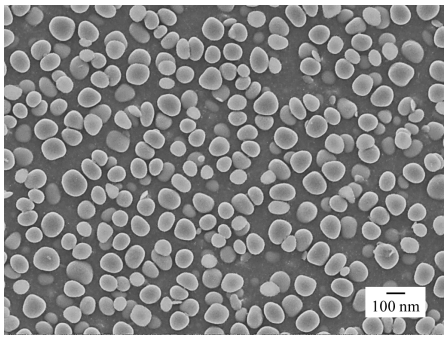
	2 heures	24 heures
730 °C	/	
760 °C		
790 °C	/	

FIGURE V.3 – Evolution de la population des précipités γ'_{III} de la microstructure PX-96 durant le traitement thermique en fonction de la température et du temps.

La fraction totale à coeur de grains, calculée en additionnant les contributions des précipités γ'_{II} et γ'_{III}, n'évolue pas au cours du temps de traitement thermique à 730, 760 ou 790 °C (figure V.4).

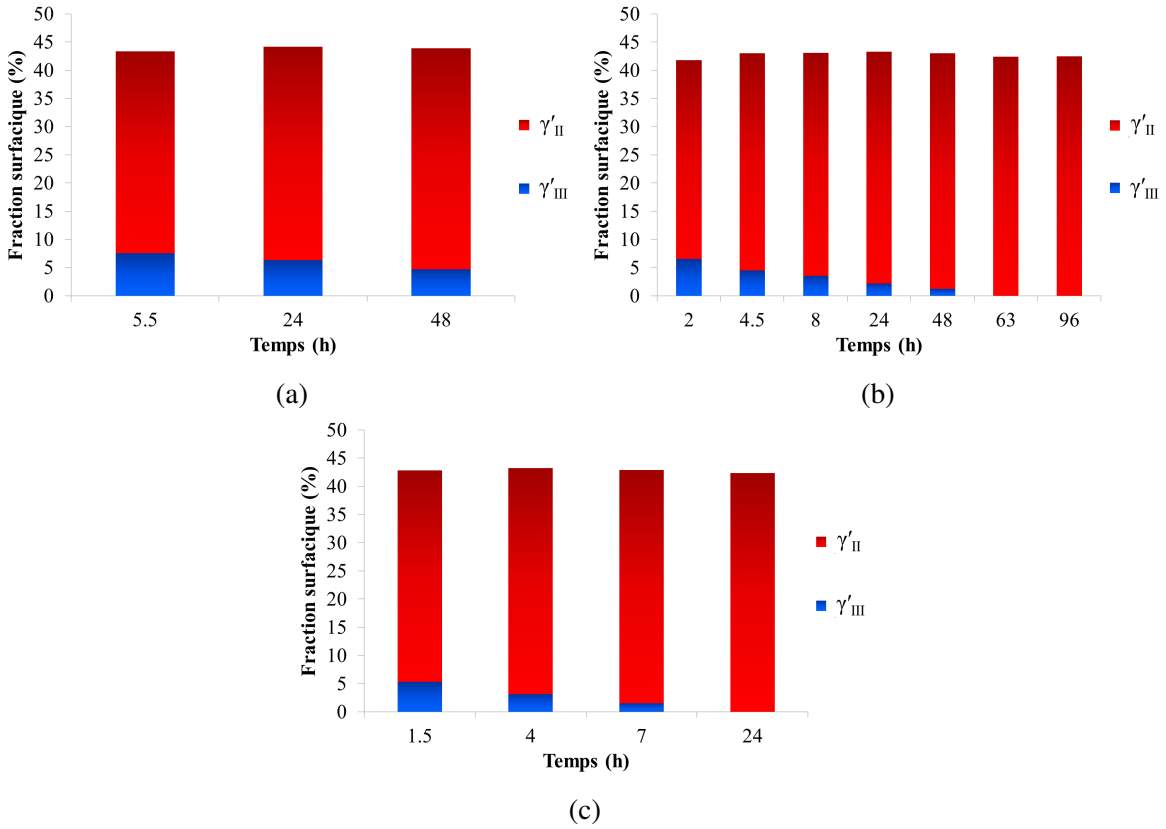
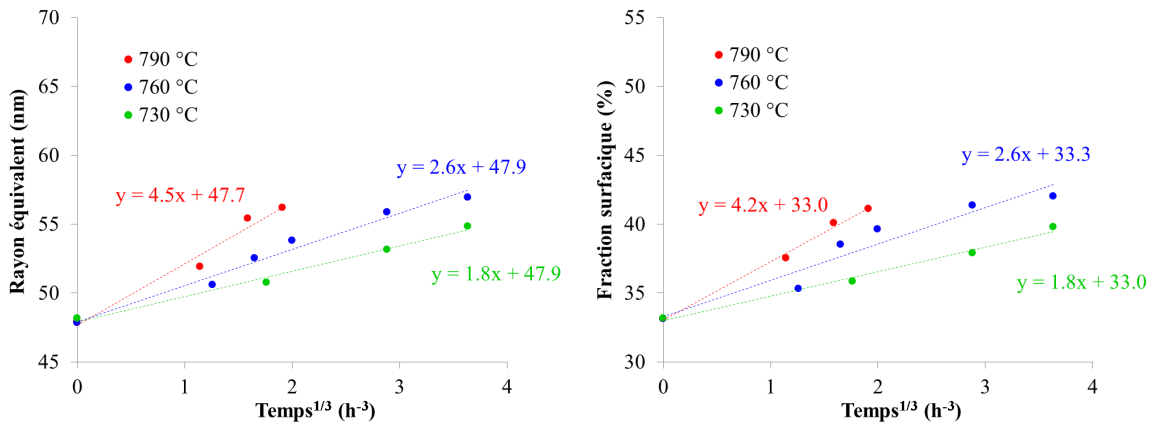


FIGURE V.4 – Fraction surfacique des précipités γ'_I, γ'_{II} et γ'_{III} en fonction du temps à (a) 730, (b) 760 et (c) 790 °C.

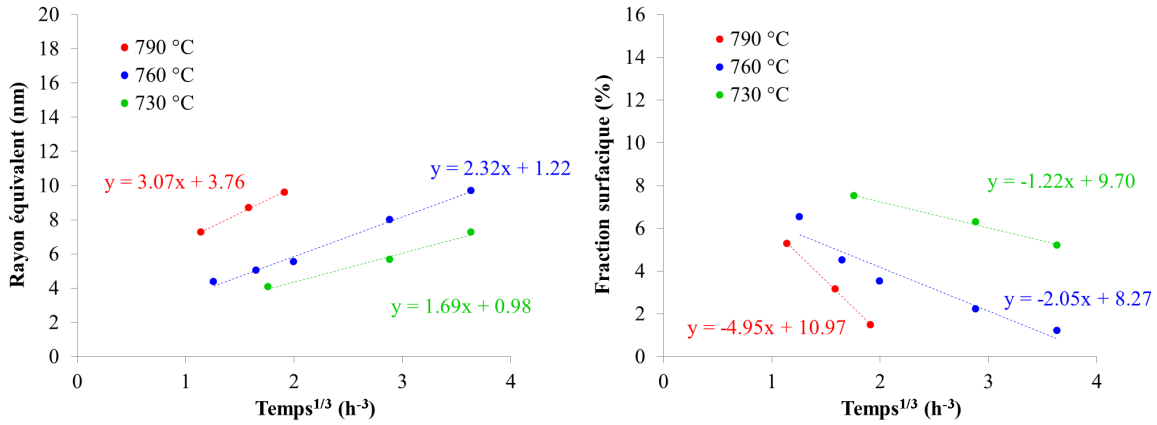
La diminution de la fraction des précipités γ'_{III} est compensée par l'augmentation de la fraction γ'_{II}. Ces résultats sont en accord avec les mesures de module d'Young à 760 °C sur l'échantillon PX-96 (figure III.3b). Pour rappel, ces analyses ont montré une très faible augmentation du module d'Young à 760 °C qui témoigne qu'il n y a quasiment pas ou très peu de précipitation γ' (chapitre III, section 2).

Au début des années 60, la croissance des précipités par mûrissement d'Ostwald a été décrite pour des alliages binaires par Lifshitz, Slyozov et Wagner (modèle LSW). Selon cette approche le rayon des précipités évolue selon le temps de traitement en $t^{1/3}$ [116]. La taille moyenne et la fraction surfacique des précipités γ'_{II} et γ'_{III} est tracée sur les graphiques des figures V.5 et V.6 selon le temps en traitement thermique porté à la puissance 1/3. Les résultats montrent que la taille des précipités semble être proportionnelle à $t^{1/3}$. De plus, suivant les pentes, on observe une évolution de la vitesse de croissance qui s'accélère avec la température.



(a) (b)

FIGURE V.5 – Evolution des précipités secondaires γ'_{II} lors du maintien isotherme à 730, 760 et 790 °C en fonction du temps à la puissance 1/3. (a) Rayon équivalent moyen et (b) fraction surfacique des précipités.



(a) (b)

FIGURE V.6 – Evolution des précipités tertiaires γ'_{III} lors du maintien isotherme à 730, 760 et 790 °C en fonction du temps à la puissance 1/3. (a) Rayon équivalent moyen et (b) fraction surfacique des précipités.

1.1.2 Evolution de la précipitation durcissante durant l'essai de relaxation à 760 °C sous une contrainte initiale de 500 MPa

Des changements de taille et de fraction surfacique des précipités secondaires et tertiaires intragranulaires se produisent également lors des essais de relaxation (figure V.7). La taille des précipités secondaires était initialement de l'ordre de 96 ± 3 nm (figure V.7a) et des précipités tertiaires sont également visibles dans la microstructure avant les essais de relaxation (flèches rouges sur la figure V.7a). Après 40 heures de relaxation à 760 °C à partir de 500

MPa (figure V.7b), une augmentation de la taille et de la fraction surfacique des précipités secondaires γ'_{II} est mesurée. Les précipités tertiaires γ'_{III} augmentent en taille et leur fraction surfacique atteint 1,9 % après 40 heures. Après 100 heures, les précipités tertiaires ont disparu (figure V.7c). Ces résultats sont tout à fait cohérents avec les évolutions constatées pendant le traitement thermique (figure V.1 et V.2).

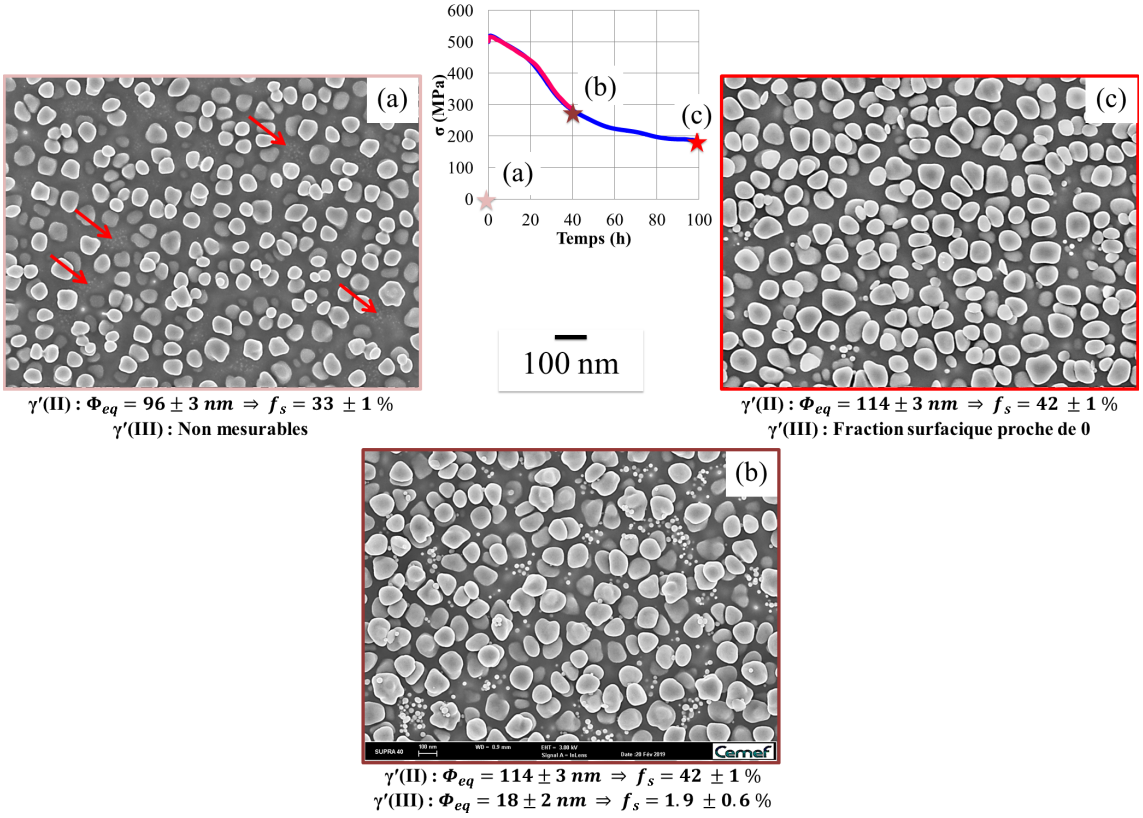


FIGURE V.7 – Micrographies montrant les précipités secondaires et tertiaires (a) avant, (b) après 40 heures et (c) après 100 heures d'essai de relaxation à 760 °C à partir d'une contrainte initiale de 500 MPa.

Les données mesurées après relaxation à 760 °C sous 500 MPa ou 900 MPa ont été ajoutées aux cinétiques d'évolution des précipités γ'_{II} et γ'_{III} au cours d'un maintien à 760 °C déjà présentées sur les figures V.1 et V.2 (figure V.8). Ces résultats montrent que l'application d'une contrainte macroscopique élastique a un impact négligeable sur la croissance des précipités à 760 °C dans la gamme des contraintes appliquées.

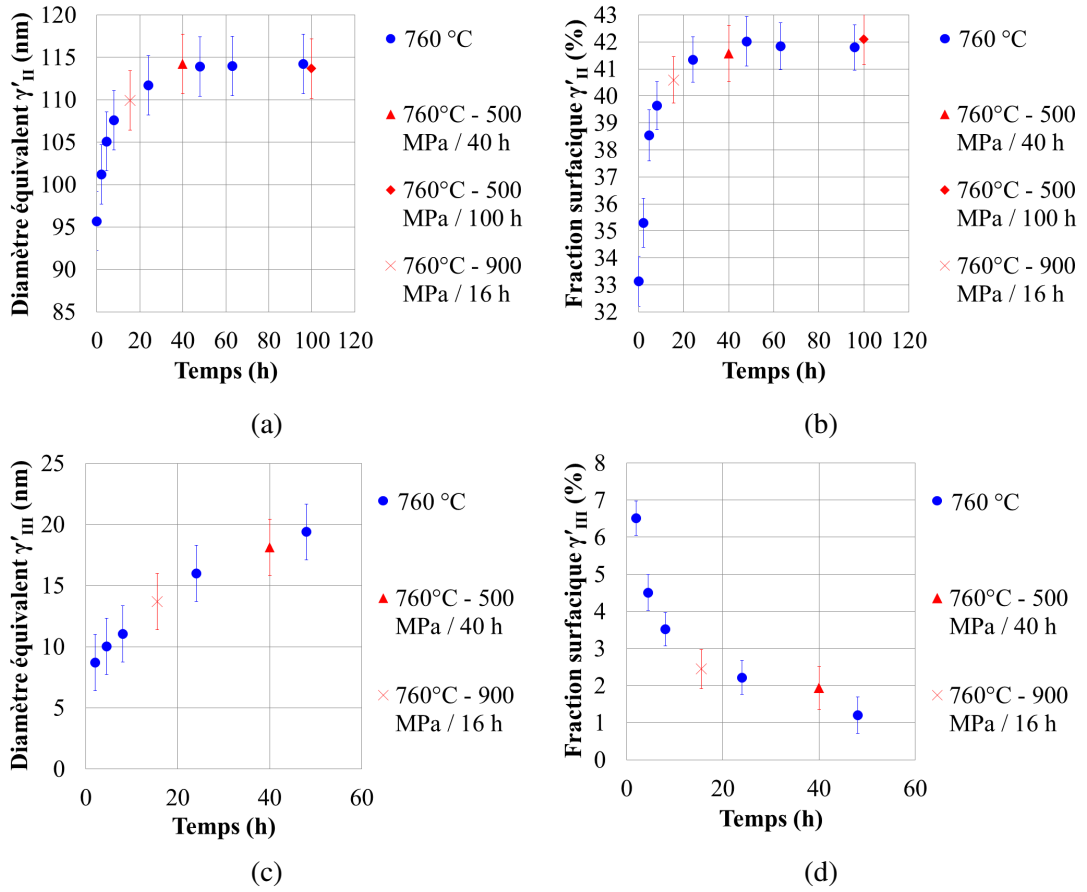


FIGURE V.8 – Taille et fraction des précipités (a), (b) γ'_{II} et (c), (d) γ'_{III} après relaxation à 760 °C comparées aux cinétiques établies par simple traitement thermique.

1.1.3 Evaluation de la taille des précipités γ'_{III} par sonde atomique

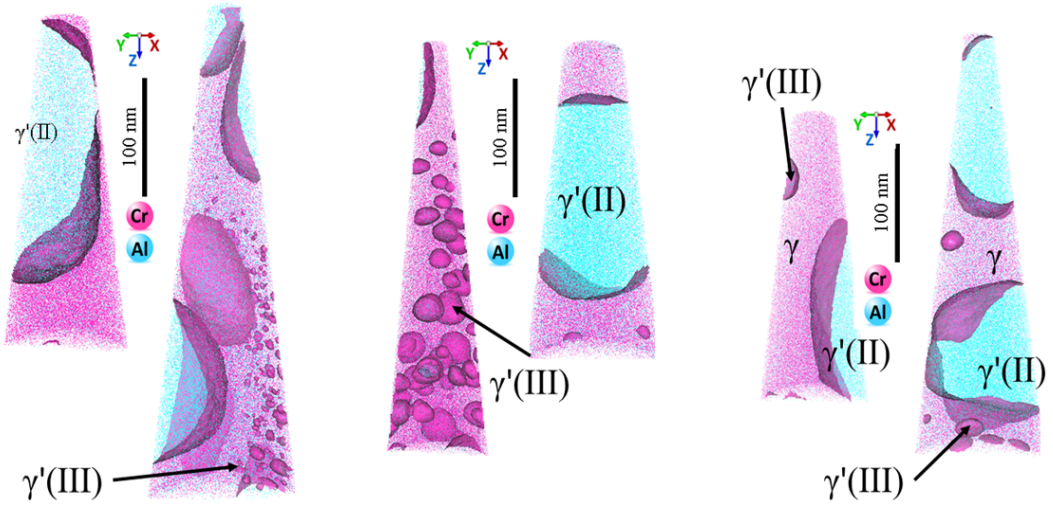
La figure V.9 montre la reconstruction des volumes analysés dans trois échantillons polycristallins (PX) :

— à l'état initial PX-96,

— après un traitement thermique 40 heures à 760 °C prélevé dans la tête de l'échantillon de relaxation (PX-96 + TTh 760 °C / 40 h),

— prélevé dans la partie utile après un essai de relaxation de 40 heures à 760 °C avec une contrainte initiale de 500 MPa (PX-96 + Relax 760 °C / 40 h / 500 MPa).

Les volumes reconstruits contiennent des précipités γ'_{II} et γ'_{III} (figure V.9).



(a) (b) (c)

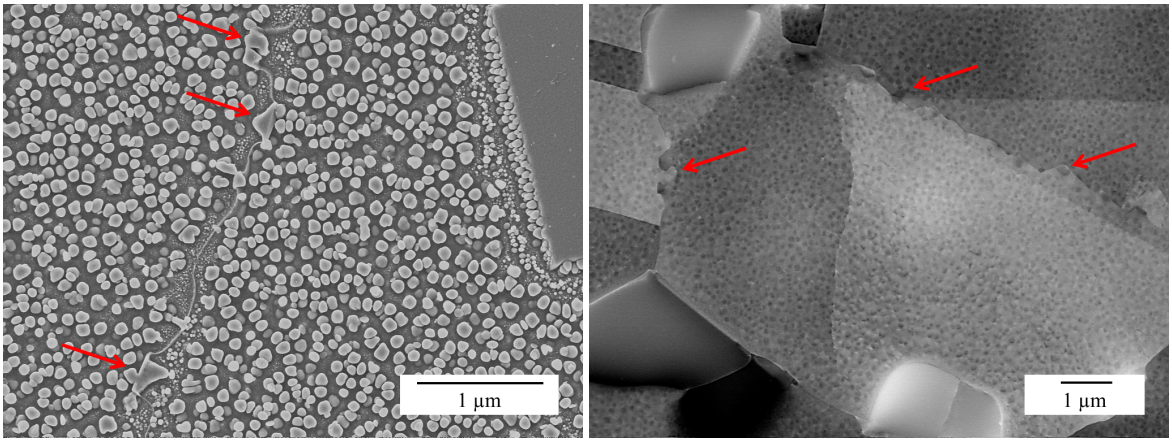
FIGURE V.9 – Reconstruction des volumes analysés par sonde atomique à coeur de grains dans (a) un échantillon PX-96 (b) un échantillon PX-96 traité thermiquement après 40 heures à 760 °C (tête de l'éprouvette) et (c) un échantillon PX-96 relaxé après 500 MPa / 40 heures à 760 °C (partie utile de l'éprouvette). L'interface γ/γ' est représentée par la surface d'iso-composition à 13 % at. Cr.

Grâce à la résolution spatiale de la technique APT, il peut être estimé que les précipités γ'_{III} présents dans l'état initial ont une taille de l'ordre de 1 à 3 nm, ce qui explique qu'il n'a pas été possible de les quantifier à partir de micrographies MEB. La taille des précipités γ'_{III} augmente durant le traitement thermique de 760 °C pour atteindre un diamètre moyen compris entre 16 et 18 nm, ce qui est cohérent avec les mesures réalisées sur les micrographies MEB-SE (figure V.8c). Enfin en comparant les échantillons prélevés dans la tête ou dans la partie utile de l'éprouvette après essai de relaxation, il apparaît que les précipités γ'_{III} sont de même taille, ce qui confirme que la contrainte/déformation n'a pas d'influence sur la croissance des précipités γ'_{III} et que le facteur d'ordre 1 est la température dans la gamme de contraintes étudiée.

