Influence de la microstructure sur les micromécanismes de déformation en fluage dans le superalliage AD730TM

Winnie Vultos

▶ **To cite this version:**

Winnie Vultos. Influence de la microstructure sur les micromécanismes de déformation en fluage dans le superalliage AD730TM. Matériaux. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2019. Français. NNT : 2019TOU30166 . tel-02935098

HAL Id: tel-02935098
https://theses.hal.science/tel-02935098

Submitted on 10 Sep 2020

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.

Université Fédérale
Toulouse Midi-Pyrénées

THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par l'Université de Toulouse

Présentée et soutenue par

Winnie VULTOS

Le 14 FEVRIER 2019

Influence de la microstructure sur les micromécanismes de déformation en fluage dans le superalliage AD730™

École doctorale et spécialité
SDM – SCIENCES DE LA MATIÈRE – Sciences et Génie des Matériaux

Unité de recherche
CEMES, Université de Toulouse, CNRS (UPR 8011)

Directrices de thèse

Muriel HANTCHERLI	Maître de Conférences, CEMES, INSA, Université de Toulouse
Florence PETTINARI STURMEL	Professeur, CEMES, Université de Toulouse

Jury

Nathalie BOZZOLO	Professeur, Mines ParisTech, CEMEF, Sophia Antipolis	Rapporteur
Philippe CASTANY	Maître de Conférences, Université Rennes, INSA Rennes	Rapporteur
Bernard VIGUIER	Professeur, INP Toulouse-ENSIACET, CIRIMAT Toulouse	Examinateur
Denis BECHET	Chef du département R&D, Aubert et Duval, Les Ancizes	Invité
Jonathan CORMIER	Maître de Conférences, ISAE-ENSMA, Institut P', Poitiers	Invité

« Cela semble toujours impossible jusqu'à ce qu'on le fasse »

– Nelson Mandela

REMERCIEMENTS

Cette thèse a été réalisée au Centre d'Elaboration de Matériaux et d'Etudes Structurales (CEMES) de Toulouse. Je remercie donc Etienne SNOECK, le directeur du laboratoire de m'y avoir accueilli durant ces trois années.

Merci à Bernard VIGUIER d'avoir présidé le jury lors de ma soutenance, d'avoir examiné mon manuscrit avec attention et pour toutes les conversations ainsi que les conseils prodigués en tant que parrain de thèse.

Je remercie Madame Nathalie BOZZOLO et Monsieur Philippe CASTANY pour avoir accepté le rôle de rapporteur.

Ce travail de thèse été réalisé en collaboration avec l'institut Pprime de Poitiers, je remercie Louis THEBAUD, d'avoir pris le temps d'échanger avec moi durant sa dernière année de thèse. Je remercie infiniment Jonathan CORMIER d'avoir réalisé les essais de fluage supplémentaires dont j'avais besoin et aussi pour les discussions toujours très intéressantes qui ont été à l'origine de nouveaux axes de recherche.

Merci à Florence PETTINARI-STURMEL et Muriel HANTCHERLI de m'avoir donné l'opportunité de réaliser cette thèse.

Dominique, merci de m'avoir formé à la préparation des lames minces et de m'avoir dépanné lorsque j'en avais besoin. Les discussions avec toi durant ces séances vont beaucoup me manquer.

Merci à toi Cécile, d'avoir passé autant de temps avec moi au CM20 Feg. Tes cartographies et tes profils EDX de qualité ont permis une meilleure compréhension de la fluctuation de la composition chimique avec le vieillissement dans l'AD730^{TM}. Merci également pour ta gentillesse et ta bonne humeur permanente.

Bénédicte merci pour ta contribution qui a permis d'enrichir mes connaissances sur la spectroscopie EELS.

Je remercie toutes les personnes qui m'ont apporté leur aide scientifique et technique comme : Joël, Frédéric, Sébastien ainsi que tous les membres de l'équipe PPM.

Un grand merci à tous les collègues doctorants et post doctorants que j'ai appris à connaitre durant ces trois années. J'ai partagé avec vous des moments inoubliables : Roberta, Soumaya, Ségolène, Marie, Nicolas, Maxime, Elie, Melvyn, Peter, David, Elodie et Arthur

Je tiens également à remercier mes proches (Eva, Christophe, Françoise, Alain, Yvonne, Yanid, Marion, Camille et bien d'autres …) qui ont toujours été là pour moi. Je remercie infiniment ma grand-mère, toujours bienveillante et aimante. Tu as créé autour de moi un sas de liberté qui m'a permis de prendre mes propres décisions que tu as toujours soutenue même si tu ne les comprenais pas toutes.

Et enfin, mes derniers remerciements sont pour toi, Quentin, qui a toujours été là pour moi avant et pendant ces trois années de thèse. Tu as su être présent dans les moments difficiles. Merci pour ton soutien et pour tous les instants de bonheur que nous avons partagés. Sans toi, tout cela n'aurait pas été possible.

INTRODUCTION GENERALE **1**

CHAPITRE I : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE **7**

I.1. LES SUPERALLIAGES BASE NICKEL 9

I.1.a. Historique *9*

I.1.b. Propriétés des phases *11*

I.1.c. Effets des éléments chimiques *13*

I.1.d. Relation entre les traitements thermiques et les propriétés en fluage *15*

i. Relations entre les traitements thermiques et la microstructure 15

ii. Relation entre la microstructure et les propriétés en fluage 21

I.2. LES DEFAUTS DANS LES SUPERALLIAGES 26

I.2.a. La phase γ *26*

i. Les défauts linéaires 26

ii. Les défauts plans 27

I.2.b. La phase γ' *30*

i. Les défauts linéaires 30

ii. Les défauts plans 31

I.2.c. Les défauts de super-réseau dans γ et γ' *34*

I.2.d. Les Macles et Micromaclage *35*

I.2.e. Le glissement dévié et la montée *38*

I.3. DURCISSEMENT STRUCTURAL DANS LES SUPERALLIAGES 38

I.3.a. Contournement *39*

I.3.b. Cisaillement avec création d'une paroi d'antiphase *40*

I.3.c. Aspect théorique du durcissement dans les superalliages *40*

I.3.d. Bilan des mécanismes de déformation *43*

I.4. LE SUPERALLIAGE AD730^{TM} 44

I.4.a. Objectifs du développement *44*

I.4.b. Optimisation de l'AD730^{TM} *45*

i. Composition chimique 45

ii. Microstructure 46

I.4.c. Influence des traitements thermiques sur l'AD730^{TM} *47*

i. Influence de la mise en solution 47

ii. Influence du refroidissement depuis la mise en solution 51

iii. Influence du traitement thermique 53

I.5. CONCLUSION 57

CHAPITRE II : MATERIAU ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES **59**

II.1. MATERIAU ETUDIE 61

II.2. MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE EN TRANSMISSION EN MODE CONVENTIONNEL 63

II.2.a. Préparation des échantillons *64*

II.2.b. Observations en mode conventionnel *64*

II.2.c. Essais de traction in situ *65*

II.2.d. Analyse quantitative de la microstructure *67*

i. Caractérisation de la microstructure de précipitation 67

ii. Orientation cristallographique des grains 71
II.3. Analyses chimiques locales par spectroscopie EDX et EELS 72
II.3.a. Analyses EDX *73*
II.3.b. Analyses EELS *74*
II.3.c. Synthèse *75*

CHAPITRE III : EFFET DE LA TAILLE DES GRAINS ET DE LA CONTRAINTE SUR LES MICROMECANISMES DE DEFORMATION 77

III.1. Presentation de la problematique 79
III.1.a. Comportements macroscopiques - effet de la taille des grains *80*
III.1.b. Comportements macroscopiques - effet de la contrainte appliquée *82*
III.2. Presentation des echantillons 83
III.2.a. Échantillons à microstructure GF *83*
i. Traitements thermiques 83
ii. Microstructure de précipitation : précipités secondaires 84
III.2.b. Échantillons à microstructure GG *86*
i. Traitements thermiques 86
ii. Microstructure de précipitation 86
III.3. Micromecanismes de deformation 90
III.3.a. Échantillons à microstructure GF *91*
i. Essais de fluage sous 600 MPa 91
ii. Essais de fluage sous 850 MPa 98
iii. Synthèse 105
III.3.b. Échantillons à microstructure GG *105*
i. Essais de fluage sous 600 MPa 105
ii. Essais de fluage sous 850 MPa 115
iii. Synthèse 124
III.4. Bilan sur les micromecanismes de deformation observes 124
III.4.a. Micromécanismes de déformation dans les précipités γ' primaires *124*
III.4.b. Micromécanismes de déformation dans les grains *125*
III.5. Effet de la taille des grains sur les micromecanismes de deformation 125
III.6. Effet de la contrainte sur les micromecanismes de deformation 128
III.6.a. Approche quantitative des micromécanismes de déformation *128*
III.6.b. Comparaison des micromécanismes de déformation sous 600 MPa et 850 MPa des microstructures GF *132*
III.6.c. Comparaison des micromécanismes de déformation sous 600 MPa et 850 MPa des microstructures GG *134*
i. Facteur de Schmid 134
ii. Désorientation cristallographique 138
iii. Synthèse - Discussion 140
III.7. Conclusions 143

CHAPITRE IV : EFFET DE LA TEMPERATURE DE TRAITEMENT THERMIQUE ET DE VIEILLISSEMENT SUR LES MICROMECANISMES DE DEFORMATION 147

IV.1. Effet du traitement thermique 149
IV.1.a. Présentation de la problématique *149*
IV.1.b. Micromécanismes de déformation *152*

i. Micromécanismes de déformation dans les échantillons GF760°C 154
ii. Micromécanismes de déformation dans les échantillons GF790°C 155
iii. Analyse des mécanismes de déformation par des dislocations partielles 158
iv. Synthèse 159
IV.1.c. Détermination de la chimie *160*
i. Spectroscopie EDX 160
ii. Spectroscopie EELS 167
iii. Validité des résultats obtenus 172
iv. Détermination de l'énergie de défaut d'empilement 175
v. Synthèse 176
IV.1.d. Discussion des résultats *177*
i. Évolution de la concentration chimique locale avec le traitement thermique et ses conséquences sur la SFE et sur l'APBE 177
ii. Interprétation des micromécanimes observés avec la littérature 180
iii. Relation entre les courbes de fluage macroscopiques et les résultats expérimentaux 181
IV.1.e. Conclusion intermédiaire *182*
IV.2. EFFET DU VIEILLISSEMENT 184
IV.2.a. Problématique et traitement thermique *184*
IV.2.b. Effet du vieillissement sur la microstructure de précipitation *185*
i. Précipités primaires 185
ii. Précipités secondaires 193
IV.2.c. Micromécanismes de déformation *196*
i. Échantillons non vieillis 196
ii. Échantillons vieillis 100 h à 850°C 200
iii. Synthèse 204
IV.2.d. Discussion des résultats *204*
i. Effet du vieillissement sur les précipités primaires 204
ii. Effet du vieillissement sur les précipités γ' secondaires 206
iii. Effet du vieillissement sur les micromécanismes de déformation 207
IV.2.e. Conclusion intermédiaire *209*
IV.3. CONCLUSION GENERALE 210

CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES 211

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 219

Introduction Générale

Dans les domaines de l'aéronautique et du spatial, les matériaux utilisés doivent posséder certaines propriétés physiques particulières (résistance mécanique, résistance thermique, masse volumique,) en fonction de leur rôle dans la structure de l'avion. Les superalliages sont les seuls matériaux adaptés pour les parties critiques des moteurs d'avion. Ils se retrouvent ainsi au niveau des disques et aubes de turbines, des disques de compresseurs et dans les chambres de combustion. Depuis une trentaine d'années, des études sont menées pour comprendre et tenter d'améliorer les propriétés mécaniques des superalliages à base de nickel. En effet, l'objectif de l'industrie aérospatiale est d'augmenter les températures d'entrées de turbines afin d'accroître le rendement des moteurs. Cependant, les superalliages actuellement en service ont atteint leurs limites d'utilisation en termes de contrainte et de température, et ceci malgré l'évolution de la composition chimique, l'optimisation des microstructures et les innovations dans les procédés de fabrication.

Pour répondre au besoin de matériaux résistants à plus haute température, Aubert & Duval a breveté, en 2009, puis développé, en 2011, un nouveau superalliage polycristallin base nickel nommé AD730^{TM}. Ce superalliage élaboré par voie « coulée/forgée » sera destiné à la fabrication des disques de turbines des futurs turboréacteurs pour application civile. Il devra répondre au cahier des charges de chargements complexes qui combinent des chargements de type fatigue, fluage et traction/compression monotone à haute température. Grâce à de nombreuses études, il a été possible d'élaborer un superalliage innovant dans la mesure où les propriétés mécaniques de l'AD730^{TM} sont proches de celles de l'Udimet 720 et supérieures à celles de l'Inconel 718 et 718 plus. D'autre part, la température maximale d'utilisation de l'AD730^{TM} de 700°C est supérieure aux superalliages élaborés par métallurgie des poudres déjà utilisés dans l'aéronautique.

Si le comportement mécanique de superalliages pour disque a été largement étudié par le passé dans une large gamme de sollicitations mécaniques et de températures, les données présentes dans la littérature ouverte sur les mécanismes de déformation sur l'AD730^{TM} sont insuffisantes en raison de son récent développement. On peut néanmoins s'attendre à ce que ses propriétés mécaniques soient très dépendantes de paramètres microstructuraux tels que la taille et la distribution spatiale des grains, et des caractéristiques des précipités durcissants γ' (taille, distribution, chimie). Des études antérieures sur les superalliages N18, NR3 et Udimet^{TM} 720Li ont montré que l'état de précipitation contrôle le comportement mécanique de ce type d'alliages lors d'essais de fluage menés autour de 700°C. Par ailleurs, durant les cycles de vol, cet alliage va subir différentes sollicitations thermomécaniques qui peuvent entraîner des modifications microstructurales et qu'il convient d'analyser afin d'identifier quelles peuvent être les

répercussions de ces évolutions microstructurales sur les propriétés en fluage. Il est donc important, à la fois d'un point de vue fondamental et d'un point de vue applicatif, de mener des études à l'échelle microscopique sur ce nouvel alliage pour apporter des éléments de compréhension sur la relation microstructure-propriétés en fluage.

Cette étude a été menée en collaboration avec l'Institut Pprime de Poitiers où ont été menés tous les essais de fluage et les différents traitements thermiques. Une partie de ces travaux ont été réalisés au cours de la thèse de L. Thébaud. Nous avons bénéficié d'une bourse de thèse de l'Université Paul Sabatier dans le cadre des Axes Thématiques Prioritaires (axe : Matériaux, procédés et structures pour l'aéronautique et le spatial, sous-axe : Matériaux de structure pour l'Aéronautique et le Spatial).

L'objectif général de cette thèse porte donc sur la caractérisation microstructurale de l'AD730^{TM}. Il s'agit d'analyser la microstructure de l'alliage et les interactions des dislocations avec cette microstructure pour identifier les mécanismes pertinents de la déformation, pour différents traitements thermiques ou différentes sollicitations.

Les essais macroscopiques de fatigue, fluage ou fatigue-fluage menés à l'institut Pprime ont en effet révélé des différences de comportement qui doivent être interprétées.

En particulier, les pistes que j'ai explorées durant ma thèse étaient :

- L'interprétation des différences de comportement en fluage observées à l'échelle macroscopique pour une microstructure identique (gros grains ou grains fins) et pour différents niveaux de contrainte (600 MPa ou 850 MPa).
- L'identification du rôle respectif de la précipitation et de la taille des grains par comparaison de deux types d'échantillons (gros grains et grains fins) pour un même état de sollicitation (600 MPa ou 850 MPa).
- L'étude de l'influence de différents traitements thermiques (730°C, 760°C et 790°C pendant 8h) sur la microstructure intragranulaire, sur les mécanismes de déformation et leurs répercutions au niveau des performances en fluage à 700°C sous 500 MPa.
- L'évaluation de l'effet du vieillissement à 850°C sur la microstructure de précipitation, les mécanismes de déformation, ainsi que ses conséquences sur le comportement en fluage à 700°C sous 600 MPa.

Le *chapitre I* aura pour objectif de faire un rappel sur les superalliages base nickel, les défauts présents dans chaque phase et le mode de durcissement de ces alliages. Dans ce chapitre, nous allons également présenter les différentes études déjà réalisées sur l'alliage de cette étude : l'AD730^{TM}.

Dans le *chapitre II*, nous allons rapidement présenter les différents échantillons d'AD730^{TM} étudiés au cours de cette thèse, ainsi que les différentes techniques de Microscopie Electronique en Transmission (MET) utilisées pour cette étude.

Le *chapitre III* sera consacré à l'effet de la contrainte et de la taille des grains sur les micromécanismes de déformation à 700°C.

Le *chapitre IV* sera dédié à l'effet de la température du traitement thermique et du vieillissement sur le comportement macroscopique lors des essais de fluage à 700°C sous 500 MPa et 600 MPa. L'interprétation de la différence de comportement en fluage se fera via une caractérisation microstructurale, une analyse des micromécanismes de déformation ainsi que par l'analyse chimique locale des différentes phases présentes.

Enfin, nous terminerons ce manuscrit en présentant les conclusions ainsi que les perspectives possibles à ce travail de thèse.

Chapitre I : Étude bibliographique

Dans ce chapitre bibliographique, nous allons d'abord faire une introduction générale sur les superalliages polycristallins base nickel, présenter les propriétés des différentes phases, les éléments chimiques présents dans ces phases et les relations entre les traitements thermiques et les propriétés mécaniques en fluage. Nous allons également faire un rappel sur la multitude de défauts présents à l'échelle microscopique dans ces alliages et les différents modes de durcissement structural qui peuvent être observés. Nous ferons également une synthèse explicative des objectifs visés lors de l'élaboration de l'AD730^{TM} et de quelle manière cet alliage a été amélioré afin d'atteindre ces objectifs. Finalement, les différentes études sur les propriétés mécaniques déjà réalisées sur l'AD730^{TM} seront présentés.

I.1. Les superalliages base nickel

I.1.a. Historique

Les premiers superalliages apparaissent dans les années 30 grâce aux travaux de C.E Guillaume **[Guillaume, 1922]**. En modifiant les rapports Fe/Ni il réussit à ajuster les coefficients de dilatation et le module d'élasticité d'aciers Fe-Ni. Ce développement se fait simultanément en Europe (Angleterre, Allemagne, France) et aux États-Unis en raison des besoins d'alliages plus résistants à haute température pour les turbomachines.

En 1929, Pierre Chevenard ajoute des éléments tels que l'aluminium, le titane aux alliages à base fer ou nickel et observe une amélioration des propriétés mécaniques **[Chevenard, 1930]**.

Le Nimonic 80 fait partie des premiers superalliages développés à partir des alliages Ni20%Cr dans les années 40. Ce superalliage est durci par précipitation de la phase γ'.

Les superalliages qui ont suivi ont été développés par :

- l'augmentation de la proportion de γ'
- la diminution de la teneur en chrome
- l'ajout de molybdène, de tungstène, de bore et de zirconium.

C'est avec l'apparition de premières générations de turboréacteurs et la nécessité d'augmenter sans cesse les performances de ces derniers que l'utilisation des superalliages commence à se développer. Ces alliages haute performance possèdent sur un large domaine de température :

- une excellente résistance mécanique,
- une bonne résistance au fluage.
- une bonne tenue à l'oxydation et à la corrosion.

Ainsi malgré leur grande densité (8907 Kg/m^3 contre 2696 Kg/m^3 pour l'aluminium à température ambiante), les superalliages sont devenus des matériaux structuraux indispensables dans de nombreux domaines et notamment dans l'aéronautique.

Dans les parties chaudes des turboréacteurs, les superalliages base nickel sont utilisés pour la fabrication d'aubes (Figure I-1(a)) et de disques de turbines (Figure I-1(b)). Dans leurs premières versions, ces deux composants étaient élaborés dans le même alliage. Toutefois, en service, les aubes et les disques ne subissent pas les mêmes contraintes thermomécaniques. Ces différences expliquent le fait que les matériaux utilisés pour la confection des aubes et des disques de turbines ont connu des évolutions distinctes.

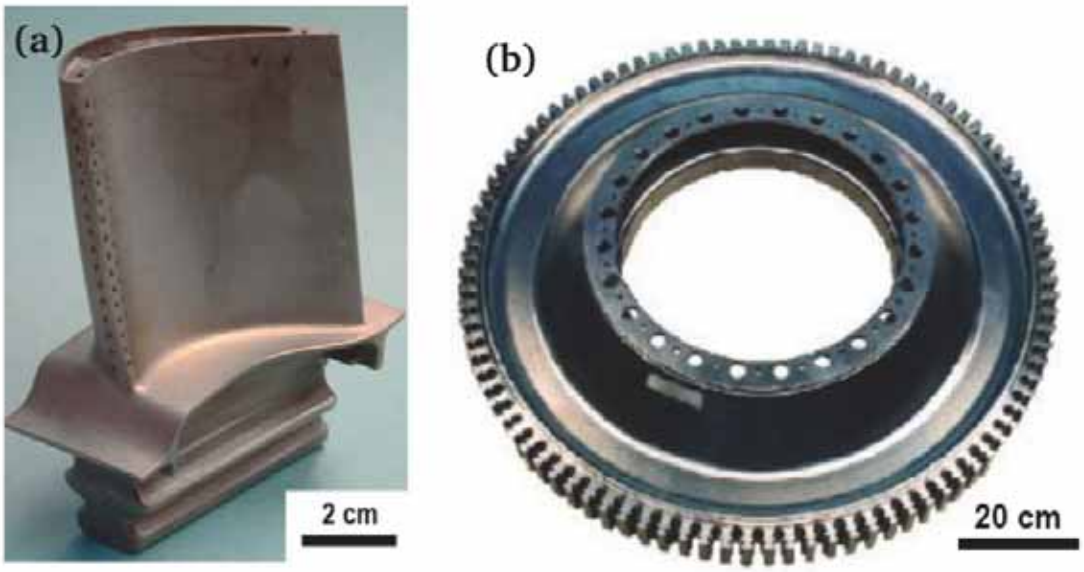

Figure I-1 : Photographies d'une aube de turbine (a) et d'un disque de turbine (b).

Lors de la conception des moteurs, une attention particulière est portée sur la Température d'Entrée de Turbine (TET), car plus elle est élevée, plus le moteur sera performant. Ces augmentations de la TET ont conduit à la recherche de l'amélioration de la résistance en température des aubes et des disques.

De nombreuses études ont été réalisées depuis plus de 60 ans afin d'améliorer la tenue en température des superalliages (Figure I-2).

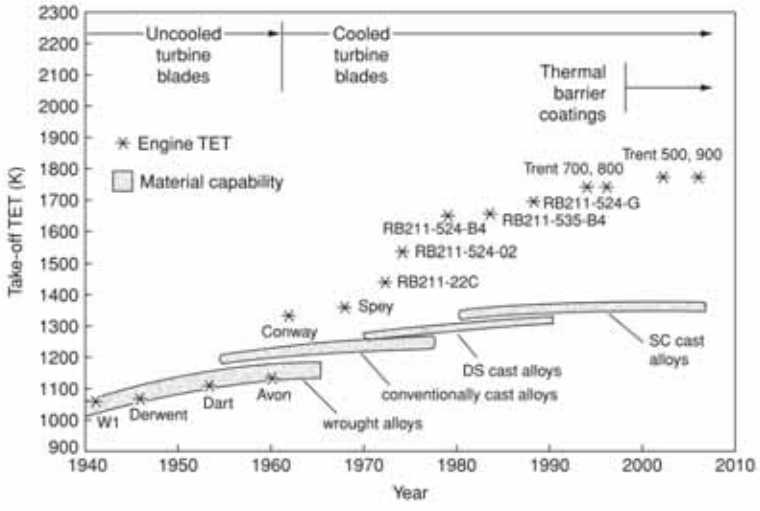

Figure I-2 : Évolution de la température d'entrée de turbines des aéronefs civils Rolls-Royce entre 1940 et 2010 **[Cumpsty, 1997]**.

Les températures en tête des aubes peuvent atteindre 1000°C pour des contraintes de 300 MPa alors que le pied est porté à 650°C et les contraintes locales peuvent y atteindre les 1200 MPa.

L'évolution de la tenue en température des aubes s'est d'abord faite par l'introduction d'un système de refroidissement interne dans les années 60 dont fut équipé le Conway **[Bowmer, 1961]**. De plus, la protection des aubes par des barrières thermiques permet également de diminuer les températures à leur niveau.

L'augmentation de la résistance des aubes a également été obtenue grâce à la modification de leur microstructure. En effet, la solidification dirigée des grains colonnaires a été développée à partir des années 70 diminuant ainsi l'endommagement par fatigue tout en améliorant la résistance en fluage.

Dans les années qui ont suivi, la tenue en température des aubes augmente encore grâce à l'élaboration de monocristaux à solidification dirigée qui permet d'éliminer les joints de grain. Une autre voie d'amélioration a été obtenue grâce aux évolutions de la composition chimique (ajout de rhénium et/ou ruthénium) qui ont entraîné l'apparition de plusieurs générations de superalliage **[Sims, 1984]**.

Lors des phases de « démarrage - vol - arrêt » qui correspondent à des sollicitations de type fatigue fluage, les contraintes peuvent varier entre 600 et 1000 MPa en fonction du régime moteur près des disques de turbines. La tenue en température, fatigue, fluage et en traction est donc essentielle afin de garantir la survie de la structure. Ces propriétés ont été obtenues grâce à l'élaboration de nouvelles nuances de superalliages possédant des compositions chimiques optimisées. De plus, l'évolution des procédés d'élaboration du forgeage vers la métallurgie des poudres (MdP) et l'amélioration des techniques de traitement thermique (qui permettent de limiter la pollution de l'alliage par des éléments qui le fragilisent et d'affiner la structure) ont permis l'augmentation des propriétés mécaniques des disques **[Astm, 1997]**. Cependant, l'amélioration de la résistance en température des superalliages est toujours d'actualité, avec la problématique supplémentaire de réduire l'émission d'oxyde d'azote (NOx) et de baisser la consommation des moteurs d'avion afin de réduire l'empreinte carbone des turboréacteurs.

I.1.b. Propriétés des phases

Les superalliages base nickel peuvent être durcis par précipitation γ/γ', γ/γ'' ou par solution solide. Dans ce manuscrit, nous allons nous concentrer sur les superalliages durcis par γ/γ'. Les superalliages durcis ainsi sont constitués d'une matrice de structure cubique à faces centrées qui forme une phase continue dans laquelle précipite la phase γ' ordonnée à longue distance de structure $L1_2$ de type $Ni_3(Al, Ti)$.

Les propriétés de ces deux phases influent sur le comportement général de l'alliage. Peu d'études ont été réalisées sur la phase γ seule, or, elle joue un rôle durcissant, car c'est principalement dans cette phase que naissent et se propagent les dislocations **[Pettinari, 2001]**. Beardmore a montré que le rôle de la phase γ' est d'améliorer les propriétés mécaniques de l'alliage. En effet, la présence de cette phase ralentit le mouvement des dislocations ce qui a pour conséquence de durcir l'alliage grâce à son caractère ordonné **[Beardmore, 1969]**. Cet auteur fait partie des premiers à s'être intéressé au rôle des deux phases dans les superalliages. En représentant la variation de la limite élastique à 0,2% de déformation en fonction de la température (Figure I-3) cet auteur montre les propriétés mécaniques de la phase γ seule, la phase γ' seule puis celles de l'alliage avec différentes fractions volumiques de γ' **[Beardmore, 1969]**.

À température ambiante, les propriétés mécaniques de la phase γ sont légèrement supérieures à celle de la phase γ'. Mais lorsque la température augmente, le phénomène inverse est observé. En effet, les propriétés mécaniques de la phase γ' s'améliorent avec la température jusqu'à 900 °C, alors que celles de la phase γ s'altèrent. Ces résultats montrent également qu'au-dessus de la température correspondant au pic de la limite d'élasticité, la limite d'élasticité de l'alliage biphasé obéit à une loi des mélanges. Toutefois, à basse température, le comportement des deux phases est plus élevé que celui prédit par la loi des mélanges.

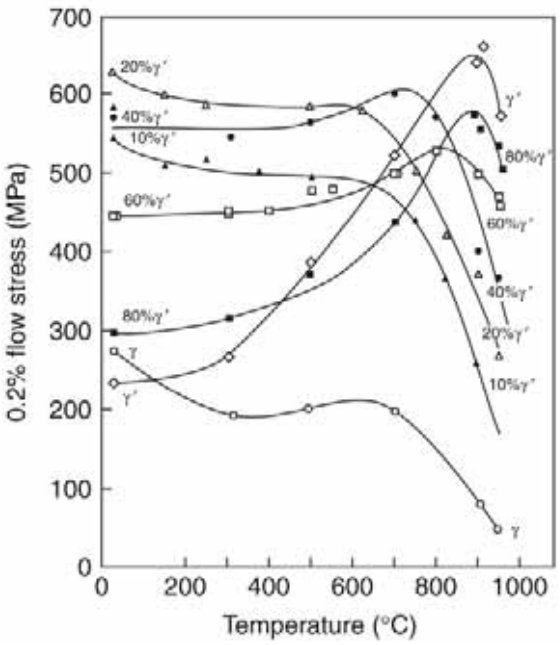

Figure I-3 : Évolution de la limite élastique des phases γ et γ' à 0,2% de déformation en fonction de la température **[Beardmore, 1969]**.