1.2 Précipités aux abords des joints de grains

1.2.1 Microstructure de précipitation γ' aux abords des joints de grains à l'état initial PX-96

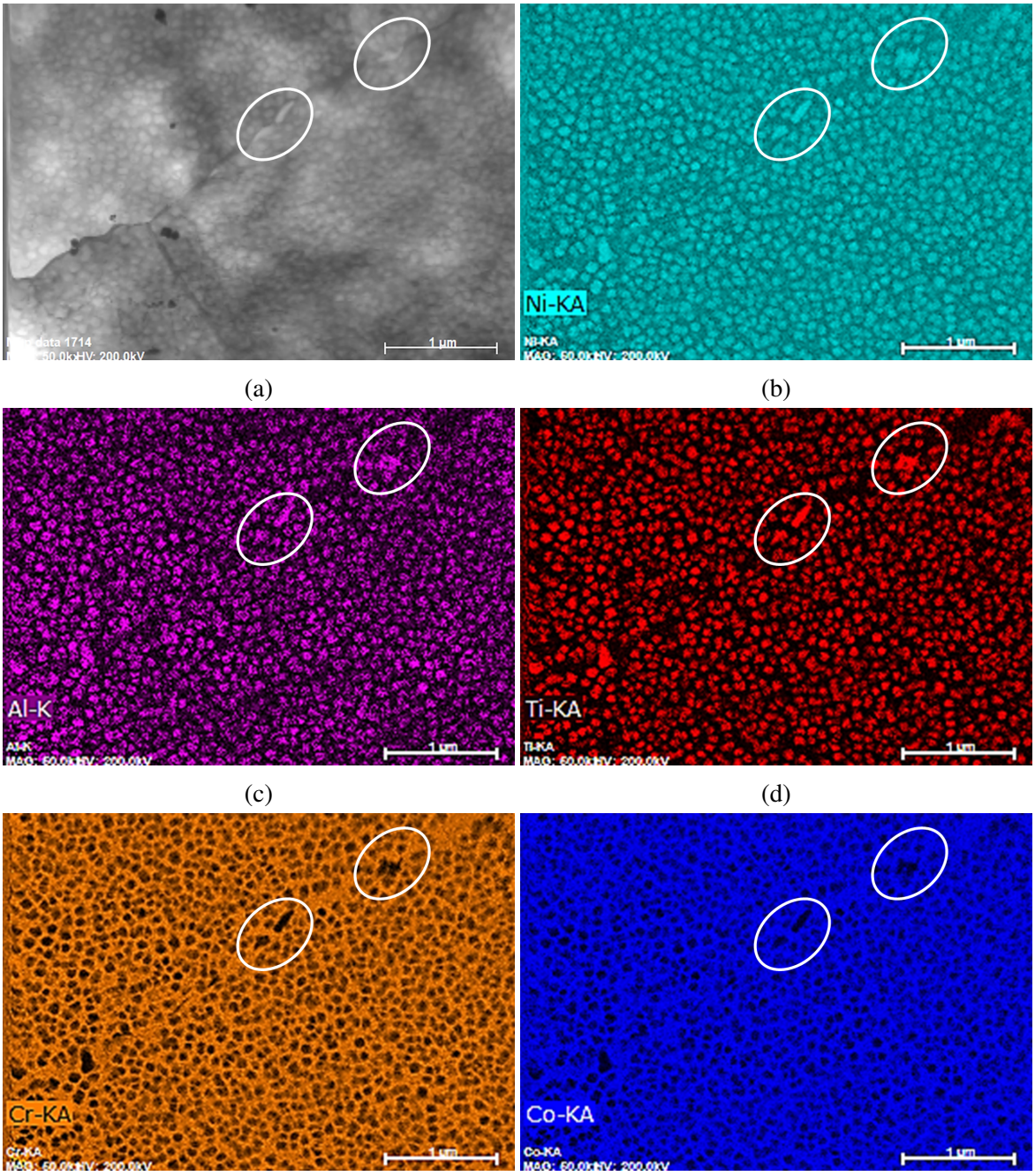
La figure V.10 montre des joints de grains de l'échantillon PX-96. Les joints de grains sont dentelés et épinglés par des précipités γ'_{IIGB} (flèches rouges - figure V.10)



(a) (b)

FIGURE V.10 – Images (a) MEB-SE et (b) MEB-BSE montrant des précipités γ'_{IIGB} associés à des dentelures des joints de grains sur la microstructure PX-96.

Pour prouver que ce sont bien des précipités γ' et non pas d'autres phases, une analyse MET-EDX a été réalisée afin de déterminer les éléments chimiques dont ils sont composés. Les cartographies des éléments Ni, Al, Ti, Cr et Co sont présentées sur la figure V.11. Les précipités γ'_{IIGB} (entourés en blanc) sont riches en Ni, Al et Ti et appauvris en Cr et Co comme les précipités γ'_{II} intragranulaires.



(a) (b) (c) (d) (e) (f)

FIGURE V.11 – Image (a) MET conventionnel en champ clair et cartographies MET-EDX des élements (b) Ni, (c) Al, (d) Ti, (e) Cr et (f) Co sur la microstructure PX-96. Les précipités γ'_{IIGB} sont entourés en blanc.

L'association de précipités γ' et des dentelures des joints de grains est un phénomène connu et la littérature indique que la morphologie des joints de grains change avec la vitesse de refroidissement. Une diminution de la vitesse de refroidissement augmente à la fois l'amplitude et la longueur d'onde des dentelures pour des mises en solution super-solvus ou

proche du solvus (figure V.12) [117].

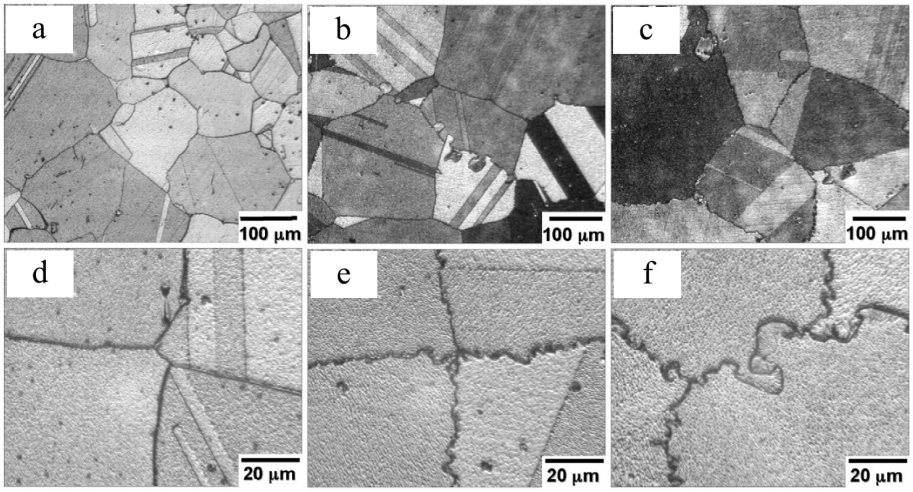
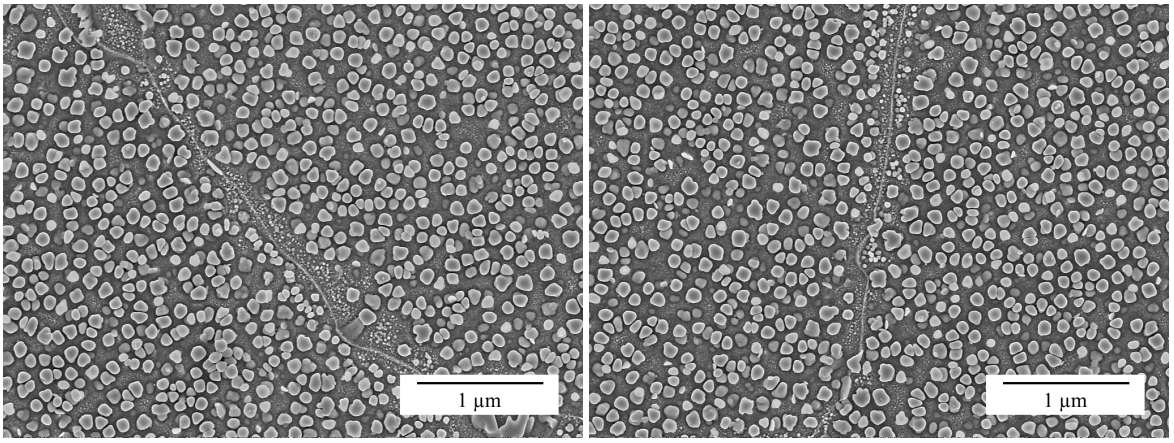


FIGURE V.12 – Micrographies optiques de microstructures mises en solution supersolvus et refroidies à (a, d) l'air, (b, e) à une vitesse de 6 °C/min et (c, f) à 3 °C/min sur l'alliage Waspaloy [117].

Ces joints de grains dentelés à forte amplitude ont un intérêt pour l'emploi des superalliages dans le domaine de déformation par glissement intergranulaire où la morphologie des joints des grains influe sur la vitesse de déformation. Les joints de grains dentelés sont plus résistants aux mécanismes d'endommagement intergranulaire dans le domaine du fluage diffusionnel [117].

De plus, les abords des joints de grains à l'état initial possèdent une microstructure différente de celle du cœur des grains (figure V.13).



(a) (b)

FIGURE V.13 – Images MEB-SE montrant la zone appauvrie en précipités γ'_{II} mais avec une forte densité de précipités γ'_{III} le long des joints de grains de la microstructure PX-96.

De part et d'autre des joints de grains, sur environ 200 nm, il y a une zone appauvrie en précipités γ'_{II} mais avec une forte densité de précipités γ'_{III}. De plus, les précipités γ'_{III} aux abords des joints de grains sont plus gros que les précipités γ'_{III} à coeur des grains. Cette microstructure de précipitation différente entre le cœur des grains et les abords des joints de grains induit un comportement mécanique différent avec de possibles conséquences sur la relaxation des contraintes.

1.2.2 Evolution durant le traitement thermique

Le figure V.14 montre l'évolution des précipités γ'_{III} aux abords des joints de grains à 760 °C. Afin d'éxacerber les phénomènes, la durée du traitement thermique a été augmentée jusqu'à 312 heures, sortant ainsi de conditions de revenu et empiétant sur le domaine des problématiques de vieillissement.

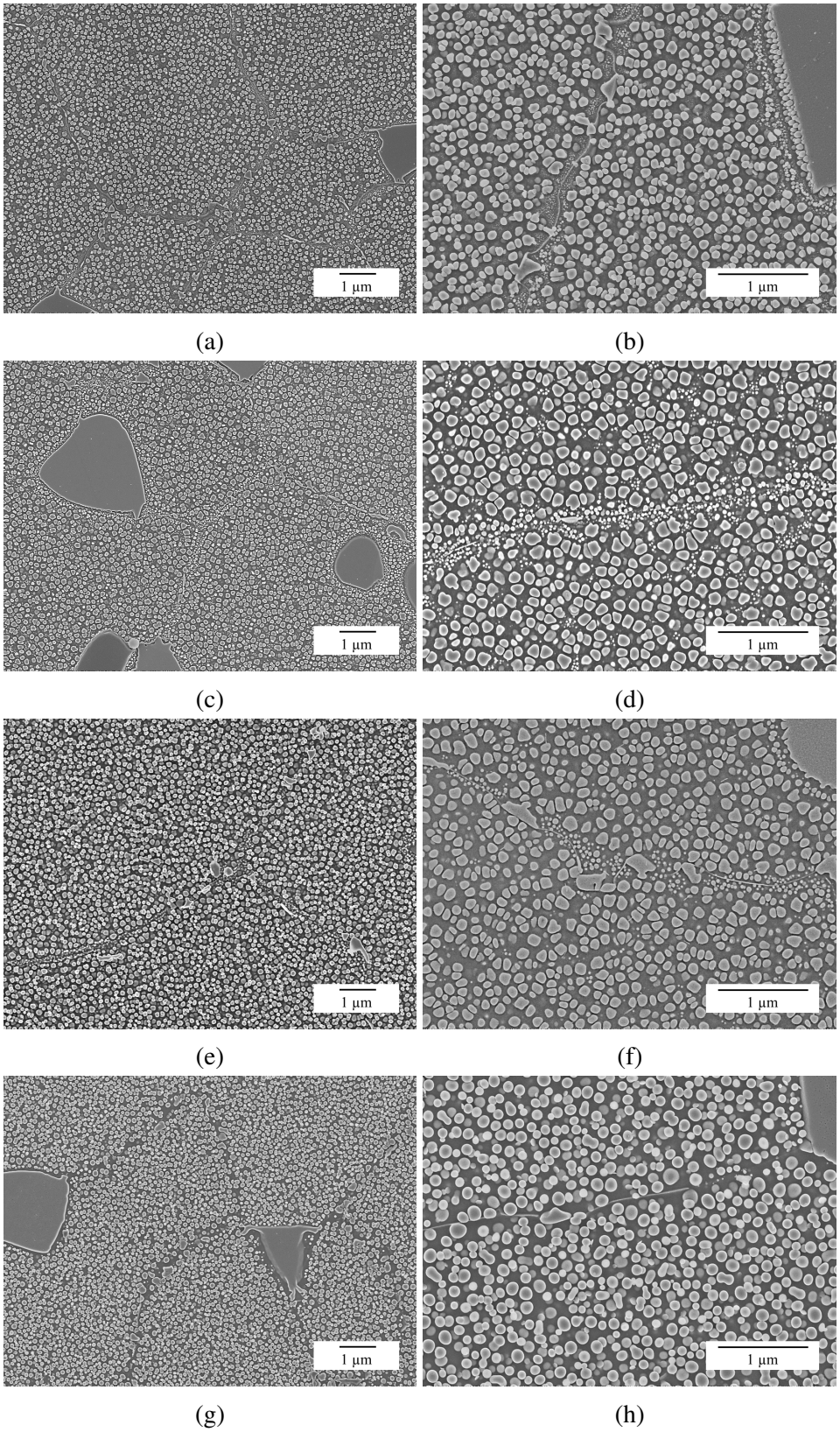


FIGURE V.14 – Microstructure de précipitation aux abords des joints de grains de la microstructure PX-96 (a, b) à l'état initial, après (c, d) 48 heures, (e, f) 100 heures et (g, h) 312 heures à 760 °C.

La taille des précipités tertiaires γ'_{III} présents aux abords des joints de grains augmente puis ils disparaissent pour laisser ces zones dépourvues de γ'_{III} après 300 heures à 760 °C. Initialement, les précipités γ'_{III} aux abords des joints de grains sont plus gros que les précipités γ'_{III} à coeur de grains. À 100 heures, on ne retrouve plus de précipités γ'_{III} à coeur de grains alors qu'ils sont toujours présents aux abords des joints de grains (figure V.14f), cela peut avoir un impact sur le comportement mécanique en service et en relaxation.

Des études ont porté sur l'influence des précipités tertiaires [118, 119] en fluage. Comme les essais de fluage sont très proches des essais de relaxation, on peut alors s'attendre à ce que les précipités γ'_{III} et leur évolution influencent aussi le comportement en relaxation. Les précipités tertiaires remplissent les canaux entre les précipités secondaires, ce qui entraîne une transition dans les mécanismes de déformation. Les précipités secondaires sont contournés en l'absence de précipités tertiaires. La présence de précipités tertiaires diminue la mobilité des dislocations parfaites a/2<110> dans les canaux de la matrice, les dislocations parfaites se scindent en deux dislocations partielles, ce qui entraîne un autre mode de cisaillement des précipités secondaires. Dans notre étude, l'influence des précipités tertiaires a également été visible. En effet, le diagramme de Norton montre que les mécanismes de déformation sont différents selon la microstructure initiale (chapitre III - section 4.3). Lorsque la microstructure est dépourvue de précipités tertiaires, les mécanismes dislocationnels (tels que déterminés à partir de la valeur de l'exposant de Norton) apparaissent à des contraintes beaucoup plus faibles que lorsque la microstructure est composée de précipités tertiaires.

1.2.3 Apparition d'autres phases proches des joints de grains et des précipités γ'_I

Le traitement thermique à 760 °C ayant été prolongé jusqu'à 300 heures, l'analyse des microstructures résultantes rentre dans la problématique du vieillissement de l'alliage. Il a été observé, en plus de l'évolution des précipités γ' décrite précédemment, l'apparition de phases riches en éléments lourds au niveau des joints de grains et des précipités γ'_I. Ces phases apparaissent sous deux formes : des liserés situés aux joints de grains (figures V.15c et V.15d) et des particules plus massives accolées aux précipités primaires (figure V.15e), qui n'étaient pas présentes dans l'état initial PX-96 (figures V.15a et V.15b). Les liserés ont une épaisseur d'environ 100-200 nm après 300 heures à 760 °C alors que les particules proches des précipités γ'_I ont une taille de plusieurs centaines de nanomètres.

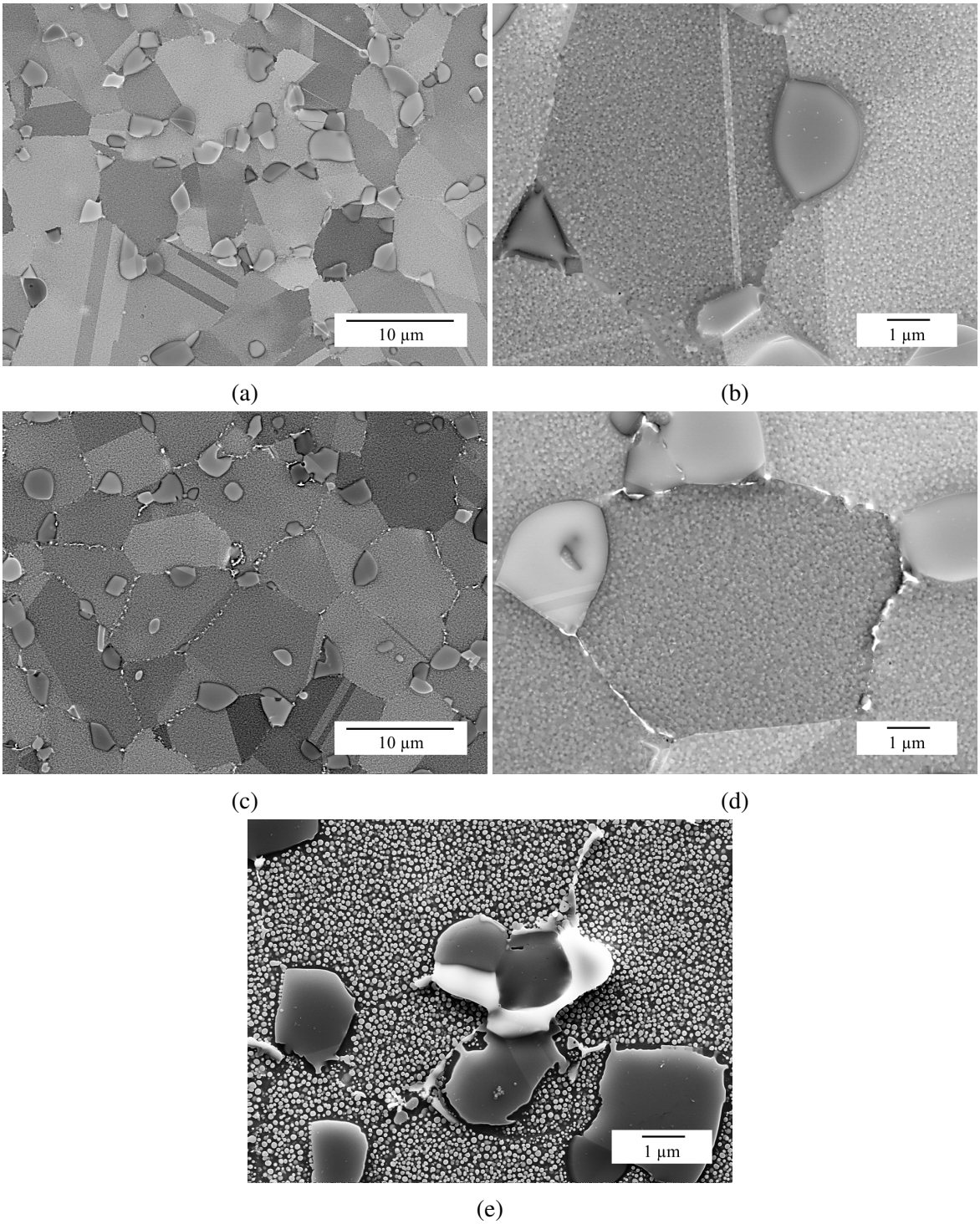


FIGURE V.15 – Images MEB BSE montrant, après 300 heures à 760 °C, (c, d) des liserés proches des joints de grains et (e) des particules sur les précipités γ'_I qui ne sont pas présentes (a, b) à l'état initial PX-96.

Les éléments chimiques composant les particules accolées aux précipités γ'_I ont été identifiés par analyse du spectre de masse des ions secondaires, acquis au moyen d'un système en cours de développement par la société Orsay Physics (chapitre II - section 3.4.3). La figure

V.16 montre une particule massive accolée à un précipité γ'_I à droite et un liseré au niveau du joint de grains.

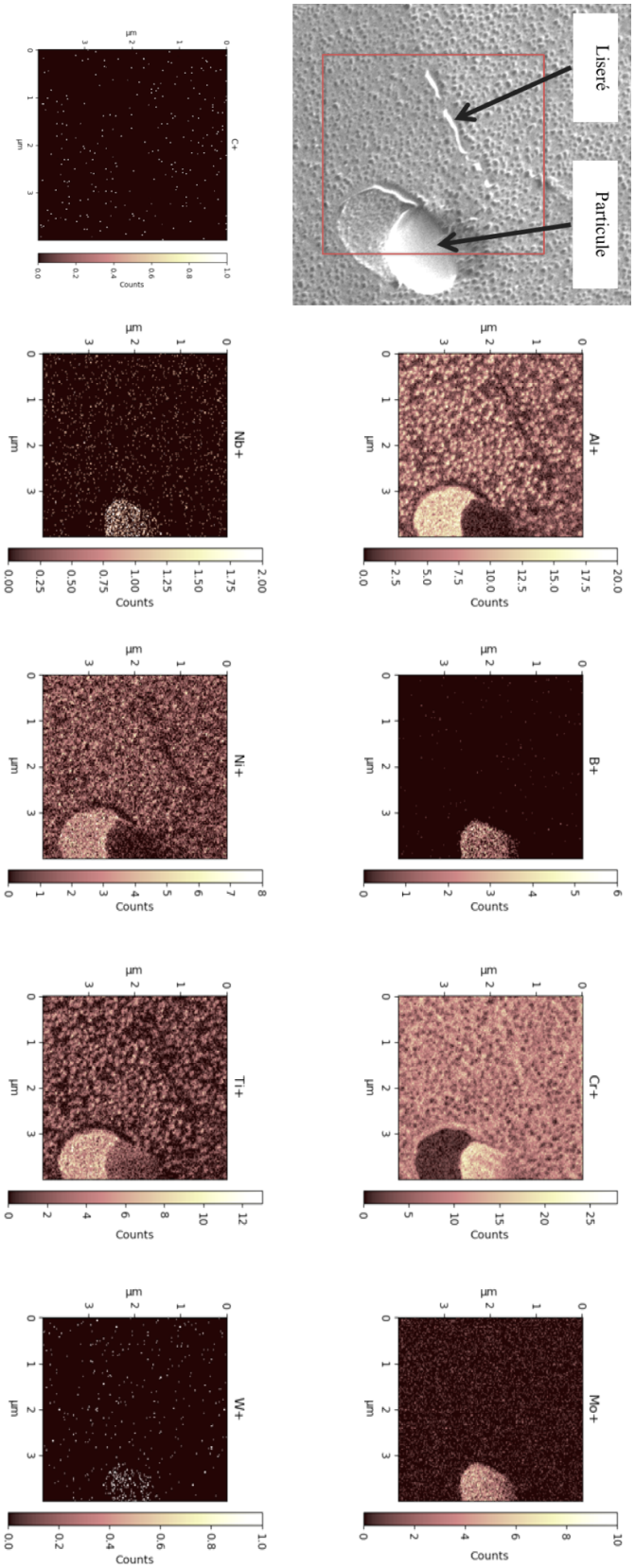
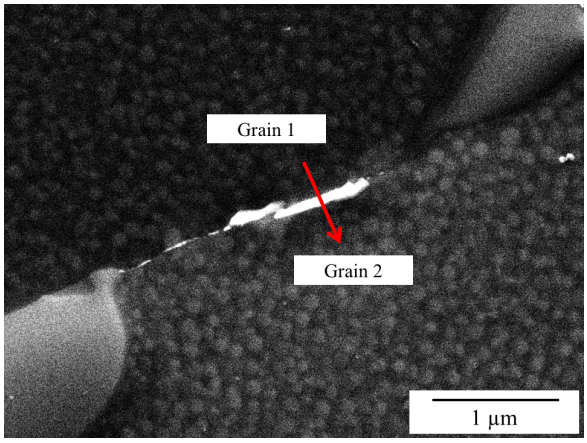


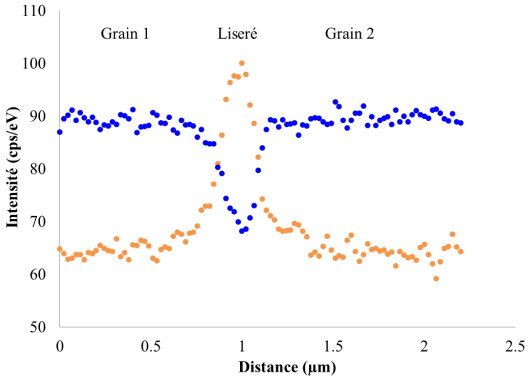
FIGURE V.16 – Cartographies nano-SIMS réalisées sur un liseré situé au niveau d'un joint de grain sur l'échantillon PX-96 ayant subi un traitement thermique de 300 heures à 760 °C.

Les particules collées aux précipités γ'_I se révèlent être des borures riches en Cr, en Mo et W et pauvre en Ni et Al. Le carbone n'y est pas detécté. Nous avons tenté d'identifier également la nature du liseré par nano-SIMS. Le liseré apparait comme étant un peu plus riche en Cr que la matrice. De plus, les cartographies d'Al, de Ti et de Ni montrent un déficit de ces éléments à l'endroit du liseré. Les liserés aux joints de grains ne sont donc pas de même nature que les grosses particules collées aux précipités primaires. De plus, durant l'analyse, le liseré s'abrase très peu par rapport aux autres phases en présence et donc très peu de signal en ressort comparativement à la matrice ou les précipités. En raison de cette faible abrasion, les cartographies des éléments Al, Ti, Ni, B et/ou C ne sont pas exploitables.

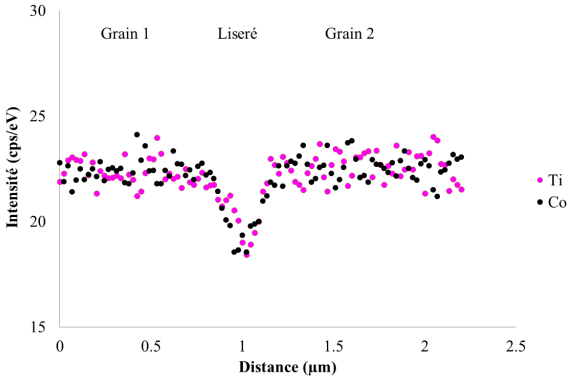
Des profils élementaires MEB-EDX sur des liserés ont également montré que ceux-ci sont riches en Cr et appauvris en Ni, Ti et Co (figure V.17). Les autres éléments (C, B, Mo ou Nb) ne sont pas quantifiables avec cette méthode car les pics ne sont pas assez distants sur le spectre. Il a donc été impossible avec les techniques employées de déterminer si ces lisérés sont des borures, des carbures ou des phases TCP.



(a)



(b)



(c)

FIGURE V.17 – (a) Image MEB-SE du liseré analysé et profils linéaires en MEB-EDX sur les éléments (b) Cr, Ni et (c) Ti, Co sur l'échantillon PX-96 ayant subi un traitement thermique de 300 heures à 760 °C.

Cependant, des analyses EDX et EELS (« Electron Energy Loss Spectroscopy ») sur des lames minces en AD730^{TM} vieillies pendant 500 heures à 850 °C ont mis en évidence la présence conjointe de carbures et de borures dans les joints de grains sur une microstructure mise en solution supersolvus [120]. Cela conforte nos analyses et expliquerait que les liserés que l'on observe sont des carbures de Cr qui coexistent avec les borures enrichis en Mo, Cr et W. Du coup, la composition chimique peut potentiellement être différente en éléments précipitants entre le cœur du grain et proche du joint (figure V.18).

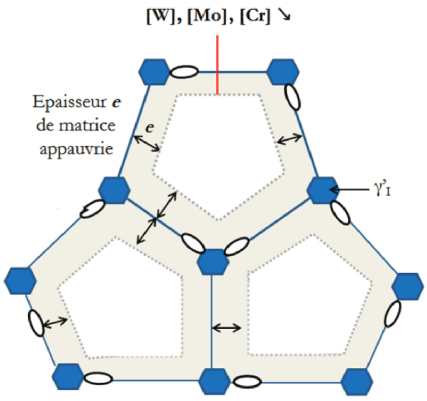


FIGURE V.18 – Appauvrissement de la matrice en éléments durcissant W, Mo et Cr dû à la précipitation de particules proches des primaires et aux joints de grains [21].

Les joints de grains sont des interfaces caractérisées par des désordres structurels et physico-chimiques. Il a été vu que ce sont des zones où la microstructure est différente de celle du cœur de grains dans l'état initial, il est probable que la composition chimique des précipités soit légèrement différente également. De plus, le vieillissement à des temps longs a permis d'observer la formation de particules et des liserés de nature différente au niveau des joints de grains. Les particules pompent des éléments chimiques, modifiant ainsi la composition de l'alliage aux abords des joints de grains. Il y aura donc une tendance à la création de zones de ségrégations chimiques aux abords des joints de grains qui doivent se former plus tôt et qui peuvent potentiellement affecter la microstructure aux joints de grains et avoir un impact sur les problématiques en relaxation et fluage durant les premières 25 heures.

2 Composition chimique des précipités durcissants et de la matrice environnante à coeur de grains

Les analyses APT déjà utilisées dans la section 1.1.3 de ce chapitre permettent de répondre également à d'autres questions qui se posent dans ce travail : y a-t-il des évolutions de la composition chimique des précipités durcissants et de la matrice durant le traitement thermique ? Si oui, ces évolutions ont-elles un effet sur les paramètres de maille et le désaccord paramétrique ? Y a-t-il une influence des dislocations sur les compositions chimiques à cette échelle très locale ?

La figure V.19 montre les évolutions de composition de la matrice et des précipités dur-

cissants entre l'état initial PX-96 (barres de couleur bleue), après 40 heures de traitement thermique à 760 °C (tête de l'éprouvette de relaxation, barres de couleur rouge) et après 40 heures d'essai de relaxation à 760 °C, 500 MPa (partie utile de l'éprouvette de relaxation, barres de couleur verte).

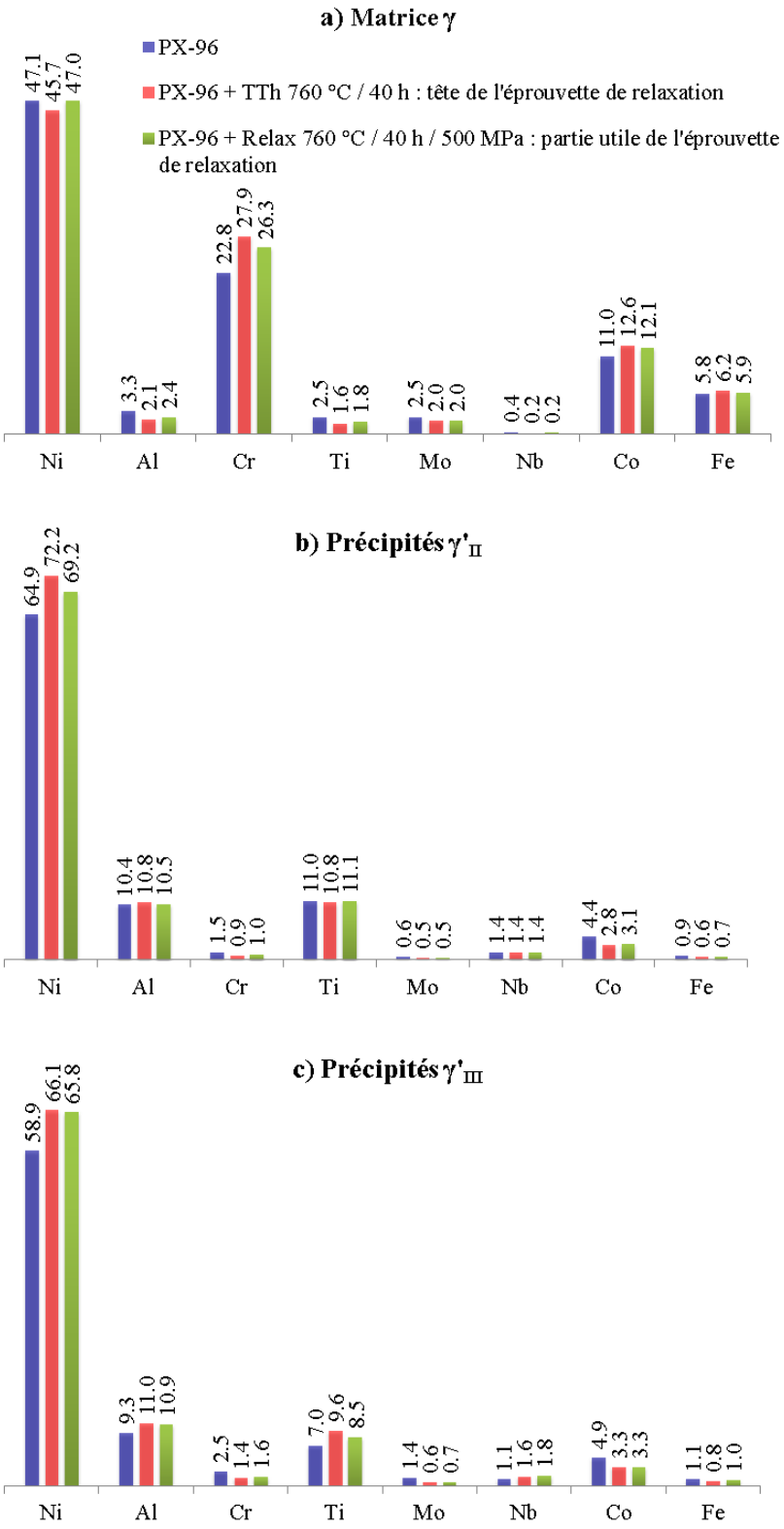


FIGURE V.19 – Composition chimique en % atomique (a) de la matrice, (b) des précipités secondaires γ'_{II} et (c) des précipités tertiaires γ'_{III} avant (barres bleues), après (barres rouges) traitement thermique à 760 °C pendant 40 heures et après relaxation à 760 °C pendant 40 heures à une contrainte de 500 MPa (barres vertes).

Les résultats APT montrent que les précipités γ'_{II} et γ'_{III} ne sont pas des composés intermétalliques de type Ni_3(Al, Ti) mais qu'ils contiennent également du Co et du Cr. En plus des changements de taille et de fraction surfacique des précipités durcissants, une redistribution des éléments chimiques entre la matrice et ces mêmes précipités est observée pour plusieurs éléments durant le traitement thermique. Au cours d'un traitement thermique de 40 heures à 760 °C, la concentration en Ni augmente dans la phase γ' (de 64,9 à 72,2 % at. dans γ'_{II}) et diminue dans la matrice γ (de 47,1 à 45,7 % at.). Inversement, les concentrations en Cr et Co diminuent dans la phase γ' (respectivement de 1,5 à 0,9 % at. et de 4,4 et 2,8 % at. dans γ'_{II}) et augmentent dans la matrice γ (respectivement de 22,8 à 27,9 % at. et de 11,0 à 12,6 % at.). Une légère diminution de la teneur en Ti et Al est observée dans la matrice γ (respectivement de 2,5 à 1,6 % at. et de 3,3 à 2,1 % at.), compensée par une augmentation dans les précipités tertiaires γ'_{III} (respectivement de 7,0 et 9,6 % at. et de 9,3 à 11,0 % at.). Cela montre qu'après refroidissement à une vitesse de 100 °C/min à l'issue d'une mise en solution subsolvus de 4 heures à 1080 °C, la microstructure n'est pas à l'équilibre thermodynamique associé à la température de 760 °C. Cela a aussi été montré dans la thèse de Paul le Baillif [121].

La comparaison des compositions de la matrice entre l'échantillon prélevé dans la partie utile de l'éprouvette de relaxation (échantillon avec des dislocations - figures IV.2c et IV.2d) et l'échantillon de la tête de la même éprouvette (échantillon sans dislocations - figures IV.2a et IV.2b) permet de déterminer si la présence de dislocations a une influence sur les évolutions de composition chimique. La figure V.20 présente la différence de composition chimique (% at.) dans la matrice γ après 40 heures à 760 °C entre l'échantillon prélevé dans la partie utile (avec dislocations) et l'échantillon prélevé dans la tête de l'éprouvette de relaxation (sans dislocations). Les concentrations en Cr, Co et Fe sont plus faibles (les différences sont respectivement de 1,6, 0,5 et 0,3 % at.) et les concentrations en Ni, Al et Ti sont plus élevées (les différences sont respectivement de 1,3, 0,3 et 0,2 % at) dans la matrice sur l'échantillon avec dislocations par rapport à celui sans.

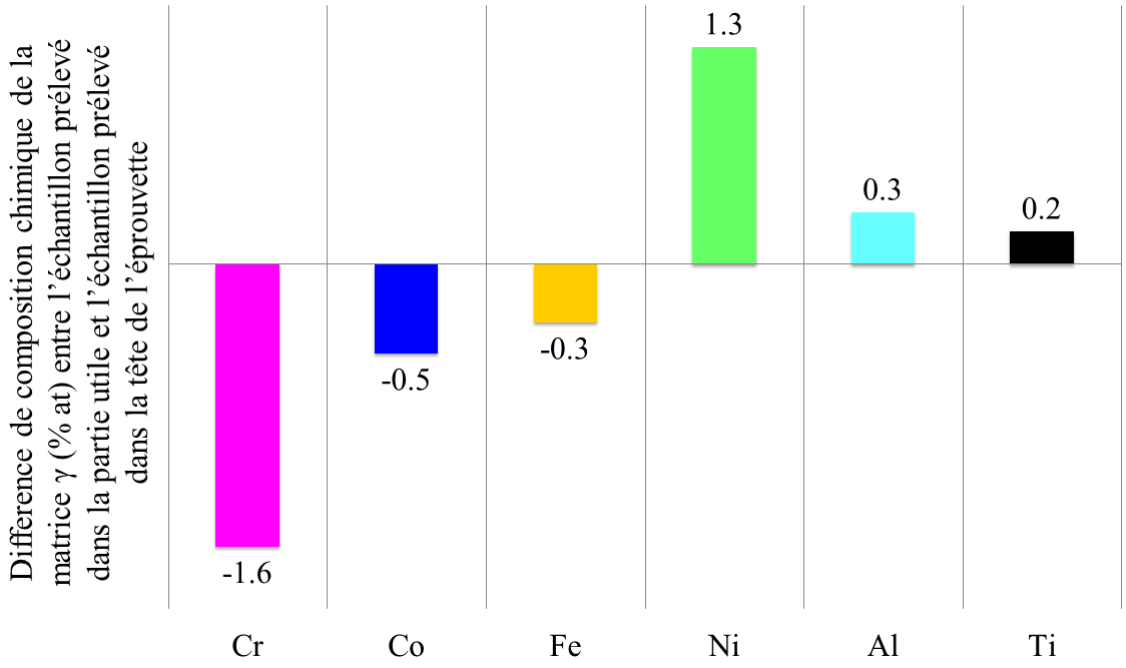


FIGURE V.20 – Différence de composition chimique de la matrice γ (% at.) entre l'échantillon provenant de la partie utile (avec dislocations) et l'échantillon provenant de la tête de l'éprouvette de relaxation (sans dislocations) à 760 °C après 40 heures à partir d'une contrainte initiale de 500 MPa. Cette figure est construite avec les mêmes données que la figure V.19.

Une analyse par sonde atomique APT a également été réalisée au niveau de dislocations. La figure V.21 montre une reconstruction APT contenant une interface γ/γ' et deux dislocations à l'intérieur d'un précipité γ'_{II}. Les profils de composition le long d'une ligne traversant une dislocation (flèche sur la figure V.21a) sont représentés sur les figures V.21b et V.21c. On observe une ségrégation des éléments Cr, Co et Fe (augmentation de respectivement 18,0, 8,0 et 4,0 % at.) et un appauvrissement en Ni, Ti et Al (respectivement de 20,0, 8,0 et 6,0 % at.) le long de la ligne traversant la dislocation. Les mêmes tendances ont été mises en évidence par des mesures de même type dans d'autres superalliages après déformation plastique à haute température [61, 122–125].

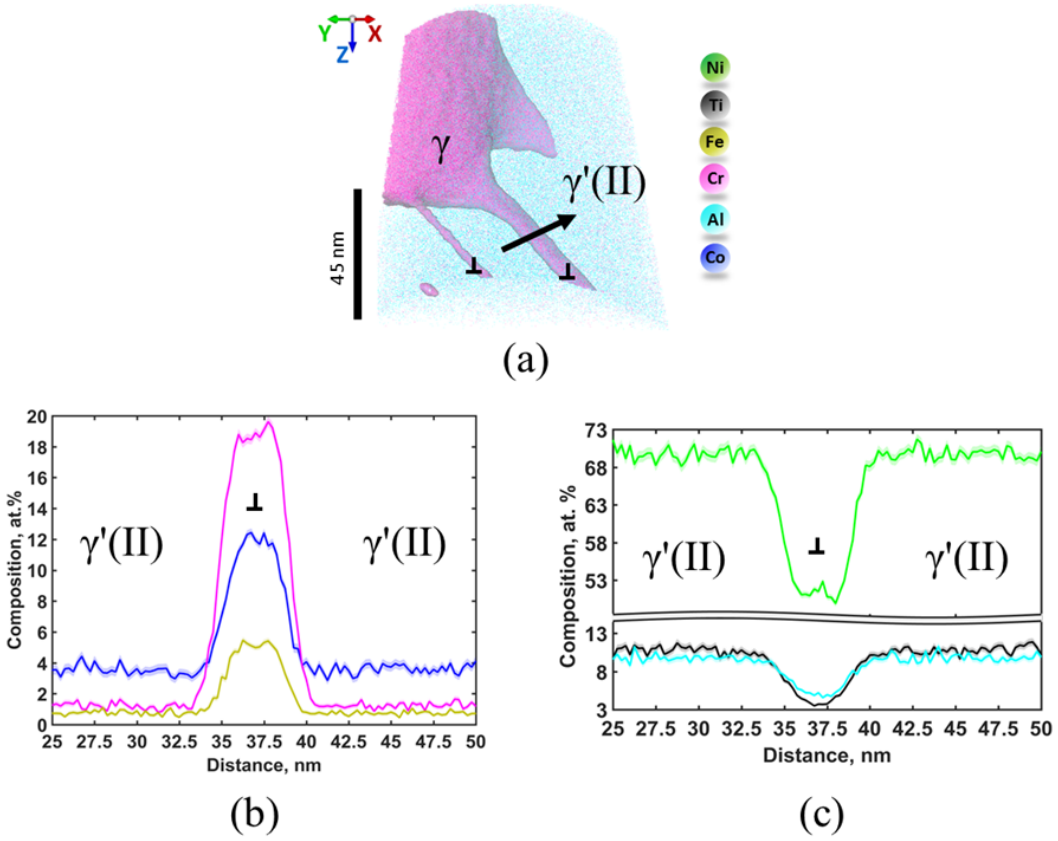


FIGURE V.21 – (a) Reconstruction des volumes analysés par sonde atomique dans une région intragranulaire de la partie utile de l'éprouvette de relaxation en alliage PX AD730^{TM} montrant une interface γ/γ' et deux dislocations. L'interface γ/γ' et les dislocations sont représentées par la surface d'iso-composition à 13 % at. Cr. (b) Profil de concentration de Cr, Co et Fe et (c) profil de concentration de Ni, Al, Ti le long d'une ligne perpendiculaire à la dislocation indiquée sur la figure V.21(a) (flèche noire).

Etant donné qu'il y a une concentration plus élevée en Cr, Co et Fe dans les dislocations situées dans les précipités γ'_{II} (figure V.21) et plus basse en Cr, Co et Fe dans la matrice γ (figure V.20), cela suggère que ces éléments sont venus de la matrice pour ségréger sur la dislocation et donc qu'ils ont diffusé préférenciellement le long de celle-ci de la matrice jusqu'aux précipités γ'_{II}.

Le scénario proposé pour expliquer l'influence des dislocations montrée sur la figure V.19 est donc le suivant. Lorsqu'une dislocation est piégée dans un précipité γ'_{II}, les éléments Cr, Co et Fe diffusent préférentiellement le long de celle-ci de la matrice jusqu'au précipité, conduisant à un appauvrissement local de ces éléments dans la matrice. D'autres éléments tels que Ni, Al et Ti auront donc naturellement une teneur plus élevée dans la matrice γ.

Les redistributions chimiques observées au cours du traitement thermique à 760 °C et exacerbées par l'introduction de dislocations influencent les paramètres de maille de la matrice et des précipités.

Les évolutions des paramètres de maille ont été estimées à partir des variations de composition chimique mesurées par APT dans les échantillons PX-96 et PX-96 + TTh 760 °C / 40 h en utilisant la relation de Végard (equations V.1 et V.2) [36].

$$a_\gamma = a_{Ni} + \Sigma_i \, \Gamma_i^\gamma x_i^\gamma \tag{V.1}$$

$$a_\gamma = a_{Ni_3Al} + \Sigma_i \, \Gamma_i^{\gamma'} x_i^{\gamma'} \tag{V.2}$$

Où

a_γ et $a_{\gamma'}$ sont les paramètres de maille des phases γ et γ'.

a_{Ni} et a_{Ni_3Al} sont les paramètres de maille du Ni et Ni_3Al purs et valent respectivement 3,524 et 3,570 Å [36].

$\Gamma_i^{\gamma/\gamma'}$ sont les coefficients de Végard de chaque élément d'alliage i dans la phase γ ou γ'.

$x_i^{\gamma/\gamma'}$ sont les fractions atomiques correspondantes.

Les valeurs du coefficient de Vegard trouvées dans la littérature [36, 105] sont résumées dans le tableau V.1.

		Co	Cr	Fe	Al	Ti	Mo	Nb
γ	Γ_i^γ (Å/%.at)	0,0196	0,11	0,115	0,179	0,422	0,478	0,7
	Source	[36]	[36]	[105]	[36]	[36]	[36]	[36]
γ'	$\Gamma_i^{\gamma'}$ (Å/%.at)	- 0,014	- 0,004	- 0,004	/	0,258	0,208	0,460
	Source	[105]	[36]	[105]	/	[36]	[36]	[36]

Tableau V.1 – Coefficient de Végard pour les phases γ et γ' [36, 105].