I.1.c. Effets des éléments chimiques

Les superalliages base nickel sont composés de plus d'une dizaine d'éléments chimiques qui se répartissent entre la matrice γ et les précipités γ'.

Les études sur la composition chimique ont permis de déterminer certaines teneurs optimales pour les applications aéronautiques c'est-à-dire : 10 à 20% de chrome, jusqu'à 8% d'aluminium, 5 à 10% de cobalt et parfois du bore, carbone, tungstène, fer et niobium en faible quantité **[Sims, 1987]**. Les éléments d'alliages contenus dans les superalliages font partie du bloc *d* des métaux de transition et peuvent être classés en trois groupes :

- Les γ gènes comme le cobalt, le fer, le chrome, le molybdène et le tungstène qui stabilisent la phase γ.
- Les γ' gènes tels que l'aluminium, le titane, le niobium et le tantale. Grâce à leurs rayons atomiques, supérieurs à celui du nickel, la présence de ces éléments favorise la formation de la phase durcissante Ni_3(Al, Ti, Ta) appelée phase γ'.
- Les éléments comme le bore, carbone et le zirconium qui à cause de leur rayon atomique très différent de celui du nickel ségrègent aux joints de grains.

Les effets de ces différents éléments d'addition rencontrés dans les superalliages sont présentés dans le Tableau I-1. Une étude plus approfondie de ces effets a été réalisée en 2012 par Lecaillier **[Augustins-Lecallier, 2012]**.

En service, d'autres phases peuvent précipiter à cause du survieillissement comme les phases topologiquement compactes, σ et/ou μ. Mais les compositions des superalliages sont généralement choisies afin d'éviter la précipitation de ces phases.

Tableau I-1 : Effets des différents éléments d'addition rencontrés dans les superalliages.

Éléments	Durcissement de γ	Durcissement de γ'	Augmentation de la fraction volumique de γ'	Joints de grains	Autres effets	Références
Co	Faible	Faible			Augmente le solidus Peut élever ou abaisser le solvus de la phase γ. Réduit l'énergie de faute d'empilement de γ	**[Maurer, 1980] [Jarrett, 1984] [Paintendre, 1986] [LeStrat, 1989], [Hardy, 2004]**
Fe	Faible	Fort			Diminue la résistance à l'oxydation. Favorise les phases TCP	
Cr	Modéré	Modéré	Modéré	$M_{23}C_6$ et M_7C_3	Améliore la résistance à la corrosion. Diminue la densité de l'alliage. Augmente le durcissement de l'alliage	**[Pelloux, 1960] [Jena, 1984] [Marty, 1987]**
Mo	Fort	Modéré	Modéré	$M_{23}C_6$ et M_6C	Augmente la densité	**[Jena, 1984]**
W	Fort	Fort	Modéré		Favorise les phases TCP Ralentit les cinétiques de diffusion	
Al	Faible		Très fort		Améliore la résistance à l'oxydation. Favorise les phases TCP.	**[Sims, 1987] [Hardy, 2004]**
Ti	Faible	Très fort	Fort	TiC	Augmente la limite d'élasticité et de la tenue en fluage	**[Paintendre, 1986] [LeStrat, 1989]**

I.1.d. Relation entre les traitements thermiques et les propriétés en fluage

Dans les superalliages, les traitements thermiques permettent de contrôler à la fois la taille des grains et la répartition des précipités γ'. Le contrôle de ces paramètres microstructuraux permet de contrôler les propriétés mécaniques en fluage des superalliages. Il existe trois populations de précipités γ' (primaire, secondaire et tertiaire) (Figure I-4) qui diffèrent selon leur ordre d'apparition durant le traitement thermique.

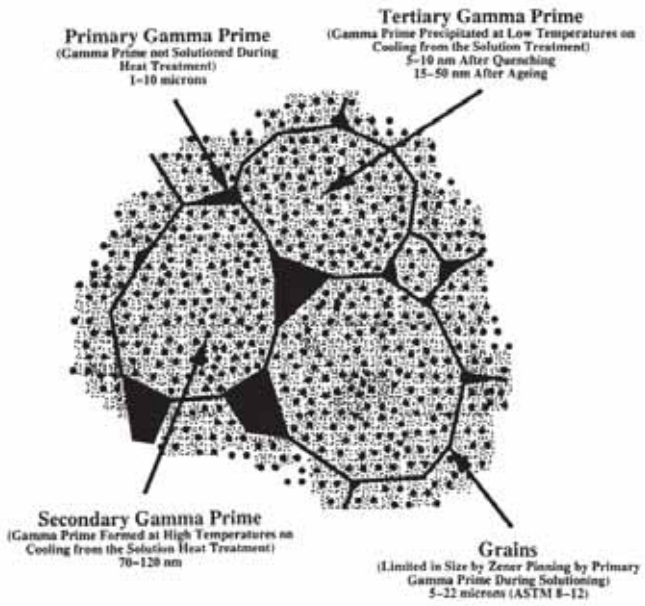

Figure I-4 : Schéma représentant les trois types de précipités γ' dans un superalliage polycristallin **[Jackson, 1999]**.

Dans cette partie, nous allons présenter les relations entre les traitements thermiques et la microstructure ainsi que l'impact de la microstructure sur les propriétés mécaniques en fluage.

i. Relations entre les traitements thermiques et la microstructure

- ♦ *Influence de la mise en solution sur la taille des grains et des précipités γ' primaires*

Le but de la mise en solution est de dissoudre la phase durcissante qui précipite parfois de manière incontrôlable lors de la mise en forme. Cette étape joue un rôle sur la taille des grains et sur la répartition de la phase γ'. Deux types de mise en solution peuvent être identifiés : subsolvus et supersolvus.

La mise en solution **subsolvus** se fait généralement à des températures inférieures à la température de dissolution des γ'. Lors de ce traitement thermique, une taille de grains fins est conservée, car les précipités γ' primaires non dissous localisés aux joints de grains, bloquent et/ou ralentissent la croissance des grains. Les superalliages ayant subi ce traitement thermique

ont une fraction volumique de γ' élevée (55 %) et sont optimisés pour la tenue en traction et en fatigue au détriment de la résistance en fluage.

La mise en solution **supersolvus** se fait à des températures supérieures à la température de dissolution des γ'. Lors de ce traitement thermique, tous les γ' primaires sont dissous et libèrent les joints de grains. Les superalliages obtenus ont une microstructure à gros grains (> 10 μm) et possèdent une meilleure tenue en fluage. Lors de la mise en solution supersolvus, une évolution de la taille des grains due à la présence ou non des précipités γ' primaires est constatée.

Cette tendance a été observée dans l'Udimet 720Li forgé et dans le NR3 MdP filé forgé respectivement par Jackson et Locq à des températures inférieures à la température de solvus des précipités γ' primaires **[Jackson, 1999; Locq, 2000]**

Les résultats de Locq (Figure I-5) montrent que la croissance des grains est liée à une diminution de la fraction volumique des précipités γ' primaires (localisés aux joints de grains) lorsque la température s'approche de la température de solvus.

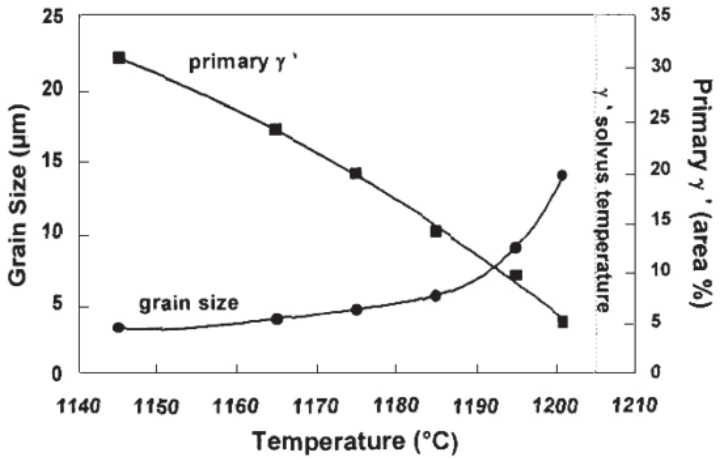

Figure I-5 : Parallèle entre l'évolution de la taille des grains et de la fraction volumique des précipités γ' primaires en fonction de la température de mise en solution du NR3 **[Locq, 2000]**.

- ♦ *Influence du refroidissement et du vieillissement sur la microstructure de précipitation*

Outre son rôle sur la taille des grains, la mise en solution joue également un rôle sur la précipitation. En effet, c'est durant le refroidissement depuis la température de mise en solution qu'a lieu la nucléation des précipités γ' secondaires et leur taille est liée à la vitesse de refroidissement **[Furrer, 1999; Mao, 2002].** Plus la vitesse de refroidissement est rapide, plus

les précipités γ’ seront petits. Ce phénomène a également été observé par Guédou et Wlodek dans plusieurs superalliages (Figure I-6) **[Guedou, 1992; Wlodek, 1996]**.

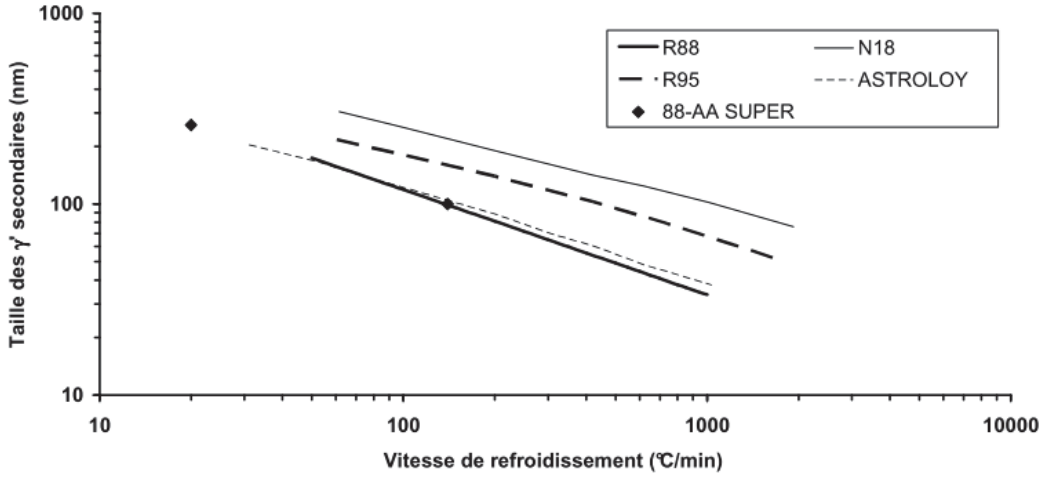

Figure I-6 : Variation de la taille des précipités γ’ secondaires en fonction de la vitesse de refroidissement dans différents superalliages **[Guedou, 1992; Wlodek, 1996]**

De plus, Wlodek **[1996]** démontre dans le René88 que c’est au cours du refroidissement lent jusqu’à température ambiante, après la mise en solution que commencent à précipiter les tertiaires (Figure I-7). Dans ces conditions, la taille des tertiaires est de 15 nm pour une vitesse de refroidissement de 100°C/min. Cependant, cet auteur démontre que la taille des tertiaires est moins dépendante de la vitesse de refroidissement que celle des secondaires.

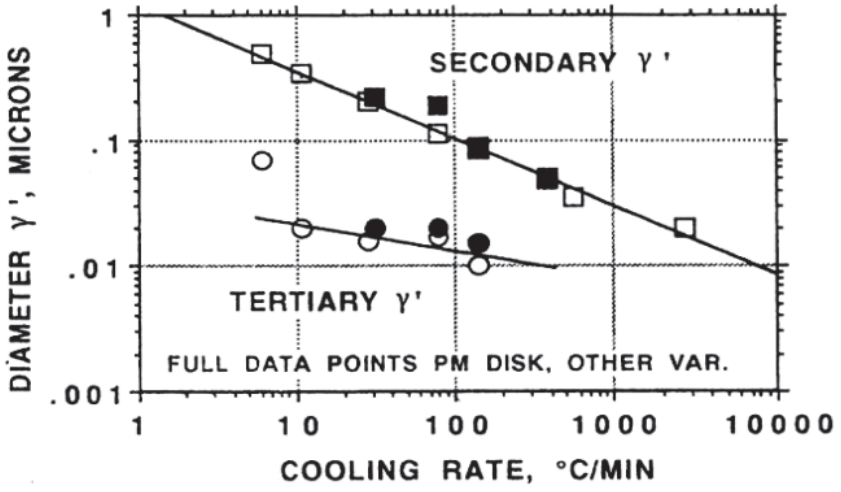

Figure I-7 : Variation de la taille des précipités γ’ secondaires et tertiaires en fonction de la vitesse de refroidissement dans le René88 **[Wlodek, 1996]**.

Afin de développer les propriétés finales du superalliage, un traitement thermique de vieillissement est souvent nécessaire. Ce processus a lieu à des températures proches des températures d'utilisation de l'alliage. Il permet la stabilisation de la microstructure et la coalescence des précipités γ' secondaires et tertiaires. Ces derniers contribuent à augmenter la résistance de l'alliage en ralentissant le déplacement des dislocations lors de la déformation de l'alliage.

C'est lors du traitement thermique de vieillissement que les phénomènes de coalescence et croissance ont lieu grâce aux processus simultanés de diffusion et d'agrégation.

Durant la coalescence, la dissolution des petites particules est observée pendant que les plus grosses croissent. Ce mécanisme fut décrit pour la première fois par Ostwald (1900, 1901) et est appelé le mûrissement d'Ostwald.

Dans le René 65, Wessman présente l'influence de la température de vieillissement sur la taille des précipités γ' (Figure I-8). Ses observations montrent qu'une augmentation de la température de vieillissement entraîne une augmentation de la taille des particules. En effet, la température accélère le phénomène de coalescence. À partir de 982°C, l'apparition des tertiaires est constatée. Ces tertiaires sont créés grâce à la dissolution partielle des secondaires dans la matrice durant le vieillissement à cette température. Les secondaires non dissous peuvent ainsi croître alors que les tertiaires précipitent durant le refroidissement à la fin du vieillissement **[Wessman, 2016]**.

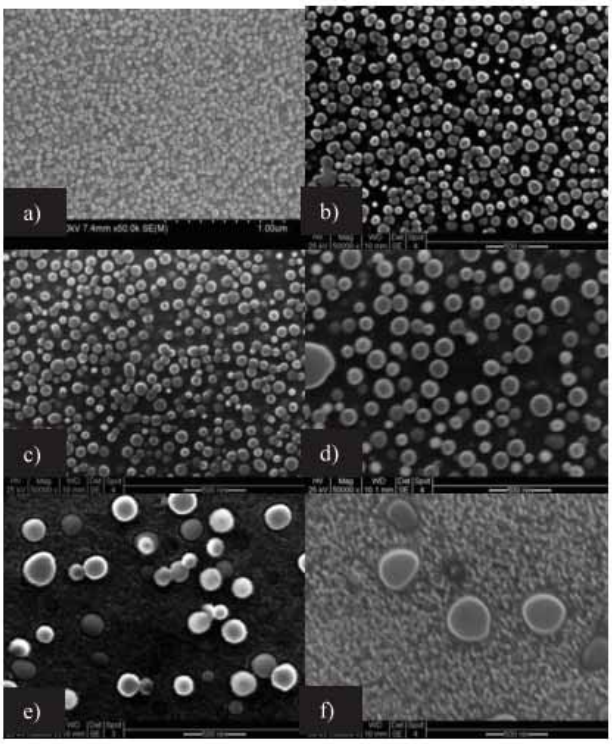

Figure I-8 : Images MEB présentant l'évolution de la microstructure de précipitation en fonction de la température dans le René 65 a) échantillon non vieilli et échantillons vieillis 10 heures à b) 816 °C, c) 871 °C, d) 927 °C, e) 982 °C et f) 1038 °C **[Wessman, 2016]**.

Avec l'équivalence temps-température de type Larson-Miller, Wlodek représente l'évolution de la taille des précipités γ' secondaires et tertiaires dans le René 88 (Figure I-9) **[Wlodek, 1996]**. Sur cette représentation, une augmentation de la taille des précipités γ' au cours du temps à température constante est remarquée. Dans cette représentation pour P=29, l'apparition du solvus suggère une dissolution des tertiaires alors que les secondaires ne semblent pas varier.
Toutefois, la taille des deux familles de précipités γ' semble être affectée par le temps et la température de vieillissement. Ce phénomène avait également été constaté par le même auteur dans le N18 **[Wlodek, 1992].** Dans cet alliage, après 1000 h d'exposition, l'augmentation de la taille des tertiaires est liée à l'augmentation de la fraction volumique de phases TCP (Topologically Close-Packed) (Figure I-10**).**

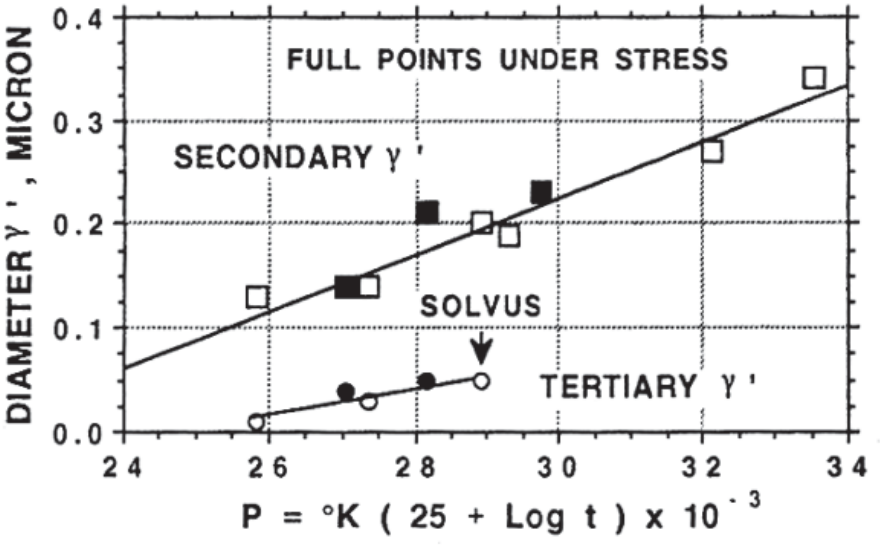

Figure I-9 : Variation de la taille des précipités γ' secondaires et tertiaires en fonction du paramètre P qui tient compte de la durée et de la température de vieillissement dans le René88 **[Wlodek, 1996]**.

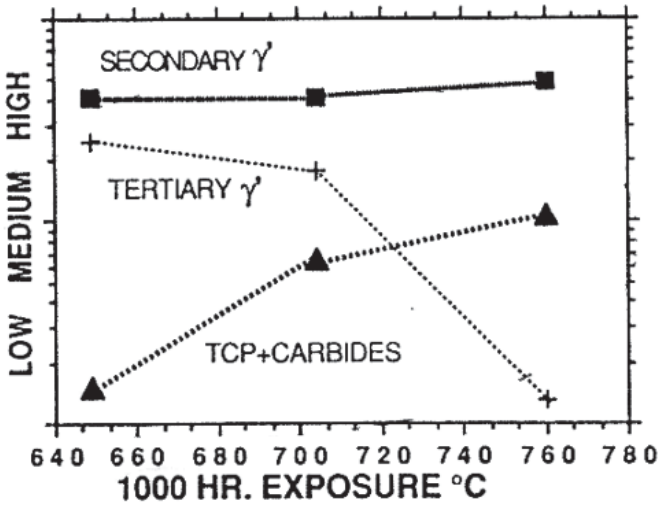

Figure I-10: Évolution de la fraction volumique des précipités γ' secondaires, tertiaires et de phases TCP dans le N18 en fonction de la température après 1000 h d'exposition **[Wlodek, 1992]**.

Les évolutions microstructurales au cours du vieillissement ont également été démontrées par Raujol. Dans le NR3, cette dernière confirme une augmentation de la taille des précipités γ' tertiaires au cours du vieillissement. Ce phénomène entraîne l'augmentation de la largeur des couloirs et une diminution de la fraction volumique des tertiaires. Toutefois, dans ce superalliage, aucune augmentation significative de la taille des précipités γ' secondaires n'est observée **[Raujol, 2004]**.

La variation du diamètre des tertiaires et la stabilité du diamètre des précipités γ' secondaires ont également été constatées par Jackson dans l'Udimet 720Li (Figure I-11) **[Jackson, 1999]**.

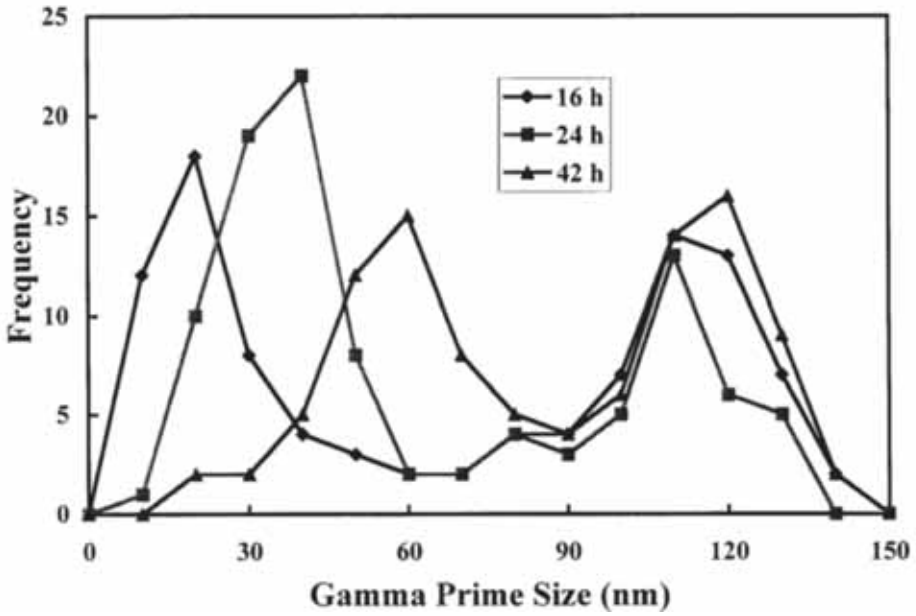

Figure I-11 : Évolution du diamètre des précipités γ' secondaires et tertiaires au cours du vieillissement **[Jackson, 1999]**.

ii. Relation entre la microstructure et les propriétés en fluage

♦ *Influence de la taille des grains sur les propriétés en fluage*

Raisson **[1990]** a étudié l'influence de la taille des grains autour de 11 à 510 µm sur la durée en fluage à 650°C, 750°C et 830°C (Figure I-12). Il remarque une amélioration de la résistance au fluage lorsque la température et la taille des grains augmentent. Ce phénomène s'inverse à 650°C.

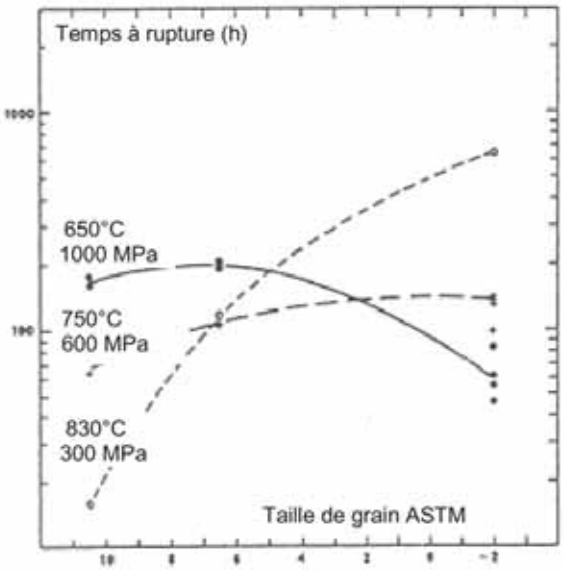

Figure I-12 : Effet de la taille de grain sur la durée en fluage du N18 **[Raisson, 1990]**.

Grâce aux études sur différents superalliages, Lasalmonie suggère en 1986 que les joints de grains sont soit des éléments de durcissement soit des chemins privilégiés de la déformation. Il établit également qu'il existe une taille de grain optimale (d_{opt}) en fonction de la température et de la contrainte pour laquelle la vitesse de déformation stationnaire en fluage est minimale (Figure I-13). Lorsque la contrainte est élevée, la valeur de d_{opt} est plus faible à basse température et lorsque la contrainte diminue la valeur de d_{opt} augmente lorsque la température augmente. Ces résultats expliquent pourquoi une faible taille de grain est préférée lors de fluage à basse température et sous charges élevées alors que les échantillons avec une microstructure à gros grains ont une meilleure résistance en fluage à haute température et faible contrainte **[Lasalmonie, 1986].**

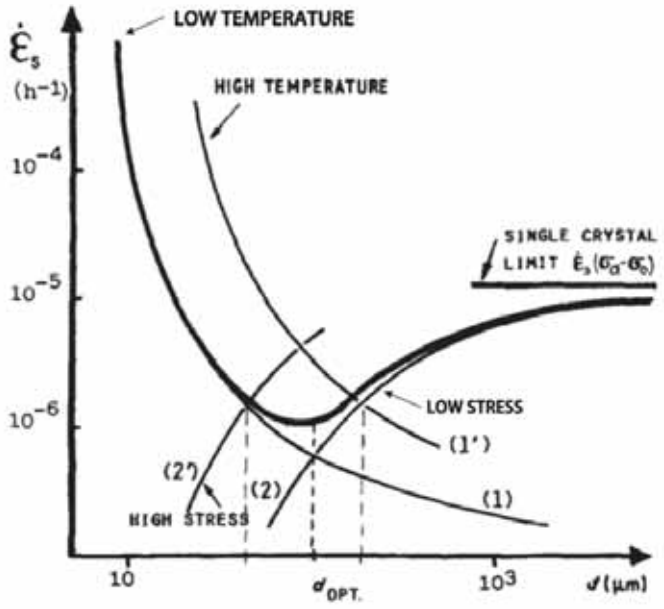

Figure I-13 : Évidence d'une taille de grain optimale pour laquelle la vitesse de déformation stationnaire en fluage est minimale à 800°C sous 150 MPa **[Lasalmonie, 1986]**.

Les études d'Augustins-Lecallier **[2011]** sur le fluage à 700°C de l'alliage 88-AA ont montré que pour des contraintes faibles (<550 MPa), les temps à rupture sont quatre fois supérieurs avec une microstructure gros grains par rapport à une microstructure grains fins. Toutefois, ces études ont également montré une réduction de la différence de comportement lorsque la contrainte augmente (Figure I-14).

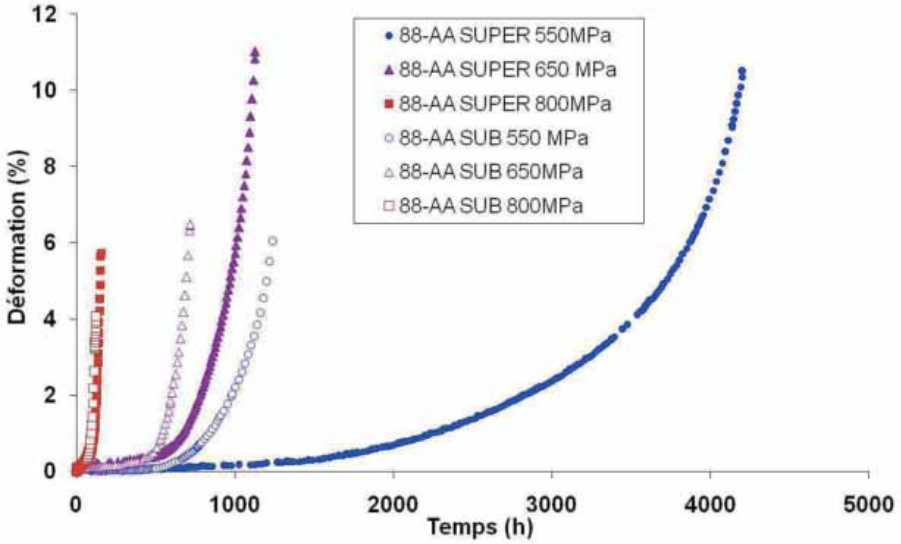

Figure I-14 : Courbes de fluage à 700°C du 88-AA grains fins (marques évidées) et gros grains (marques pleines) sous 550, 650 et 800 MPa **[Augustins-Lecallier, 2012]**.