Les éléments les plus influents sont Nb, Mo et Ti, suivis par Al, Fe et Cr pour le paramètre de maille de la matrice γ et Nb, Ti et Mo qui sont les plus influents pour le paramètre de maille de la phase γ'. Contrairement à leur effet sur le paramètre de maille de la matrice γ, les éléments Fe, Cr et Co diminuent le paramètre de maille de la phase γ'.

Une valeur de déformation associée à la variation des paramètres de maille estimés avec la relation de Végard peut ensuite être determinée par l'équation V.3 :

$$\varepsilon_{APT} = \frac{a^{\gamma/\gamma'} - a_0^{\gamma/\gamma'}}{a_0^{\gamma/\gamma'}} \tag{V.3}$$

Où

$$a^{\gamma/\gamma'} = a^{\gamma} \cdot f_s^{\gamma} + a^{\gamma'} \cdot f_s^{\gamma'} \tag{V.4}$$

Seuls les précipités γ'_{II} ont été utilisés pour ce calcul car leur fraction volumique est nettement plus grande que celle des précipités primaires et tertiaires. Les résultats sont présentés dans le tableau V.2.

		γ	γ'	$a^{\gamma} \cdot f_s^{\gamma} + a^{\gamma'} \cdot f_s^{\gamma'}$	ε_{APT}
PX-96	a (Å)	3,5891	3,6054	$a_0^{\gamma/\gamma'}$ = 3,5945	/
	f_s (%)	67	33		
PX-96 + TTh	a (Å)	3,5858	3,6049	$a^{\gamma/\gamma'}$ = 3,5938	-0,019 %
760 °C / 40 h	f_s (%)	58	42		
PX-96 + Relax	a (Å)	3,5849	3,6056	$a^{\gamma/\gamma'}$ = 3,5931	-0,024 %
760 °C / 40 h / 500 MPa	f_s (%)	58	42		

Tableau V.2 – Paramètres de maille des phases γ et γ' (obtenus par la loi de Végard avec les coefficients du tableau V.1 et les compositions chimiques mesurées par APT) et valeurs de déformation associées aux évolutions de composition au cours du traitement thermique ou essais de relaxation sous 500 MPa à 760 °C pendant 40 heures.

Une loi de mélange considérant les fractions surfaciques et les paramètres de maille de la matrice et des précipités γ'_{II} aboutit à une contraction globale d'environ 0,019 % pour le traitement thermique seul, valeur très proche de celle obtenue par dilatométrie isotherme, égale à 0,016 % (figure III.1). Dans le cas de l'essai de relaxation, la présence de dislocations induit une modification de la composition chimique différente de ce que l'on retrouve après le traitement thermique seul. Cela aboutit à une valeur de déformation en contraction de 0,024 % plus élevée que sur les échantillons sans dislocations. Cependant la contrainte macroscopique

de 500 MPa ne génèrant que très peu de dislocations à coeur de grains (figures IV.2c et IV.2d), l'effet est visible mais d'ampleur assez faible.

3 Evolution des paramètres de maille suivie par DRX

Comme vu précédemment, le désaccord paramétrique ou « misfit » correspond littéralement à la différence relative entre le paramètre de maille de la matrice γ et celui de la phase γ'. Le degré de cohérence de la précipitation et le désaccord paramétrique sont les moteurs des champs de déformation internes et élastiques à très petite échelle qui peuvent notamment jouer sur la morphologie des précipités durcissants. Des mesures de paramètres de maille ont été réalisées sur l'échantillon SX-100 par DRX avec chauffage *in-situ* de manière à accéder à leur évolution en fonction de la température ou au cours du temps à une température fixée.

3.1 Evolution en fonction de la température (SX)

3.1.1 Première montée en température de 20 à 760 °C

La figure V.22 montre les pics DRX (004) Cu-Kα_1 et -Kα_2 d'un échantillon SX du superalliage AD730^{TM} à température ambiante et à 760 °C après chauffage à 1 °C/s.

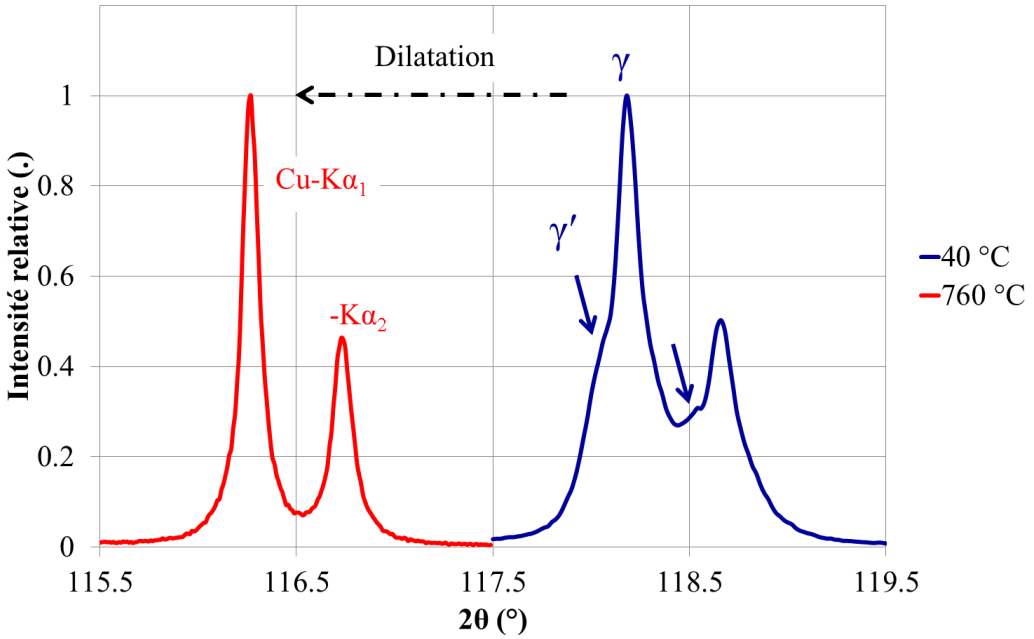


FIGURE V.22 – Evolution des pics (400) lors de la montée en température de 20 à 760 °C de l'échantillon SX-100.

La dilatation du superalliage AD730^{TM} entre la température ambiante et 760 °C est visible, les pics se décalant vers les plus faibles valeurs 2θ. On constate également que la largeur du pic devient plus fine avec la température. A température ambiante, la largeur du pic est de 0,3 ° à 40 % de la hauteur du pic alors qu'elle est égale à 0,1 ° à 760 °C. À température ambiante, il y a deux contributions comme le révèlent les épaulements sur la gauche des pics Kα_1 et Kα_2 (figure V.22 - flèches bleues). Ces deux contributions sont dues à la phase γ et à la phase γ'. Cependant, à 760 °C, la contribution de chacune des deux phases n'est plus discernable sur les pics de diffraction. Cela montre que les paramètres de maille de la matrice et des précipités γ' se rapprochent lorsque la température augmente jusqu'à 760 °C et donc que le désaccord paramétrique est plus faible voir proche de 0 à cette température qu'à température ambiante.

Pour attribuer la phase γ' à l'épaulement et le pic d'intensité maximale à la matrice, le raisonnement suivant a été conduit dans un premier temps. De nombreuses études ont montré que la dilatation thermique de la phase γ' est inférieure à celle de la matrice dans d'autres superalliages à base nickel γ/γ' comme les alliages AM1, CMSX-4, SRR 99 ou SC16 [25, 126–133]. Le pic de la phase γ' se déplace donc moins que le pic de la matrice γ lorsque la température augmente. La phase γ' est donc à gauche et la matrice à droite sur le diffractogramme à température ambiante. Le désaccord paramétrique est alors positif à température ambiante. Une autre mesure a été réalisée sur l'échantillon au retour à la température ambiante après 40 heures de maintien à 760 °C pour le confirmer. Cette fois les pics (300) ont été mesurés en plus des pics (400) à température ambiante (figure V.23).

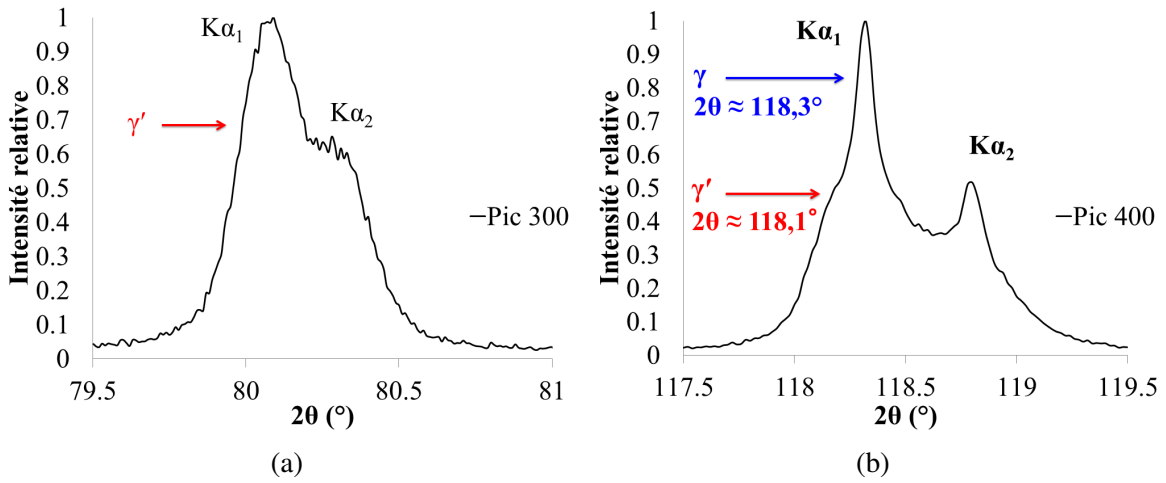


FIGURE V.23 – Diffraction de l'alliage AD730^{TM} SX-100 + TTh 760 °C / 40 h à température ambiante montrant (a) le pic (300) comprenant la phase γ' seulement et (b) le pic (400) comprenant les phases γ et γ'

Comme les indices de Miller h, k et l sont de parités différentes pour le pic (300), il existe une condition d'extinction sur les phases CFC comme la matrice γ. C'est à dire que, contrairement au pic (400) où il y a la contribution à la fois de la phase γ et de la phase γ', le pic (300) ne comprend que la phase γ'. Il est ainsi possible de remonter au paramètre de maille de la phase γ' et de calculer la position de son pic (400) pour le comparer avec la position de l'épaulement. Les résultats sont présentés dans le tableau V.3.

Phase	h	k	l	2θ (°)	d_{hkl} (Å)	a (Å)
γ'	3	0	0	80,07	1,1975	3,5925
γ'	4	0	0	118,11	0,8981	/

Tableau V.3 – Paramètre de maille de la phase γ' mesuré sur le pic (300) à température ambiante permettant de remonter à la position de son pic (400) afin de comparer avec la position de l'épaulement sur l'échantillon SX-100 + TTh 760 °C / 40 h.

Le pic (400)-CuKα_1 de la phase γ' serait ainsi situé à une valeur de 2θ de 118,11 °, ce qui correspond effectivement à l'épaulement observé sur la gauche du diffractogramme du pic 400 (figure V.23b).

Par ailleurs l'évolution morphologique des précipités peut être utilisée comme traceur de la valeur du désaccord paramétrique [25]. Si le désaccord paramétrique est effectivement proche de 0 à 760 °C, la morphologie des précipités γ'_{II} devrait tendre à devenir sphérique.

La figure V.24 montre l'évolution de la microstructure polycristalline à coeur de grains de l'alliage AD730^{TM} dans son état initial PX-96 et après un traitement thermique à 760 °C pendant 24 heures (figure V.24b), 72 heures (figure V.24c) et 312 heures (figure V.24d) suivi d'une trempe à l'eau. Les précipités γ'_{II} deviennent effectivement de plus en plus sphériques au cours du temps.

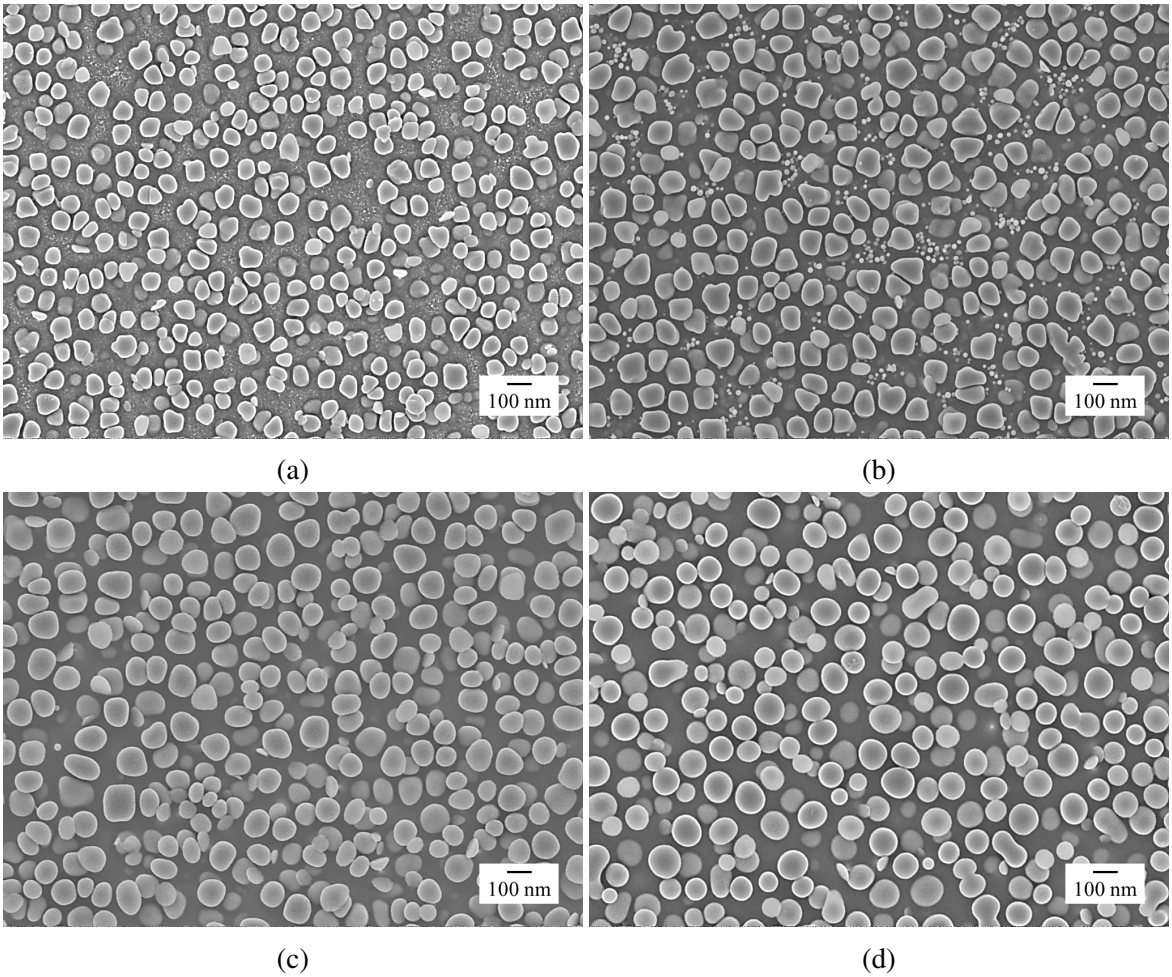


FIGURE V.24 – Sphéroïdisation des précipités γ'_{II} pendant le traitement thermique à 760 °C. Précipités γ'_{II} (a) à l'état initial, (b) après 24 heures, (c) 72 heures et (d) 312 heures.

Les travaux de Louis Thébaud ont montré, par le biais d'essais de fluage, que les précipités secondaires γ'_{II} coalescent perpendiculairement à la charge de traction à 850 °C et 900 °C (figure V.25) [19], suggérant que le désaccord paramétrique est négatif à ces températures.

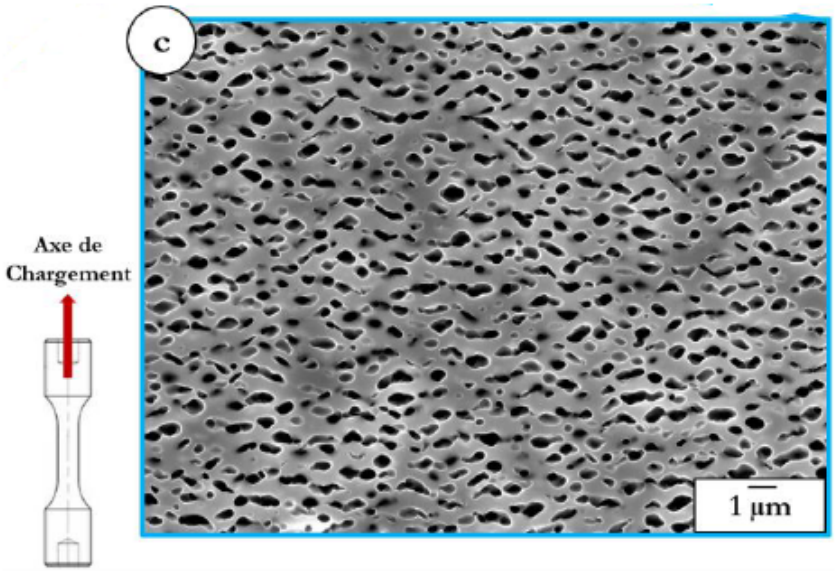
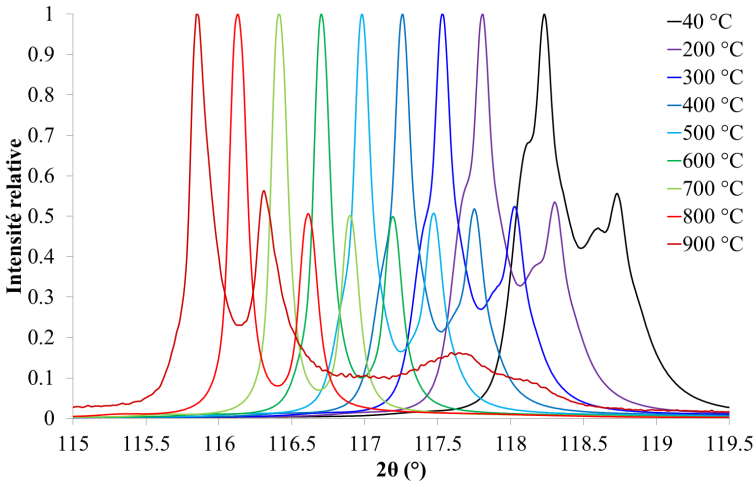


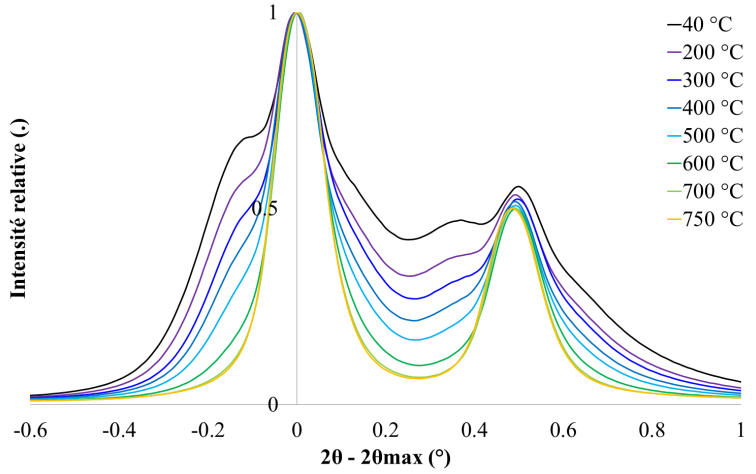
FIGURE V.25 – Coupe longitudinale de l'éprouvette monogranulaire rompue après essai de fluage à 900 °C / 150 MPa. Microstructure de précipitation après essai révélant un alignement des précipités secondaires perpendiculairement à l'axe de sollicitation [19].

3.1.2 Seconde montée en température de 20 à 900 °C après un maintien de 40 heures à 760 °C et un retour à la température ambiante

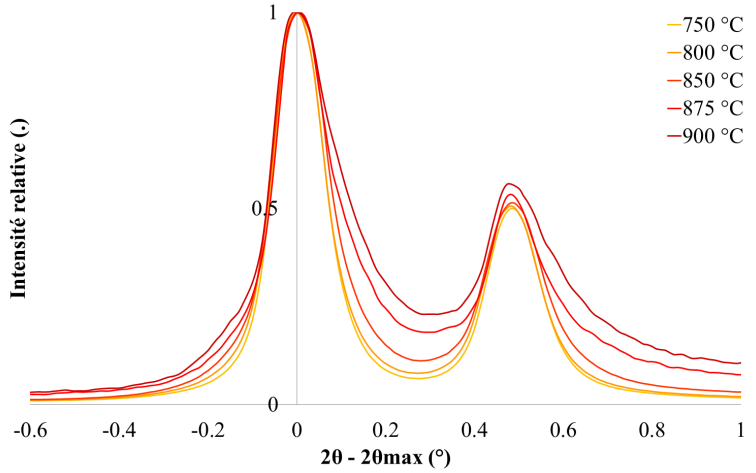
Pour résumer le désaccord paramétrique serait donc positif à température ambiante, proche de 0 à 760 °C et négatif à 850-900 °C. Des mesures complémentaires ont été réalisées pour le confirmer sur la microstructure stabilisée thermochimiquement après le traitement thermique de 40 heures à 760 °C. Une montée en température jusqu'à 900 °C a été appliquée à l'échantillon SX-100 + TTh 760 °C / 40 h avec suivi *in-situ* des pics (400) des phases γ et γ' et des pics (300) de la phase γ'. Les résultats de l'évolution en température des pics (400) sont présentés en figure V.26.



(a)



(b)



(c)

FIGURE V.26 – Analyses DRX réalisées durant la montée en température de 40 à 900 °C sur l'échantillon SX-100 + TTh 760 °C / 40 h. Diffractogrammes représentant (a) l'intensité relative en fonction de l'angle 2θ et les pics réalignés selon la position du maximum d'intensité (notée $2\theta_{max}$) entre (b) 40 et 750 °C et (c) 750 °C et 900 °C.

La figure V.26b montre que l'épaulement de gauche (dû à la phase γ') qui est visible à 40 °C disparait progressivement quand la température augmente pour atteindre la largeur la plus fine du pic (400) autour de 700 - 750 °C (figure V.27). En augmentant encore la température jusqu'à 900 °C (figure V.26c), l'épaulement réapparait mais cette fois-ci à droite du pic ce qui est synonyme d'un basculement d'un désaccord paramétrique d'une valeur positive à négative.