Cet auteur a également représenté pour ces différents essais l'évolution des vitesses de déformation plastique en fonction de la déformation plastique (Figure I-15). Sur cette représentation, il est possible d'observer qu'à basse contrainte la vitesse de déformation plastique est plus faible dans les microstructures gros grains alors qu'à forte contrainte les microstructures gros grains et grains fins ont le même comportement.

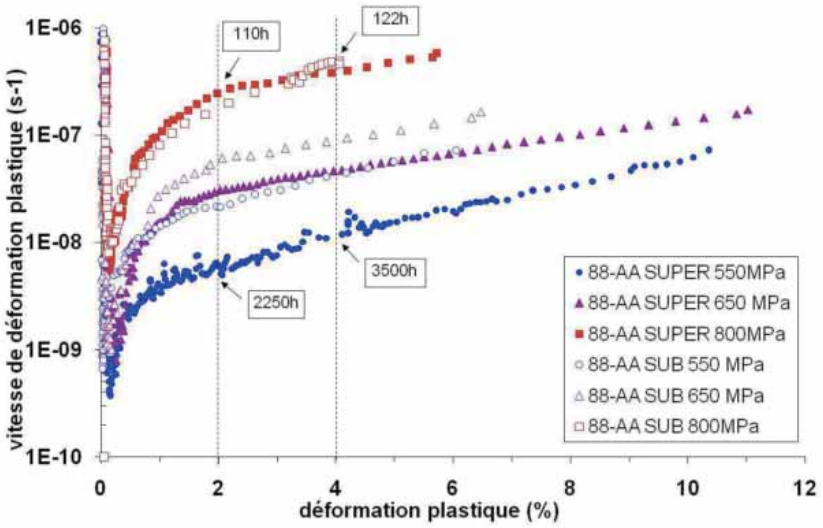

Figure I-15 : Évolution des vitesses de déformation plastique en fonction de la déformation plastique à 700°C sous 550, 650, 800 MPa de l'alliage 88-AA ayant une microstructure à grains fins (marques évidées) et gros grains (marques pleines). Repère semi-log **[Augustins-Lecallier, 2012]**.

Cette ressemblance de comportement en fluage entre les microstructures gros et grains fins lorsque la contrainte augmente a également été mise en évidence par Lautridou **[1994]**. En effet, dans le N18, il observe un temps à rupture identique, quelle que soit la taille des grains dans les conditions d'un fluage à 700°C sous 800 MPa alors qu'à 700°C / 700 MPa et 750°C / 500 MPa les comportements des deux microstructures divergent (Figure I-16).

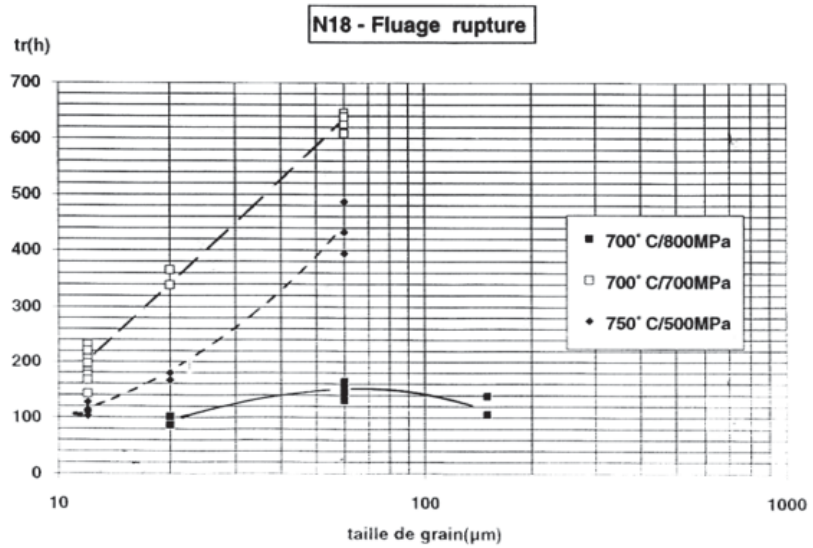

Figure I-16 : Effet de la taille de grain sur le temps à rupture dans le N18 pour différentes conditions de fluage **[Lautridou, 1994]**.

♦ *Influence de la microstructure de précipitation sur les propriétés en fluage*

Pour évaluer l'effet de la microstructure de précipitation sur les propriétés en fluage, nous allons nous intéresser aux études sur l'effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques en fluage. En effet, nous avons vu dans la partie 1.2.1.b que le vieillissement contrôle la microstructure de précipitation.

Dans le Tableau I-2, Raujol a reporté les vitesses de déformation moyennes des essais de fluage interrompus à 0,2 % de déformation à 700°C sous 650 MPa et 500 MPa dans le NR3. Les échantillons testés ont subi un (optimisé), deux (standard) et trois (survieilli) vieillissements (Figure I-17) **[Raujol 2004]**.

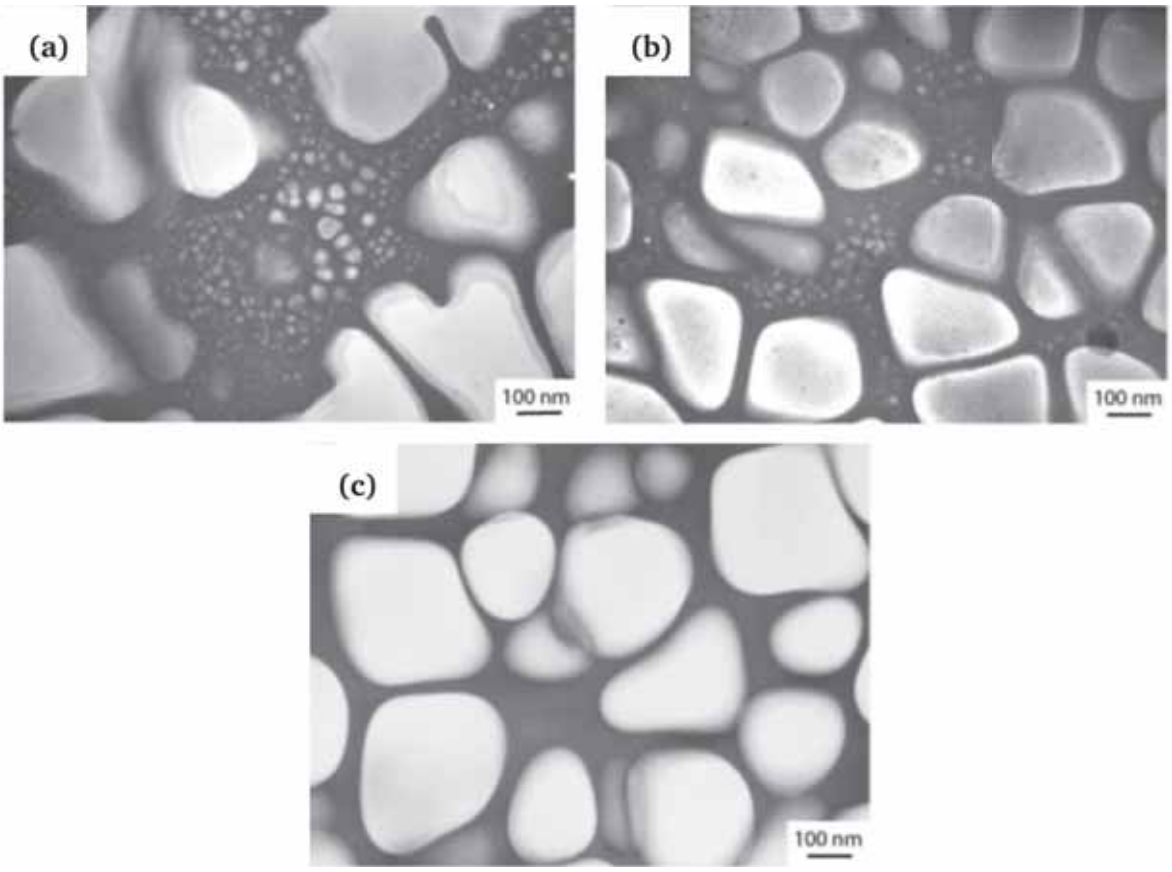

Figure I-17 : Évolution de la microstructure de précipitation en fonction du traitement thermique de vieillissement (a) optimisé (b) standard (c) survieilli.

Ce tableau montre une augmentation des vitesses moyennes de fluage avec le vieillissement, quelle que soit la contrainte. Toutefois, cette augmentation est moins marquée sous 500 MPa où le rapport de vitesses moyennes de fluage entre l'optimisé et le survieilli est de 28 contre 77 sous 650 MPa. Pour ces mêmes échantillons, une baisse de la durée en fluage entre l'optimisé et le survieilli est observée lorsque la contrainte augmente. La durée en fluage est divisée par 4 pour les échantillons optimisés contre 100 pour les échantillons survieillis entre 500 MPa et 650 MPa. (Tableau I-3**)**. Cet effet a également été observé par Flageolet dans le N18. En effet, il a constaté que lors d'un essai de fluage à 700°C, sous 775 MPa, la durée de vie est divisée par 2,5 et la vitesse de déformation augmente pour des échantillons vieillis à 800°C pendant 300 h **[Flageolet 2005]**. Ces résultats peuvent s'expliquer par le fait que le vieillissement des alliages modifie la microstructure ce qui a une répercussion sur les interactions entre les dislocations et la microstructure. Cet aspect sera abordé dans la suite du manuscrit.

Tableau I-2 : Vitesses moyennes de fluage en s-1 pour les deux niveaux de contrainte **[Raujol 2004].**

	650 MPa	500 MPa
Optimisé	$1{,}5.10^{-9} = v_0$	$3{,}5.10^{-10} = v_1$
Standard	$3{,}6.10^{-9} = 2\ v_0$	$4{,}3.10^{-10} = 1{,}22 v_1$
Survieilli	$1{,}15.10^{-7} = 77\ v_0$	$1.10^{-8} = 28 v_1$

Tableau I-3 : Durées de fluage en heures pour atteindre 0,2 % de déformation contrainte **[Raujol 2004].**

	650 MPa	500 MPa
Optimisé	356	1583
Standard	140	1301
Survieilli	6	603

I.2. Les défauts dans les superalliages

Les superalliages possèdent de nombreux défauts présents à l'échelle du réseau. Lors de la sollicitation, les types de défauts et leur concentration sont des paramètres qui vont contrôler les propriétés mécaniques. Il existe des défauts linéaires et planaires qui sont propres à chacune des phases.

I.2.a. La phase γ

i. Les défauts linéaires

Dans les superalliages, la matrice γ est de structure cubique à faces centrées qui se compose dans le cas d'un cristal parfait, d'un empilement de type ABCABC de plans compacts {111}. C'est dans ces plans compacts que vont se propager préférentiellement les dislocations lors de la déformation. Dans la matrice, les dislocations parfaites possèdent un vecteur de Burgers de type $\frac{a}{2}$<110> avec a le paramètre de maille. Cependant, la propagation des dislocations entre précipités γ' dépend de la largeur des couloirs et de la tension de ligne des dislocations. Or cette tension de ligne T (qui décrit la facilité avec laquelle une dislocation peut se courber) est associée à une énergie. La tension de ligne moyenne est donnée par l'Équation I-1. Plus cette tension de ligne est grande, plus la dislocation est rigide. Comme la tension de ligne, l'énergie des dislocations est elle aussi proportionnelle à μb^2.

$$T = \frac{\mu b^2}{2}$$ *Équation I-1*

avec μ le module de cisaillement, b^2 module du vecteur de Burgers

Les dislocations parfaites étant moins flexibles que les dislocations partielles (à cause de leur vecteur de Burgers plus grand que celui des dislocations partielles), elles peuvent se dissocier en partielles appelées partielles de Shockley selon l'Équation I-2. Cette dissociation de la dislocation parfaite en dislocations partielles conduit à la création d'une faute d'empilement Γ:

$$\frac{a}{2}<110>\{\bar{1}11\} \rightarrow \frac{a}{6}<211>\{\bar{1}11\} + \Gamma + \frac{a}{2}<12\bar{1}>\{\bar{1}11\} \qquad \textit{Équation I-2}$$

ii. Les défauts plans

Les fautes d'empilement sont créées lors du passage d'une partielle de Shockley dans la matrice. Elles peuvent générer soit :

- un défaut d'empilement intrinsèque par la suppression d'un plan. L'empilement de plans compacts passe alors de ABCABCABC à ABCACABC.
- Un défaut d'empilement extrinsèque par l'introduction d'un plan supplémentaire qui produit un empilement de type ABCACBCABC.

Ces défauts d'empilement jouent un rôle important dans l'analyse des dislocations dissociées. La dissociation en dislocations partielles de Shockley facilite non seulement le glissement des dislocations parfaites, mais abaisse l'énergie de la dislocation, car $|b_{Parfaite}|^2 > |b_{Partielle\ 1}|^2 + |b_{Partielle\ 2}|^2$.

Dans le nickel pur, l'énergie de défaut d'empilement dans la phase γ est de 140 $mJ.m^{-2}$. De nombreux auteurs ont déterminé des énergies de fautes dans la phase γ de différents superalliages soit en mesurant la distance *d* entre deux Shockley dissociées (car $d \propto \frac{1}{\Gamma}$) soit en associant la théorie isotrope dans un cristal à des mesures expérimentales (Tableau I-4).

Tableau I-4 : Valeurs de l'énergie de fautes d'empilement dans la phase γ de superalliages.

	Γ en mJ.m^{-2}	**% at. Co**	**Références**
CMSX2	24	5	**[Décamps, 1984]**
AM1	20	6,5	**[Décamps, 1986]**
AM3	20 à 30	11,8	**[Décamps, 1991]**
MC2	28 - 31	9,1	**[Benyoucef, 1995]**
Phase γ avec rhénium (basée sur celle du MC2)	25,6 ± 2,6 à 25°C 26,8 ± 2,7 à 350°C 26,4 ± 2,6 à 750°C 21,6 ± 2,2 à 1050°C		**[Pettinari, 1999]**
Phase γ avec ruthénium (basée sur celle du MC2)	25,6 ± 2,6 à 25°C 23 ± 2,3 à 350°C 21 ± 2,1 à 750°C 20 ± 2,0 à 1050°C		**[Pettinari, 1999]**
U720Li	35,9 ± 3,7	19,8	**[Yuan, 2011]**
TMW-2	23,4 ± 3,1	29,8	
TMW-4M3	19,9 ± 2,5	34,0	
TMW-26	27,3 ± 1,7	34,7	

Il a été établi par Pettinari dans une phase γ proche de celle du MC2 que l'énergie de défaut d'empilement est indépendante de la température **[Pettinari, 1999]**, par ailleurs de nombreux auteurs ont démontré qu'elle était dépendante d'éléments d'additions. D'après ces auteurs, l'ajout de chrome abaisse l'énergie de faute d'empilement. Elle passe alors de 85 mJ.m^{-2} pour des alliages Ni à 10% de chrome à 75 mJ.m^{-2} lorsque les alliages possèdent 15% de chrome d'addition **[Clément, 1974; Carter, 1976; Décamps, 1986]**. Gallagher démontre que l'addition de cobalt abaisse l'énergie de défaut d'empilement (Figure I-18), **[Gallagher, 1970]**. Cette tendance est confirmée par Köster et Decamps dans des alliages ternaires Ni-Co-Cr **[Köster, 1964; Décamps, 1986]**.

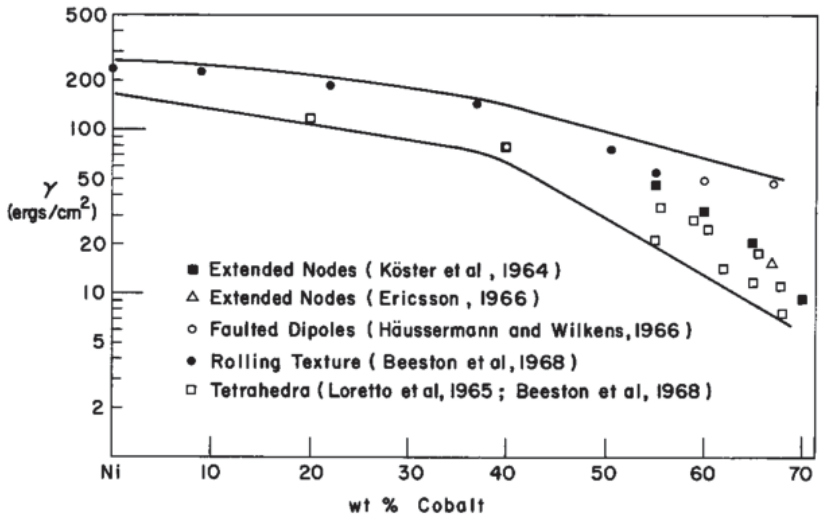

Figure I-18 : Évolution de l'énergie de faute d'empilement en fonction de la teneur en cobalt dans des alliages de base nickel **[Gallagher, 1970]**.

Les résultats de Yang sur l'Udimet 500 (Figure I-19 (a)) montrent que l'énergie de défaut d'empilement diminue d'abord avec l'augmentation du cobalt jusqu'à atteindre un minimum à 20% massique de cobalt dans la matrice puis augmente **[Yang, 1988]**. Cette même tendance a été observée par Yuan en 2011 dans le TMW-4M3, mais dans ce superalliage le minimum est atteint pour une teneur de 34% atomique de cobalt (34,5% massique) (Figure I-19 (b)) **[Yuan, 2011]**. Ces différences de teneur en cobalt correspondant à l'énergie de défaut d'empilement la plus basse peuvent être expliquées par les différences de composition chimique entre le TMW-4M3 et l'Udimet 500. En effet dans ce dernier, il y a 10 fois plus de zirconium et la teneur en chrome y est plus élevée.

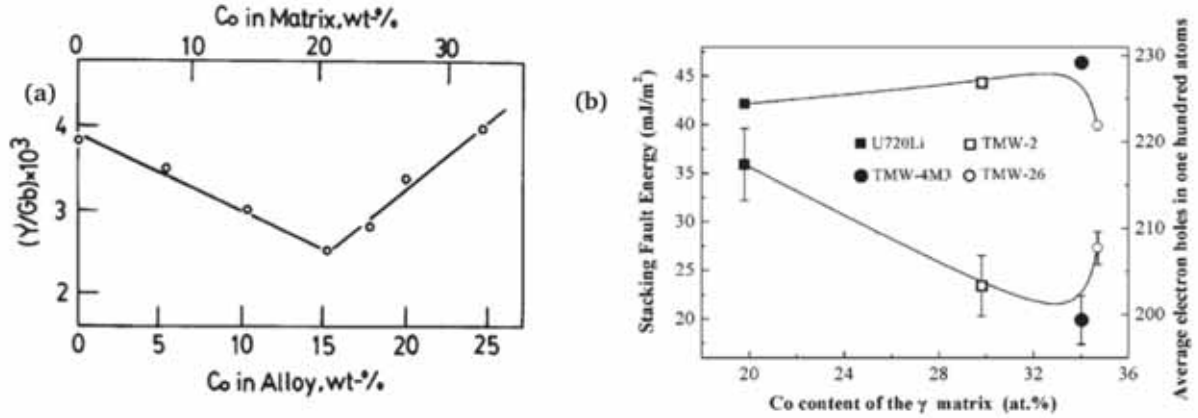

Figure I-19 : Évolution de l'énergie de faute d'empilement en fonction de la teneur en cobalt dans (a) l'Udimet 500 **[Yang, 1987]** *et (b) différents superalliages base nickel* **[Yuan, 2011].**

En 2012, Zacherl détermine théoriquement l'effet de différents éléments d'alliage sur l'énergie de défaut d'empilement (Figure I-20). D'après ces résultats, tous les éléments d'alliage étudiés diminuent l'énergie de défaut d'empilement du nickel. Toutefois, cette diminution est moindre pour les éléments d'alliage de métaux de transition 3d tels que le titane, chrome, fer et cobalt, par rapport aux éléments 4d et 5d comme le zirconium, niobium, molybdène et tungstène **[Zacherl, 2012]**.

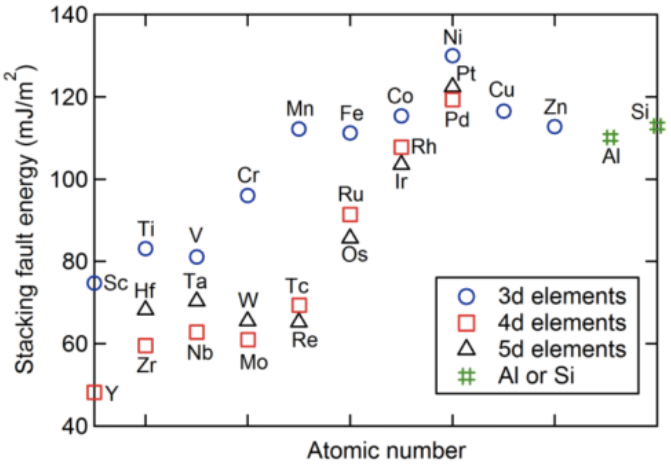

Figure I-20 : Énergie de défaut d'empilement calculée pour les alliages $Ni_{31}X$ en fonction du numéro atomique d'élément d'alliage **[Zacherl, 2012]**.

I.2.b. La phase γ'

i. Les défauts linéaires

Dans les précipités γ' ordonnés à longue distance de structure $L1_2$, de type Ni_3(Al, Ti) pour conserver l'ordre chimique, les dislocations parfaites se propageant dans les plans denses {111} sont de type a <110>. Le vecteur de Burgers de ces dislocations est plus grand que celui des dislocations parfaites dans la matrice, et comme dans la matrice ces dislocations peuvent également se dissocier en dislocations partielles. Cette dissociation dans les précipités γ' entraîne la formation de nombreux défauts plans comme les parois d'antiphase, les défauts d'empilement de super-réseau et les fautes complexes. Ces trois types de défauts plans dans la structure $L1_2$ ont été schématisés par Pope **[1984] (**Figure I-21**).**

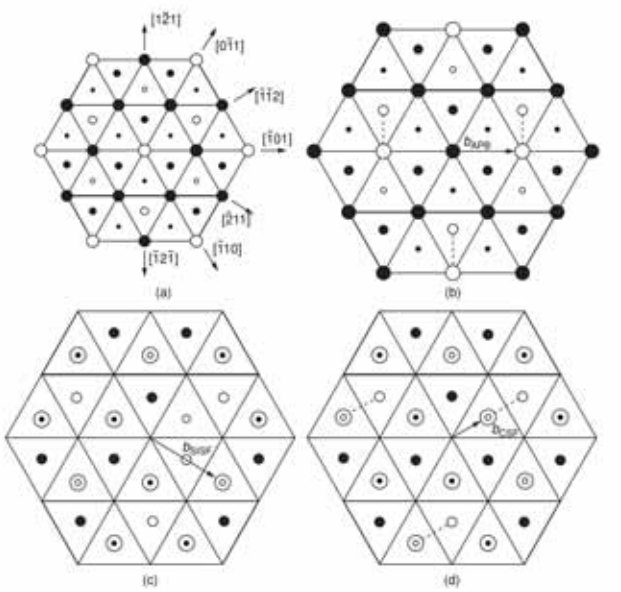

Figure I-21 : Représentation des défauts plans dans la structure $L1_2$, (a) structure non cisaillée (b) couche supérieure cisaillée par a/2 <$\bar{1}$01> pour former une paroi d'antiphase (c) cisaillée par a/3 <$\bar{2}$11> pour former un défaut intrinsèque (SISF), (d) cisaillée par $\frac{a}{6} < \bar{1}\bar{1}2 >$ pour former une faute complexe **[Pope, 1984]**.

ii. Les défauts plans

- *Création d'une paroi d'antiphase*

La création d'une paroi d'antiphase a lieu lorsqu'une dislocation parfaite de type a <110> se dissocie dans le plan {111} selon :

$$a < \bar{1}01 > \rightarrow \frac{a}{2} < \bar{1}01 > + \text{APB} + \frac{a}{2} < \bar{1}01 > \qquad \textit{Équation I-3}$$

avec APB la paroi d'antiphase (antiphase boundary en notation anglosaxonne).

Le vecteur de Burgers de la partielle créée est égal au vecteur qui relie les atomes Ni et Al, mais est inférieur au vecteur de la structure $L1_2$. Ainsi lorsque ces partielles se propagent dans les précipités γ', elles vont modifier la nature chimique des premiers voisins des atomes d'Al et Ni et faire apparaître des liaisons Ni-Ni et Al-Al qui étaient interdites (Figure I-21 (b)). L'apparition de ces liaisons interdites crée une énergie de paroi d'antiphase (γ_{APB}), 10 fois plus élevée que l'énergie de défaut d'empilement (Tableau I-5).

Tableau I-5 : Énergies d'APB dans le plan {111} dans plusieurs superalliages **[Raujol, 2004]**.

Superalliages	**γ_{111} en mJ.m^{-2}**	**Références**
MA600	144 ± 15	**[Huis In't Veld, 1985]**
CMSX2	123	
PWA 1480	118	**[Dollar, 1988]**
René 80	80	**[Lin, 1989]**
CMSX2	160 à 200	**[Courbon, 1990]**
CMSX6	115 ± 12	**[Glatzel, 1991]**
SRR99	180	**[Scheunemann-Frerker, 1992]**
Udimet 720Li	280 à 600°C 279 à 700°C 275 à 800°C	**[Jackson, 1999]**
Nimonic PE16 Nimonic 105	$311 \pm^{39}_{53}$ $260 \pm^{20}_{44}$	**[Baither, 2002]**

♦ *Création d'une faute d'empilement de super-réseau*

Dans le cas où la dissociation de la dislocation parfaite se fait selon l'*Équation I-4*, la propagation de la partielle appelée super-Shockley cause un défaut d'empilement de super-réseau.

$$a < \bar{1}01 > \rightarrow \frac{a}{3} < \bar{2}11 > + SSF + \frac{a}{3} < \bar{1}\bar{1}2 > \qquad \textit{Équation I-4}$$

Lors du cisaillement par la super-Shockley $\frac{a}{3} < \bar{2}11 >$ sur un plan {111}, les atomes de la couche supérieure vont être localisés au-dessus de ceux de la couche inférieure et créer un défaut intrinsèque (SISF : Superlattice Intrinsic Stacking Fault, Figure I-21 (c)). Ce cisaillement ne crée pas de liaison interdite, son énergie est donc faible de l'ordre de 10 mJ/m^2. Le défaut est extrinsèque (SESF : Superlattice Extrinsic Stacking Fault) lorsque le cisaillement entraîne l'introduction d'une couche supplémentaire. Ici aussi, aucune liaison interdite n'est créée et l'énergie associée est également faible.

D'après Caron et Link, la formation de ces fautes a lieu lorsque la dissociation dans la matrice est difficile **[Caron, 1988; Link, 1992]**. Les dislocations parfaites de matrice vont alors glisser et s'accumuler à l'interface γ/γ'. Si la contrainte est suffisamment élevée pour initier la dissociation de la dislocation, elle se fera à l'interface.

Selon le modèle de Condat et Décamps, le cisaillement est initié par une dislocation parfaite dissociée en partielle **[Décamps, 1994]**. Lorsque la dislocation parfaite de tête entre dans le précipité γ', une paroi d'antiphase possédant une grande énergie est créée. Afin d'abaisser l'énergie de cette faute, la nucléation d'une partielle de Shockley sur le plan {111} adjacent à l'APB à lieu selon la réaction :

$$\frac{a}{2} < \bar{1}01 > + \frac{a}{6} < 1\bar{2}1 > \rightarrow \frac{a}{3} < \bar{2}11 > \qquad \textit{Équation I-5}$$

Ainsi, la super-Shockley $\frac{a}{3} < \bar{2}11 >$ cisaille le précipité γ' en laissant une faute extrinsèque pendant que le précipité γ' est contourné par une dislocation de type $\frac{a}{6} < 1\bar{2}1 >$ (Figure I-22).

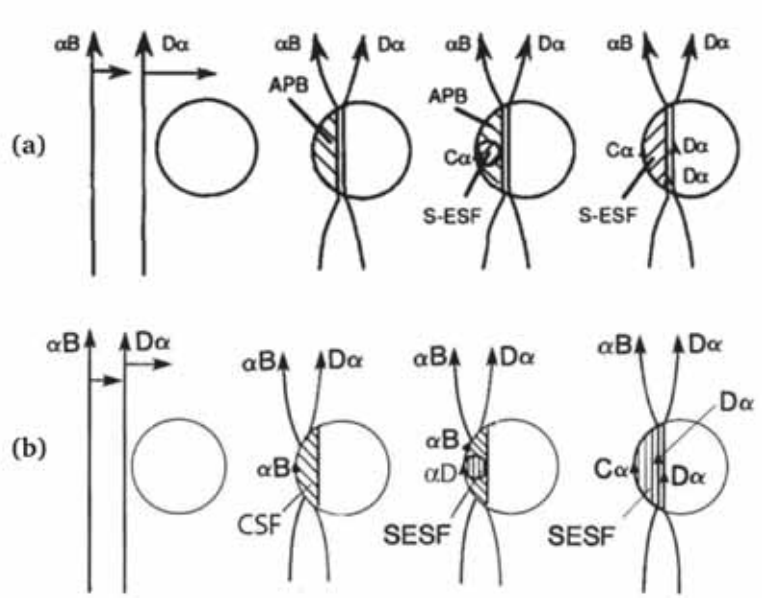

Figure I-22 : Création d'une faute isolée (a) extrinsèque (b) intrinsèque selon le mécanisme de Condat et Décamps ***[Décamps, 1994]***.

La nature extrinsèque ou intrinsèque de la faute reste encore à déterminer. D'après Décamps **[1991]** elle est dépendante du type de sollicitation. Elle est intrinsèque si le matériau est déformé en fluage ou traction à des températures intermédiaires et extrinsèque s'il est déformé en compression à haute température **[Décamps, 1991]**.

D'autres auteurs pensent que la formation d'une faute extrinsèque n'a lieu qu'à la suite d'une réorganisation atomique afin d'éviter la création d'un grand nombre de liaisons interdites **[Kolbe, 2001][Viswanathan, 2004; Unocic, 2008; Kovarik, 2009]**.

♦ *Création d'une faute complexe*

La création d'une faute complexe se fait lorsque qu'une dislocation partielle de Shockley $\frac{a}{6}$<112> se propage dans le précipité γ'. Après le passage de la partielle dont le vecteur de Burgers correspond à celui de la structure CFC, les atomes d'Al de la couche supérieure se trouvent au-dessus des atomes de Ni de la couche inférieure ce qui produit une modification des plus proches voisins (Figure I-21 (d)). Ainsi l'énergie associée à la faute complexe est grande. Dans les alliages Ni_3Al elle a été estimée à environ 250 mJ/ m^2 **[Nabarro, 1995]**.

I.2.c. Les défauts de super-réseau dans γ et γ'

Certaines études ont démontré que les fautes de super-réseau pouvaient être localisées à la fois dans les précipités γ' et dans la matrice γ **[Zhang, 2001; Décamps, 2004; Raujol, 2010]**.

Durant des essais de fluage à 800°C dans le superalliage C263, Zhang a observé ce cisaillement par super-réseau. Selon lui, ce mécanisme a lieu lorsqu'une dislocation de matrice $\frac{a}{2} < 01\bar{1} >$ ($\overrightarrow{b_1}$) se dissocie à l'interface γ/γ' selon l'Équation I-6 :

$$\frac{a}{2} < 01\bar{1} > \rightarrow \frac{a}{3} < 11\bar{2} > + \frac{a}{6} < \bar{2}11 > \qquad \textit{Équation I-6}$$

Cette dissociation a lieu, car la création d'une faute de super-réseau coûte moins d'énergie que celle d'une paroi d'antiphase. La dislocation $\frac{a}{3} < 11\bar{2} >$ ($\overrightarrow{b_2}$) cisaille la matrice et le précipité γ' en laissant une faute extrinsèque dans chaque phase (Figure I-23(b)). La seconde dislocation ($\overrightarrow{b_3}$), bloquée à l'interface γ/γ' ne peut se propager qu'en contournant le précipité γ' (Figure I-23(c)) et en cisaillant la matrice ce qui efface la faute de super-réseau (Figure I-23(d)) **[Zhang, 2001]**. Toutefois, ce mécanisme de dissociation de la dislocation n'est pas énergétiquement favorable, car $\overrightarrow{b^2}_1 < \overrightarrow{b^2}_2 + \overrightarrow{b^2}_3$. D'autres auteurs expliquent qu'il a lieu, car la ligne de la partielle à l'interface γ/γ' peut relâcher les contraintes de cohérence entre les deux phases, réduisant ainsi l'énergie globale de la configuration **[Kear, 1970; Pope, 1984]**.

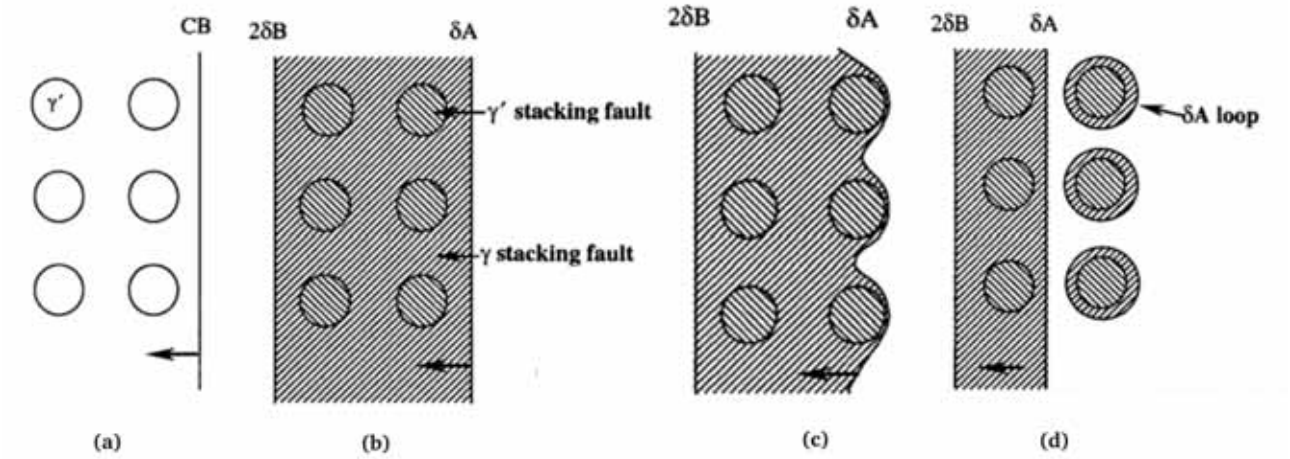

Figure I-23 : Mécanisme de création de fautes de super-réseau dans la matrice et les précipités γ' **[Zhang, 2001]**.

Selon Décamps, la création des fautes de super-réseau dans la matrice et les précipités γ' serait liée à la taille des couloirs. Ainsi, lorsqu'une dislocation parfaite de matrice se propage le mécanisme de Condat et Décamps (où seuls les précipités sont cisaillés) est observé lorsque les couloirs sont suffisamment larges. Mais lorsque dans le même plan, les couloirs deviennent étroits, la dissociation des parfaites facilite leur propagation et des fautes de super-réseau sont observées dans la matrice γ et les précipités γ' **[Décamps, 2004]**. L'existence de ce mécanisme de cisaillement serait donc due à la présence de couloirs étroits qui gênent la propagation des dislocations. Cette hypothèse a été confirmée par Raujol. En effet, cette dernière observe dans le NR3 davantage de mécanismes de Condat et Décamps lorsque la taille des couloirs est de l'ordre d'une cinquantaine de nanomètres et le cisaillement de la matrice γ et des précipités γ' par des dislocations partielles lorsque les couloirs deviennent plus étroits (33 nm) **[Raujol, 2005; Douin, 2007]**.

I.2.d. Les Macles et Micromaclage

Dans le cas où le mouvement des dislocations serait limité, la déformation plastique se fait par glissement de dislocations partielles de Shockley de type $\frac{a}{6}$<211> identiques. Ces dislocations partielles créent des fautes d'empilement sur plusieurs plans {111} adjacents et parallèles (Figure I-24) ce qui conduit à la formation de macles. Lorsque l'accumulation se fait sur 1 à 50 plans atomiques, on parle de micromacles.

Dans la structure CFC, les macles possèdent une symétrie par rapport au plan de type {111} appelé plan de macle.

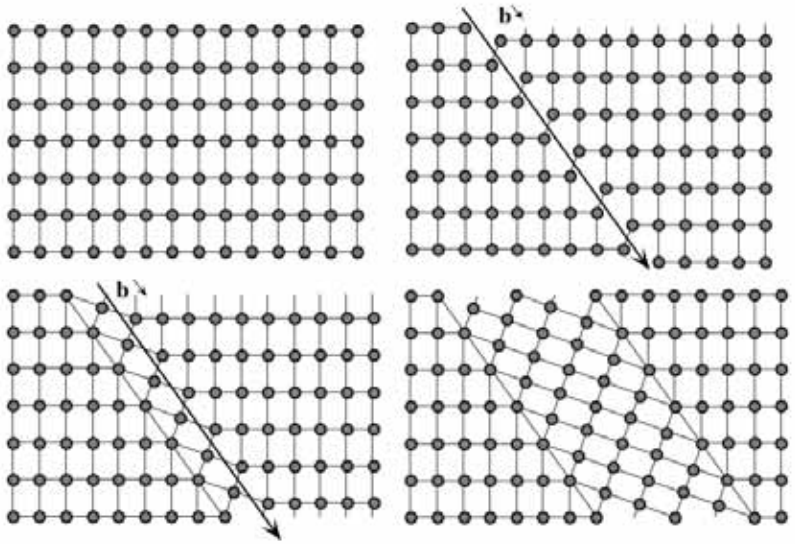

Figure I-24 : Schéma représentatif de la création d'une macle **[Douin 2008].**

De nombreuses études ont été réalisées afin de comprendre la création et la croissance de macles. Des auteurs pensent qu'une macle est produite par une seule dislocation partielle tournant autour d'une dislocation vis et émettant à chaque tour une partielle sur un plan différent **[Venables, 1964; Weertman, 1970; Song, 1995]**. C'est le mécanisme de pôle (Figure I-25(a)). D'autres auteurs pensent que sous l'action de fortes concentrations de contraintes, la dissociation des dislocations dans un plan dévié en tête d'empilement est à l'origine des macles (Figure I-25(b)) **[Cohen, 1963; Fujita, 1972; Mori, 1980].**

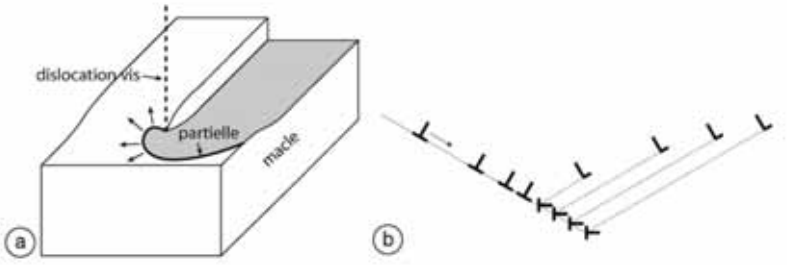

Figure I-25 : Création d'une macle (a) mécanisme de pôle (b) mécanisme de la dissociation dans un plan dévié en tête d'empilement **[Dumay 2008].**

Dans le René 88DT ayant une microstructure de précipitation fine, Viswanathan **[2005]** constate que la déformation se fait par micromaclage à 650°C sous 838 MPa. Ce mode de déformation a également été observé par d'autres auteurs **[Kolbe, 2001; Sarosi, 2006; Kovarik, 2009].** Selon Viswanathan, l'initiation du micromaclage se fait selon le modèle identifié en 2001 par Zhang **:** la propagation de la dislocation $\frac{a}{3} < 11\bar{2} >$ qui cisaille la matrice

γ et les précipités γ' (Figure I-26, dislocation 1) et le passage de la dislocation $\frac{a}{6} < \bar{2}11 >$ qui cisaille la matrice et contourne les précipités γ' (Figure I-26, dislocation 3) **[Zhang, 2001]**.
D'après les observations de Viswanathan**,** l'épaississement de la macle a lieu avec le passage des dislocations 5, 6 et 7 qui seraient, en première approximation, de type $\frac{a}{6} < \bar{2}11 >$ et se propageraient dans des plans {111} adjacents **[Viswanathan, 2005]**.

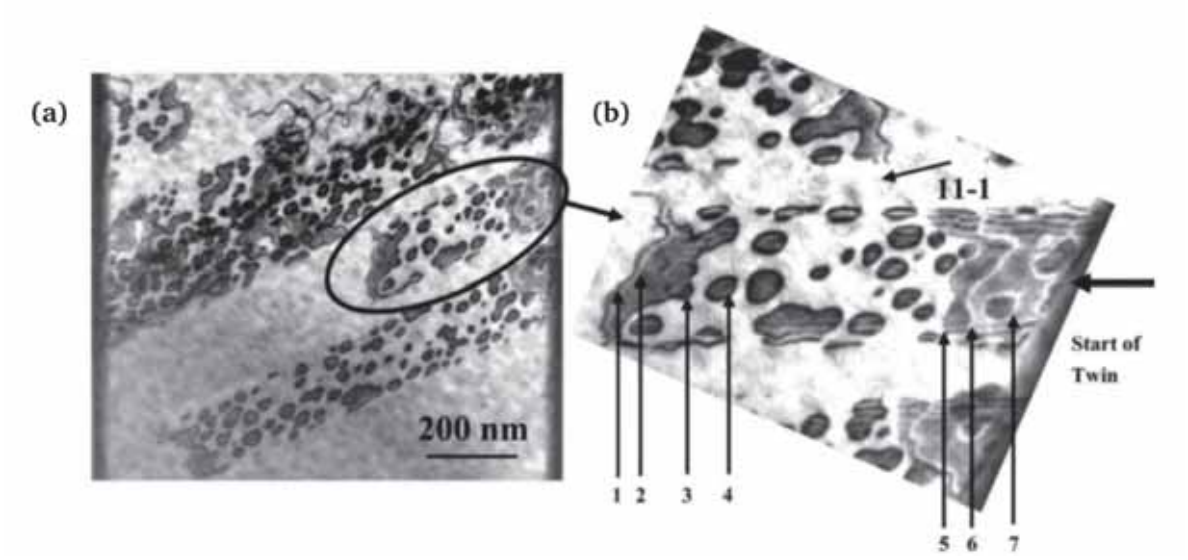

Figure I-26 : Observation au MET des premiers stades de la formation du micromaclage dans la version grains fins du René 88DT **[Viswanathan, 2005]**.

Mais selon l'hypothèse de Kolbe **[2001],** le passage de dislocations partielles dans des plans adjacents crée une macle dans la matrice et une pseudo-macle dans les précipités γ'. D'après ce dernier, le cisaillement des précipités γ' par les dislocations de Shockley crée une faute complexe. Les précipités γ' passent alors d'une structure $L1_2$ à une structure orthorhombique moins symétrique et possédant de nombreuses liaisons interdites. Toutefois, la structure $L1_2$ peut être restaurée par le processus de réorganisation atomique initié par la diffusion et donc plus favorable au-dessus de 780°C. **[Kolbe, 2001]**.

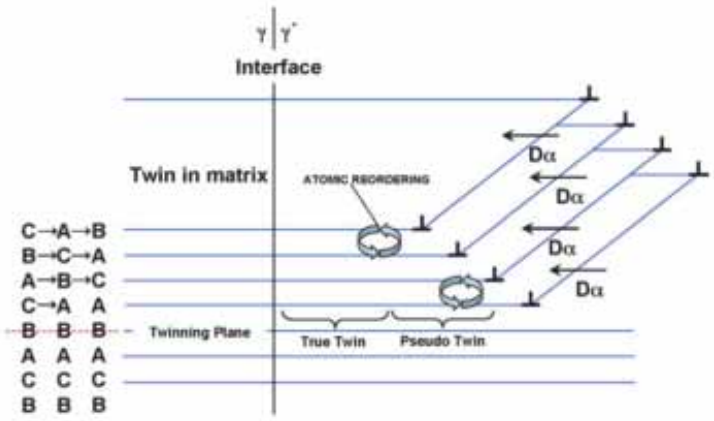

Figure I-27 : Schématisation du micromaclage dans la matrice et les précipités γ' via la réorganisation atomique d'après **[Unocic, 2008]**.

I.2.e. Le glissement dévié et la montée

À plus hautes températures (T ~ 0,5Tf), la diffusion active les mécanismes de glissement dévié et de montée. Lors du glissement dévié, les parties vis des dislocations qui possèdent plus de degrés de liberté changent de plan de glissement et peuvent passer au-dessus des obstacles (Figure I-28). Pour T > 0,5 T_f, la montée des dislocations est observée. Dans ce cas, les parties coins des dislocations vont changer de plan par diffusion de matière. Ce mécanisme identifié par Benoit **[2017]**, nécessite la formation et la migration de défauts ponctuels.

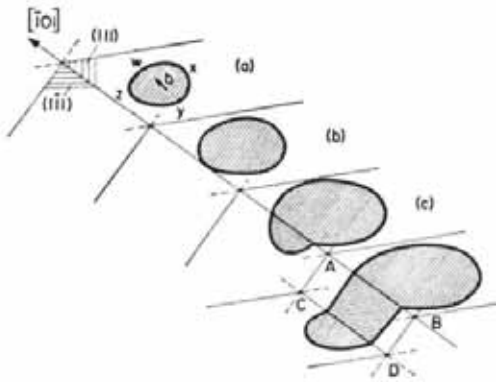

Figure I-28 : Glissement dévié **[Benoit, 2017].**

I.3. Durcissement structural dans les superalliages

Comme nous l'avons déjà vu, les micromécanismes de déformation qui contrôlent les propriétés mécaniques des superalliages sont fortement liées aux paramètres microstructuraux tels que la taille et la distribution spatiale des grains, et des caractéristiques des précipités

durcissants γ’ (taille, distribution, chimie). Ces derniers sont en grande partie responsables du durcissement structural dans les superalliages. Lorsqu’une contrainte est appliquée sur l’alliage, les précipités γ’ peuvent être soit contournés soit cisaillés par des dislocations, ce qui participe au renforcement de l’alliage. Cette partie présente ces deux modes de franchissement et les aspects théoriques associés.

I.3.a. Contournement

Le mécanisme de contournement à lieu si, durant leur propagation, les dislocations parfaites rencontrent des précipités γ’ durs ou des gros précipités γ’ incohérents avec la matrice et si la contrainte appliquée est supérieure la contrainte d’Orowan décrite par la relation :

$$\tau_{OR} = \frac{2T}{bl}$$ *Équation I-7*

avec T la tension de ligne de la dislocation, b la norme du vecteur de Burgers et l la largeur du couloir dans le plan {111}.

Autour du précipité γ’ contourné, une boucle de dislocation nommée boucle d’Orowan est observée (Figure I-29).

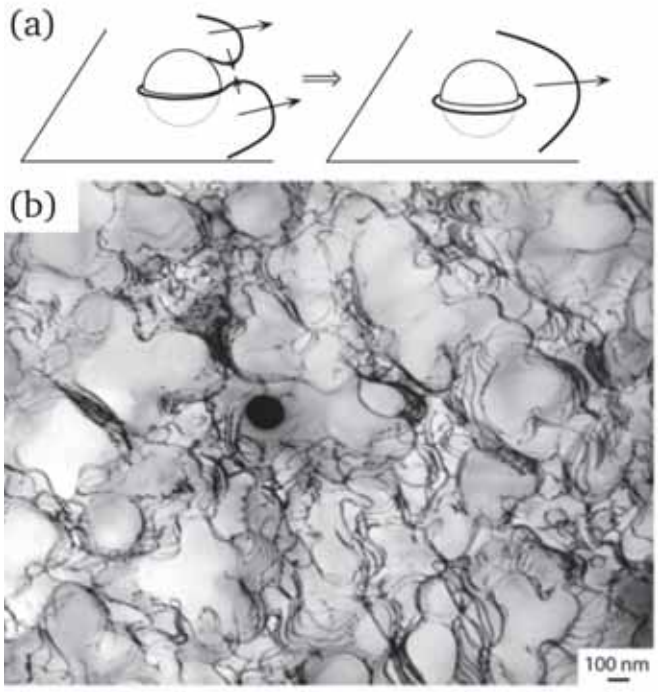

Figure I-29 : Mécanisme de contournement d’Orowan (a) représentation schématique **[Douin, 2008]** *(b) observation MET dans le NR3 survieilli flué sous 650 MPa* **[Raujol, 2004].**

I.3.b. Cisaillement avec création d'une paroi d'antiphase

Ce mécanisme a lieu lorsque les précipités γ' sont petits, « mous » ou cohérents avec la matrice. La dislocation parfaite de la matrice peut alors franchir le précipité γ' en laissant une paroi d'antiphase (APB). Cette APB est effacée si une deuxième dislocation de même vecteur de Burgers cisaille le précipité γ'. L'ensemble forme une superdislocation (Figure I-30).

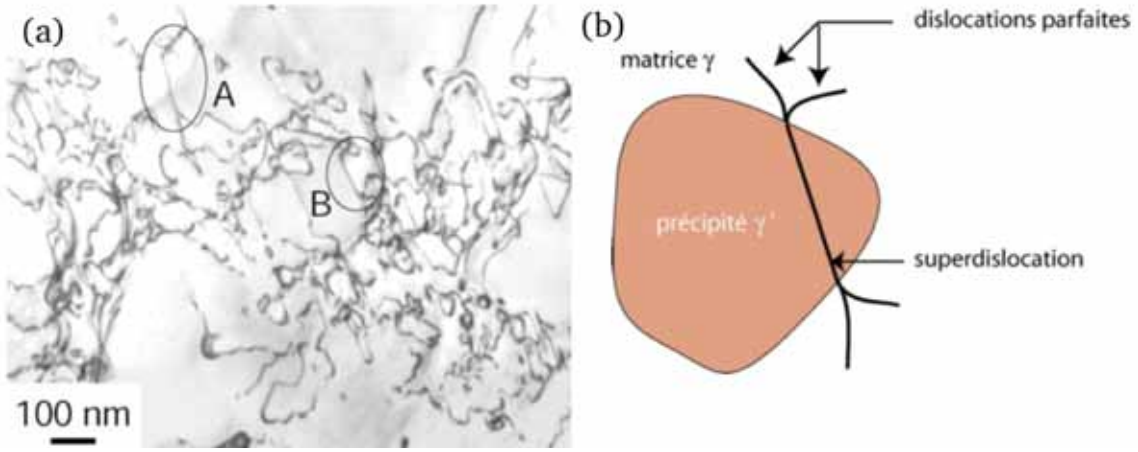

Figure I-30 : (a) Mécanisme de cisaillement par une superdislocation en A et B dans le NR3 (b) schéma correspondant **[Raujol, 2004].**

I.3.c. Aspect théorique du durcissement dans les superalliages

À fraction volumique constante, la contrainte critique résolue théorique (CRSS : Critical Resolved Shear Stress) nécessaire au cisaillement par paire de dislocations et au contournement a été estimée par Hüther en 1978**.** Il a établi qu'en fonction de la taille des précipités γ', le cisaillement se faisait soit par des paires faiblement couplées soit par des paires fortement couplées (Figure I-31 (courbes (1) et (2)).

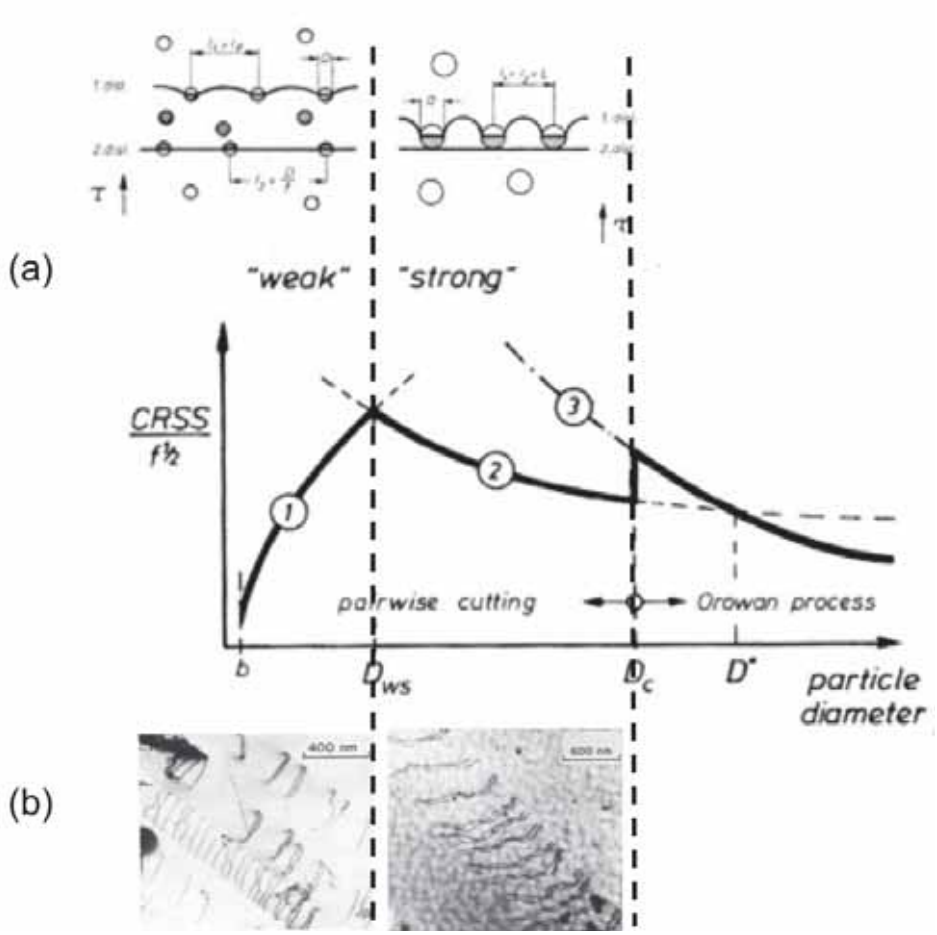

Figure I-31 : Évolution des mécanismes de franchissement en fonction de la taille des précipités γ' (a) représentation schématique **[Hüther, 1978**] *(b) observations MET dans le Nimonic PE 16* **[Reppich, 1982].**

Lorsque le diamètre des précipités γ' est faible, ils sont cisaillés par des paires faiblement couplées. La contrainte requise pour le cisaillement des précipités γ' (Figure I-31, courbe 1) s'écrit selon :

$$\Delta\tau = \frac{1}{2}\left(\frac{\gamma_{APB}}{b}\right)^{\frac{3}{2}}\left(\frac{bDf}{T_{ten}}\right)^{\frac{1}{2}} A - \frac{1}{2}\left(\frac{\gamma_{APB}}{b}\right) f \qquad \textit{Équation I-8}$$

$$\Delta\tau = \frac{\gamma_{APB}}{2b}\left(\left(\frac{6\gamma_{APB} r f}{2\pi T_{ten}}\right)^{\frac{1}{2}} - f\right) \qquad \textit{Équation I-9}$$

avec γ_{APB} *l'énergie de paroi d'antiphase, b est le vecteur de Burgers, D le diamètre des précipités γ',* $Tten = \frac{1}{2}\mu b^2$ *est la tension de ligne de la dislocation, A un facteur numérique dépendant de la morphologie des particules,* μ *est le module de cisaillement, r rayon moyen des précipités γ' et f la fraction volumique des précipités.*

L'Équation I-8 est issue du modèle original développé par **[Raynor, 1970; Brown, 1971]** et l'Équation I-9 résulte d'une adaptation de **[Reed, 2006]**. Pour des précipités γ' supérieurs à un diamètre noté D_{ws} (Figure I-31, courbe 2), le modèle de Hüther prédit que le cisaillement se fera par des dislocations fortement couplées **[Hüther, 1978]**. L'estimation de la contrainte critique se fait selon l'Équation I-10.

Selon le modèle de Galindo Nava, la contrainte pour le cisaillement par des paires de dislocations fortement couplées se fait selon l' *Équation I-11*.

$$\Delta\tau = \frac{1}{2}\left(\frac{Gb}{L_p}\right)\frac{2w}{\pi}\left(\frac{\pi D\gamma_{APB}}{wGb^2} - l\right)^{\frac{1}{2}} \qquad \textit{Équation I-10}$$

$$\Delta\tau = \frac{\gamma_{APB}l_1}{2bL} = \sqrt{\frac{3}{2}}\left(\frac{\mu b}{\pi^{3/2}}\right)\frac{f^{1/2}}{r}\sqrt{\frac{2\pi\gamma_{APB}r}{\mu b^2} - 1} \qquad \textit{Équation I-11}$$

avec G le module de cisaillement, L_p et L la distance entre précipité γ' et l_1 longueur de la dislocation de tête.