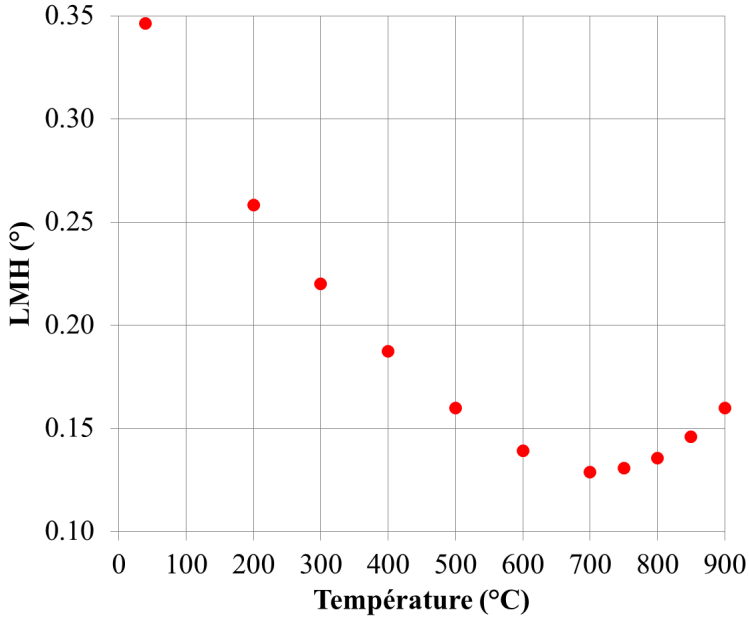
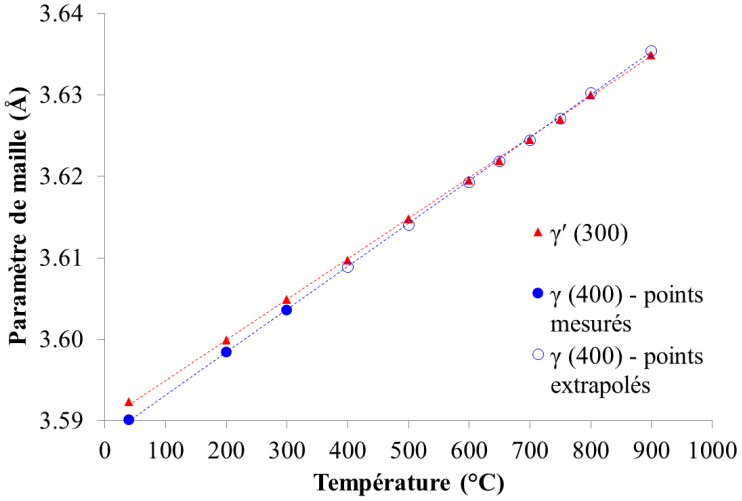
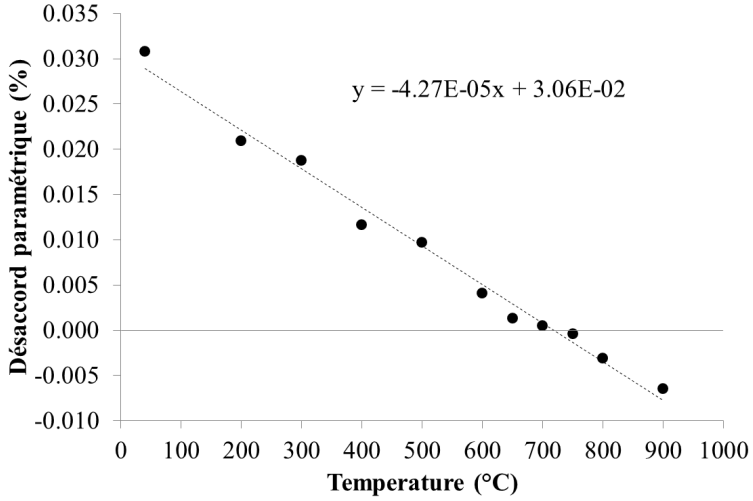


FIGURE V.27 – Suivi de la largeur à mi-hauteur (LMH) durant la montée en température entre 40 et 900 °C sur l'échantillon SX-100.

Pour tenter de quantifier l'évolution du désaccord paramétrique en fonction de la température, le paramètre de maille de la phase γ' en fonction de la température a été mesuré à partir des pics (300). En ce qui concerne le paramètre de maille de la matrice γ, il a été mesuré à partir des maximas d'intensité sur les pics (400) pour 4 températures, là où l'épaulement était bien marqué, soit 40, 100, 200 et 300 °C (figure V.26 - le diffractogramme à 100 °C n'a pas été représenté par soucis de clareté). Ensuite une extrapolation linéaire à partir de la droite obtenue a été réalisée pour determiner le paramètre de maille de la matrice γ à plus haute température. Les résultats des évolutions des paramètres de maille des phases γ et γ' ainsi que les désaccords paramétriques calculés sont présentés en figure V.28.



(a)



(b)

FIGURE V.28 – Evolution (a) des paramètres de maille des phases γ et γ' et (b) du désaccord paramétrique contraint en fonction de la température pour l'alliage AD730^{TM} SX-100 + TTh 760 °C /40 h.

Le coefficient de dilatation de la phase γ étant supérieur à celui de la phase γ', les courbes du paramètre de maille en fonction de la température pour les phases γ et γ' se croisent dans la gamme de température 650 - 750 °C. Ces analyses confirment que l'alliage AD730^{TM} a un désaccord paramétrique positif à température ambiante ($\sim$ 0,03 %) très proche de 0 entre 650 et 750 °C et légèrement négatif à 900 °C ($\sim$ -0,01 %).

Comme l'alliage AD730^{TM}, d'autres superalliages ont un désaccord paramétrique positif à température ambiante et négatif à haute température, c'est le cas des alliages CMSX-4 [134], TMS12 [2], IN738LC [135] ou SC16 [131] (figure V.29). D'autres superalliages ne

présentent pas de changement de signe de désaccord paramétrique mais tendent vers des valeurs de plus en plus négatives. C'est le cas des superalliages IC32 [136], TMS-19, TMS-63 [134], Waspalloy et 718 [137] (figure V.29). Comparativement aux autres superalliages, le désaccord paramétrique du superalliage AD730^{TM} reste relativement proche de 0 entre 600 et 800 °C, ce qui lui confère une bonne stabilité microstructurale aux températures de fonctionnement.

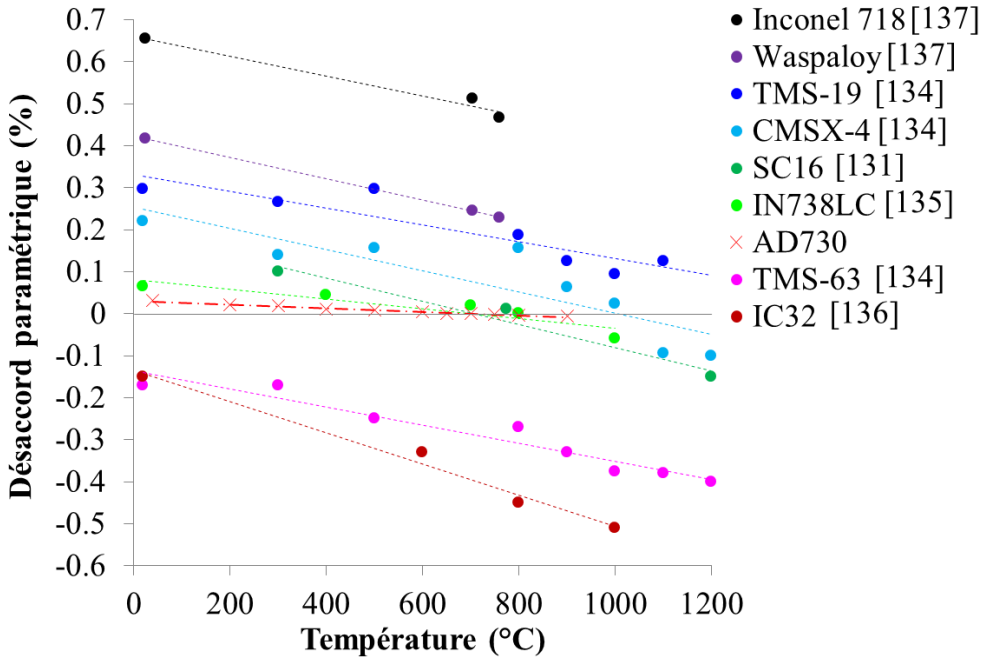


FIGURE V.29 – Evolution du désaccord paramétrique γ/γ' en fonction de la température pour plusieurs superalliages à base nickel.

Il est important de noter que la légère décroissance du désaccord paramétrique avec la température de la température ambiante jusqu'à environ 900 °C est liée à la différence de coefficient de dilatation thermique entre les deux phases. En effet, le coefficient de dilatation de la matrice γ étant plus élevé que celui de la phase γ', la différence qui intervient dans l'équation du désaccord paramétrique (Eq. II-1), devient de plus en plus négative avec l'augmentation de la température. Par contre, pour des températures supérieures à 900 - 950 °C, la phase γ' commence à se dissoudre, la composition des deux phases va donc évoluer. La mise en solution d'éléments γ'-gènes dans la matrice γ va faire chuter la valeur du désaccord paramétrique. Une forte corrélation entre le désaccord paramétrique et la fraction volumique de la phase γ' a été mise en évidence par F. Diologent dans sa thèse (figure V.30) [56].

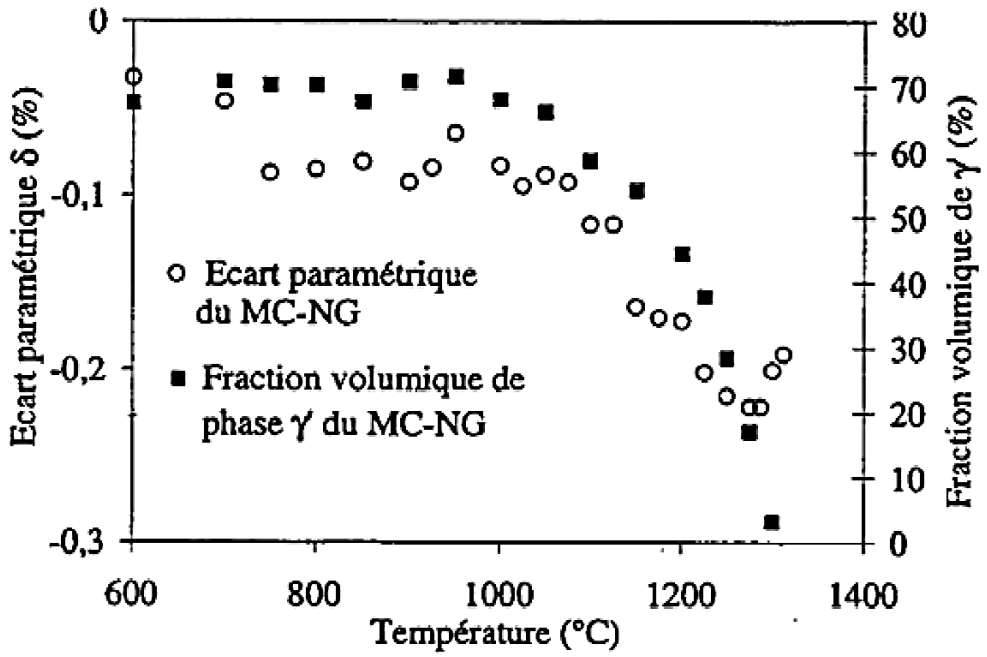


FIGURE V.30 – Corrélation entre et le désaccord paramétrique et la fraction volumique de phase γ' du superalliage MCNG en fonction de la température. Figure tirée de [133] et qui provient de [56].

Aubert et Duval annonce dans sa brochure de présentation de l'alliage un coefficient de dilatation α entre 20 et 800 °C égal à $15,8 \cdot 10^{-6}$ °C^{-1} pour une microstructure PX mise en solution 1080 °C / 4 heures et refroidie à l'air. Dans le chapitre II, section 2.1, un coefficient de dilatation a été determiné par dilatométrie sur l'échantillon PX-96 étant égal à $14,8 \cdot 10^{-6}$ °C^{-1} sur la plage de températures comprise entre 150 et 750 °C. La valeur du coefficient de dilatation a également été estimée à partir des paramètres de maille calculés en fonction de la température pour le matériau SX-100 + TTh 760 °C / 40 h, à partir des données de la figure V.26a. Ces résultats sont présentés sur la figure V.31.

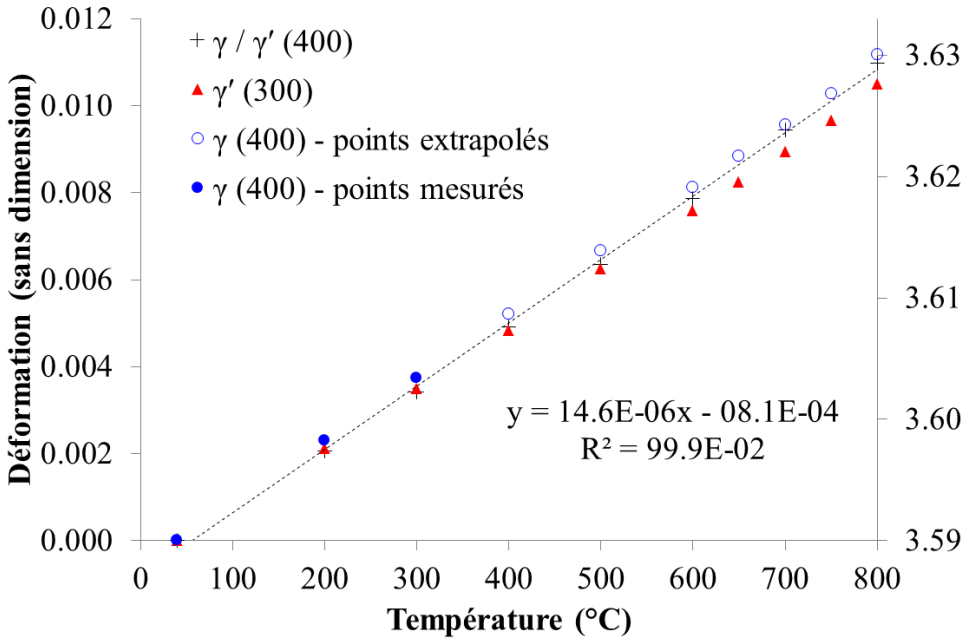
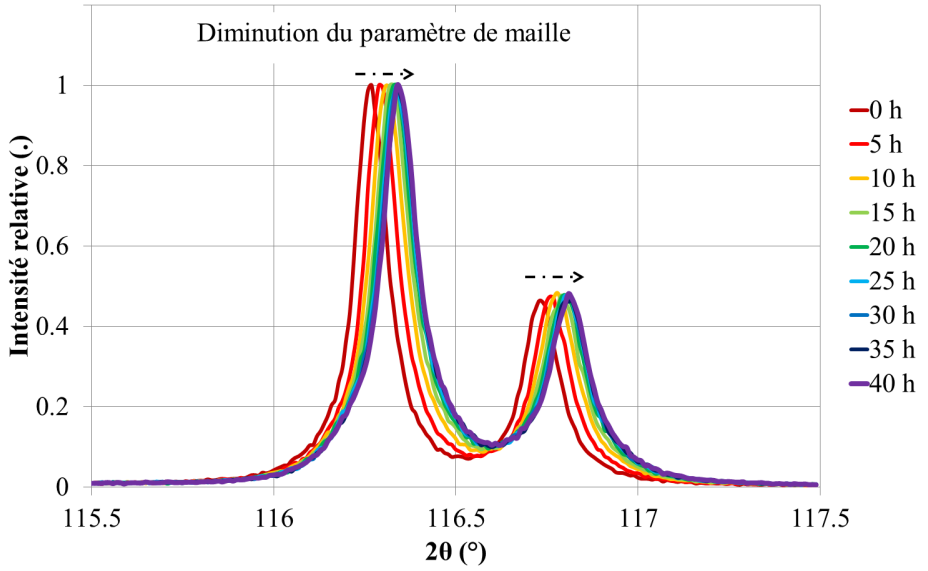


FIGURE V.31 – Variation relative du paramètre de maille global (matrice γ et phase γ') et du paramètre de maille des phases γ et γ' seules en fonction de la température et par rapport à la température de 40 °C, entre 40 et 800 °C sur l'échantillon SX-100 + TTh 760 °C / 40 h.

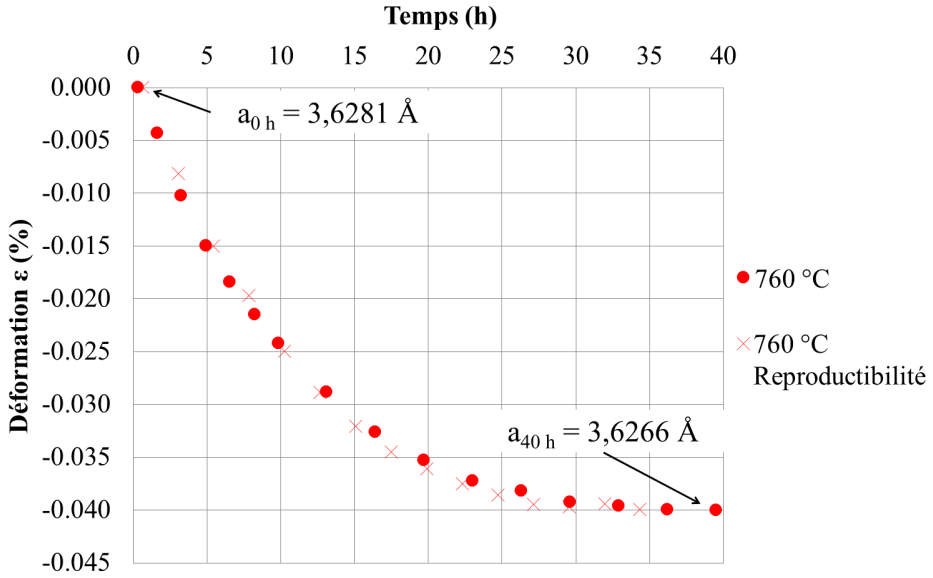
Le coefficient de dilatation global estimé entre 40 et 800 °C à partir des pics (400) comprenant la contribution des phases γ et γ' est de $14,6 \cdot 10^{-6}$ °C^{-1} ce qui est parfaitement en cohérence avec les données précédemment présentées, bien qu'il s'agisse ici d'une mesure sur échantillon SX. De plus, le coefficient de dilatation global est compris entre le coefficient de dilatation des phases γ et γ' prises seules, ce qui est également cohérent.

3.2 Evolution des paramètres de maille au cours du temps (SX)

Un suivi des pics (400) au cours du temps à la température de 760 °C est présenté sur la figure V.32a. Un décalage progressif du pic vers les valeurs plus élevées de 2θ est constaté. Ce décalage traduit nécessairement une réduction de la distance interréticulaire et donc du paramètre de maille. La variation du paramètre de maille en fonction du temps de maintien isotherme est reportée en fonction du temps sur la figure V.32b.



(a)



(b)

FIGURE V.32 – (a) Suivi du pic (400) au cours d'un traitement thermique à 760 °C sur l'échantillon SX-100. (b) Évolution de la déformation associée aux évolutions du paramètre de maille γ/γ' déduites de la raie Cu-K$_{\alpha 1}$. La reproductibilité a été vérifiée en répétant la même expérience (croix rouges), et des résultats similaires ont également été obtenus à partir du pic de diffraction Cu-Kα_2 (mais non représentés ici).

La déformation associée à la contraction des mailles cristallines est de - 0,040 % et dure environ 25 heures avant de se stabiliser (figure V.32b). Ce résultat (obtenu à partir des pics Kα_1) est reproductible et peut être obtenu également à partir des pics de diffraction Kα_2.

Il est à noter par ailleurs que la largeur des pics augmente au cours du temps sur les 20

premières heures, ce qui suggère que les paramètres de maille des deux phases restent proches l'un de l'autre mais évolueraient de manière différente (figure V.33).

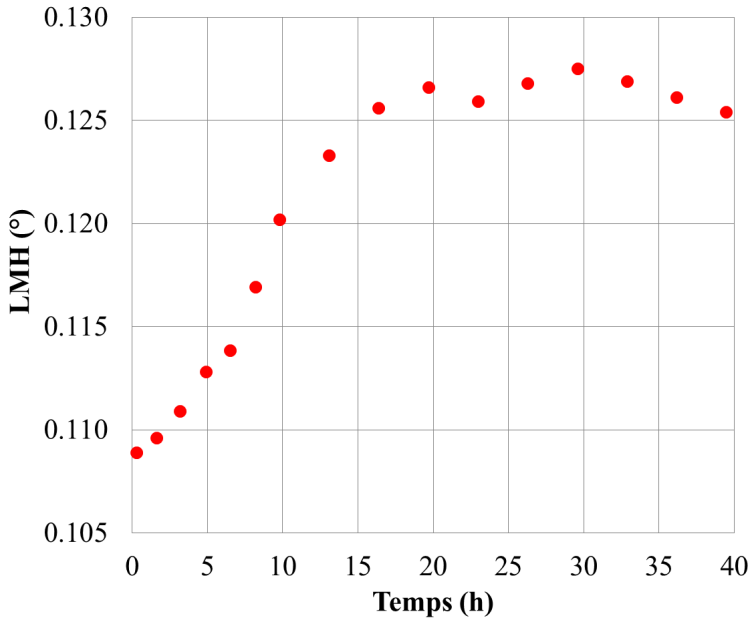


FIGURE V.33 – Suivi de la largeur à mi-hauteur (LMH) au cours d'un traitement thermique à 760 °C sur l'échantillon SX-100.

3.3 Retour à la température ambiante après 40 heures à 760 °C (SX)

La figure V.34 compare les diffractogrammes DRX obtenus à température ambiante avant et après le maintien de 40 h à 760 ° C.

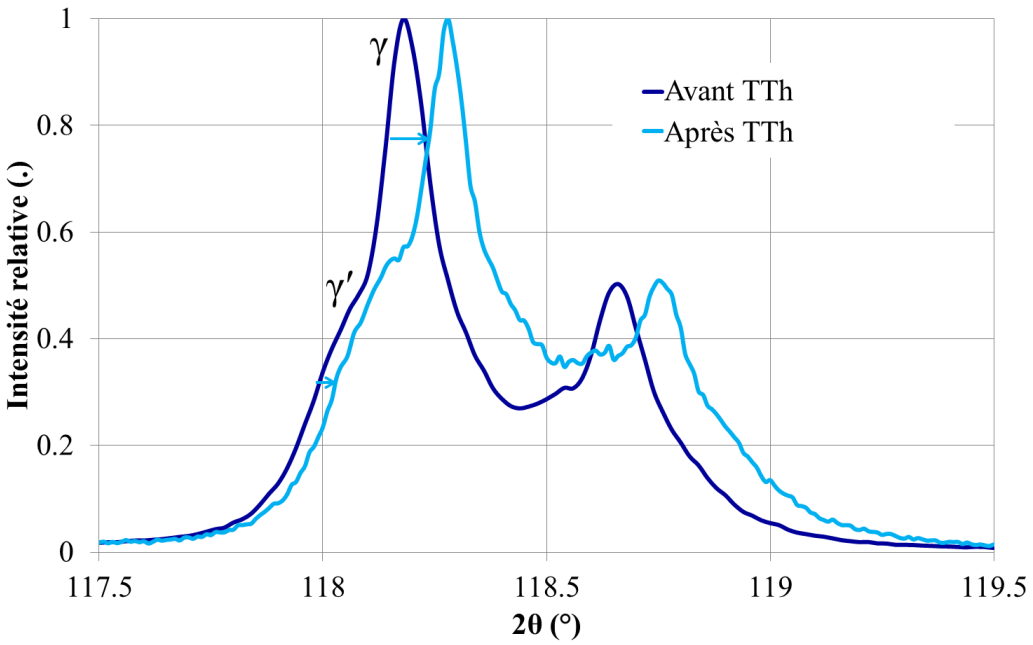


FIGURE V.34 – Diffractogramme du pic (400) à température ambiante avant et après traitement thermique de 40 heures à 760 °C sur l'échantillon SX-100.