D'après le modèle de Hüther, la transition entre les mécanismes de cisaillement par paroi d'antiphase et le contournement a lieu lorsque le diamètre des précipités γ' atteint la valeur D_c (Figure I-31) et la contrainte s'écrit selon l'Équation I-12 **[Hüther, 1978]**.

$$\Delta\tau = \frac{\gamma_{APB}}{b} - \frac{2T}{b\sqrt{2/3}\,D} \qquad \textit{Équation I-12}$$

Toutefois, les courbes de cisaillement et de contournement ne se croisent que pour une valeur de diamètre de précipité égale à D^*, car avant cette valeur et jusqu'à Dc, la décroissance de la contrainte nécessaire au cisaillement par des paires fortement couplées est constatée. Dans ce domaine, la dislocation de tête ne peut pas cisailler les précipités γ', elle se dissocie. Ce phénomène s'accompagne de l'augmentation de la contrainte critique jusqu'à atteindre la courbe d'Orowan. Cependant, les modèles précédents ne permettent de prédire les contraintes critiques résolues que dans le cas d'une précipitation monomodale. En 2015 Galindo-Nava a établi un autre modèle qui prend en compte les microstructures bimodales **[Galindo-Nava, 2015]**. La contrainte résolue critique de cisaillement se calcule alors selon l'Équation I-13.

$$\tau_p = \frac{\gamma_{APB}}{2b}\left(w_s\frac{l_1^s}{\Lambda_1^s + 2r_s} + w_t\frac{l_1^t}{\Lambda_1^t + 2r_t}\right) \qquad \textit{Équation I-13}$$

Où τ_p est la contrainte résolue critique de cisaillement,w_i la fraction numérique en particules i (i = s ou t, pour les précipités γ' secondaires et les précipités γ' tertiaires), l_1^i la longueur du segment de la dislocation de tête active dans le cisaillement d'une particule i et Λ_1^i la longueur effective de la dislocation de tête active dans le cisaillement de la particule i.

Cet auteur introduit un rayon critique r_m dans son modèle qui détermine la transition entre le cisaillement par des paires faiblement couplées et fortement couplées. Ce rayon critique s'écrit selon :

$$r_m = \frac{\mu b^2}{2\gamma_{APB}} \qquad \textit{Équation I-14}$$

Dans ce cas, si $r < r_m$, alors le cisaillement s'effectuera par paires de dislocations faiblement couplées, et si $r > r_m$, les paires de dislocations seront fortement couplées.
Dans le cas multimodal, la contrainte d'Orowan est définie par l'équation suivante :

$$\tau_{OR} = w_s \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{\mu b}{L_s} \qquad \textit{Équation I-15}$$

Avec $L_s$est la distance inter-précipités γ' secondaires et w_s la fraction numérique en précipités γ' secondaires.

I.3.d. Bilan des mécanismes de déformation

Les dislocations peuvent donc franchir les précipités γ' de plusieurs manières en fonction de la contrainte appliquée et de la température. De nombreuses études ont été réalisées sur ces modes de franchissement **[Kear, 1970; Pope, 1984; Unocic, 2008]** et ont permis l'élaboration d'une carte présentant les mécanismes dominants pour une contrainte et une température donnée (Figure I-32).
À basse température (T<700°C) et à forte contrainte (805 MPa < σ <900 MPa), le cisaillement par des dislocations parfaites avec création d'une paroi d'antiphase est dominant. Lorsque la température est comprise entre 640°C et 760°C et sur un large domaine de contrainte, les mécanismes de cisaillement se font par des dislocations partielles isolées et/ou par micromaclage. À plus hautes températures (> 800 °C) et à de faibles contraintes (< 425 MPa), les précipités γ' sont contournés par la montée de dislocations parfaites qui est thermiquement activée. Cependant, cette carte ne tient pas compte de facteurs tels que la chimie de l'alliage, la

taille des grains, la taille et la distribution des précipités γ’ qui contrôlent également les mécanismes et donc le comportement en fluage.

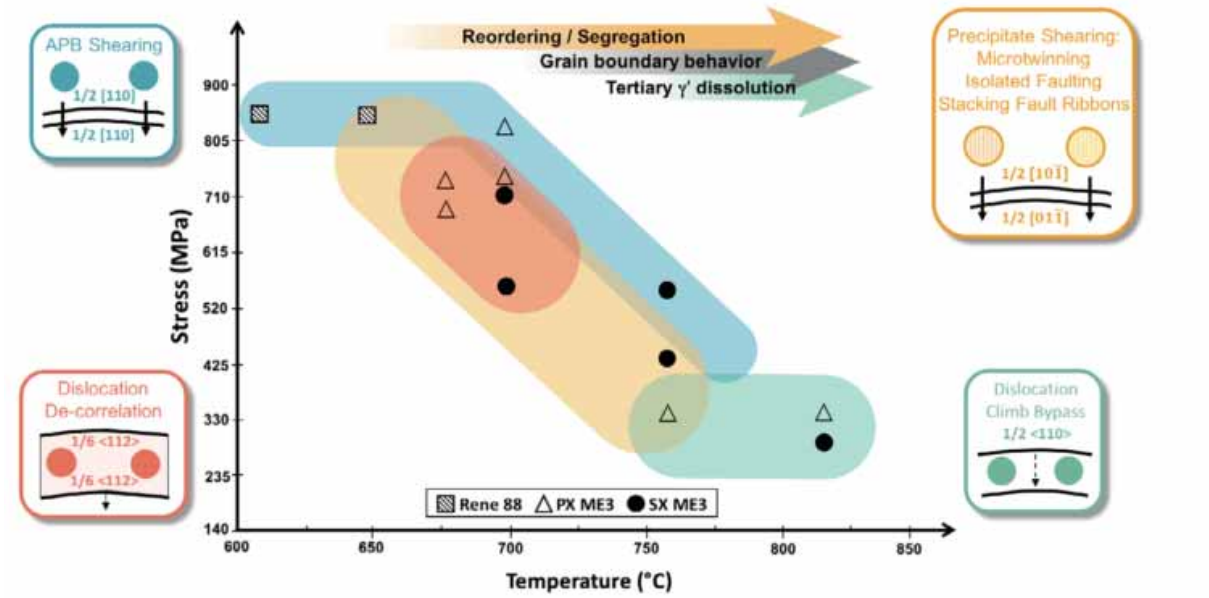

Figure I-32 : Mécanismes de cisaillement dominants dans les superalliages base nickel en fonction de la contrainte et de la température **[Smith, 2016]**.

I.4. Le superalliage AD730^{TM}

I.4.a. Objectifs du développement

Le développement d’alliages pour disques de turbines capables de conserver leurs propriétés mécaniques jusqu’à 700°C est toujours d’actualité. L’autre enjeu industriel est que ces nouveaux alliages doivent posséder un faible coût de production (Figure I-33).

Actuellement, le plus utilisé des superalliages pour les disques de turbines est le 718, car il allie à la fois un faible coût de production grâce à la faible teneur en cobalt et la présence de fer et d’excellentes propriétés mécaniques jusqu'à 650°C. Toutefois, au-delà de cette température ses propriétés se dégradent à cause de la transformation de la phase γ’’ en δ **[Brooks, 1988; Devaux, 2008; Jouiad, 2016]**.

L’U720Li conserve de bonnes propriétés mécaniques jusqu’à 700°C, mais son élaboration par voie « coulée / forgée » reste complexe à cause de sa forte teneur en γ’ (45%) **[Sczerzenie, 1984; Bain, 1988],[Furrer, 1999; Jain, 2000]**.

Il existe d’autres superalliages tels que N18, René88DT, RR1000 qui possèdent une bonne tenue en température, mais leur coût de production reste élevé notamment à cause de

l'élaboration qui ne peut se faire que par métallurgie des poudres du fait de leur teneur en γ' **[Ducrocq, 1988; Krueger, 1992; Hardy, 2004]**.

Ainsi, l'élaboration d'un nouveau superalliage doit se faire de manière à allier à la fois de bonnes propriétés mécaniques à haute température (> 700°C) et un coût réduit. C'est en se basant sur ces deux critères essentiels qu'Aubert&Duval a développé l'AD730^{TM}. Cet alliage allie à la fois la capacité de résister à des températures de fonctionnement plus élevées et un faible coût en raison de sa composition chimique et sa capacité à être mis en œuvre par voie «coulée/forgée» **[Devaux, 2012]**.

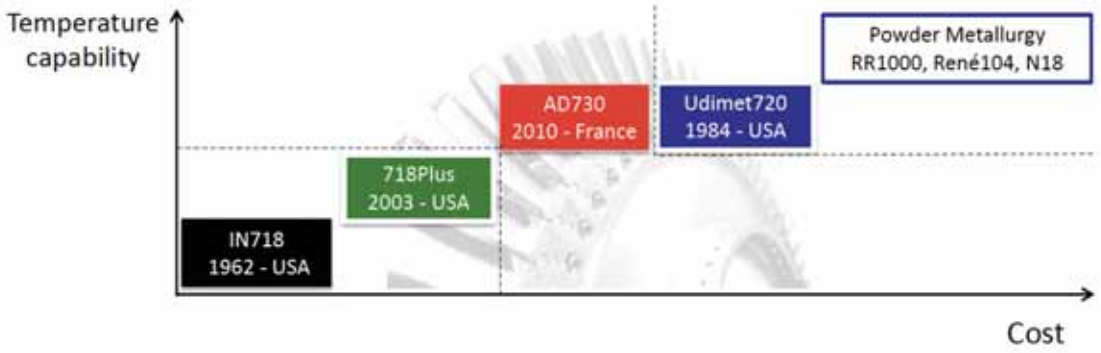

Figure I-33 : Évaluation de la tenue en température en fonction du prix de différents superalliages **[Devaux, 2016]**.

I.4.b. Optimisation de l'AD730^{TM}

i. Composition chimique

Les nuances Ni30, Ni50, Ni40 et Ni33 ont servi de base pour l'ajustement de la composition chimique de l'AD730^{TM} (Tableau I-6). Ces alliages possèdent de bonnes propriétés mécaniques jusqu'à 700°C et un coût moins élevé comparé aux autres alliages γ/γ' **[Devaux, 2012]**. Grâce aux résultats sur ces superalliages, le rapport (Ti + Nb) / Al a été réduit. En effet, ce rapport joue un rôle dans le renforcement des superalliages, il doit donc être contrôlé de manière à conférer à la phase γ' son effet durcissant tout en évitant la précipitation de la phase η néfaste pour la ductilité **[Bouse, 1996]**. Toutefois pour compenser l'effet de la diminution du rapport (Ti + Nb) / Al sur les propriétés mécaniques, la teneur en tungstène a légèrement été augmentée. La teneur en aluminium a également été adaptée afin d'obtenir un solvus-γ' proche de 1100°C pour que l'alliage puisse être forgé sur une large gamme de température **[Masoumi, 2016]**.

Le niobium a été ajouté en raison de son effet bénéfique sur les propriétés mécaniques jusqu'à 2,5% massique, car des études ont montré qu'au-dessus de cette valeur, il peut favoriser la propagation des fissures **[Guo, 1980]**.

Contribuant significativement au durcissement de la phase γ', la quantité de cobalt a été limitée à 8,5% massique à cause de son coût très élevé et parce que des études ont montré qu'au-delà de 8% massique il y a saturation des effets bénéfiques sur la tenue en fluage dans l'Udimet 700 **[Jarrett, 1982]**. Le cobalt a été substitué par du fer qui peut néanmoins diminuer la stabilité à long terme en favorisant l'apparition des phases η et σ. D'autres éléments ont été ajoutés pour neutraliser cet effet.

La quantité de chrome a été augmentée afin qu'elle soit suffisante dans la matrice à 700 °C. De plus celle du couple molybdène et tungstène a été ajustée, car elle participe au durcissement par solution solide de la matrice lui conférant de bonnes propriétés mécaniques à haute température, même si elle affecte la densité de l'alliage.

Tableau I-6 : Compositions chimiques en % massique de l'AD730™ comparée aux nuances Ni30, Ni50, Ni40 et Ni33 **[Devaux, 2012]**.

	Ni	Fe	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	B	C	Zr	(Ti+Nb)/Al wt%	Presence of η-Eta
Ni30	Base	5	9	15.2	3	2.5	2.0	3.5	1	0.01	0.015	0.03	2.25	No
Ni50	Base	5.6	9.5	15.2	3	2.5	2.0	3.8	1.2	0.01	0.015	0.03	2.5	Yes +
Ni40	Base	5	9	15.3	3	2.5	1.75	3.9	1.3	0.01	0.01	0.03	3	Yes ++
Ni33	Base	3.2	9.2	14.8	2.9	2.3	2.3	4	1.3	0.01	0.015	0.03	2.3	No
AD730™	Base	4	8.5	15.7	3.1	2.7	2.25	3.4	1.1	0.01	0.015	0.03	2	No

De nombreuses études ont également été réalisées afin de s'assurer que l'optimisation de la composition chimique ne se faisait pas au détriment de la stabilité microstructurale de l'AD730™. Les résultats ont démontré que l'AD730™ possède une stabilité microstructurale aussi bonne que celle de U720Li et 718Plus **[Keefe, 1992; Helm, 2000; Mannan, 2000][Cao, 2008; Devaux, 2012]**.

ii. Microstructure

L'AD730™ est un superalliage durci par précipitation γ/ γ' or les propriétés élevées en fluage sont satisfaites par une fraction molaire γ' élevée. Lors de la conception de l'AD730™, la teneur en éléments γ'-gènes a donc été ajustée pour obtenir une fraction molaire de γ' supérieure à celle du 718 et 718Plus à 700 °C (Figure I-34). L'AD730™ possède une fraction molaire de l'ordre de 35% à 700°C. Cette fraction molaire reste inférieure à celle obtenue dans l'U720Li ce qui permet l'utilisation de la voie « coulée / forgée » pour l'élaboration de l'AD730™.

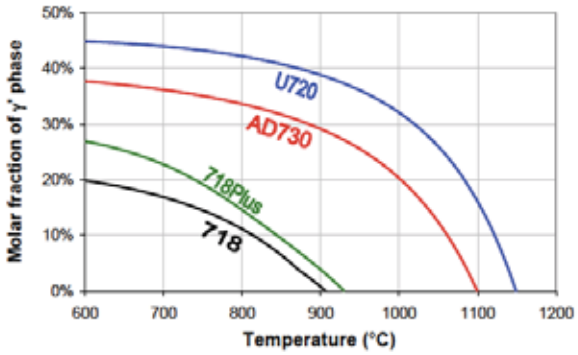

Figure I-34 : Fraction molaire de γ' en fonction de la température de l'AD730™ et de ses concurrents déterminés par thermo-calc **[Devaux, 2016]**.

I.4.c. Influence des traitements thermiques sur l'AD730™

Comme tous les superalliages durcis par précipitation γ/γ', les propriétés mécaniques de l'AD730™ sont dépendantes des traitements thermiques. Nous allons dans cette partie présenter l'influence de la mise en solution, le refroidissement et le vieillissement sur la microstructure de l'AD730™ et sur ses propriétés mécaniques en fluage.

i. Influence de la mise en solution

- *Sur la microstructure de précipitation*

Des études ont été réalisées afin d'optimiser les traitements thermiques à appliquer sur l'AD730™ **[Helstroffer, 2011; Poulain, 2011; Devaux, 2014] [Locq, 2014,2015]**. Deux types de traitements thermiques ont été retenus, l'un conduit à l'obtention d'une microstructure grains fins (GF) et l'autre une microstructure gros grains (GG) (Tableau I-7).

Le traitement thermique permettant d'obtenir la microstructure GG à été developpé à l'ONERA **[Locq, 2014,2015]**.

Le traitement thermique de la microstructure GF est composé d'une mise en solution à 1080°C pendant 4 h suivi d'une trempe à l'huile sur pièce, ou à l'air sur ébauche (~ 300°C.min^{-1}), puis d'un traitement thermique à 730°C, 760°C ou 790°C pendant 4 h ou 8h suivi d'une trempe à l'air (Figure I-35 (a)).

Le traitement thermique supersolvus permettant d'obtenir une microstructure gros grains (Figure I-35 (b)) est composé d'une mise en solution à double palier suivi d'un traitement thermique également à double palier.

Tableau I-7 : Traitements thermiques appliqués sur l'AD730™ afin d'obtenir les microstructures grain fin et gros grain

	Mise en solution	Traitement thermique	Taille des grains µm
Grains fins	1080°C/4 h/air	730°C, 760°C ou 790°C 4 h ou 8 h /air	10
Gros grains	1120°C/2 h ou 4 h/air + 1080°C/ 4 h / air	800°C/4 h/air + 760°C/16 h/air	350

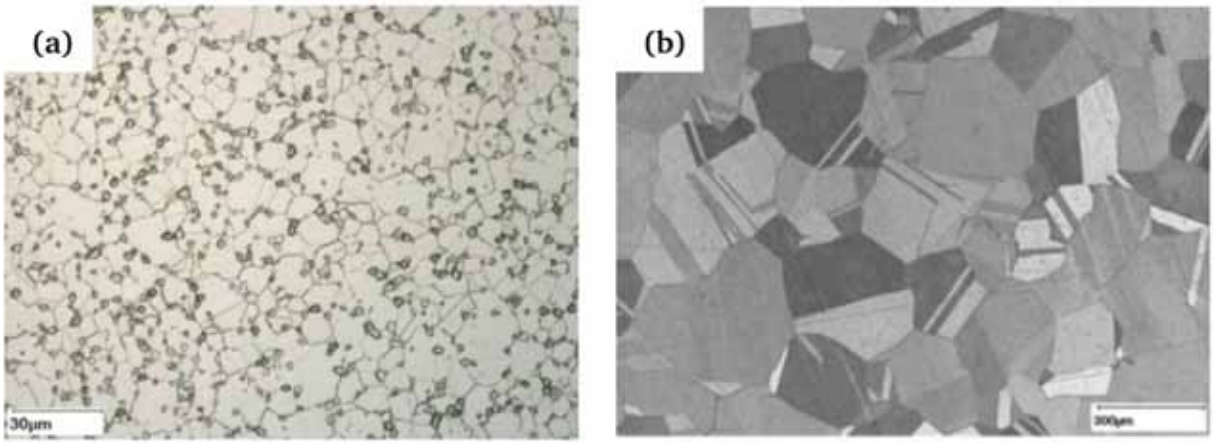

Figure I-35 : Structure granulaire de la version (a) grain fin et (b) gros grain de l'AD730™ **[Devaux, 2014].**

♦ *Sur les propriétés mécaniques en fluage*

Les travaux réalisés par Devaux montrent un effet important de la température de mise en solution sur la durée de vie en fluage de l'AD730™ (Figure I-36) **[Devaux, 2012]**.

En effet, il observe une augmentation de la durée de vie et une diminution de l'allongement lorsque la température de mise en solution augmente.

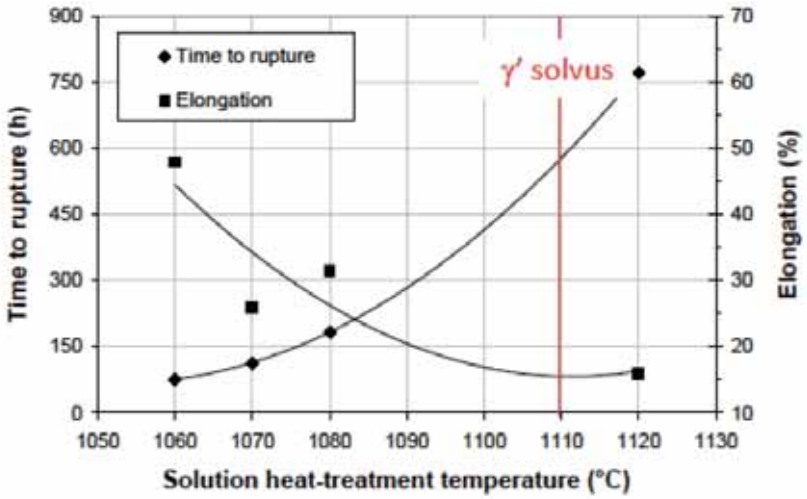

Figure I-36 : Effet de la température de mise en solution sur les propriétés mécaniques en fluage à 750°C – 450 MPa dans l'AD730™ **[Devaux, 2012]**.

Les études plus récentes de Thébaud sur le fluage à 700°C dans l'AD730™ ont montré que l'influence de la taille des grains dépendait également de la contrainte appliquée (Figure I-37). En effet ce dernier constate qu'entre 600 MPa et 700 MPa les alliages à microstructure gros grains possèdent des temps à rupture supérieurs, et des vitesses de déformation plus faibles que les alliages à microstructure grains fins. Or pour des contraintes de 800 MPa et 850 MPa les deux microstructures possèdent la même durée à rupture, tandis que l'allongement à rupture est plus grand dans les échantillons grains fins. **[Thébaud, 2017]**.

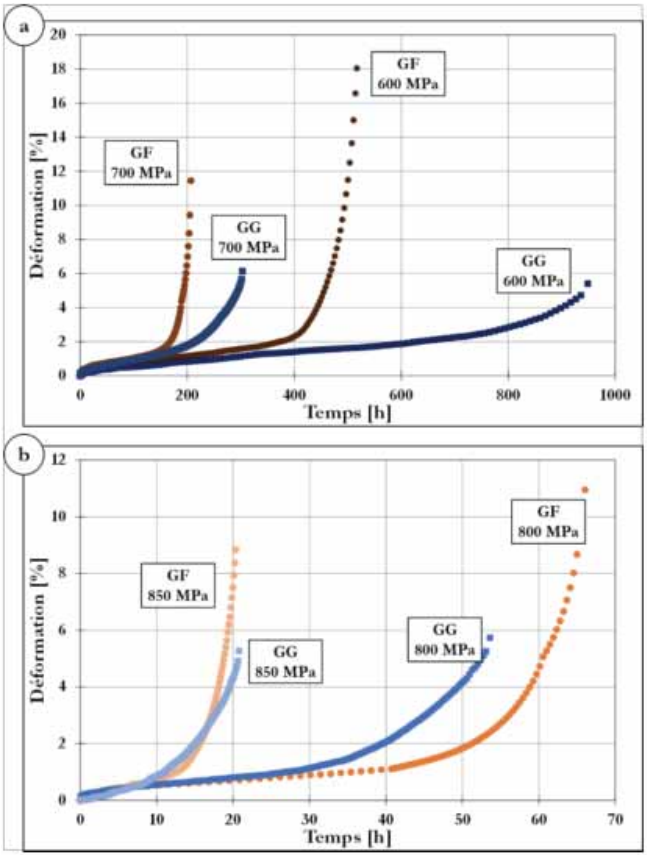

Figure I-37 : Effet de la taille de grain lors des essais de fluage à 700°C sous (a) 600 et 700 MPa (b) 800 MPa et 850 MPa **[Thébaud, 2017]**.

En complément, Thébaud a également fait une étude sur les vitesses de déformation minimale de chaque essai de fluage. Les résultats ont été reportés sur un modèle de Bailey – Norton qui permet de décrire le fluage stationnaire à haute température. D'après ce modèle, c'est durant le stade secondaire que le matériau accumule le plus grand taux de déformation. La vitesse de déformation de ce stade est associée à la contrainte et à la température par la loi de Bailey – Norton selon l'Équation I-16

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^n$$ *Équation I-16*

avec : $\dot{\varepsilon}$, la vitesse de déformation, A une constante dans un domaine de température et contrainte donné, σ la contrainte appliquée et n, appelé coefficient de Norton.

En traçant la vitesse minimale en fonction de la contrainte, des coefficients de Norton n peuvent être déterminés. En fonction de la valeur de ce coefficient, trois mécanismes qui contrôlent le fluage peuvent être identifiés :

- Pour n = 1, le fluage est contrôlé par la diffusion des atomes. Ce mécanisme a lieu à très haute température et à faible contrainte.

- Pour n> 6 – 7, la déformation en fluage est assurée par le mouvement des dislocations.
- Lorsque n ∈ [1 – 6], le fluage est mixte, c'est-à-dire contrôlé à la fois par la diffusion et par le mouvement des dislocations.

Le diagramme de Norton tracé par Thébaud (Figure I-38) confirme que la vitesse de déformation de l'AD730^{TM} est sensible à la contrainte appliquée pour une température donnée. En effet, un changement de comportement pour les deux microstructures est observé lorsque la contrainte diminue lors des essais de fluage à 700°C. Pour des contraintes inférieures à 750 MPa dans les microstructures grains fins et gros grains, le fluage est mixte (n= 2,2 pour les grains fins et n=5,2 pour les gros grains). Pour des contraintes supérieures à 750 MPa, le fluage dans les deux microstructures n'est contrôlé que par le mouvement des dislocations (n= 16,9 pour les grains fins et n=22,4 pour les gros grains). Sur ce diagramme de Norton (Figure I-38), le changement de mécanismes est identifié grâce au changement de pente qui a lieu à pour les deux microstructures à 750 MPa.

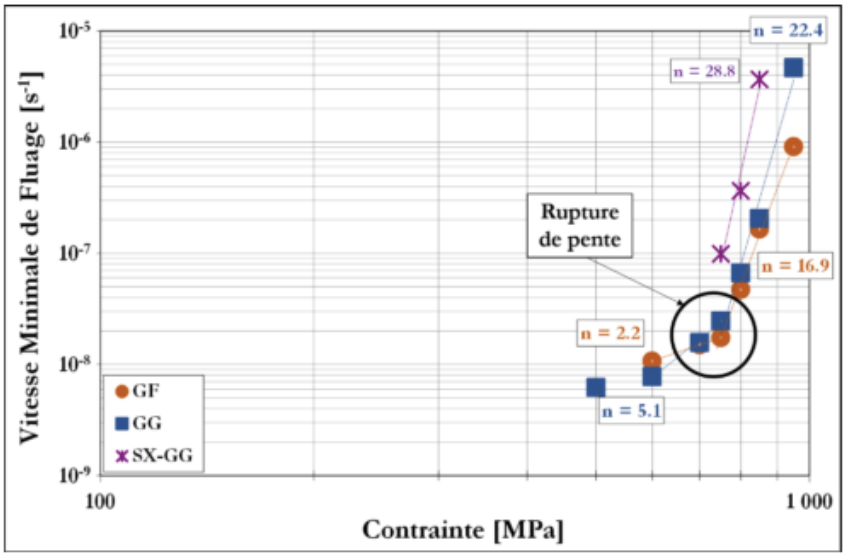

Figure I-38 : Diagramme de Norton de l'AD730^{TM} des essais de fluage à 700°C **[Thébaud, 2017].**

ii. Influence du refroidissement depuis la mise en solution

♦ *Sur la microstructure de précipitation*

Grâce à sa fraction volumique γ' intermédiaire (35%), le refroidissement par trempe est possible sur l'AD730^{TM}. La vitesse de refroidissement après la mise en solution a un effet important sur la microstructure de précipitation de l'AD730^{TM}. Des observations au microscope électronique à balayage avec un canon à émission de champ (MEB-FEG) et les mesures réalisées par Devaux

montrent que plus la vitesse de refroidissement est rapide plus la précipitation est fine (Figure I-39). Pour le refroidissement le plus lent (30°C. min^{-1}), une précipitation bimodale est observée. Cela indique plusieurs vagues de précipitation au cours du refroidissement.

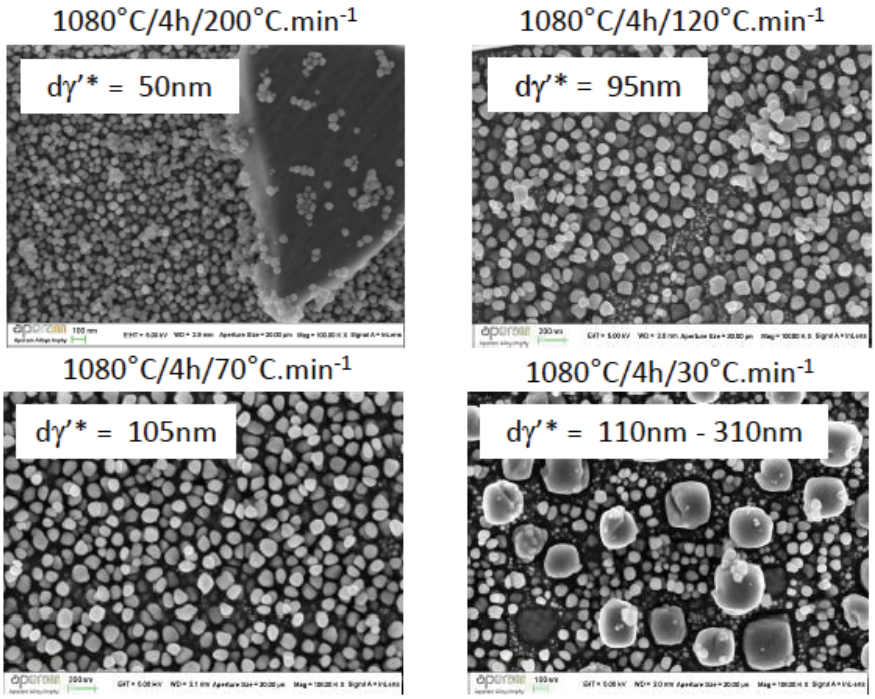

Figure I-39 : Observations au MEB-FEG de l'effet de la vitesse de refroidissement sur la microstructure de précipitation de l'AD730™ **[Devaux, 2012]**.

♦ *Sur les propriétés mécaniques en fluage*

Comme la plupart des superalliages pour les disques de turbine, les propriétés mécaniques de l'AD730™ sont dépendantes des précipités γ' (secondaires et/ou tertiaires) qui apparaissent pendant le refroidissement après la mise en solution. Des essais de fluage à 700°C, 690 MPa ont été réalisés par Devaux (Figure I-40). Les résultats montrent que, plus la vitesse de refroidissement est élevée après la mise en solution (plus la précipitation est fine) plus la durée de vie en fluage l'est aussi. La tendance inverse est observée pour l'allongement à rupture **[Devaux, 2012]**.

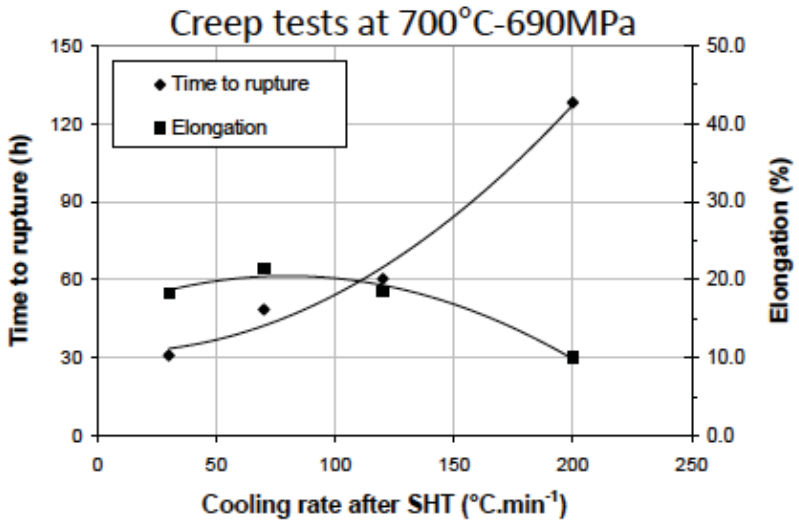

Figure I-40 : Effet de la vitesse de refroidissement sur les propriétés mécaniques en fluage à 700°C – 690 MPa dans l'AD730™ **[Devaux, 2012]**.

iii. Influence du traitement thermique

- *Sur la microstructure de précipitation*

L'influence du traitement thermique a été réalisée sur des échantillons ayant une microstructure grains fins refroidis à 200°C/min. Le traitement thermique a eu lieu durant 8 h à 730°C, 760°C et 790°C. Les observations des échantillons avant et après vieillissement montrent une précipitation monomodale de précipités γ' secondaires (Figure I-41 (a)). La caractérisation en taille des précipités au MEB-FEG montre une augmentation de la taille des précipités γ' secondaires lorsque le traitement thermique se fait à une température supérieure à 730°C (Figure I-41 (b)).

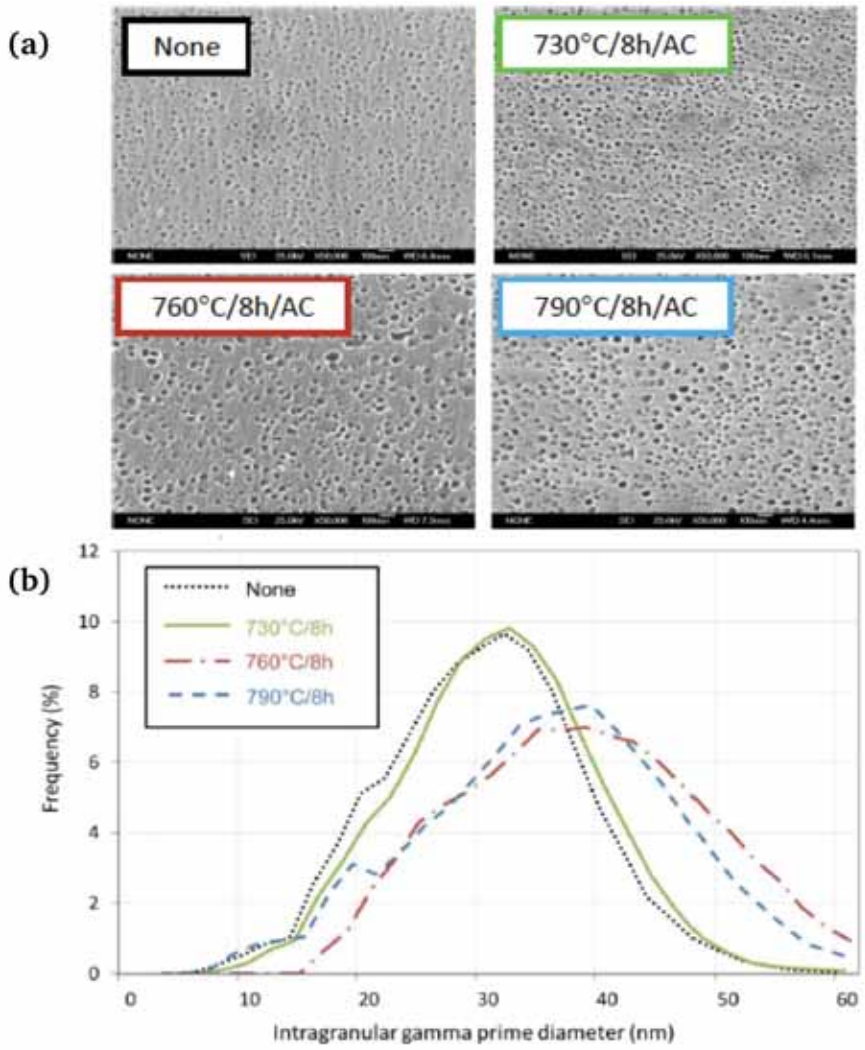

Figure I-41 : Influence du vieillissement sur la microstructure de précipitation (a) observations au MEB-FEG, (b) caractérisation en taille des précipités γ' secondaires **[Devaux, 2014].**

Devaux a également réalisé des études afin d'évaluer l'effet de la durée du traitement thermique sur la microstructure de précipitation de l'AD730™ à 760°C. La Figure I-42, montre que la durée du traitement thermique n'a aucun impact sur la taille des précipités γ' secondaires. Ainsi, quelle que soit la durée du traitement thermique la taille moyenne des précipités γ' secondaires reste inférieure à 50 nm.

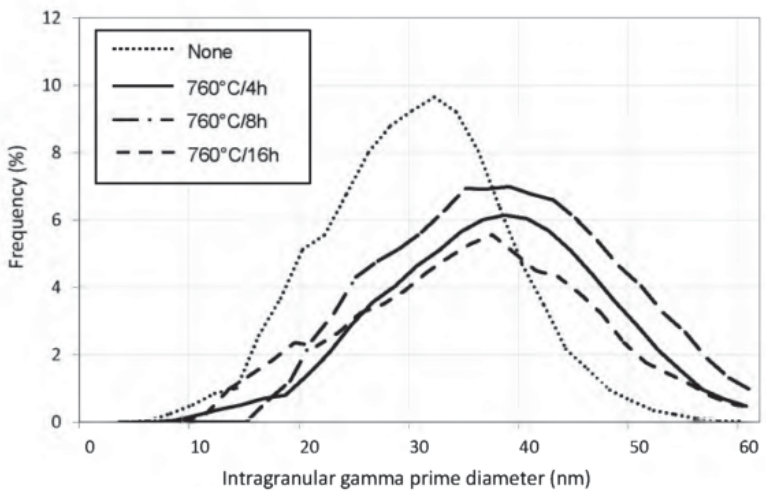

Figure I-42 : Effet de la durée de vieillissement sur la microstructure de précipitation **[Devaux, 2014]**.

♦ *Sur les propriétés mécaniques en fluage*

L'influence du traitement thermique sur les propriétés mécaniques en fluage a été observée grâce à des essais de fluage à 700°C sous 500 MPa et 690 MPa **[Devaux, 2014]**. Sous 500 MPa, le fluage stationnaire est observé sur un vaste domaine, le fluage tertiaire n'est pas observé avant 300h. Sous 500 MPa et 690 MPa, la vitesse de fluage augmente d'un rapport 10 entre le traitement thermique à 730°C et 790°C (Figure I-43). De plus sous 690 MPa, la durée de vie en fluage diminue lorsque la température de traitement thermique augmente.

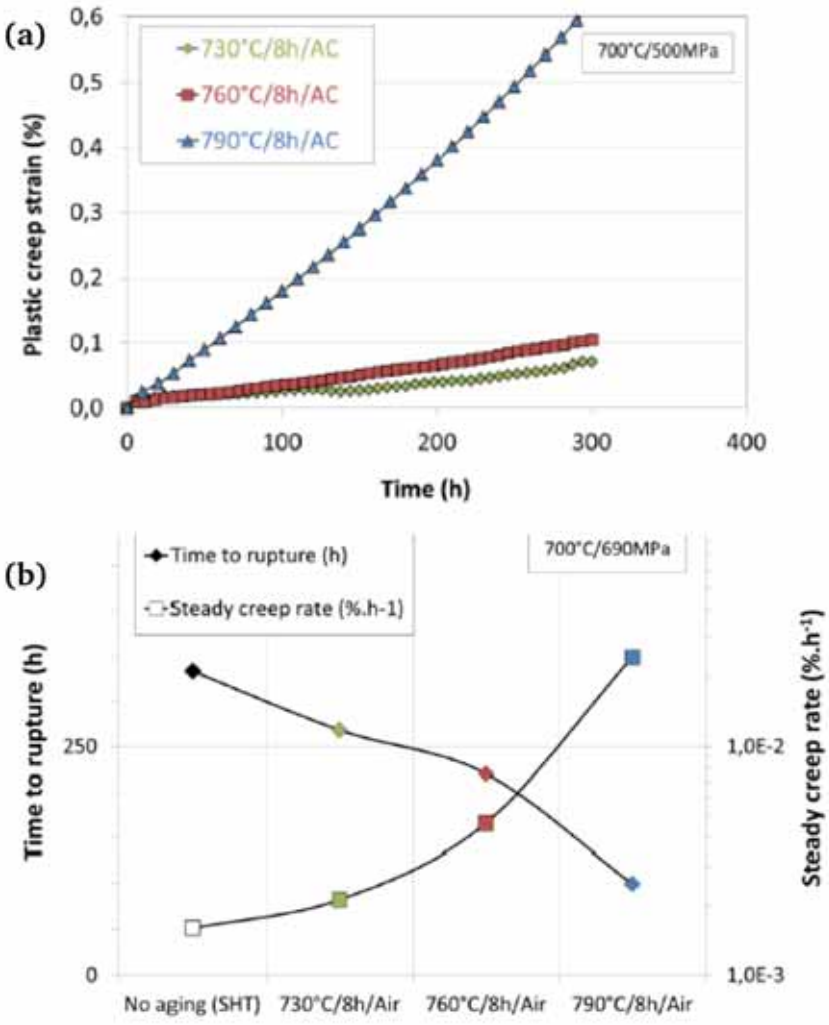

Figure I-43 : Influence du vieillissement sur les propriétés mécaniques en fluage à 700°C (a) 500 MPa (b) 690 MPa **[Devaux, 2014].**

Afin d'évaluer l'effet de la durée du traitement thermique sur les propriétés mécaniques en fluage, Devaux a également réalisé des essais de fluage sur des échantillons d'AD730^{TM} ayant subi un traitement thermique de 4 h, 8 h et 16 h à 760°C. La Figure I-44(a) présente les courbes de fluage sous 500 MPa. Ces essais montrent que plus la durée du traitement thermique à 760°C augmente, plus la vitesse de fluage stationnaire augmente. Ce même phénomène est également observé lorsque la contrainte appliquée augmente (Figure I-44(b)) jusqu'à 690 MPa. À cette température, une diminution du temps à rupture est observée lorsque la durée du traitement thermique est supérieure à 8h. Ces tendances ne sont pas constatées pour des traitements thermiques à 730°C. À cette température, la durée à rupture et les vitesses de fluage stationnaire sont indépendantes de la durée de vieillissement.

D'après Devaux, ces différences de comportement en fluage seraient dues à des variations microstructurales à l'intérieur des grains plus importantes à 760 °C qu'à 730°C même si elles n'ont pas été détectées lors d'observations au MEB-FEG **[Devaux, 2014]**.

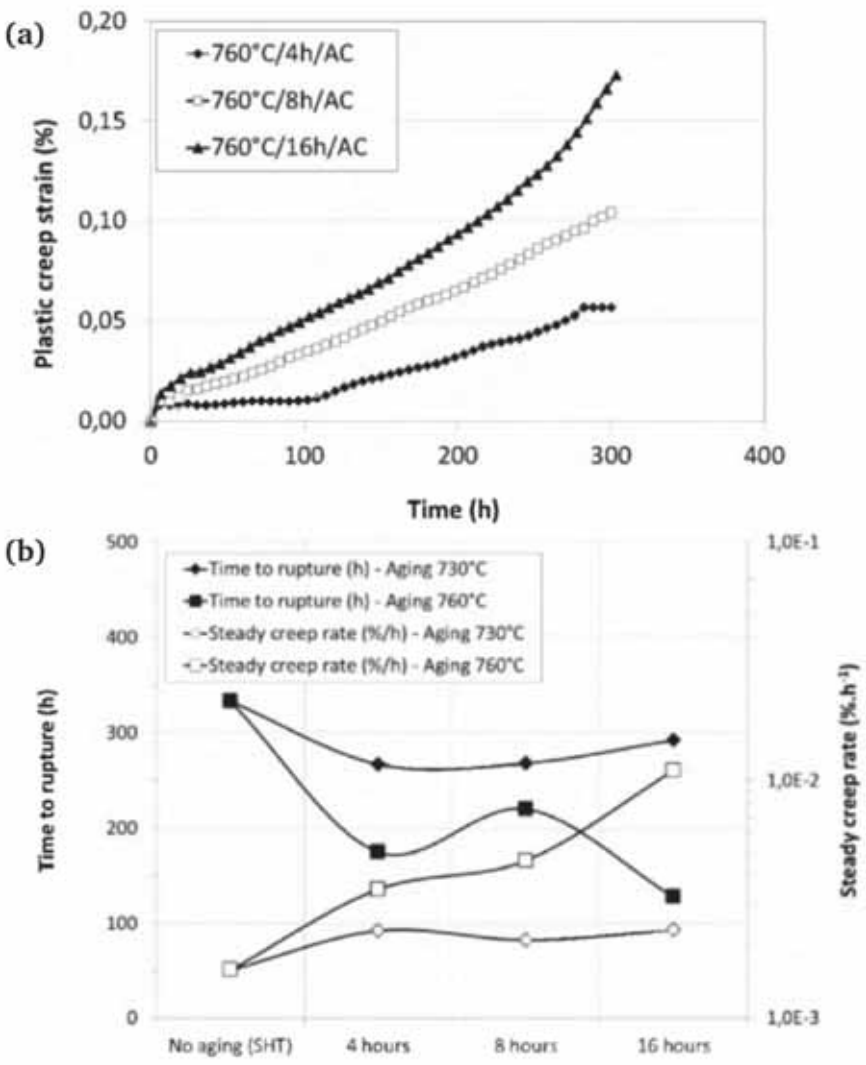

Figure I-44 : Effet de la durée de vieillissement sur les propriétés mécaniques en fluage à 700°C sous (a) 500 MPa (b) 690 MPa **[Devaux, 2014].**

I.5. Conclusion

Cette étude bibliographique nous a permis de présenter de manière générale les superalliages base nickel. Nous avons également vu les différents types de défauts présents dans les superalliages et comment le durcissement structural se manifestait dans les superalliages base nickel.

Dans la dernière partie de ce chapitre, nous nous sommes intéressés à l'AD730^{TM} qui est le superalliage d'intérêt de ce manuscrit. Nous avons vu pourquoi ce superalliage a été développé

et quelles ont été les études faites afin de l'optimiser. De plus nous avons vu que de nombreuses études à l'échelle macroscopique ont déjà été réalisées sur ce superalliage et les résultats obtenus sont déjà convaincants. En effet, les propriétés mécaniques de l'AD730^{TM} sont comparables à ceux d'alliages déjà existants et en service.

Toutefois, à ce jour, aucune étude à l'échelle microscopique n'a été réalisée afin de comprendre les micromécanismes de déformation à l'origine des comportements macroscopiques observés. L'étude réalisée dans le cadre de cette thèse est donc étroitement liée aux résultats obtenus par différents auteurs (cités précédemment) à l'échelle macroscopique. Nous allons donc nous intéresser au rôle de la microstructure (taille des grains, microstructure de précipitation (taille des précipités γ', taille des couloirs et chimie locale des phases)) ainsi que celui des paramètres environnementaux (contrainte appliquée, température (de traitement thermique et de vieillissement)) sur les micromécanismes de déformation en fluage à 700°C dans le superalliage AD730^{TM}.

Chapitre II : Matériau et techniques expérimentales

Dans ce chapitre, la composition chimique du matériau d'étude ainsi que les différents paramètres (traitements thermiques, contraintes appliquées, taille de grains) seront introduits. Nous décrirons ensuite les différentes techniques expérimentales de microscopie électroniques en transmission utilisées durant ces travaux pour la caractérisation microstructurale, l'observation des micromécanismes de déformation et l'analyse des compositions chimiques locales.

II.1. Matériau étudié

Le superalliage AD730^{TM} tient ses propriétés durcissantes du fait de la présence d'une phase ordonnée γ' dans la matrice γ. Il est constitué d'une matrice de structure cubique à faces centrées qui forme une phase continue dans laquelle précipite la phase γ' ordonnée à longue distance de structure $L1_2$ de type Ni_3(Al, Ti). Ce superalliage a été fourni par Aubert & Duval (Les Ancizes) et provient de deux coulées industrielles. La première coulée a été élaborée dans un four VIM (Vacuum Induction Melting) de grande capacité suivie d'une refusion VAR (Vacuum Arc Remelting). Pour la deuxième coulée, la refusion VAR est précédée par deux refusions ESR (Electro-Slag Remelting). Cette différence dans les procédés d'élaboration modifie légèrement la composition chimique des barres obtenues. Toutefois il a été impossible de déterminer précisément comment évoluait la composition chimique entre les deux coulées. La composition chimique générale de l'alliage est rappelée dans le Tableau II-1. Afin d'éviter des hétérogénéités microstructurales dues au forgeage en proche surface, les éprouvettes de fluage ont été prélevées dans le sens longitudinal à mi-rayon à l'institut Pprime.

Les Figures II-1 et II-2 présentent les microstructures des échantillons grains fins (GF) et gros grains (GG). La microstructure des échantillons GF est constituée de précipités γ' primaires qui lors de la mise en solution bloquent le mouvement des joints de grains ainsi que de précipités γ' secondaires. Pour la microstructure GG, la précipitation γ′ intragranulaire est bimodale. En effet, lors du refroidissement après la première mise en solution, on observe l'apparition d'une première population de précipités γ' secondaires. Ces derniers vont ensuite coalescer sous forme cuboïdale lors du second palier de mise en solution à 1080°C. Durant le refroidissement après cette seconde mise en solution, on observe la précipitation de fins précipités γ' tertiaires dans les couloirs entre les précipités γ' secondaires.

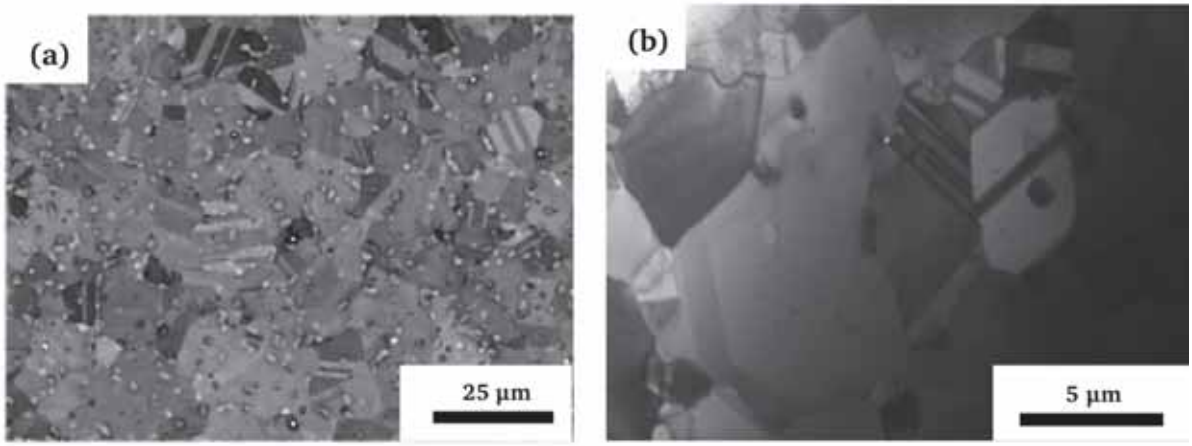

Figure II-1 : Microstructure GF observée au MEB-FEG **[Thébaud, 2017]** *(a) au MET (b).*

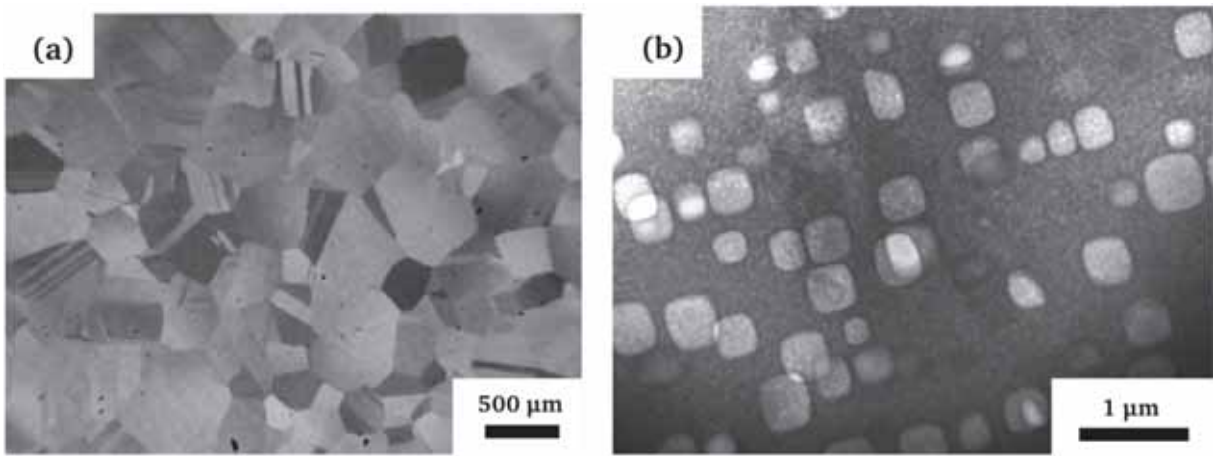

Figure II-2 : Microstructure GG observée au MEB-FEG **[Thébaud, 2017]** *(a) au MET (b).*

Tableau II-1 : Composition chimique en pourcentage massique de l'AD730^{TM} de l'étude.

Élément	Ni	Cr	Co	Fe	Ti	Mo	W	Al	Nb	Zr	C	B
Wt. %	Base	16	8,5	4	3,5	3	2,7	2,3	1,1	0,03	<0,02	0,01

Ce travail de thèse a pour objectif d'apporter des réponses à l'échelle du MET sur les différences de comportement en fluage à 700°C en fonction :

- de la contrainte appliquée au cours des essais de fluage,
- de la taille de grains,
- de la température de traitement thermique réalisé avant l'essai de fluage,
- et de vieillissement réalisé avant l'essai de fluage.

Pour répondre à ces objectifs, nous avons analysé :

- des échantillons flués sous deux niveaux de contraintes (600 MPa et 850 MPa) pour différents taux de déformation.
- des échantillons grains fins ayant une taille de grains d'environ 10 µm et gros grains de 350 µm flués dans les mêmes conditions
- des échantillons à microstructure grains fins traités thermiquement à 730°C, 760°C et 790°C,
- des échantillons à microstructure grains fins non vieillis et vieillis à 850°C.

Dans la suite de ce manuscrit, nous noterons les échantillons analysés de la façon suivante :

- GF ou GG pour les échantillons respectivement à microstructure grains fins ou gros grains,

- GF730°C par exemple pour les échantillons GF ayant subi un traitement thermique à 730°C
- GF600MPa/0,2 pour des échantillons grains fins ayant subi un essai de fluage sous 600 MPa jusqu'à 0,2% de déformation plastique

L'ensemble des échantillons étudiés est reporté dans le Tableau II-1. Dans ce tableau sont également présentés les traitements thermiques réalisés sur des monograins fournis par l'Institut Prime pour les essais *in situ*. Ces derniers seront notés M-1 et M-2 et diffèrent par la température de traitement thermique.

Tableau II-2 : Traitements thermiques permettant l'obtention des microstructures de l'étude.

Echantillons	Etat microstructural	Mise en solution	Traitement thermique		Taux de déformation macroscopique	Observations réalisées
GF730°C	Grains Fins	1080°C/4h/air	730°C/8h/air		0,06%	Post-mortem
GF760°C			760°C/8h/air		0,11%	
GF790°C			790°C/8h/air		1,30%	
GF600MPa/0,2			730°C/8h/air		0,20%	
GF600MPa/0,48					0,48%	
GF600MPa/1,34					1,34%	
GF600MPa/17					17% (Rupture)	
GF850MPa/0,23					0,23%	
GF850MPa/9					9% (Rupture)	
GF600MPa/0,34			730°C/4h /air	850°C/100h/ air	0,34%	
GF50MPa/87				850°C/350h/ air	87% (Rupture)	
GG850MPa/0,15	Gros Grains	1120°C/2h/ air 1080°C/4h/ air	760°C/16h/air		0,15%	
GG850MPa/0,23					0,23%	
Polycristaux GG					-	In situ
M-1	Monograin	1080°C/4h/air	760°C/8h/air		-	
M-2			790°C/8h/air		-	

II.2. Microscopie Électronique en Transmission en mode conventionnel

Dans cette partie nous allons détailler les protocoles de préparation des échantillons, nous présenterons ensuite les différentes techniques de Microscopie Électronique en Transmission (MET) utilisées pour l'observation et la caractérisation de la microstructure de nos échantillons.

II.2.a. Préparation des échantillons

Les analyses des microstructures et des défauts dans l'AD730^{TM} ont été réalisées grâce à un MET. Lors de l'utilisation de cette technique, le faisceau d'électrons est transmis à travers l'échantillon. Ce dernier doit donc être aminci afin d'être transparent aux électrons. Pour nos études, nous disposions soit d'éprouvettes de fluage, soit de barreaux cylindriques obtenus après traitement thermique et n'ayant subi aucun test de fluage. Pour réaliser les lames minces, des découpes de 1 mm d'épaisseur sont extraites de ces éprouvettes de fluage et des barreaux cylindriques.

Pour les observations *post mortem*, des carrés de 2x2 mm sont découpés dans la zone utile perpendiculairement à l'axe de sollicitation. Pour les observations *in situ*, des rectangles de 0,8 mm de largeur et de 1 mm de longueur sont prélevés dans des cylindres.

Ensuite, les échantillons sont polis mécaniquement à l'aide de papier abrasif afin de réduire leur épaisseur jusqu'à environ 50 microns. Les lames sont alors amincies jusqu'à perforation et sans déformation grâce à un polissage électrolytique.

Cette deuxième étape est réalisée grâce à un amincisseur de type Ténupol de Struers. Dans ce dispositif, l'échantillon, inséré entre deux diaphragmes en platine agit tel une anode. L'ensemble est disposé dans une cellule contenant un électrolyte adapté entre deux plaques porte-buse qui représentent les cathodes. Une différence de potentiel appliquée entre l'anode et la cathode entraîne l'enlèvement de matière par une dissolution contrôlée de la surface de l'échantillon.

L'électrolyte utilisé dans notre cas contient 5% d'acide perchlorique et 95% de méthanol. Les conditions expérimentales du polissage électrolytique sont les suivantes :

- Tension appliquée : 60 V
- Flux : 5-6 V
- Température : - 30°C

Après amincissement, les échantillons sont collés sur des grilles en cuivre qui s'adaptent aux porte-objets.

II.2.b. Observations en mode conventionnel

Ces observations ont été réalisées sur des échantillons déformés ou non. Les différents modes de la microscopie conventionnelle des microstructures et des défauts ont été utilisés : mode champ clair et champ sombre (Figure II-3 et Figure II-4). L'indexation des dislocations a été réalisée en utilisant le critère d'invisibilité : $\vec{g}.\vec{b} = 0$ où $\vec{g}$ est le vecteur diffractant et $\vec{b}$ le

vecteur de Burgers de la dislocation étudiée **[Howie, 1962]**. Les plans de glissement ont été identifiés en utilisant l'analyse classique qui s'appuie sur la projection stéréographique du grain examiné. Toutes les observations MET ont été réalisées au JEOL 2010 possédant un filament LaB6 et sous une tension d'accélération de 200 kV.