Le décalage du pic vers les plus grandes valeurs de 2θ observé durant le traitement thermique *in-situ* à 760 °C se retrouve après retour à la température ambiante, ce qui indique que la transformation subie par le matériau au cours du maintien isotherme est irréversible. Le décalage du pic de la matrice γ est supérieur à celui de la phase γ' (flèches bleues claires) : 0,1° pour γ et 0,04° pour γ'. Cela suggère que le paramètre de maille de la matrice diminue plus que celui des précipités, potentiellement pendant le traitement thermique vu les évolutions de la largeur à mi hauteur (figure V.33). La déformation associée à ces décalages (0,1° pour la matrice γ et 0,04° pour la phase γ') est respectivement de 0,052 % et 0,021 %. Avec une loi de mélange linéaire et des fractions de précipités γ'_{II} de 43 % et de matrice 57 %, la déformation globale estimée est d'environ 0,038 %, une valeur comparable à celle évaluée au cours du maintien à 760 °C (figure V.32b).

3.4 Evolution au cours du temps (PX)

Pour confirmer qu'il existe une diminution du paramètre de maille global sur le matériau polycristallin, on a réalisé un suivi à 760 °C *in-situ* de l'échantillon PX-96. Les plans diffractant utilisés sont les (200) malgré une perte en résolution car le pic (400) n'était pas d'intensité suffisante. Les diffractogrammes montrant l'évolution de l'intensité relative en

fonction des angles 2θ sont présentés en figure V.35. Seulement 5 temps de traitement ont été présentés pour que la figure soit plus lisible.

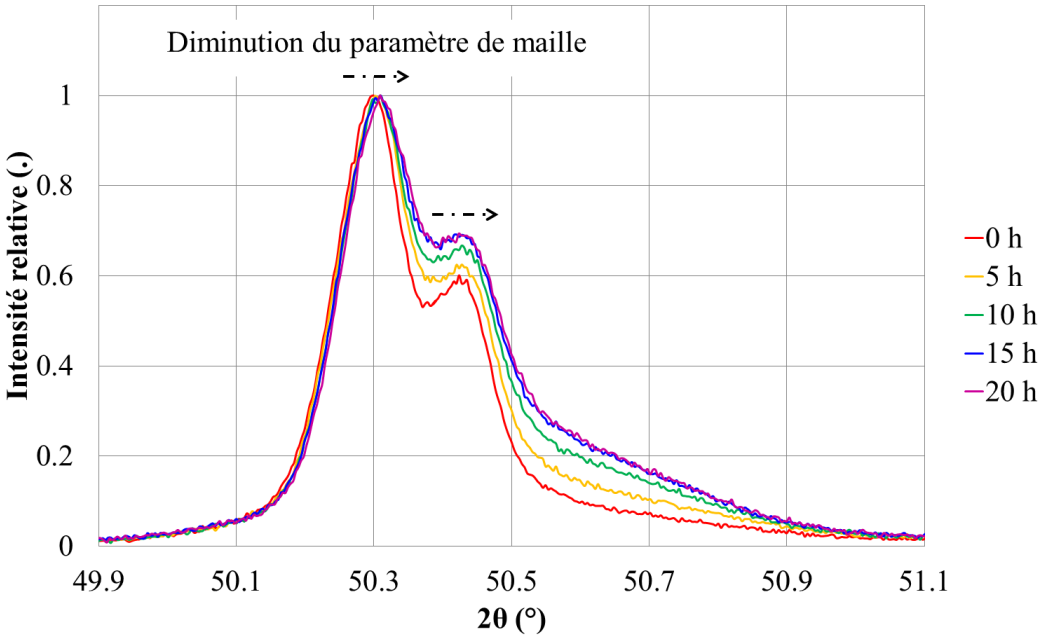


FIGURE V.35 – Suivi du pic (200) au cours d'un traitement thermique à 760 °C sur l'échantillon PX-96.

Les résultats montrent un décalage du pic vers les hautes valeurs de 2θ, soit une diminution du paramètre de maille global. De plus, nous savons que le matériau polycristallin présente d'une part de nombreuses évolutions à 760 °C et d'autre part une microstructure avec des joints de grains, des joints de mâcles et trois populations de précipités γ' avec des variabilités de paramètres de maille probables entre les précipités γ'_I incohérents et les précipités durcissants γ'_{II} et γ'_{III}. Cela rend difficile l'interprétation des autres aspects du diffractogramme comme les évolutions d'intensité en queue de pic entre 50,5 et 50,9°.

4 Relation entre les changements de composition chimique locaux, la diminution du paramètre de maille et la contraction macroscopique

La figure V.36 présente la déformation élastique estimée à partir des mesures DRX au cours du maintien à 760 °C (équation V.5), la déformation élastique associée à la contrac-

tion macroscopique observée en dilatométrie isotherme sur les échantillons SX-100 et PX-96 (équation V.6) et les valeurs de déformation associées aux évolutions de composition à partir des données APT sur l'échantillon PX-96.

$$\varepsilon_{DRX} = \frac{a - a_0}{a_0} \tag{V.5}$$

$$\varepsilon_{dilatometrie} = \frac{L - L_0}{L_0} \tag{V.6}$$

Où :

a_0 est le paramètre de maille après chauffage jusqu'à 760 °C à 1 °C/s.

a est la valeur courante du paramètre de maille au cours du maintien à 760 °C.

L_0 et L sont les longueurs utiles de l'éprouvette de dilatométrie au début et au cours du maintien à 760 °C.

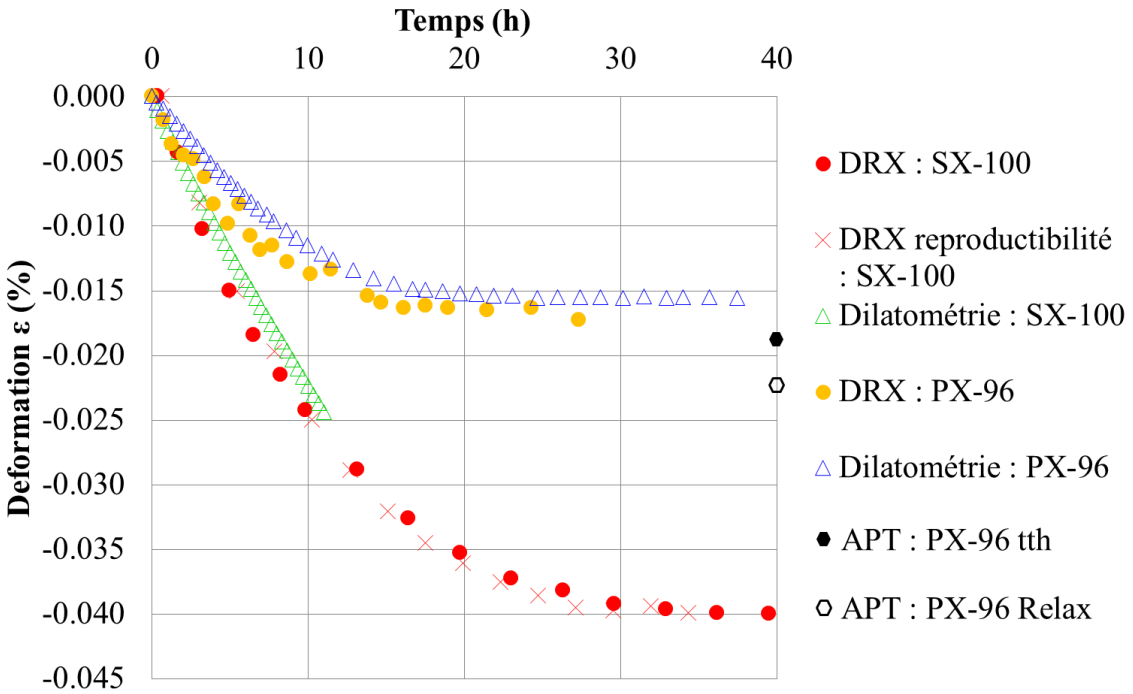


FIGURE V.36 – Déformation élastique lors du traitement thermique à 760 °C et de l'essai de relaxation à 760 °C - 500 MPa mesurée en dilatométrie isotherme, calculée à partir des résultats de DRX et à partir de la loi de Végard et des données APT sur microstructure SX-100 et PX-96.

Une contraction d'environ 0,040 % est observée lorsque l'on atteint l'équilibre dans le matériau SX tandis que la contraction est d'environ 0,016 % dans le PX. Pour rappel, les

déformations mesurées par DRX proviennent du pic de diffraction (400) pour l'échantillon SX-100 et du pic de diffraction (200) pour l'échantillon PX-96. Ces pics de diffraction sont composés de la superposition des phases γ et γ', tandis que la mesure dilatométrique mesure la variation de la longueur totale de l'échantillon. Les mesures en DRX sont en bon accord avec les mesures de contraction en dilatométrie, ce qui suggère fortement que la contraction volumique est principalement régie par la diminution du paramètre de maille des deux phases γ' et γ.

Il existe plusieurs pistes pour expliquer la différence entre les versions PX et SX de l'alliage. La première est liée à la fraction surfacique de γ'_{II} qui est supérieure dans la microstructure SX. Il convient de rappeler ici que la microstructure SX a été adaptée, par des traitements thermiques préliminaires, pour être proche de la microstructure PX intragranulaire de l'alliage. La taille des précipités secondaires est similaire entre l'alliage SX et PX. Cependant, la fraction surfacique est plus élevée dans l'alliage SX (43 %) par rapport à l'alliage PX (33 %) en raison de l'absence de précipités primaires (représentant 5 % de fraction surfacique dans le matériau PX). Les canaux de matrice entre les précipités γ'_{II} sont donc plus étroits dans le matériau SX ce qui pourrait engendrer plus de recouvrement des profils de diffusion dans la matrice et donc un paramètre de maille moins hétérogène. Par ailleurs, il existe d'autres différences à considérer, notamment la présence de joints de grains et la microstructure aux abords des joints de grains dans la version polycristalline de l'alliage. De plus, le matériau SX est testé et observé selon une direction cristallographique unique (proche de <001>), avec d'éventuels biais liés à l'anisotropie, alors que le comportement des échantillons PX doit être plus isotrope étant donnée l'absence de texture cristallographique marquée dans la matière forgée.

Enfin il est à noter qu'une contraction au cours de traitements thermiques a également été observée dans d'autres superalliages à base de nickel tels que les superalliages Waspaloy [105], RR1000 [106], Inconel 718 [48], Inconel 783 [49] ou IN100 [50], d'amplitude similaire à celle que nous observons dans notre étude (tableau V.4). Pour les faibles contraintes ou déformations appliquées, la contraction va ralentir la relaxation ou le fluage pour de nombreux superalliages. Il est donc très important de prendre en compte cet effet lors des essais macroscopiques.

Contraction (%)	AD730^{TM} Cette thèse	Waspaloy [105]	RR1000 [106]	Inconel 718 [48]	Inconel 783 [49]	IN100 [50]
PX	**0,016**	**0,032**	**0,055**	**0,020**	**0,027**	**0,095**
	0,019	*550 °C*	*760 °C*	*500 °C*	*482 °C*	*704 °C*
	0,017	*10000 h*	*16 h*	*8 h*	*500 h*	*300 h*
	760 °C			**0,060**	**0,035**	
				620 °C	*538 °C*	
				8 h	*300 h*	
				0,080	**0,017**	
				720 °C	*593 °C*	
				8 h	*100 h*	
SX	**0,040**	/	/	/	/	/
	760 °C					
	25 h					

Tableau V.4 – Comparaison de la contraction macroscopique mesurées par dilatométrie (en noir), DRX (en rouge) et loi de Végard (en vert) pour différents superalliages à différentes températures pour un temps après stabilisation.

5 Conclusion

Des analyses MEB, MET, DRX et APT ont été réalisées sur des échantillons d'alliage AD730^{TM} soumis à un traitement thermique ou essai de relaxation à 760 °C afin de comprendre l'allure des courbes macroscopiques et notamment les mécanismes contrôlant la contraction de cet alliage qui provoque un début de courbe « **atypique** » pour les essais de relaxation à 500 MPa. Ce travail a par ailleurs permis d'établir la variation du « misfit » en fonction de la température pour l'alliage AD730^{TM}, données non disponibles avant le début de cette thèse.

La partie « **atypique** » des essais macroscopiques (25 premières heures) se superpose aux mécanismes ayant lieu dans la partie classique et intervient plus ou moins selon la microstructure initiale (et son écart à l'équilibre thermochimique) à la température de l'essai.

Lors du chauffage, il a été observé que le désaccord paramétrique positif à température

ambiante (+ 0,03 %) devient négatif à haute température ($\sim$ - 0,01 % à 900 °C) en passant par une valeur nulle entre 650 et 750 °C, ce qui se traduit par une sphéroïdisation progressive des précipités γ'_{II} à cette température.

Lors du maintien à 760 °C de l'échantillon PX-96, les précipités γ'_{II} augmentent en taille et en fraction durant les 25-30 premières heures. Dans le même temps, le murissement d'Ostwald mène à la disparition des précipités γ'_{III} au bénéfice des précipités γ'_{II} qui, *in fine* ne peuvent plus être discernés des précipités γ'_{II} sur un critère de taille. Cette évolution est d'autant plus rapide que la température est élevée dans la plage 730 – 790 °C. De plus, des changements se produisent dans la composition de la matrice et des précipités durcissants. Les teneurs en Ni, Al et Ti diminuent dans la matrice et augmentent les précipités γ'_{II} et γ'_{III} tandis que les teneurs en Cr, Co et Fe augmentent dans la matrice et diminuent dans ces mêmes précipités. Ces changements de composition induisent une diminution des paramètres de maille de la matrice et des précipités toujours pendant les 25 premières heures. Cette diminution du paramètre de maille est d'une ampleur comparable à la contraction macroscopique observée par dilatométrie isotherme et tend donc à augmenter la contrainte lors de l'essai de relaxation et à empêcher le fluage pour une contrainte de 500 MPa. La contraction microscopique à l'échelle de la maille induit une contraction macroscopique qui s'oppose aux mécanismes conventionnels de relaxation (diffusionnels et dislocationnels) qui tendent à diminuer la contrainte lors des essais de relaxation.

Les ségrégations de Cr, Co et Fe au niveau des dislocations dans les précipités γ'_{II}, introduites par déformation plastique, suggèrent un mécanisme de transfert de soluté par *pipe diffusion* le long de ces dislocations. Cela augmente localement la concentration de Ni, Al et Ti dans la matrice. Du point de vue de la contraction, un échantillon présentant une forte densité de dislocations se contractera donc plus par rapport à un échantillon présentant une faible densité de dislocations, ce qui pourra influer la réponse en relaxation ou fluage.

Synthèse et perspectives

Chapitre VI

Synthèse et perspectives

Le superalliage AD730^{TM} est un superalliage base-nickel γ/γ' envisagé pour la fabrication de disques de turbine. Ces derniers sont mis en forme à partir de billettes par forgeage à chaud afin d'obtenir une microstructure fine et homogène du point de vue de taille de grains. Ensuite, ces disques sont traités thermiquement afin d'optimiser l'état de précipitation. La dernière étape du traitement, appelée revenu, doit permettre aux précipités d'évoluer vers les caractéristiques de fraction volumique et de composition chimique qui correspondent à l'équilibre thermodynamique. Par ce biais, il permet surtout du point de vue applicatif, de fixer les propriétés mécaniques en sortie et il sert également à relaxer les contraintes issues du refroidissement post-mise en solution avant de réaliser les opérations de finition de la pièce, notamment l'usinage. En effet, pour des disques relativement massifs, l'étape de refroidissement après mise en solution génère des niveaux de contraintes résiduelles élevés et hétérogènes au sein des pièces de part l'hétérogénéité thermique de la pièce au refroidissement. Le revenu permettant une relaxation et une redistribution des contraintes résiduelles facilite les opérations d'usinage ultérieures. Cette thèse a permis une analyse multi-échelles des mécanismes de déformation et des évolutions microstructurales ayant lieu durant le traitement thermique et de leur impact sur la relaxation des contraintes, en s'appuyant sur des essais de laboratoire.

Pour ce faire, des échantillons ont été soumis à des traitements thermiques et des essais de relaxation ou de fluage à 730, 760 et 790 °C sous différentes déformations/contraintes initiales (200, 500 et 900 MPa), afin de comprendre l'origine du comportement macroscopique du superalliage AD730^{TM}. Des points de comparaison sont également proposés pour

le superalliage Rene 65. Ce travail montre que durant le maintien en température, l'état de précipitation évolue et différents mécanismes de déformation plastique sont activés selon le niveau de contrainte appliqué. Les principales conclusions qui peuvent être tirées vont être détaillées ci-après. La figure VI.1 dresse le bilan des mécanismes métallurgiques observés durant les essais de relaxation et de fluage.

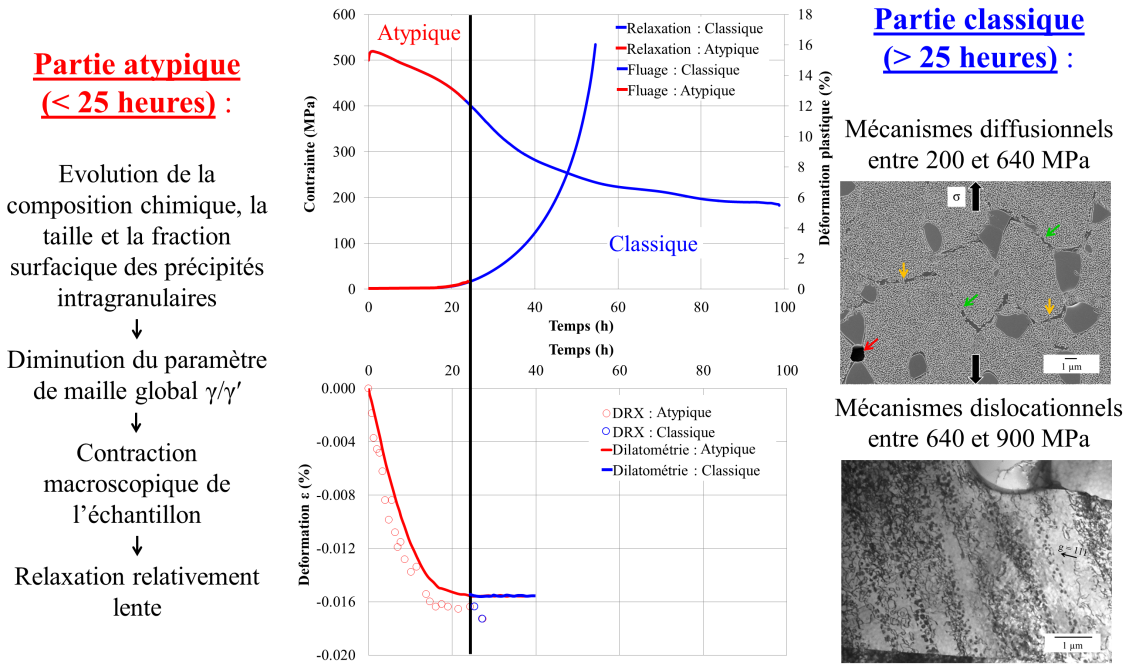
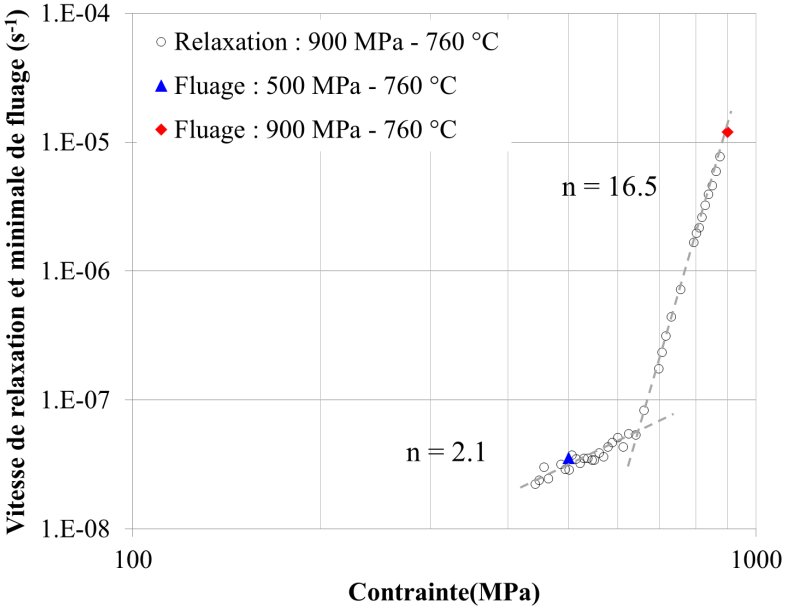


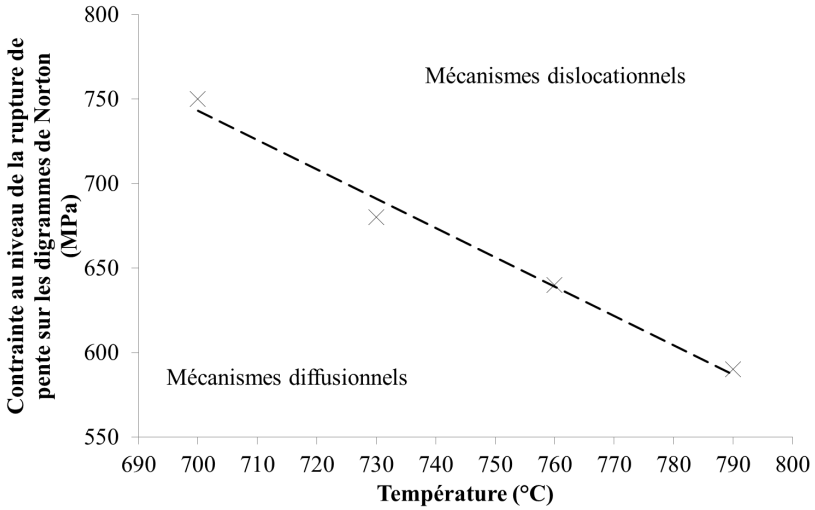
FIGURE VI.1 – Schéma bilan décrivant les mécanismes mis en jeu durant les essais de relaxation.