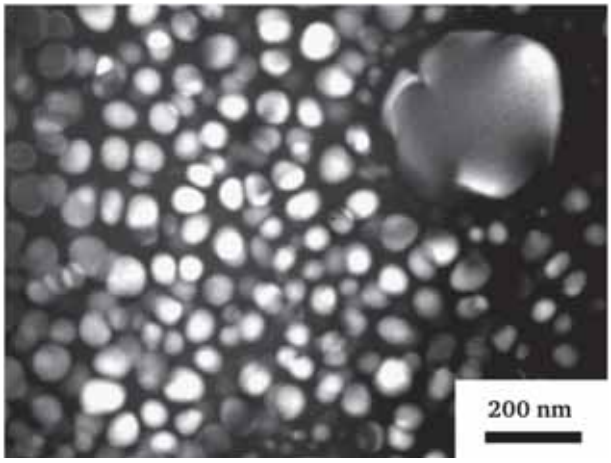

Figure II-3 : Image MET de la microstructure de précipitation observée en champ sombre de l'AD730^{TM}.

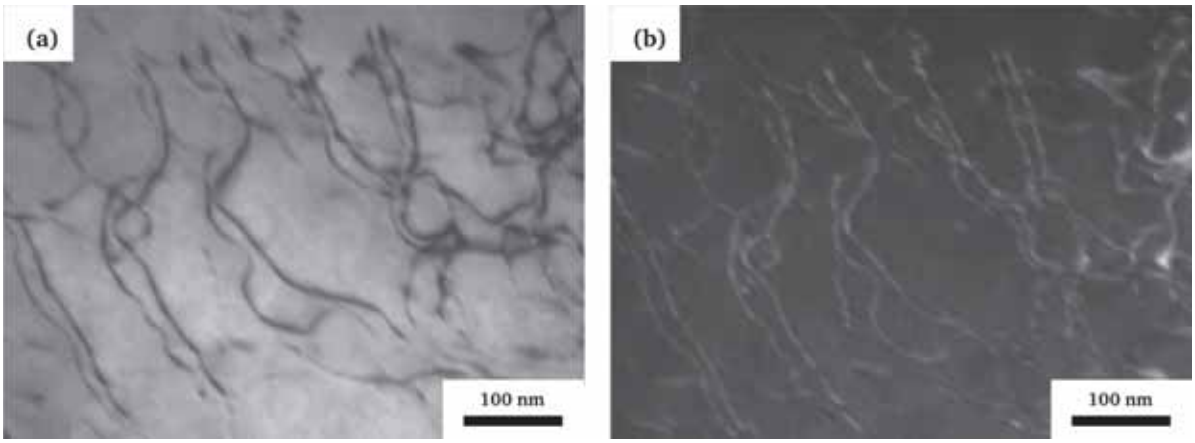

Figure II-4 : Images MET de dislocations présentes dans l'AD730^{TM} (a) en champ clair (b) en champ sombre.

II.2.c. Essais de traction *in situ*

Les observations *in situ* réalisées au JEOL 2010 permettent d'avoir accès aux interactions dynamiques dislocations - microstructure lorsque l'échantillon est soumis à une contrainte et /ou une température. De nombreux auteurs ont démontré les avantages et les limitations de l'utilisation des observations *in situ* pour l'étude de la plasticité **[Martin, 1978; Veyssière, 1989; Coujou, 1990; Clément, 1991; Couret, 1993; Pettinari, 2001]**.

Les essais *in situ* réalisés dans le cadre de ma thèse ont été faits sur un porte-objet de traction, simple inclinaison développé dans le cadre d'un partenariat entre le Cemes et GATAN. Ce porte-objet, présenté sur la Figure II-5(a), permet des essais de traction *in situ* à l'ambiante,

mais également en température jusqu'à environ 1400°C. La Figure II-5(b) est un agrandissement de la tête du porte-objet. On peut observer sur cette figure un mors fixe ainsi qu'un mors mobile qui est relié à un moteur et permet le réglage de la vitesse de déformation. Pour les essais en température, les lames *in situ* sont collées sur des grilles en molybdène à l'aide d'un adhésif Resbond 908.

Les essais *in situ* sur l'AD730^{TM} ont été réalisés sur des polycristaux ou des monograins non déformés. Cependant, malgré de nombreuses tentatives nous n'avons obtenu que très peu de résultats exploitables. En effet, nous avons rencontré des difficultés lors de la préparation des échantillons. Ces derniers étant souvent fissurés, lors des essais *in situ*, on observait une propagation rapide de la fissure ce qui empêchait la déformation de l'alliage. De plus, les lames étant collées sur des grilles, nous avons également rencontré des problèmes de tenue de la colle lors des essais autour de 500°C. Afin de nous affranchir de ces problèmes de colle, nous avons usiné directement des éprouvettes dans les cylindres vieillis. Cependant, avec ces éprouvettes, nous avons rencontré des problèmes de polissage non uniforme qui n'ont pas permis d'observer dans des bonnes conditions ces échantillons en MET *in situ*.

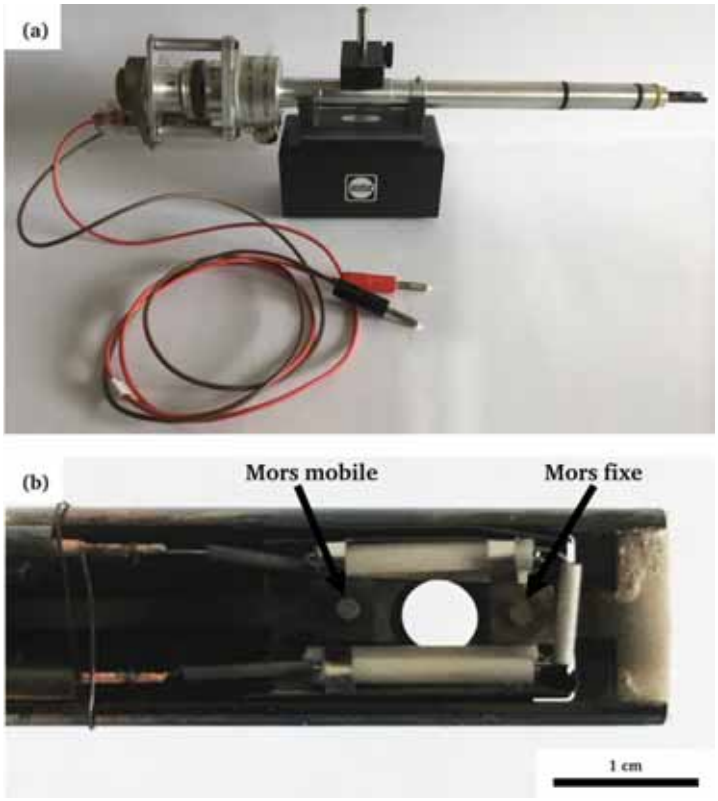

Figure II-5 : Photographie du porte-objet de traction in situ (a) agrandissement de la tête du porte-objet (b).

II.2.d. Analyse quantitative de la microstructure

i. Caractérisation de la microstructure de précipitation

La microstructure de précipitation joue un rôle important dans l'analyse des mécanismes de déformation. Afin de pouvoir comprendre et prédire le comportement mécanique des superalliages, les paramètres tels que la fraction volumique, la taille des précipités γ' et la largeur des couloirs doivent être connus. Dans cette partie, nous allons présenter les méthodologies qui nous ont permis de déterminer ces différents paramètres.

Pour rappel, la microstructure des échantillons GF est constituée de gros précipités γ' primaires et de précipités γ' secondaires. Dans les échantillons GG, on observe la présence de précipités γ' secondaires ainsi que celle des précipités γ' tertiaires.

♦ *Détermination de la taille des précipités γ'*

La Figure II-6 (a1) et (b1) présente les précipités γ' secondaires respectivement dans les échantillons GF et GG. On voit que dans les échantillons GF les précipités γ' secondaires sont sphériques alors qu'ils sont cubiques dans les échantillons GG. Pour déterminer la taille des précipités γ' secondaires quelle que soit leur forme, nous avons caractérisé leur surface projetée. Pour cela, nous avons tracé les contours puis binarisé les images (Figure II-6 (a2) et (b2)). À partir de ces images binaires, l'utilisation d'un code sous python permet de calculer la surface S de chaque précipité γ'. En effet, ce code reconnaît les pixels noirs comme étant des précipités γ'. Les diamètres d sont ensuite calculés avec l'Équation II-1 lorsque les précipités γ' secondaires sont assimilés à des cubes et avec l'Équation II-2 quand ils sont sphériques.

$$d = \sqrt{S} \qquad \textit{Équation II-1}$$

$$d = \sqrt{\frac{4S}{\pi}} \qquad \textit{Équation II-2}$$

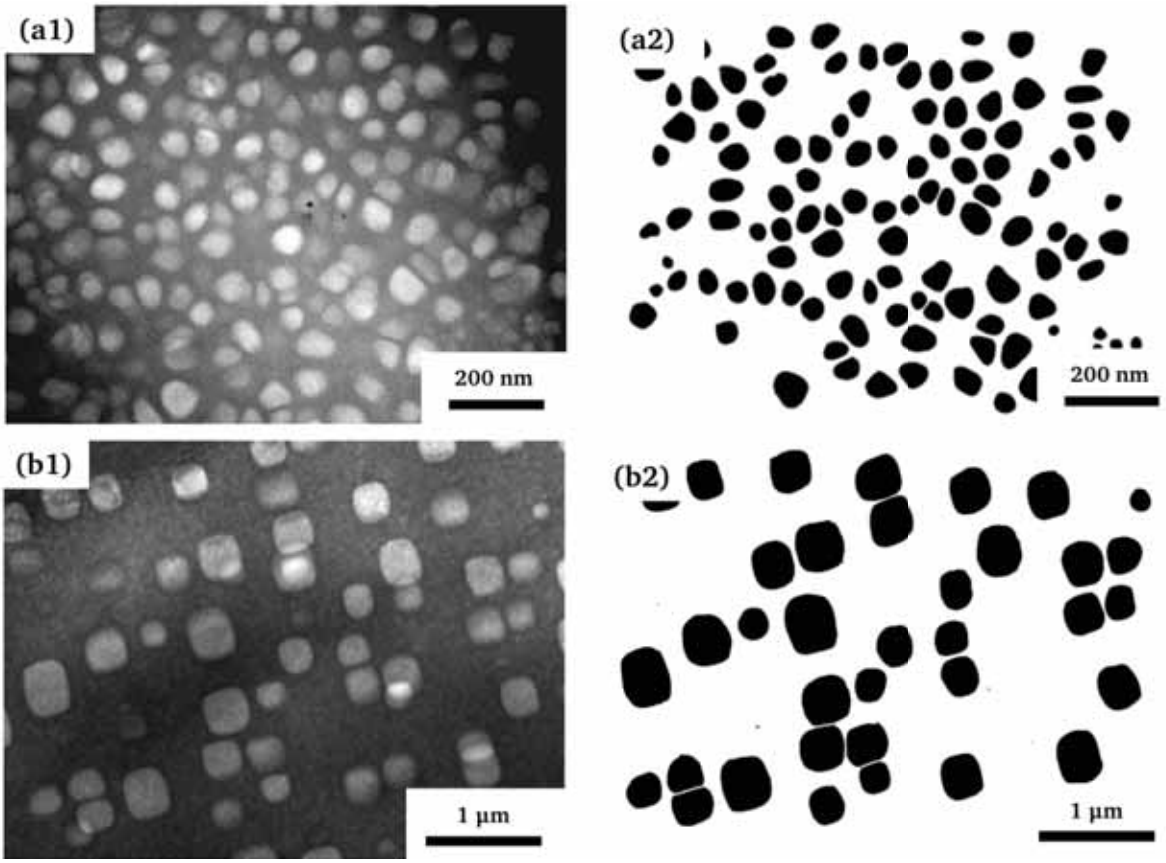

Figure II-6 : Méthode de mesure de la taille des précipités γ' secondaires a1 et b1) micrographie de la microstructure en champ sombre (a2 et b2) précipités γ' sélectionnés dans les échantillons à microstructure (a) GF (b) GG.

Les précipités γ' tertiaires dans les échantillons GG ayant un diamètre inférieur à 30 nm, leur imagerie en champ sombre était délicate. Pour l'étude statistique de ces précipités γ' tertiaires nous avons donc choisi d'utiliser des images des précipités γ' tertiaires cisaillés par le mécanisme de Condat et Décamps illustré sur la Figure II-7. Dans ce cas, les précipités γ' sont entourés par des dislocations qui permettent de les mettre en évidence de façon très nette. Sur ce type d'image, on peut mesurer le diamètre du précipité γ' projeté et en déduire la taille réelle du précipité γ'.

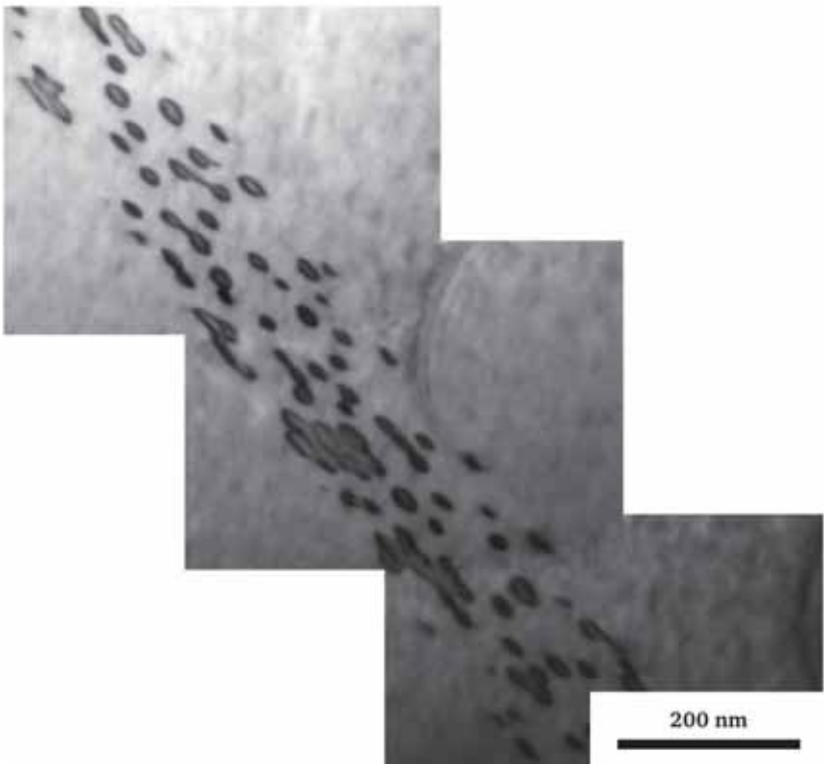

Figure II-7 : Image MET en champ clair de précipités γ' tertiaires cisaillés selon le mécanisme de Condat et Decamps.

Les incertitudes de mesure dans le cas des précipités γ' secondaires et tertiaires sont liées à l'épaisseur et au positionnement du trait qui repère les précipités γ' en comparaison avec la taille moyenne des précipités γ'. Elle est estimée à 6% dans le cas des précipités γ' secondaires cubiques, 5% pour les précipités secondaires sphériques et 9% pour les précipités γ' tertiaires.
Lors de la caractérisation des précipités γ' sphériques, nous avons également rencontré des incertitudes correspondant au recouvrement des particules et celle provenant de la résolution du microscope. Dans le premier cas, deux particules qui se chevauchent vont être assimilées à une particule plus grosse et dans le deuxième cas les plus petites particules ne seront pas observées **[Cahn, 1959; Hilliard, 1962; Crompton, 1966; Nembach, 1971,1996,Reppich, 1988; Schlesier, 1989; Wosik, 2001]**. Nous estimons à 5% les incertitudes liées à ces corrections.
À ces incertitudes, on ajoute également les incertitudes liées au logiciel utilisé qui est de 5% pour les précipités cubiques et de 2% pour les précipités sphériques.
Les incertitudes totales sont donc de 11% pour les gros précipités γ' secondaires, de 12% pour les précipités γ' secondaires sphériques et de 16% pour les précipités γ' tertiaires.

♦ *Détermination de la largeur des couloirs*

La mesure de la largeur des couloirs a été réalisée entre les précipités γ' secondaires cubiques et précipités γ' tertiaires. Suivant les précipités considérés, la technique utilisée n'est pas la même.

Pour la taille des couloirs entre les précipités γ' secondaires cubiques nous avons utilisé les images comme sur la Figure II-6 (b2) en supposant que chaque précipité γ' secondaire est présent dans l'épaisseur de l'échantillon et un code sous python. Ce dernier considère tous les pixels de chaque particule voisine et calcule la distance entre ces particules. Ces distances mesurées dans le plan d'observation (PO) sont projetées dans les quatre plans de glissement (PG) {111} possibles selon le schéma de la

puis la distance réelle est obtenue grâce à l'Équation II-3.

Pour déterminer la taille des couloirs entre les précipités γ' tertiaires, nous avons utilisé des micrographies présentant des tertiaires cisaillés (Figure II-7). Nous mesurons directement sur ces images la taille des couloirs. Les distances obtenues dans le cas des précipités γ' tertiaires ne sont projetées que suivant un plan de glissement préalablement identifié.

Les incertitudes pour la détermination de la taille des couloirs sont liées à l'épaisseur du trait et au logiciel utilisé. Elles sont estimées à 9% pour les couloirs entre précipités γ' secondaires cubiques et de 7% entre précipités γ' tertiaires.

Les incertitudes de mesure de la taille des couloirs sont estimées à 9% entre précipités γ' secondaires et 12 % entre précipités γ' tertiaires.

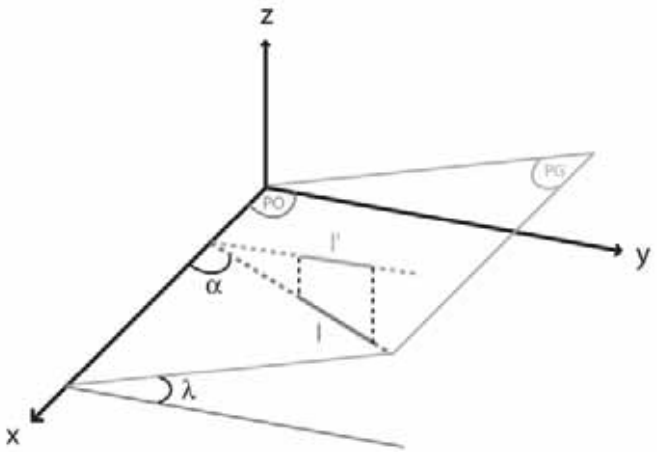

Figure II-8 : Schéma illustrant le principe de mesure des largeurs de couloirs entre précipités γ' d'après **[Raujol, 2004]**.

$$l' = l\sqrt{1 + sin^2\ \alpha\ tan^2\ \lambda}$$ *Équation II-3*

avec l la largeur du couloir mesuré, α, l'angle entre l'axe (Ox) et la droite passant par la direction du couloir , λ, l'angle entre le plan de glissement (PG) et le plan d'observation (PO).

ii. Orientation cristallographique des grains

Les polycristaux sont constitués de nombreux grains séparés par des joints de grains. De part et d'autre de cette interface, les grains possèdent des orientations cristallographiques différentes. L'étude de l'orientation cristallographique des grains permet de déterminer les angles et les axes de rotation entre deux grains adjacents.

Cette étude peut se faire à partir de la projection stéréographique. Celle-ci va nous indiquer l'orientation des deux grains voisins analysés avec des indices $<h_1k_1l_1>$ et $<h_2k_2l_2>$ avec les normales aux différents grains. Afin de déterminer précisément ces indices par exemple pour différencier une direction [111], de $[\bar{1}11]$ ou $[1\bar{1}1]$ …, nous avons utilisé un logiciel développé au laboratoire par F. Mompiou qui permet de déterminer de façon automatique toutes les combinaisons possibles. Dans la suite nous détaillons comment procède le logiciel.

À partir des projections stéréographiques de chaque grain, nous sélectionnons des pôles dans le grain 1 et cherchons les coordonnées de ces pôles dans le grain 2. Le but étant de déterminer la matrice de Rodrigues selon :

$$\begin{pmatrix} h_1 \\ k_1 \\ l_1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} R_{11} & R_{12} & R_{13} \\ R_{21} & R_{22} & R_{23} \\ R_{31} & R_{32} & R_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} h_2 \\ k_2 \\ l_2 \end{pmatrix}$$ *Équation II-4*

Avec h_1, k_1, l_1 les indices du pôle sélectionné dans le grain 1 et h_2, k_2 et l_2 les coordonnées du même pôle dans le grain 2, R_{ij} les composants de la matrice de Rodrigues.

Grâce à la matrice de Rodrigues, l'angle de rotation entre les deux grains s'obtient selon l'équation suivante :

$$\cos\varphi = \frac{tr(R) - 1}{2}$$ *Équation II-5*

Où φ est l'angle de rotation et tr(R) est la trace de la matrice de Rodrigues

La détermination de cet angle de rotation et la matrice de Rodrigues permettent d'obtenir l'axe de rotation entre les deux grains par :

$$m_x = \frac{(R_{32} - R_{23})}{2\sin\varphi}$$

$$m_y = \frac{(R_{13} - R_{31})}{2\sin\varphi} \qquad \textit{Équation II-6}$$

$$m_Z = \frac{(R_{21} - R_{12})}{2\sin\varphi}$$

Étant dans une structure cubique à faces centrées, il existe 24 angles de rotation associés à leurs axes de rotation. Le plus petit angle de rotation de cette liste est appelé angle de désorientation. En entrant les angles d'Euler ainsi que les paramètres cristallins (a, b, c, alpha, bêta, gamma) des deux grains dans le programme, il retrace les projections stéréographiques des deux grains et détermine les axes de rotation ainsi que les angles de rotation possibles.

II.3. Analyses chimiques locales par spectroscopie EDX et EELS

Les analyses des compositions chimiques locales des différentes phases de l'AD730^{TM} ont été réalisées sur des MET couplés à des spectromètres. Il existe plusieurs types de spectromètres qui se distinguent en fonction du type de rayonnement recueilli suite à l'interaction électron matière. Les spectroscopies utilisées dans le cadre de l'étude sont la spectroscopie à rayon X à dispersion d'énergie (ou EDXS : Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) et la spectroscopie de perte d'énergie des électrons (ou EELS : Electron Energy-Loss Spectroscopy). Ces techniques détectent respectivement les photons et les électrons générés lors de l'interaction inélastique.
Au Cemes, les microscopes utilisés équipés de ces spectromètres sont le Philips CM20FEG, le TECNAIF20 et l'I_2TEM. D'autres analyses ont été réalisées au Centre de MicroCaractérisation Raimond Castaing sur le JEM-ARM200F Cold FEG. Ce microscope électronique en transmission équipé d'un canon à émission de champ, corrigé sonde possède à la fois un spectromètre EDX et un spectromètre EELS. Nous pouvons donc simultanément faire les deux types d'analyses sur une même zone. De plus, dans ce microscope, la sonde est corrigée ce qui permet de s'affranchir des aberrations sphériques. La taille de la sonde du JEM-ARM200F Cold FEG est d'environ 70 picomètres.

II.3.a. Analyses EDX

Lors d'une analyse par spectroscopie EDX, on étudie la distribution en énergie des photons primaires et secondaires émis par un échantillon soumis à un faisceau électronique. Les photons détectés sont issus de l'interaction inélastique et sont caractéristiques des éléments chimiques présents dans l'échantillon. Lors des analyses EDX, on peut réaliser soit des cartographies, soit des profils en ligne.

L'acquisition des cartographies se fait en intégrant plusieurs balayages de la zone d'intérêt ce qui permet d'éviter les phénomènes de dérive. Lorsque l'acquisition est terminée, on obtient une cartographie de la zone étudiée (Figure II-9). Ces cartographies permettent des analyses globales de l'échantillon. Les signaux sont classés de manière à réaliser des cartes de distribution du nombre de coups. Pour faciliter la compréhension des cartographies, on attribue une couleur différente à chaque élément présent dans l'alliage. Des cartographies EDX, on peut également tirer des spectres EDX, car à chaque pixel des cartographies correspond un spectre EDX qui contient les informations chimiques du point correspondant de l'échantillon. Les spectres EDX ont pour abscisse les énergies des photons et en ordonnée le nombre de photons reçus (Figure II-10).

Les profils en ligne permettent d'observer l'évolution de la composition chimique entre la matrice γ et les précipités γ'. En faisant cela, on balaie avec le faisceau une zone traversant la matrice γ et un précipité γ' d'une certaine largeur. Les résultats montrent l'évolution de la teneur en éléments en fonction de la position de la sonde.

Une des différences entre les cartographies et les profils lignes est que durant une cartographie, l'acquisition se fait sur une grande zone, les mesures sont moins précises alors que pour les profils ligne le nombre de points est limité, on passe donc plus de temps sur un point ce qui permet d'avoir une statistique plus importante et donc une plus grande précision.

Le traitement des cartographies et des spectres réalisés sur le logiciel Esprit développé par Bruker consiste à identifier tous les éléments présents dans l'échantillon et à déterminer la composition chimique des matériaux.

Dans certains cas, lors des quantifications des cartographies EDX, nous avons enlevé des éléments tels que tungstène et le molybdène. En effet ces éléments étant présents en très faible quantité dans l'AD730^{TM}, ils sont très peu visibles sur les cartographies. La suppression de ces éléments peut modifier les teneurs en %at des autres éléments lors de la quantification, mais cela ne fausse pas les rapports entre les éléments présents.

Les analyses EDX ont été réalisées sur un MET Philips CM20FEG sous tension accélératrice de 200 kV avec une taille de sonde de 2 nm. La résolution en énergie est de 127 eV.

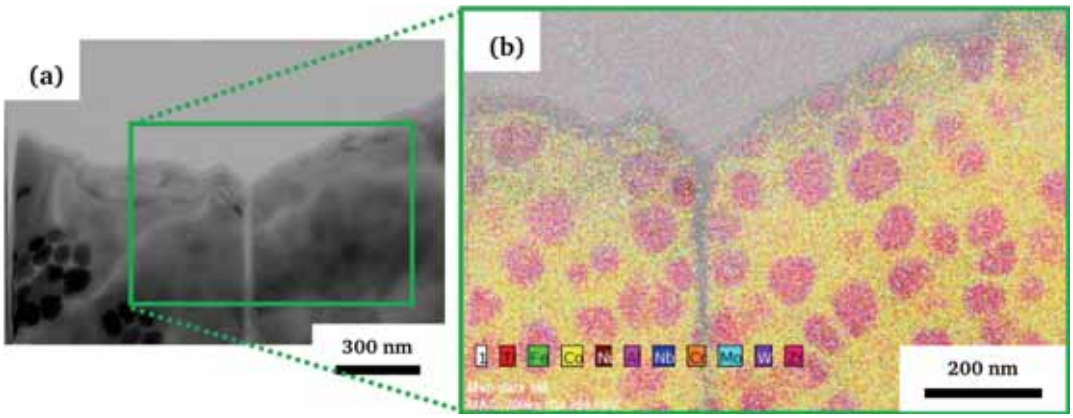

Figure II-9 : Cartographie EDX de l'AD730^{TM} montrant les différents éléments présents dans l'alliage.

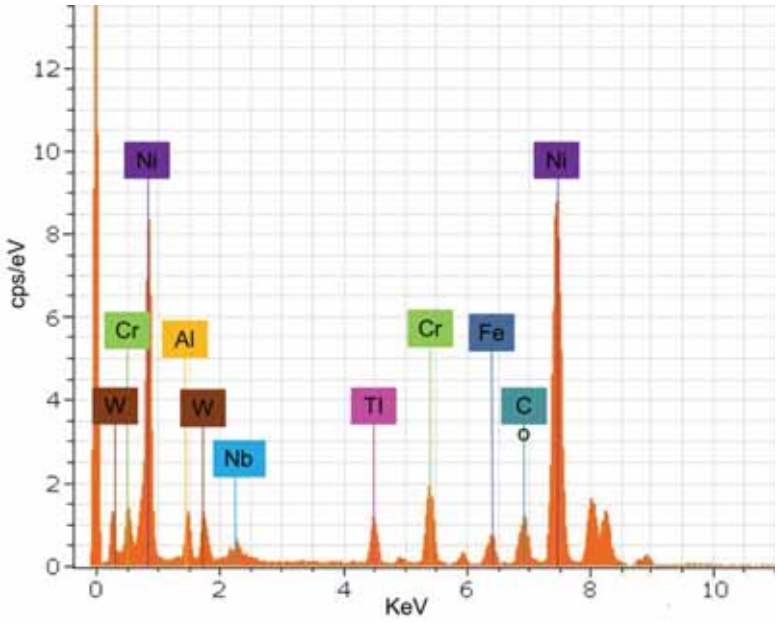

Figure II-10 : Exemple de spectre EDX de l'AD730^{TM}.