Pour des niveaux de contrainte initiale élevés (900 MPa), proches de la limite d'élasticité macroscopique à 760 °C (∼ 1000 MPa), la relaxation est très rapide et peut être qualifiée de classique. La relaxation des contraintes résulte alors de l'activité dislocationnelle, confirmée par MET et MEB-ECCI, avec la présence de dislocations générées dans l'éprouvette lors du chargement. Des mécanismes de déformation plastique intragranulaire par mouvement de dislocations prédominent dans le contrôle de la cinétique de relaxation pour de tels niveaux de contrainte initiale, ce qui est cohérent avec la valeur élevée du coefficient de Norton obtenu (n = 16,5). À 760 °C, les valeurs du coefficient de Norton suggèrent en fait deux mécanismes de déformation en fonction de la plage de contraintes : relaxation induite par des mécanismes dislocationnels entre 640 et 900 MPa et relaxation contrôlée par des mécanismes diffusionnels entre 200 et 640 MPa (figure VI.2a). Sur cette figure, les essais de fluage se positionnent

sur la tendance des essais de relaxation, ce qui est normal car les mécanismes de viscoplasticité sont identiques. Après un essai de relaxation à 760 °C avec une contrainte initiale de 500 MPa, des dislocations sont néanmoins présentes aux abords des joints de grains et des joints de mâcles, dans les précipités γ'_I et proches de ceux-ci. Cependant la valeur du coefficient Norton est alors d'environ 2, ce qui suggère des mécanismes diffusionnels prépondérants dans le contrôle de la viscoplasticité, notamment par diffusion aux joints de grains. Les joints de grains perpendiculaires à la direction de sollicitation ou à 45° de celle-ci migrent durant l'essai de fluage, et ce mouvement s'accompagne de changements dans la microstructure des précipités γ'_{II} le long des joints de grains. Le rôle joué par les joints de grains se retrouve également dans la différence de comportement entre les éprouvettes polycristallines et les éprouvettes monogranulaires employées dans cette thèse à des fins d'analyse et de découplage des mécanismes de relaxation mis en jeu. Au delà de la discussion sur les mécanismes conduite dans cette thèse, les données obtenues pourront aussi permettre de fiabiliser les lois de comportement employées pour modéliser la relaxation lors du traitement thermique en y ajoutant les coefficients de Norton et les ruptures de pente dans les gammes de température étudiées (700 – 790 °C) et de contraintes (200 – 900 MPa) qui sont présentées en figure VI.2b.



(a)



(b)

FIGURE VI.2 – (a) Diagramme de Norton à 760 °C montrant les mécanismes de déformation « classiques » à partir de l'essai de relaxation à 900 MPa et des essais de fluage à 500 et 900 MPa. (b) Contrainte à la rupture de pente en fonction de la température permettant de discriminer les mécanismes diffusionnels et dislocationnels.

De plus, au début des essais de relaxation et de fluage à 760 °C sous 500 MPa, un ralentissement « atypique » de la relaxation ou du fluage est constaté durant les 25 premières heures en raison de la diminution des paramètres de maille de la matrice γ et de la phase γ', qui provoque par ailleurs une contraction du matériau lors d'un simple maintien isotherme. Il a en effet été observé que lors d'un maintien isotherme à 760 °C, les teneurs en Ni, Al et Ti diminuent dans la matrice et augmentent dans la phase γ' (précipités γ'_{II} et γ'_{III}) tandis que les

teneurs en Cr, Co et Fe augmentent dans la matrice et diminuent dans la phase γ' (précipités γ'_{II} et γ'_{III}), les deux phases évoluant vers leurs compositions d'équilibre thermodynamique. Ces changements de composition qui interviennent sur les 25 premières heures induisent une diminution des paramètres de maille des deux phases qui a pu être estimée via la loi de Végard et a été confirmée par diffraction de rayons X. Cette diminution du paramètre de maille est d'une ampleur comparable à la contraction macroscopique mesurée par dilatométrie isotherme (0,02 % pour le matériau polycristallin et 0,04 % pour le matériau monogranulaire). De plus, durant cette même periode, il y a des changements significatifs de la taille et de fraction volumique des précipités γ'_{II} et γ'_{III}, qui se produisent aussi bien pendant un simple traitement thermique que pendant un essai de relaxation à 760 °C. La fraction volumique passe ainsi de 33 % à 42 % et la taille des précipités γ'_{II} de 96 à 114 nm au cours des 25 premières heures. Les précipités γ'_{III}, en revanche, finissent par se fondre dans la population des γ'_{II} sous l'effet du mûrissement d'Ostwald et disparaissent après 70 heures à 760 °C. Les mécanismes dislocationnels s'activent à une contrainte plus faible lorsqu'il n'y a pas de précipités γ'_{III}, ce qui a pu être verifié par un pré-vieillissement préalable. Par conséquent, les évolutions de précipités observées affectent directement le comportement en relaxation et celui-ci est ainsi très sensible à l'état de précipitation initial. L'évolution des précipités aurait donc deux effets : d'une part une contraction macroscopique (via des changements de composition chimique et de paramètres de maille) qui induit une tendance à élever le niveau de contrainte à une déformation mécanique ($\varepsilon_e + \varepsilon_{pl}$) fixée, d'autre part, une diminution du durcissement structural qui aide à la relaxation des contraintes lorsque la population des précipités γ'_{III} disparait. Le comportement en relaxation atypique observé durant les 25 premières heures à 760 °C, qui est lié à la contraction isotherme, a été observé sur le superalliage AD730^{TM} dans cette thèse mais existe également dans d'autres superalliages γ/γ' et $\gamma/\gamma'/\gamma''$ comme évoqué dans la littérature. De par le comportement en relaxation et en fluage de l'alliage Rene 65 comparable à celui de l'alliage AD730^{TM}, on peut supposer que cet alliage se contracterait également durant un traitement thermique. Les essais macroscopiques en relaxation et en fluage ont été très complémentaires à la fois pour déterminer le comportement atypique, les mécanismes de déformation plus classiques et générer les microstructures permettant de visualiser ces mécanismes.

Le matériau monogranulaire a été d'une utilité primordiale dans ce travail afin de com-

prendre les mécanismes qui pilotent la relaxation. Il a permis de séparer les contributions des joints de grains de celles de la précipitation sans ambiguïté possible. Il a aussi permis de mettre en évidence précisément les évolutions de paramètres de maille en fonction du temps et de la température et par conséquent, de déterminer des valeurs de désaccord paramétrique en fonction de la température. De plus, les essais de relaxation avec pré-déformation sur éprouvette monogranulaire (figure III.16) ont mis en lumière que l'introduction de dislocations dans le matériau accélère la relaxation des contraintes, même dans un domaine où les mécanismes diffusionnels sont censés piloter le comportement en relaxation (chapitre III - section 3.4.3). Des essais de relaxation à 730 °C avec une contrainte initiale de 500 MPa conduits sur éprouvettes polycristallines soumises à une pré-déformation dans le domaine plastique ont confirmé ce phénomène (figure VI.3).

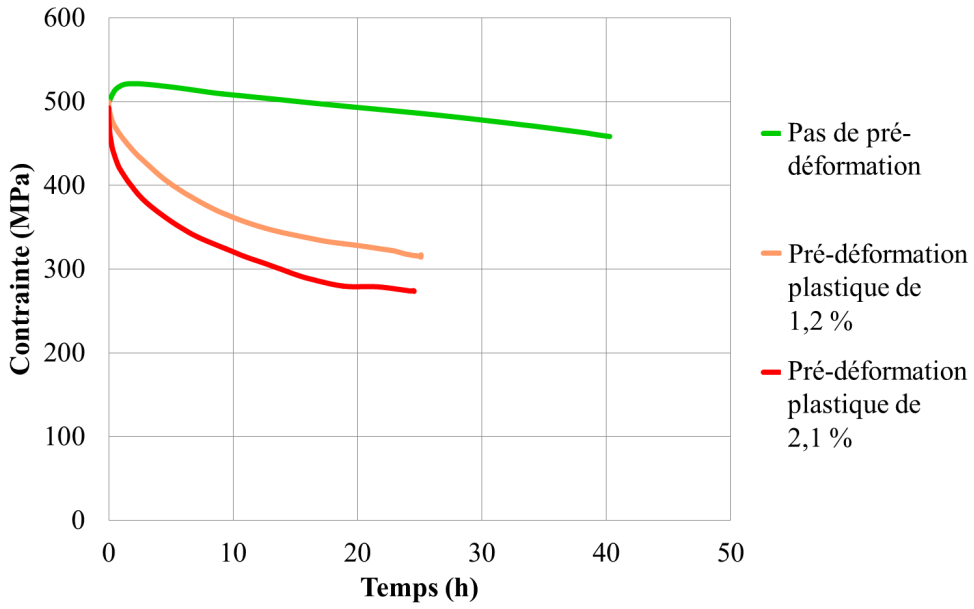


FIGURE VI.3 – Influence de pré-déformations plastiques sur le comportement en relaxation à 730 °C sous 500 MPa d'éprouvettes polycristallines.

Des mesures réalisées par diffraction des rayons X sur l'échantillon monogranulaire ont permis d'estimer l'évolution de l'écart relatif des paramètres de maille pour le superalliage AD730^{TM}, positif à température ambiante (+ 0,03 %) à négatif (- 0,01 %) à 900 °C, en passant par zéro aux températures typiques du revenu ou ciblées pour la vie en service de l'alliage (650 - 750 °C). Un désaccord paramétrique proche de zéro est un avantage pour la stabilité de l'alliage aux températures d'utilisation. Il avait été envisagé de faire des mesures

au Synchrotron mais compte-tenu des réultats obtenus par diffraction des rayons X, il apparait moins crucial d'avoir recours aux grands instruments pour avoir ces informations. Les résultats DRX feront l'objet d'une publication avec une étude sur la déconvolution des pics plus poussée.

Maintenant, l'équivalence entre l'échelle du laboratoire et l'échelle industrielle doit être discutée. Les essais de relaxation et de fluage sont réalisés avec application d'une contrainte extérieure tandis qu'à l'échelle industrielle, les contraintes sont internes et causées par la phase de refroidissement depuis l'étape de mise en solution. La difficulté majeure de cette équivalence réside dans le fait que les disques sont des pièces massives avec de fortes hétérogénéités de microstructures et de contraintes et que cela engendre de nombreuses problématiques de redistributions des contraintes qui s'ajoutent au comportement viscoplastique intrinsèque de l'alliage. Pour répondre à cela, il serait judicieux d'implémenter un modèle avec des données prenant en compte le comportement viscoplastique et les évolutions microstructurales durant la relaxation de l'alliage qui ont été décrites et quantifiées dans cette thèse. L'idée serait alors de caractériser par de multiples études le comportement matériau et ensuite utiliser cela pour prendre en compte l'effet de structure sur pièce par des méthodes éléments finis par exemple. De là, ces modèles pourront être comparé à des résultats experimentaux obtenus par exemple par la méthode de contour sur des pièces plus massives possédant des niveaux de contraintes similaires à celles observées industriellement. En complément, une autre perspective à ce travail pourrait être de suivre directement l'évolution des contraintes par diffraction des neutrons en température sur des pièces industrielles massives présentant des contraintes internes de refroidissement. Des travaux dans ce sens ont déjà été réalisés sur les alliages Inconel 718, Udimet 720 Li et RR 1000 [138, 139]. Par contre, une limitation concernant la technique de diffraction aux neutrons pour les alliages base nickel serait la profondeur de mesure maximale qui est de l'ordre de 20 mm.

La problématique industrielle qui se cache derrière ces études est la suivante. Pour obtenir de bonnes propriétés mécaniques, les disques en alliages γ/γ' nécessitent un refroidissement le plus rapide possible après la mise en solution. Cela génère de très hauts niveaux de contraintes résiduelles en raison du comportement thermomécanique spécifique de cette classe d'alliages γ/γ' où l'essentiel de la précipitation durcissante se produit lors du refroidissement post traitement thermique de mise en solution. Avec un revenu de relativement

courte durée, la relaxation et/ou redistribution des contraintes est très faible et par conséquent l'usinage final s'avère complexe en raison d'un niveau de contraintes résiduelles restant très élevé dans la pièce. Ces résultats ont été démontrés dans cette thèse mais aussi dans la keynote de Superalloys 2020 à une échelle supérieure avec des résultats obtenus par la méthode du contour sur des disques polycristallins à une échelle réduite (15 cm de diamètre) [140].

Références bibliographiques

[1] T. M. Pollock and S. Tin, "Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines : Chemistry, Microstructure and Properties," *Journal of Propulsion and Power*, vol. 22, pp. 361–374, 2006.

[2] R. C. Reed, *The Superalloys : Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press, 2006.

[3] R. Schafrik, D. Ward, and J. Groh, "Application of Alloy 718 in GE Aircraft Engines : Past, Present and Next Five Years," *Proceedings of the International Symposium on Superalloys and Various Derivatives*, pp. 1–11, 2001.

[4] D. Paulonis and J. Schirra, "Alloy 718 at Pratt & Whitney : Historical Perspective and Future Challenges," *Superalloys 718, 625, 706 and derivatives*, pp. 13–23, 2001.

[5] A. Devaux, L. Nazé, R. Molins, A. Pineau, A. Organista, J.-Y. Guedou, J. Uginet, and P. Héritier, "Gamma double prime precipitation kinetic in Alloy 718," *Materials Science and Engineering A*, vol. 486, pp. 117–122, 2008.

[6] M. Jouiad, E. Marin, R. Devarapali, J. Cormier, F. Ravaux, C. Gall, and J.-M. Franchet, "Microstructure and mechanical properties evolutions of alloy 718 during isothermal and thermal cycling over-aging," *Materials and Design*, vol. 102, pp. 284–296, 2016.

[7] A. Devaux, B. Picque, M. Gervais, E. Georges, T. Poulain, and P. Heritier, "AD730^{TM}-A New Nickel-Based Superalloy for High Temperature Engine Rotative Parts," *Superalloy 2012*, pp. 911–919, 2012.

[8] J. Heaney, M. Lasonde, A. Powell, B. Bond, and C. O'Brien, "Development of a New Cast and Wrought Alloy (Rene 65) for High Temperature Disk Applications," *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives 2014*, pp. 67–77, 2014.

[9] M. Revaud, "Optimisation métallurgique du superalliage à base de Nickel 718Plus," *Thèse de doctorat, ENSMP MAT - Centre des matériaux*, 2013.

[10] C. S. Smith, “Grains, phases, and interfaces : an interpretation of microstructure,” *Metallurgical Society of the American Institute of Metallurgical Engineers Transactions*, vol. 15, pp. 1–37, 1948.

[11] R. Radis, M. Schaffer, M. Albu, G. Kothleitner, P. Pölt, and E. Kozeschnik, “Multimodal size distributions of γ' precipitates during continuous cooling of Udimet 720 Li,” *Acta Materialia*, vol. 57, pp. 5739 – 5747, 2009.

[12] M. Jackson and R. Reed, “Heat treatment of UDIMET 720 Li : the effect of microstructure on properties,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 259, pp. 85 – 97, 1999.

[13] S. Vernier, “Evolution de la microstructure du superalliage base nickel AD730^{TM} au cours des opérations de forgeage industrielles,” *Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Mines de Paris - CEMEF*, 2018.

[14] A. Nicolay, “Microstructure et propriétés de l’Inconel 718 DA forgé en presse à vis dans le domaine subsolvus δ,” *Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Mines de Paris - CEMEF*, 2019.

[15] F. Masoumi, M. Jahazi, D. Shahriari, and J. Cormier, “Coarsening and dissolution of γ' precipitates during solution treatment of AD730^{TM} Ni-based superalloy : Mechanisms and kinetics models,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 658, pp. 981 – 995, 2016.

[16] S. Wlodek, M. V. Kelly, and D. Alden, “The structure of Rene 88 DT,” *Superalloys 1996*, pp. 129–136, 1996.

[17] F. Masoumi, D. Shahriari, M. Jahazi, J. Cormier, and A. Devaux, “Kinetics and Mechanisms of γ' Reprecipitation in a Ni-based Superalloy,” *Scientific Reports*, vol. 6 :28650, pp. 1–16, 2016.

[18] D. Locq, “Travaux Onéra – Présentation SF2M 2019 – Paris,” 2019.

[19] L. Thébaud, “Etude des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau superalliage base nickel AD730™,” *Thèse de doctorat, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d’Aérotechique - Poitiers*, 2017.

[20] A. Devaux, A. Helstroffer, J. Cormier, P. Villechaise, J. Douin, M. Hantcherli, and F. Pettinari-Sturmel, “Effect of aging heat-treatment on mechanical properties of AD730^{TM} superalloy,” *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, pp. 521–535, 2014.

[21] A. Laurence, “Impact du sur-vieillissement métallurgique sur le comportement et la durabilité du nouveau superalliage pour disque de turbine Rene 65,” *Thèse de doctorat, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d’Aérotechique - Poitiers*, 2016.

[22] A. Wessman, “Physical Metallurgy of Rene 65, a Next-Generation Cast and Wrought Nickel Superalloy for use in Aero Engine Components,” *Thèse de doctorat, Université de Cincinnati*, 2016.

[23] A. Singh, S. Nag, S. Chattopadhyay, Y. Ren, J. Tiley, G. Viswanathan, H. Fraser, and R. Banerjee, “Mechanisms related to different generations of γ' precipitation during continuous cooling of a nickel base superalloy,” *Acta Materialia*, vol. 61, pp. 280 – 293, 2013.

[24] J. Mao, K.-M. Chang, W. Yang, K. Ray, S. Vaze, and D. Ferrer, “Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy U720Li,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 32, pp. 2441–2452, 2001.

[25] R. Ricks, A. Porter, and R. Ecob, “The growth of γ' precipitates in nickel-base superalloys,” *Acta Metallurgica*, vol. 31, pp. 43 – 53, 1983.

[26] D.-C. Madeleine, “The microstructure of superalloys,” *The Netherlands : Gordon and Breach Science Publishers*, 1997.

[27] R. Mitchell, M. Preuss, S.Tin, and M. Hardy, “The influence of cooling rate from temperatures above the γ' solvus on morphology, mismatch and hardness in advanced polycrystalline nickel-base superalloys,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 473, pp. 158 – 165, 2008.

[28] A. Singh, S. Nag, J. Hwang, G. Viswanathan, J. Tiley, R. Srinivasan, H. Fraser, and R. Banerjee, “Influence of cooling rate on the development of multiple generations of γ' precipitates in a commercial nickel base superalloy,” *Materials Characterization*, vol. 62, pp. 878 – 886, 2011.

[29] T. Grosdidier, A. Hazotte, and A. Simon, “Precipitation and dissolution processes in γ/γ' single crystal nickel-based superalloys,” *Materials Science and Engineering : A*, vol. 256, pp. 183 – 196, 1998.

[30] L. Zhou, V. Lupinc, and J. Guo, "Evolution of microstructure and mechanical property during long-term aging in Udimet 720Li," *Journal of Materials Science and Technology*, vol. 17, pp. 633–637, 2001.

[31] J. Lu, "Traitements de surface mécaniques Effets sur les matériaux," *Techniques de l'ingénieur Traitements thermiques superficiels et thermochimiques*, 2006.

[32] M. Huchings, P. Withers, T. Holden, and T. Lorentzen, *Introduction to the Characterization of Residual Stress by Neutron Diffraction, CRC Press*. 2005.

[33] G. C. Weatherly and R. B. Nicholson, "An electron microscope investigation of the interfacial structure of semi-coherent precipitates," *The Philosophical Magazine : A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, vol. 17, pp. 801–831, 1968.

[34] M. Doi, T. Miyazaki, and T. Wakatsuki, "The effect of elastic interaction energy on the morphology of γ' precipitates in nickel-based alloys," *Materials Science and Engineering*, vol. 67, pp. 247 – 253, 1984.

[35] A. D. Sequeira, H. A. Calderon, and G. Kostorz, "Shape and growth anomalies of γ' precipitates in Ni-Al-Mo alloys induced by elastic interaction," *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 30, pp. 7 – 12, 1994.

[36] P. Caron, "High γ' Solvus New Generation Nickel-Based Superalloys for Single Crystal Turbine Blade Applications," *Superalloys 2000*, pp. 737–746, 2000.

[37] T. Pollock and A. Argon, "Creep resistance of CMSX-3 nickel base superalloy single crystals," *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 40, pp. 1 – 30, 1992.

[38] T. Pollock and A. Argon, "Directional coarsening in nickel-base single crystals with high volume fractions of coherent precipitates," *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 42, pp. 1859 – 1874, 1994.

[39] Y. Wang, J. Dong, M. Zhang, and Z. Yao, "Stress relaxation behavior and mechanism of AEREX350 and Waspaloy superalloys," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 678, pp. 10 – 22, 2016.

[40] S. Rahimi, M. King, and C. Dumont, "Stress relaxation behaviour in IN718 nickel based superalloy during ageing heat treatments," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 708, pp. 563 – 573, 2017.

[41] O. Bapokutty, Z. Sajun, and J. Syarif, "Stress relaxation behavior of heat treated Inconel 718," *Journal of Applied Sciences*, vol. 12, pp. 870–875, 2012.

[42] M. Nathal, J. Bierer, L. Evans, E. Pogue, F. Ritzert, and T. Gabb, "Stress relaxation behavior in single crystal superalloys," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 640, pp. 295 – 304, 2015.

[43] D. Leidermark and M. Segersäll, "Modelling of thermomechanical fatigue stress relaxation in a single-crystal nickel-base superalloy," *Computational Materials Science*, vol. 90, pp. 61 – 70, 2014.

[44] M. Segersall, J. J. Moverare, D. Leidermark, and K. Simonsson, "Creep and stress relaxation anisotropy of a single-crystal superalloy," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 45, pp. 2532–2544, 2014.

[45] Z. Wang, A. D. Stoica, D. Ma, and A. M. Beese, "Stress relaxation in a nickel-base superalloy at elevated temperatures with in situ neutron diffraction characterization : Application to additive manufacturing," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 714, pp. 75 – 83, 2018.

[46] J. Beddoes and T. Mohammadi, "Comparison of stress relaxation and creep strain rates for the superalloy IN738LC," *Journal of Strain Analysis*, vol. 45, pp. 587–592, 2010.

[47] M. Nazmy and C. Gerdes, "The relaxation behavior of high Chromium-Ni base superalloys," *Advanced Materials Research*, vol. 278, pp. 321–326, 2011.

[48] H. Qin, Z. Bi, D. Li, R. Zhang, T. L. Lee, G. Feng, H. Dong, J. Du, and J. Zhang, "Study of precipitation-assisted stress relaxation and creep behavior during the ageing of a nickel-iron superalloy," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 742, pp. 493 – 500, 2019.

[49] M. Fahrmann, A. Wereszczak, and T. Kirkland, "Stress relaxation behavior and dimensional stability of Inconel® alloy 783," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 271, pp. 122 – 127, 1999.

[50] S. Sondhi, B. Dyson, and M. McLean, "Tension–compression creep asymmetry in a turbine disc superalloy : roles of internal stress and thermal ageing," *Acta Materialia*, vol. 52, pp. 1761 – 1772, 2004.

[51] F. Saint-Antonin, "Essais de fluage," *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, vol. M140, pp. 1–12, 1995.

[52] J. K. Tien and S. M. Copley, "The effect of orientation and sense of applied uniaxial stress on the morphology of coherent gamma prime precipitates in stress annea-

led nickel-base superalloy crystals," *Metallurgical Transactions*, vol. 2, pp. 543–553, 1971.

[53] M. Veron, Y. Brechet, and F. Louchet, "Strain induced directional coarsening in Ni based superalloys," *Scripta Materialia*, vol. 34, pp. 1883–1886, 1996.

[54] A. Fredholm, "Monocristaux d'alliages base nickel : relation entre composition, microstructure et comportement en fluage à haute température," *Thèse de doctorat, École nationale supérieur des mines de Paris*, 1987.

[55] L. Dirand, "Fluage à haute température d'un superalliage monocristallin : expérimentation in situ en rayonnement synchrotron," *Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine*, 2011.

[56] F. Diologent, "Comportement en fluage et en traction de superalliages monocristallins à base de nickel," *Thèse de doctorat, Université Paris 11*, 2002.

[57] A. Lasalmonie and J. L. Strudel, "Interfacial dislocation networks around γ' precipitates in nickel-base alloys," *The Philosophical Magazine : A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, vol. 32, pp. 937–949, 1975.

[58] R. Reed, N. Matan, D. Cox, M. Rist, and C. Rae, "Creep of CMSX-4 superalloy single crystals : effects of rafting at high temperature," *Acta Materialia*, vol. 47, pp. 3367 – 3381, 1999.

[59] M. Véron, Y. Brechet, and F. Louchet, "Directional coarsening of nickel based superalloys : Driving force and kinetics," *Proceedings of the International Symposium on Superalloys*, pp. 181–190, 1996.

[60] H. Mughrabi and U. Tetzlaff, "Microstructure and High-Temperature Strength of Monocrystalline Nickel-Base Superalloys," *Advanced Engineering Materials*, vol. 2, pp. 319–326, 2000.

[61] P. Kontis, Z. Li, D. M. Collins, J. Cormier, D. Raabe, and B. Gault, "The effect of chromium and cobalt segregation at dislocations on nickel-based superalloys," *Scripta Materialia*, vol. 145, pp. 76 – 80, 2018.

[62] S. Antonov, Y. Zheng, J. M. Sosa, H. L. Fraser, J. Cormier, P. Kontis, and B. Gault, "Plasticity assisted redistribution of solutes leading to topological inversion during creep of superalloys," *Scripta Materialia*, vol. 186, pp. 287 – 292, 2020.

[63] H. Mughrabi, M. Ott, and U. Tetzlaff, "New microstructural concepts to optimize the high-temperature strength of γ'-hardened monocrystalline nickel-based superalloys," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 234-236, pp. 434 – 437, 1997.

[64] J.-P. Poirier, *Diffusion creep, grain-boundary sliding and superplasticity*, p. 194–212. Cambridge Earth Science Series, Cambridge University Press, 1985.

[65] J. Poirier, "Is power-law creep diffusion-controlled ?," *Acta Metallurgica*, vol. 26, pp. 629 – 637, 1978.

[66] R. Coble, "A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials," *Journal of applied physics*, vol. 34, pp. 1679–1682, 1963.

[67] S. Dubiez-Le Goff, "Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud," *Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*.

[68] B. Dubost and P. Sainfort, "Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium," *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, vol. M240–1, 1991.

[69] W. Huther and B. Reppich, "Interaction of dislocations with coherent, stress-free, ordered particles," *Zeitschrift Metallkd*, vol. 69, pp. 628–634, 1978.

[70] E. Galindo-Nava, L. Connor, and C. Rae, "On the prediction of the yield stress of unimodal and multimodal γ' Nickel-base superalloys," *Acta Materialia*, vol. 98, pp. 377 – 390, 2015.

[71] F. H. Norton, *The creep of steel at high temperatures*. McGraw-Hill Book Company, Incorporated, 1929.

[72] F. Saint-Antonin, "Essais de relaxation isotherme," *Techniques de l'ingénieur Essais mécaniques sur les métaux et alliages*, vol. M141-v1, 1997.

[73] R. Mitchell, M. Preuss, M. Hardy, and S. Tin, "Influence of composition and cooling rate on constrained and unconstrained lattice parameters in advanced polycrystalline nickel–base superalloys," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 423, pp. 282 – 291, 2006.

[74] D. Lee and E. W. Hart, "Stress relaxation and mechanical behavior of metals," *Metallurgical Transactions*, vol. 2, pp. 1245–1248, 1971.

[75] S. L. Semiatin, P. N. Fagin, R. L. Goetz, V. Venkatesh, and M. G. Glavicic, "Effect of Test Method on Stress-Relaxation Behavior of Alloy 718," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 50, pp. 1397–1408, 2019.

[76] P. Gadaud, "Elastic Properties Characterization by Means of Dynamic Resonant Technique," *Materials Characterization - Modern Methods and Applications, Stanford Publisher*, 2015.

[77] J. Cormier, P. Gadaud, M. Czaplicki, R. Zhang, H. Dong, T. Smith, F. Zhang, J. Tiley, and S. Semiatin, "In-Situ Determination of Precipitation Kinetics during Heat Treatment of Superalloy 718," *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2020.

[78] A. Inter., "ASTM Standard E1875-13," *Conshohocken, PA*, 2014.

[79] M. Pitaval, P. Morin, J. Baudry, and G. Fontaine, "Energy filtering of the backscattered electrons in scanning electron microscopy," *Journal De Microscopie Et De Spectroscopie Electroniques*, vol. 2, pp. 185–196, 1977.

[80] P. Morin, M. Pitaval, D. Besnard, and G. Fontaine, "Electron–channelling imaging in scanning electron microscopy," *Philosophical Magazine A*, vol. 40, pp. 511–524, 1979.

[81] D. C. Joy, D. E. Newbury, and D. L. Davidson, "Electron channeling patterns in the scanning electron microscope," *Journal of Applied Physics*, vol. 53, pp. R81–R122, 1982.

[82] A. J. Wilkinson and P. B. Hirsch, "Electron diffraction based techniques in scanning electron microscopy of bulk materials," *Micron*, vol. 28, pp. 279 – 308, 1997.

[83] R. Kamaladasa and Y. Picard, "Basic principles and application of electron channeling in a scanning electron microscope for dislocation analysis," *Microscopy : science, technology, applications and education*, vol. 3, pp. 1583–1590, 2010.

[84] J. T. Czernuszka, N. J. Long, E. D. Boyes, and P. B. Hirsch, "Imaging of dislocations using backscattered electrons in a scanning electron microscope," *Philosophical Magazine Letters*, vol. 62, pp. 227–232, 1990.

[85] M. A. Crimp, B. A. Simkin, and B. C. Ng, "Demonstration of the g · b x u = 0 edge dislocation invisibility criterion for electron channelling contrast imaging," *Philosophical Magazine Letters*, vol. 81, pp. 833–837, 2001.

[86] A. Howie and M. J. Whelan, "Diffraction contrast of electron microscope images of crystal lattice defects. iii. results and experimental confirmation of the dynamical

theory of dislocation image contrast," *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, vol. 267, pp. 206–230, 1962.

[87] J. P. Hirth, J. Lothe, and T. Mura, *Theory of dislocations*. American Society of Mechanical Engineers Digital Collection, 1983.

[88] F. Pettinari-Sturmel, W. Vultos, M. Hantcherli, B. Warot-Fonrose, C. Marcelot, J. Douin, J. Cormier, P. Villechaise, and A. Devaux, "Creep behavior in the new AD730^{TM} Nickel-based disk superalloy – Influence of aging heat treatment and local chemical fluctuations," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 754, pp. 9 – 17, 2019.

[89] A. Nicolaÿ, J.-M. Franchet, J. Cormier, H. Mansour, M. Graef, A. Seret, and N. Bozzolo, "Discrimination of dynamically and post-dynamically recrystallized grains based on EBSD data. Application to Inconel 718," *Journal of Microscopy*, vol. 273, p. 135–147, 2018.

[90] A. Seret, C. Moussa, M. Bernacki, J. Signorelli, and N. Bozzolo, "Estimation of geometrically necessary dislocation density from filtered EBSD data by a local linear adaptation of smoothing splines," *Journal of Applied Crystallography*, vol. 52, pp. 548–563, 2019.

[91] C. Moussa, M. Bernacki, R. Besnard, and N. Bozzolo, "Statistical analysis of dislocations and dislocation boundaries from EBSD data," *Ultramicroscopy*, vol. 179, pp. 63–72, 2017.

[92] K. Thomsen, N. Schmidt, A. Bewick, K. Larsen, and J. Goulden, "Improving the accuracy of orientation measurements using EBSD," *Microscopy and Microanalysis*, vol. 19, pp. 724–725, 2013.

[93] D. Blavette, A. Bostel, J.-M. Sarrau, B. Deconihout, and A. Menand, "An atom probe for three-dimensional tomography," *Nature*, vol. 363, pp. 432–435, 1993.

[94] A. Menand and D. Blavette, "Sonde atomique tridimensionnelle," *Techniques de l'Ingénieur*, 1995.

[95] D. Blavette, F. Vurpillot, and B. Deconihout, "Sonde atomique tomographique SAT," *Techniques de l'ingénieur Analyses de surface et de matériaux*, vol. P900 v2, pp. 1–14, 2013.

[96] B. Deconihout, D. Blavette, F. Vurpillot, and A. Menand, "Sonde atomique tridimensionelle laser," *Techniques de l'ingénieur Analyses de surface et de matériaux*, vol. IN 83, pp. 1–9, 2008.

[97] L. Arnoldi, *Interaction laser-nanotip under high electric field : atom probe application*. PhD thesis, Thèse de doctorat, Université de Rouen, 2014.

[98] K. Thompson, D. Lawrence, D. Larson, J. Olson, T. Kelly, and B. Gorman, "In situ site-specific specimen preparation for atom probe tomography," *Ultramicroscopy*, vol. 107, pp. 131 – 139, 2007.

[99] B. Gault, A. J. Breen, Y. Chang, J. He, E. A. Jägle, P. Kontis, P. Kürnsteiner, A. K. da Silva, S. K. Makineni, I. Mouton, *et al.*, "Interfaces and defect composition at the near-atomic scale through atom probe tomography investigations," *Journal of Materials Research*, vol. 33, pp. 4018–4030, 2018.

[100] G. Kellogg and T. Tsong, "Pulsed-laser atom-probe field-ion microscopy," *Journal of Applied Physics*, vol. 51, pp. 1184–1193, 1980.

[101] P. Parnière, "Métallographie par diffraction des rayons x, des électrons et des neutrons," *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, vol. M100, pp. 1–24, 1983.

[102] B. Lacroix, "Influence des défauts cristallins sur les changements de phase induits par faisceaux d'ions dans les films minces d'oxyde d'yttrium Y_2O_3," *Thèse de doctorat, Université de Poitiers*, 2009.

[103] R. Gaboriaud, F. Paumier, and B. Lacroix, "Disorder–order phase transformation in a fluorite-related oxide thin film : In-situ X-ray diffraction and modelling of the residual stress effects," *Thin Solid Films*, vol. 601, pp. 84 – 88, 2016.

[104] A. Szczotok and B. Chmiela, "Effect of heat treatment on chemical segregation in CMSX-4 nickel-base superalloy," *Journal of materials engineering and performance*, vol. 23, pp. 2739–2747, 2014.

[105] S. Kinzel, J. Gabel, R. Völkl, and U. Glatzel, "Reasons for Volume Contraction after Long-Term Annealing of Waspaloy : Reasons for Volume Contraction after Long-Term Annealing," *Advanced Engineering Materials*, vol. 17, pp. 1106–1112, 2015.

[106] D. Collins, L. Yan, E. Marquis, L. Connor, J. Ciardiello, A. Evans, and H. Stone, "Lattice misfit during ageing of a polycrystalline nickel-base superalloy," *Acta Materialia*, vol. 61, pp. 7791 – 7804, 2013.

[107] T. Gabb, J. Telesman, P. Kantzos, P. Bonacuse, R. Barrie, and D. Hornbach, "Stress relaxation in powder metallurgy superalloy disks," *TMS Letters*, vol. 5, pp. 115–116, 2004.

[108] H. J. Frost and M. F. Ashby, *Deformation mechanism maps : the plasticity and creep of metals and ceramics*. Pergamon press, 1982.

[109] F. Masoumi, "Evolution of microstructure and mechanical properties during linear friction welding of AD730^{TM} Ni-based superalloy," *Thèse de doctorat, École de technologie supérieure*, 2018.

[110] S. Tabaie, D. Shahriari, C. Plouze, A. Devaux, J. Cormier, and M. Jahazi, "Hot ductility behavior of AD730^{TM} nickel-base superalloy," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 766, pp. 1–13, 2019.

[111] S. Steuer, P. Villechaise, T. Pollock, and J. Cormier, "Benefits of high gradient solidification for creep and low cycle fatigue of AM1 single crystal superalloy," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 645, pp. 109 – 115, 2015.

[112] A. Laurence, J. Cormier, P. Villechaise, T. Billot, J.-M. Franchet, F. Pettinari-Sturmel, M. Hantcherli, F. Mompiou, and A. Wessman, "Impact of the Solution Cooling Rate and of Thermal Aging on the Creep Properties of the New Cast and Wrought Rene 65 Ni-Based Superalloy," *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives 2014*, pp. 333–348, 2014.

[113] J. Tien and R. Gamble, "The influence of applied stress and stress sense on grain boundary precipitate morphology in a nickel-base superalloy during creep (Tensile stress and compressive effects on grain boundary precipitate morphology in Ni-base superalloy during creep)," *Metallurgical Transactions*, vol. 2, pp. 1663–1667, 1971.

[114] A. Seret, "Influence de la mise en forme sur les cinétiques de précipitation durcissante dans les superalliages base nickel Inconel 625 et AD730," *Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Mines de Paris - CEMEF*, 2019.

[115] A. Seret, C. Moussa, M. Bernacki, and N. Bozzolo, "On the coupling between recrystallization and precipitation following hot deformation in a γ/γ' nickel-based superalloy," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 49, pp. 4199–4213, 2018.

[116] I. Lifshitz and V. Slyozov, "The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions," *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 19, pp. 35 – 50, 1961.

[117] A. Wisniewski and J. Beddoes, "Influence of grain-boundary morphology on creep of a wrought Ni-base superalloy," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 510-511, pp. 266 – 272, 2009.

[118] D. Locq, M. Marty, and P. Caron, "Optimisation of the mechanical properties of a new pm superalloy for disk applications," *Superalloys 2000*, pp. 395–403, 2000.

[119] D. Locq, P. Caron, S. Raujol, F. Pettinari-Sturmel, A. Coujou, and N. Clément, "On the Role of Tertiary γ' Precipitates in the Creep Behaviour at 700 °C of a PM Disk Superalloy," *Proceedings of the International Symposium on Superalloys*, pp. 179–183, 2004.

[120] D. Locq, C. Ramusat, J.-M. Franchet, and A. Devaux, "Coarse grain C&W AD730^{TM} disk superalloy for high temperature applications," in *Journées anuelles de la SF2M*, (PARIS, France), 2019.

[121] P. Le Baillif, "Prise en compte des évolutions de la précipitation gamma prime dans la modélisation du comportement mécanique en traction du PER72® au cours du traitement thermique : application à la provision des contraintes résiduelles après trempe," *Thèse de doctorat, Génie mécanique, mécanique des matériaux à l'Ecole nationale des Mines d'Albi-Carmaux*, 2018.

[122] A. Cervellon, S. Hémery, P. Kürnsteiner, B. Gault, P. Kontis, and J. Cormier, "Crack initiation mechanisms during very high cycle fatigue of Ni-based single crystal superalloys at high temperature," *Acta Materialia*, vol. 188, pp. 131 – 144, 2020.

[123] X. Wu, S. K. Makineni, P. Kontis, G. Dehm, D. Raabe, B. Gault, and G. Eggeler, "On the segregation of Re at dislocations in the γ' phase of Ni-based single crystal superalloys," *Materialia*, vol. 4, pp. 109 – 114, 2018.

[124] S. Hamadi, F. Hamon, J. Delautre, J. Cormier, P. Villechaise, S. Utada, P. Kontis, and N. Bozzolo, "Consequences of a room-temperature plastic deformation during processing on creep durability of a Ni-based SX superalloy," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 49, pp. 4246–4261, 2018.

[125] S. Katnagallu, S. Vernier, M.-A. Charpagne, B. Gault, N. Bozzolo, and P. Kontis, "Nucleation mechanism of hetero-epitaxial recrystallization in wrought nickel-based superalloys," *Scripta Materialia*, vol. 191, pp. 7 – 11, 2021.

[126] D. Siebörger, H. Brehm, F. Wunderlich, U. Glatzel, and D. Moeller, "Temperature dependence of lattice parameter, misfit and thermal expansion coefficient of matrix, γ' phase and superalloy," *Zeitschrift fuer Metallkunde*, vol. 92, pp. 58–61, 2001.

[127] A. Royer, P. Bastie, D. Bellet, and J. Strudel, "Temperature dependence of the lattice mismatch of the AM1 superalloy influence of the γ' precipitates morphology," *Philosophical Magazine A*, vol. 72, pp. 669–689, 1995.

[128] A. Royer, P. Bastie, and M. Veron, "In situ determination of γ' phase volume fraction and of relations between lattice parameters and precipitate morphology in Ni-based single crystal superalloy," *Acta Materialia*, vol. 46, pp. 5357–5368, 1998.

[129] M. Nathal, R. Mackay, and R. Garlick, "Temperature dependence of γ-γ' lattice mismatch in nickel-base superalloys," *Materials Science and Engineering*, vol. 75, pp. 195–205, 1985.

[130] W. Chen, N. Darowski, I. Zizak, G. Schumacher, H. Klingelhoffer, and W. Neumann, "Lattice distortion in γ' precipitates of single crystal superalloy SC16 under creep deformation," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 246, pp. 201–205, 2006.

[131] G. Bruno, G. Schumacher, H. C. Pinto, and C. Schulze, "Measurement of the lattice misfit of the nickel-base superalloy SC16 by high-energy synchrotron radiation," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 34, pp. 193–197, 2003.

[132] H. Biermann, M. Strehler, and H. Mughrabi, "High-temperature measurements of lattice parameters and internal stresses of a creep-deformed monocrystalline nickel-base superalloy," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 27, pp. 1003–1014, 1996.

[133] M. Arnoux, "Etude du comportement en fluage à haute température du superalliage monocristallin à base de nickel MCNG : Effet d'une surchauffe," *Thèse de doctorat, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechique - Poitiers*, 2009.

[134] T. Yokokawa, K. Ohno, H. Murakami, T. Kobayashi, T. Yamagata, and H. Harada, "Accurate Measurement of lattice misfit between γ and γ' Phases in Nickel-Base Superalloys at high temperatures," *Advances in X-ray Analysis*, vol. 39, pp. 449–456, 1995.

[135] P. Strunz, M. Petrenec, V. Davydov, J. Polák, and P. Beran, "Misfit in Inconel-Type Superalloy," *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. 2013, pp. 1–7, 2013.

[136] L. Luo, C. Ai, Y. Ma, S. Li, Y. Pei, and S. Gong, "Influence of temperature on the lattice misfit and elastic moduli of a Ni based single crystal superalloy with high volume fraction of γ' phase," *Materials Characterization*, vol. 142, pp. 27 – 38, 2018.

[137] W.-D. Cao and R. Kennedy, "Role of Chemistry in 718-Type Alloys : Allvac 718plus Alloy Development," *Superalloys 2004*, pp. 91–99, 2004.

[138] P. Aba-Perea, T. Pirling, and M. Preuss, "In-situ residual stress analysis during annealing treatments using neutron diffraction in combination with a novel furnace design," *Materials & Design*, vol. 110, pp. 925 – 931, 2016.

[139] P.-E. Aba-Perea, P. J. Withers, T. Pirling, A. Paradowska, D. Ma, and M. Preuss, "In Situ Study of the Stress Relaxation During Aging of Nickel-Base Superalloy Forgings," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 50, pp. 3555–3565, 2019.

[140] A. Longuet, C. Dumont, and E. Georges, "Advanced modeling tools for processing and lifing of aeroengine components," *Superalloys 2020*, pp. 3–15, 2020.

RÉSUMÉ

Des analyses multi-échelles ont été effectuées en laboratoire pour identifier les mécanismes microstructuraux contrôlant la relaxation des contraintes pendant le traitement de revenu du superalliage pour disques AD730^{TM}. Pour une vitesse de refroidissement préalable de 100°C.min^{-1} et une contrainte initiale de 500 MPa à 760 °C, l'essai de relaxation montre un comportement atypique avec une relaxation ralentie durant les 25 premières heures, puis, passé ce laps de temps, le comportement en relaxation devient plus classique. Pour comprendre ce comportement atypique, des essais de dilatométrie isotherme ont été utilisés pour découpler les effets de la contrainte et de la température. Ces derniers ont révélé une contraction de l'échantillon lorsqu'il était soumis à une température constante. Cette contraction induit une augmentation de la contrainte pendant l'essai de relaxation pour répondre à la condition de déformation totale imposée constante. La relaxation est alors contrôlée par la compétition entre les mécanismes de relaxation classiques (diffusionnels et dislocationnels selon le niveau de contrainte) qui tendent à diminuer la contrainte et la contraction de l'éprouvette qui, au contraire, augmente la contrainte pendant l'essai. Pour comprendre l'origine de la contraction isotherme, des échantillons de l'alliage AD730^{TM} polycristallins et monogranulaires ont été caractérisés par différentes techniques à différentes échelles. La contraction macroscopique trouve son origine dans la redistribution des éléments chimiques entre la matrice et les précipités durcissants, qui induit une diminution des paramètres de maille des deux phases. Ce travail mené sur l'alliage AD730^{TM} a également confirmé des résultats similaires obtenus pour l'alliage Rene 65 et les mécanismes décrits pourraient très vraisemblablement s'appliquer à d'autres superalliages base nickel pour lesquels une contraction isotherme d'amplitude similaire est également observée. Les mesures réalisées par diffraction des rayons X ont par ailleurs permis d'estimer l'évolution de l'écart relatif des paramètres de mailles pour cet alliage, positif à température ambiante (+0,03%) à négatif (-0,007%) à 900°C, en passant par zéro aux températures typiques du revenu ou ciblées pour la vie en service de l'alliage.

MOTS CLÉS

Superalliage base nickel, relaxation, contrainte, microstructure, désaccord paramétrique

ABSTRACT

Multi-scale microstructural analyses have been performed to identify the microstructural mechanisms controlling stress relaxation during annealing of the AD730^{TM} turbine disk superalloy. After cooling at 100°C.min^{-1} and for 500 MPa initial stress value, the relaxation testing at 760°C shows atypical behavior with sluggish relaxation in the first 25 hours before relaxation occurs in a more classical manner. To understand this unusual behavior, isothermal dilatometry tests were used to decouple the effects of stress and of temperature. The later revealed a contraction of the specimens when subjected to a constant temperature. This contraction induces a tendency for an increase in stress during the relaxation test to meet the imposed condition of constant total deformation. Relaxation is then controlled by the competition between the classical relaxation mechanisms (vacancies diffusion and/or dislocation gliding depending on stress level) which tend to lower the stress and the contraction of the specimen which on the contrary tends to increase the stress level. To understand the origin of such macroscopic contraction, polycrystalline and single crystalline samples of the AD730^{TM} alloy were characterized by different techniques, at various scales. Macroscopic contraction arises from the redistribution of chemical species between the matrix and the hardening precipitates which leads to a decrease in the lattice parameters of both phases. This work carried out on the alloy AD730^{TM} also confirmed a similar behavior of the Rene 65 alloy. The described mechanisms most likely could apply also to many other Nickel base superalloys for which similar macroscopic contraction has been reported. Furthermore, X-ray diffraction results also allowed to estimate the lattice misfit evolution, from about +0.03% at room temperature to -0.007% at 900°C, with a close to zero value at typical stress relaxation annealing temperatures or those targeted for in-service life of the alloy.

KEYWORDS

Nickel-based superalloy, relaxation, stress, microstructure, misfit