II.3.b. Analyses EELS

La spectroscopie EELS permet de mesurer les pertes d'énergie des électrons après diffusion inélastique lors de l'interaction des électrons avec l'échantillon. Le résultat se présente sous forme d'un spectre représentant le nombre d'électrons collectés en fonction de la perte d'énergie qu'ils ont subie à la traversée de l'échantillon. Sur la Figure II-11 on a un spectre EELS de l'AD730^{TM}. Ce dernier comporte 3 parties :

- en 1 le pic élastique, ou *Zero Loss*, provenant des électrons n'ayant pas perdu d'énergie

- en 2 le pic de plasmon qui correspond au phénomène d'oscillation collective des électrons libres de l'échantillon induit par le passage des électrons incidents.
- en 3 les pertes d'ionisation *(Core Loss)*, comprenant les interactions avec les électrons de cœur (énergie perdue >≈ 50 eV).

Durant notre étude nous nous sommes focalisés sur les pertes d'ionisation. Sur les spectres, la présence de ces pics dans cette zone permet d'obtenir la nature chimique des atomes de l'échantillon traversé. Pour obtenir la composition chimique locale, on réalise une analyse quantitative des spectres sur le logiciel Digital Micrograph développé par Gatan. Grâce à cette analyse quantitative, il est possible de remonter aux proportions relatives des différents éléments présents dans l'échantillon.

L'acquisition des spectres EELS a été réalisée sur le MET TECNAIF20 équipé d'un canon a émission FEG (Field Emission Gun) travaillant sous une tension d'accélératrice de 200 kV. La taille de sonde d'utilisé est d'environ 2 nm et les analyses sont faites sur une faible gamme d'énergie (résolution énergétique ~1 eV).

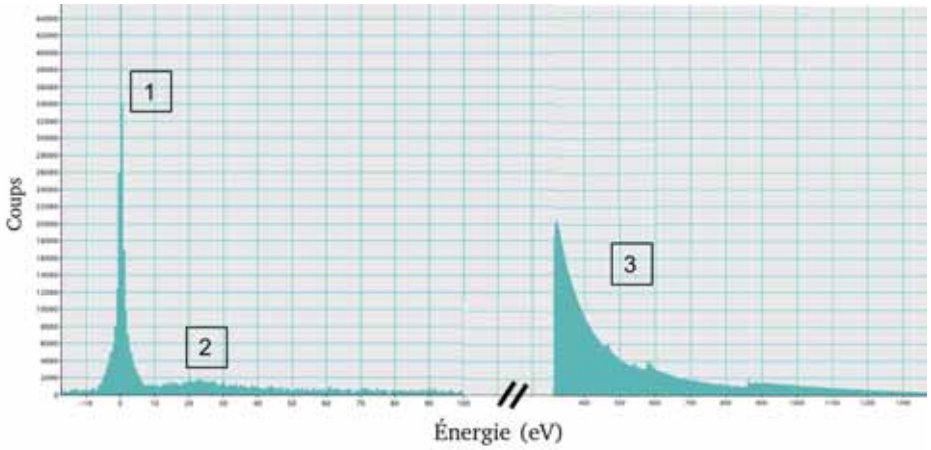

Figure II-11 : Spectre EELS extrait du spectre image de l'AD730™.

II.3.c. Synthèse

Les avantages et les inconvénients des spectroscopies EDX et EELS ont été étudiés par Titchmarsh **[*1989]*** et Leapman **[1991]** et sont résumés dans le Tableau II-3**.**

Ce dernier montre que les analyses EDX et EELS sont des techniques complémentaires. Pour une analyse chimique complète, il est ainsi judicieux de s'appuyer sur ces deux techniques.

Tableau II-3 : Avantages et inconvénients de la spectroscopie EDX et EELS adaptée de **[Titchmarsh, 1989]** *et* **[Leapman, 1991]**.

Technique	Avantages	Inconvénients
EDX	- Plus efficace pour les éléments lourds, - suivi direct de l'évolution de la composition de l'élément, - non destructif (si faisceau pas trop focalisé ...)	- La composition chimique de l'échantillon doit être connue et une mesure statistique élevée pour la quantification est nécessaire. - Présence d'artefacts d'éléments : Fe & Co (pièces polaires), Si (détecteur) et Cu (grille).
EELS	- Quantification, - plus haute résolution spatiale et meilleure sensibilité analytique, - plus efficace pour les éléments légers, - la diffusion est principalement concentrée sur la direction de la propagation du faisceau d'électrons, ce qui permet une détection plus efficace. - L'épaisseur de l'échantillon peut être extraite - Extraction et interprétation facile	- Étude des éléments lourds impossible. - Réglage du signal pour les éléments ayant un seuil d'énergie similaire.

Chapitre III : Effet de la taille des grains et de la contrainte sur les micromécanismes de déformation

Ce chapitre s'intéresse à l'influence de la taille des grains et de la contrainte appliquée sur les propriétés en fluage de l'alliage AD730^{TM}.

Pour cela, l'état de précipitation des échantillons à microstructures grains fins et gros grains sera étudié afin d'accéder aux distributions en taille des précipités γ' secondaires et tertiaires ainsi qu'à la taille des couloirs entre précipités secondaires et tertiaires. Les résultats des essais macroscopiques en fluage à 700°C (température d'utilisation de l'alliage) sous des contraintes de 600 MPa ou 850 MPa seront également exposés. Une synthèse des différents micromécanismes de déformation observés dans les échantillons étudiés sera présentée. Enfin, nous discuterons séparément de quelle manière la taille des grains des différents échantillons et la contrainte appliquée durant les essais de fluage influent sur les propriétés mécaniques en fluage.

III.1. Présentation de la problématique

L'évaluation de l'effet de la taille des grains et de la contrainte appliquée sur le comportement mécanique en fluage dans les superalliages polycristallins a déjà fait l'objet de plusieurs études **[Lasalmonie, 1986; Lautridou, 1994; Locq, 2000; Augustins-Lecallier, 2012]**. Les études plus récentes de Thébaud ont permis d'observer le comportement en fluage de l'AD730^{TM} à 700°C sur un large domaine de contrainte (500 à 850 MPa) pour des microstructures grains fins (GF) et gros grains (GG) **[Thébaud, 2017]**.

Les résultats obtenus ont permis de tracer le diagramme de Norton présenté sur la Figure III-1. Sur cette figure, on constate que, quel que soit l'état microstructural, on observe un changement de comportement lorsque la contrainte appliquée diminue représenté par une rupture de pente autour de 750 MPa. De plus, la détermination du coefficient de Norton a montré que :

- pour de fortes contraintes appliquées (> 750 MPa), les microstructures GF et GG ont le même comportement en fluage. Dans ces conditions le fluage est contrôlé par le mouvement des dislocations, car les coefficients de Norton sont de 22,4 et 16,9 pour les microstructures GG et GF (Figure III-1).
- Pour de faibles contraintes (< 750 MPa), le comportement des microstructures GF et GG diffère. D'après le diagramme de Norton (Figure III-1), les mécanismes d'endommagement diffèrent également. Dans les échantillons à microstructure GF, le comportement en fluage est contrôlé par la diffusion (n=2,2) alors que dans les échantillons à microstructure GG le comportement en fluage est contrôlé par la diffusion ainsi que le mouvement des dislocations (n=5,1).

Dans l'objectif d'apporter des éléments de compréhension à l'échelle nanométrique de ces changements de comportement mis en lumière au moyen du diagramme de Norton, nous avons choisi de nous intéresser à l'effet décorrélé de la taille des grains et de la contrainte en choisissant deux niveaux de contrainte situées de part et d'autre de la rupture de pente.

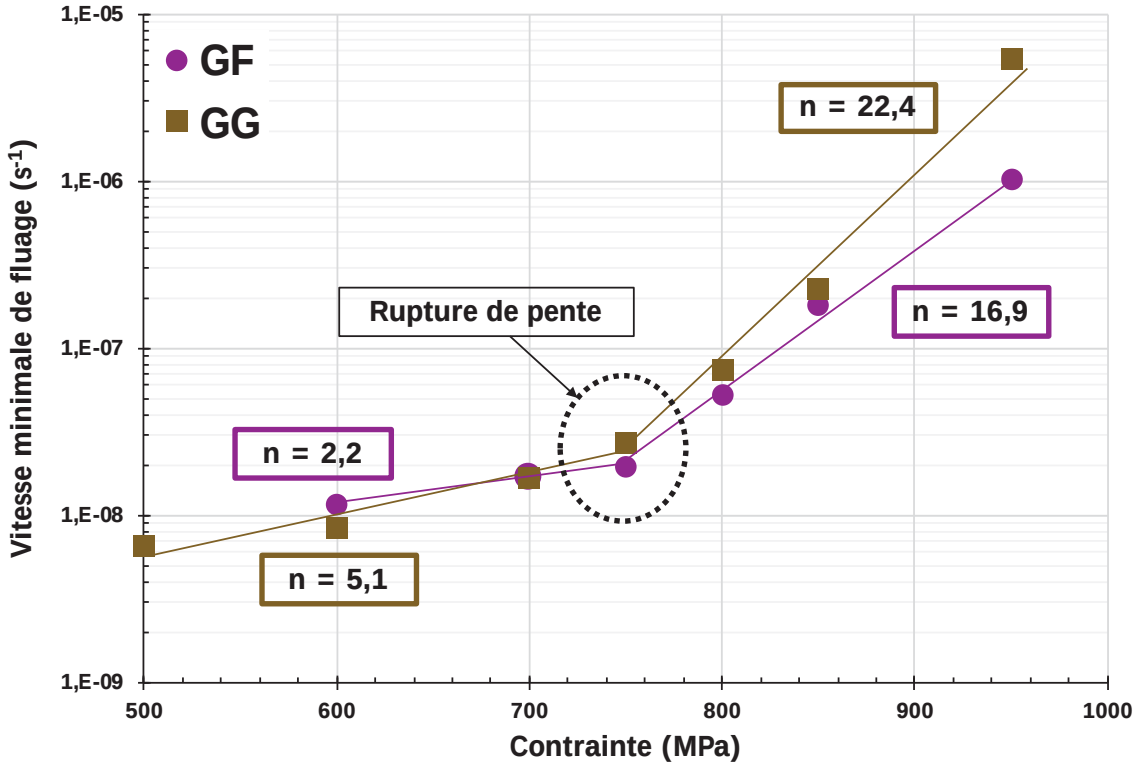

Figure III-1 : Diagramme de Norton des essais de fluage à 700°C entre 500 MPa à 950 MPa **[Thébaud, 2017]**.

III.1.a. Comportements macroscopiques - effet de la taille des grains

Sur la Figure III-2 (a), sont présentées les courbes de fluage des échantillons à microstructures GF et GG à 700°C sous 600 MPa. On voit que, pour des temps inférieurs à 400 h, les vitesses de déformation des deux échantillons sont comparables. Pour des durées en fluage supérieures à 400 h, le comportement en fluage des deux microstructures diffère. Ainsi, la microstructure GG possède un temps à rupture environ deux fois supérieur au temps à rupture de la microstructure GF (516 h contre 948 h pour la microstructure GG). Ce comportement en fluage correspond à ce qui a déjà été observé par Augustin-Lecallier lors des essais de fluage à 700°C sous 550 MPa et 650 MPa **[Augustins-Lecallier, 2012]**. Il est cependant surprenant de voir que la microstructure GG se déforme moins facilement que la microstructure GF car une taille de grain faible entraîne la diminution du libre parcours moyen des dislocations, ce qui peut rendre la déformation plus difficile. Le comportement observé sur la Figure III-2 (a) est en accord avec les travaux de Lasalmonie et Raisson. Ces deux auteurs établissent qu'une faible taille de grain d'environ 10 µm est préférée lors de fluage à basse température autour de 650°C et sous charges élevées proche de 1000 MPa alors que les échantillons avec une taille de grains supérieure à

100 µm ont une meilleure résistance en fluage à haute température (830°C) et faible contrainte autour de 300 MPa **[Lasalmonie, 1986; Raisson, 1990]**.

La Figure III-2 (b) présente les courbes de fluage des échantillons à microstructures GF et GG flués à 700°C sous 850 MPa. On constate ici que les échantillons possèdent un comportement assez proche à rupture et les durées à rupture sont identiques ce qui suggère la présence de mêmes micromécanismes de déformation.

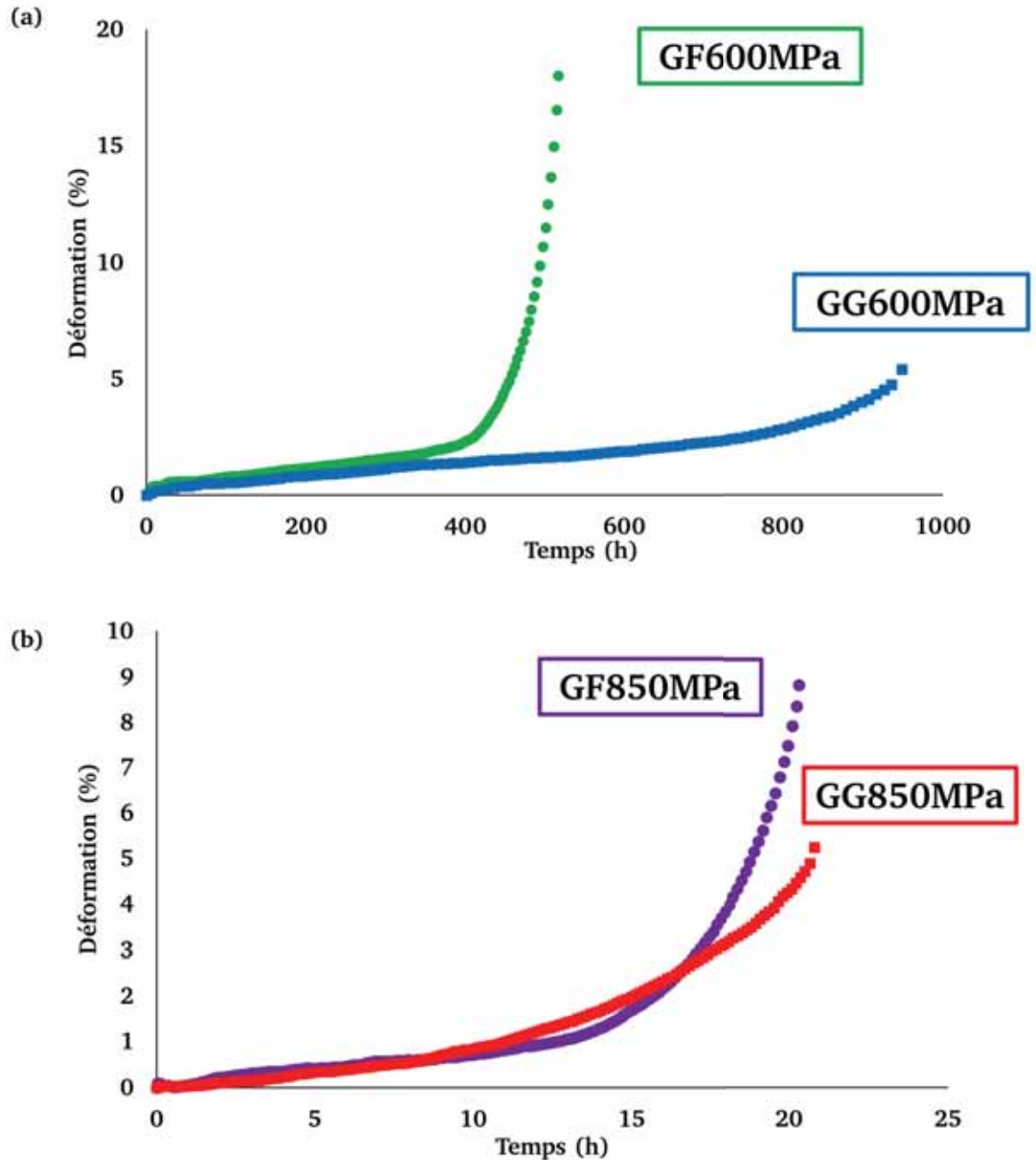

Figure III-2 : Courbes représentatives de l'effet de la taille des grains (GF ou GG) sur le comportement en fluage à 700°C sous (a) 600 MPa et (b) 850 MPa.

III.1.b. Comportements macroscopiques - effet de la contrainte appliquée

Sur la Figure III-3 (a) sont reportées les courbes de fluage jusqu'à la rupture des échantillons à microstructure grains fins (GF) flués à 700°C sous 600 MPa et 850 MPa. Sur cette figure, on voit clairement une différence de comportement en fonction de la contrainte appliquée. Les échantillons flués sous 600 MPa se déforment moins rapidement que ceux flués sous 850 MPa. La comparaison des temps à rupture montre que les temps à rupture lors des essais de fluage sont 26 fois plus élevés à 600 MPa qu'à 850 MPa (respectivement de 516 h et 20h). Si l'on compare les vitesses minimales de fluage, on constate que les échantillons à microstructure GF flués sous 850 MPa se déforment 15 fois plus rapidement que ceux flués sous 600 MPa ($\dot{\varepsilon} = 1{,}2.10^{-8}s^{-1}$ contre $\dot{\varepsilon} = 1{,}8.10^{-7}s^{-1}$ sous 850 MPa).

La Figure III-3 (b) présente les courbes de fluage jusqu'à la rupture des échantillons à microstructure gros grains (GG) flués sous 600 et 850 MPa. Comme précédemment, les échantillons flués sous 600 MPa se déforment moins rapidement que ceux flués sous 850 MPa. Pour cette microstructure, les vitesses minimales de déformation sont 27 fois plus élevées lors d'un essai de fluage sous 850 MPa par rapport un essai sous 600 MPa ($\dot{\varepsilon} = 8{,}5.10^{-9}s^{-1}$ sous 600 MPa contre $\dot{\varepsilon} = 2{,}3.10^{-7}s^{-1}$ sous 850 MPa).

Ces différences de comportement en fluage ne sont pas vraiment étonnantes. On peut s'attendre en effet à ce que le matériau sollicité sous une contrainte plus élevée se déforme plus facilement, le supplément de contrainte permettant l'activation de mécanismes de déformation plus nombreux, voire même différents.

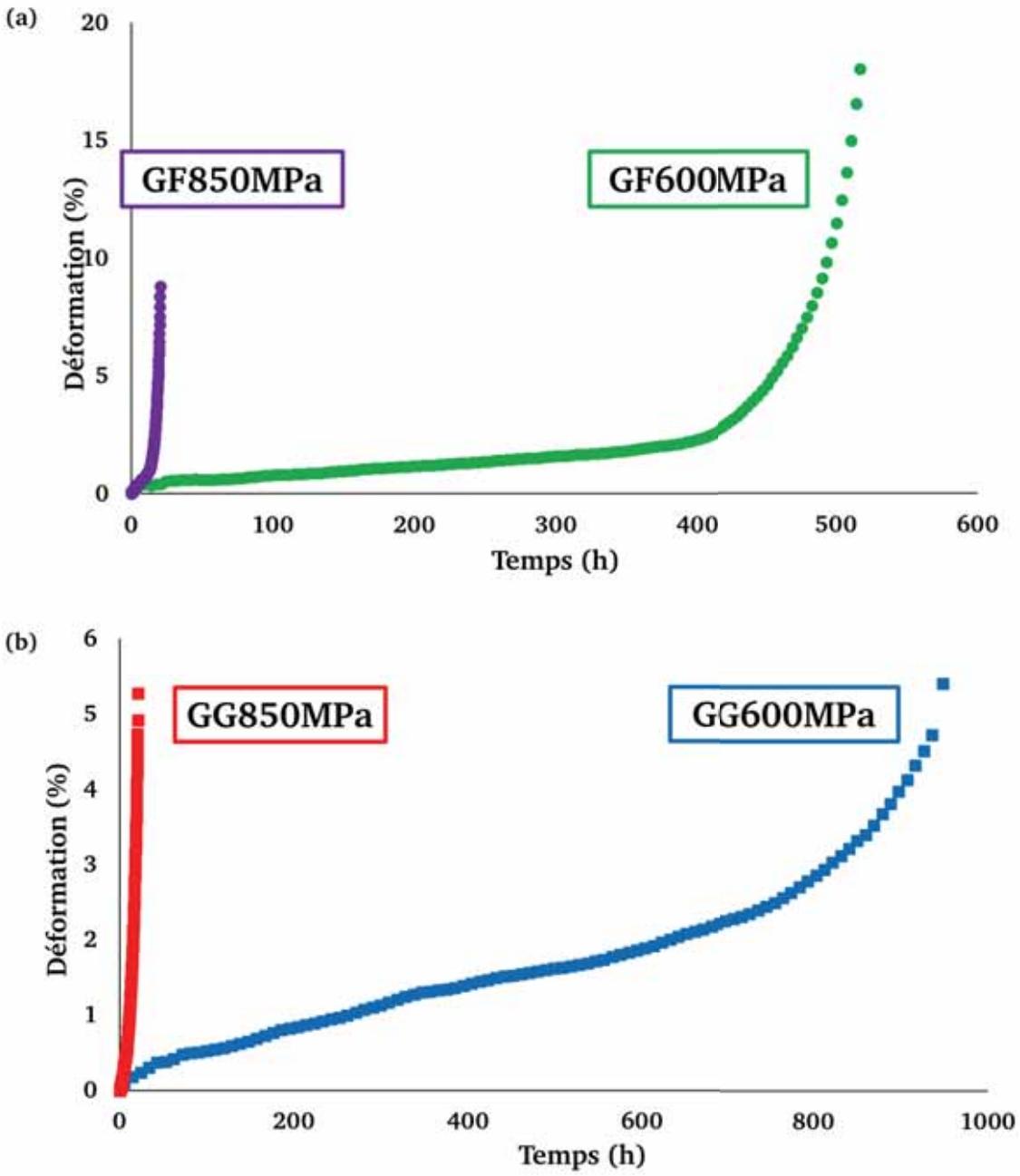

Figure III-3 : Courbes représentatives de l'effet de la contrainte appliquée (600 MPa ou 850 MPa) sur le comportement en fluage à 700°C de (a) la microstructure GF et (b) la microstructure GG.

III.2. Présentation des échantillons

III.2.a. Échantillons à microstructure GF

i. Traitements thermiques

Les traitements thermiques permettant d'obtenir les microstructures grains fins (GF) sont présentés dans le Tableau III-1. Pour obtenir cette microstructure, une mise en solution

subsolvus à 1080°C pendant 4 h est réalisée suivi d'un refroidissement à l'air puis un traitement thermique à 730°C pendant 4 h également suivi d'un refroidissement à l'air.

Tableau III-1 : Traitements thermiques permettant l'obtention de la microstructure GF.

	Mise en solution	Traitement thermique
GF600MPa/0,20 GF600MPa/0,48 GF600MPa/1,34 GF600MPa/17	1080°C/4 h/air	730°C/4 h/ air
GF850MPa/0,20 GF850MPa/>0,20 GF850MPa/9		

La Figure III-4, présente des observations MET en champ clair de la structure granulaire des échantillons à microstructure GF. Dans ces échantillons, la taille des grains est d'environ 10 µm. La microstructure de précipitation est constituée de précipités γ' primaires d'environ 1 µm, localisés aux joints de grains et dans les grains ainsi que de précipités γ' secondaires. L'étude statistique de la taille moyenne de ces précipités γ' secondaires sera présentée dans ce qui suit.

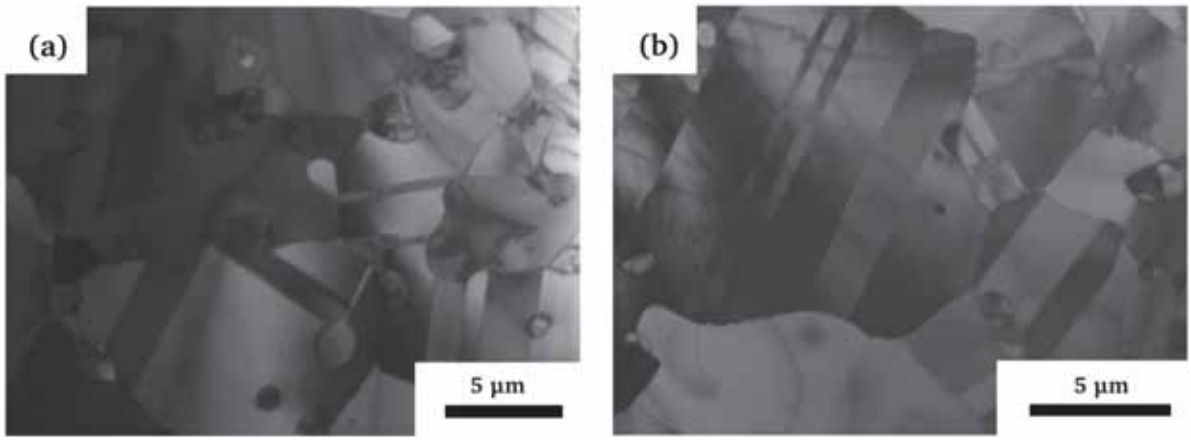

Figure III-4 : Images MET en champ clair de la structure granulaire dans les échantillons à microstructure GF.

ii. Microstructure de précipitation : précipités secondaires

La Figure III-5, illustre la morphologie des précipités γ' secondaires présents dans les échantillons à microstructure GF après les essais de fluage. Dans ces échantillons, les précipités secondaires sont sphériques et sont répartis de manière homogène dans la matrice. Une étude

statistique réalisée sur plus de 600 précipités γ' secondaires a permis de tracer l'histogramme de la Figure III-6 qui représente la distribution en taille des précipités et d'en déduire que la valeur moyenne de ces précipités γ' secondaires est d'environ 54 ± 6 nm.

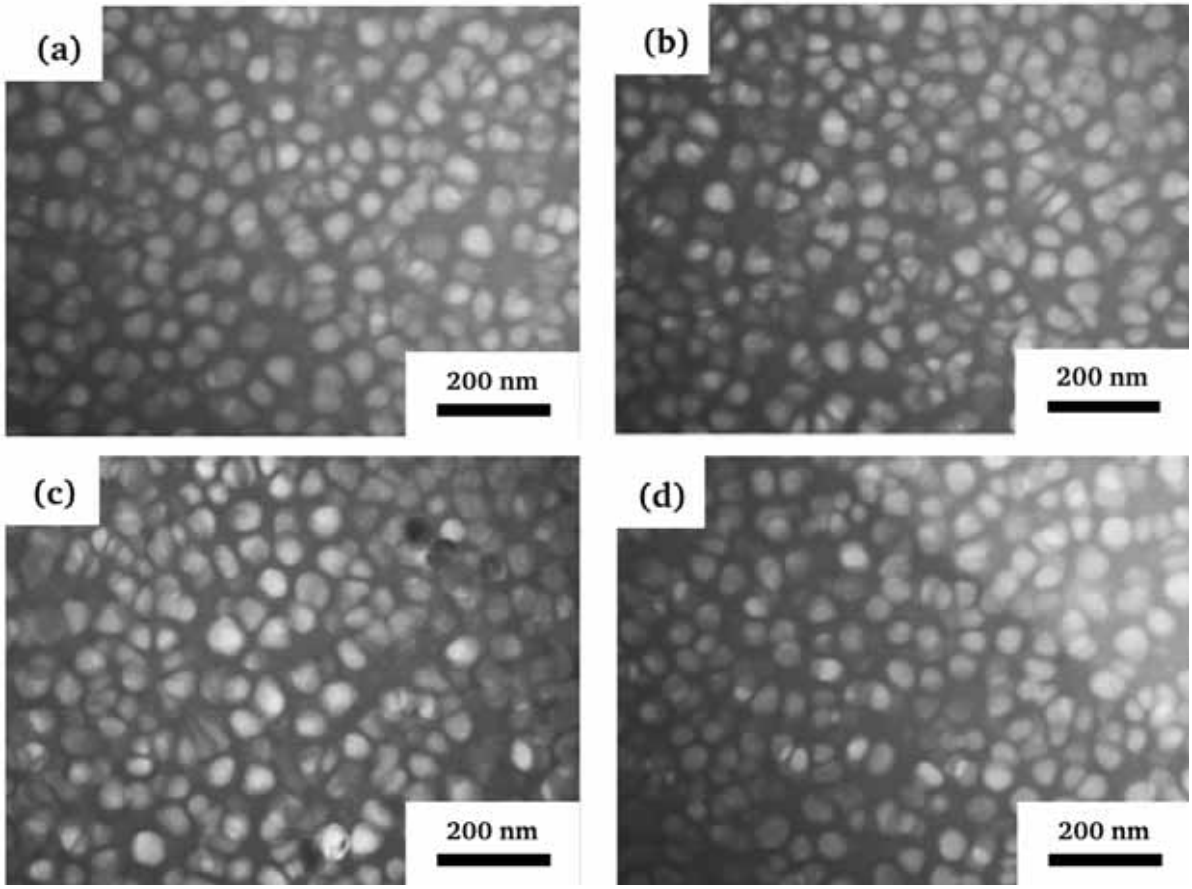

Figure III-5 : Images MET en champ sombre des précipités γ' secondaires dans les échantillons à microstructure GF. Les clichés correspondent à différentes lames observées.

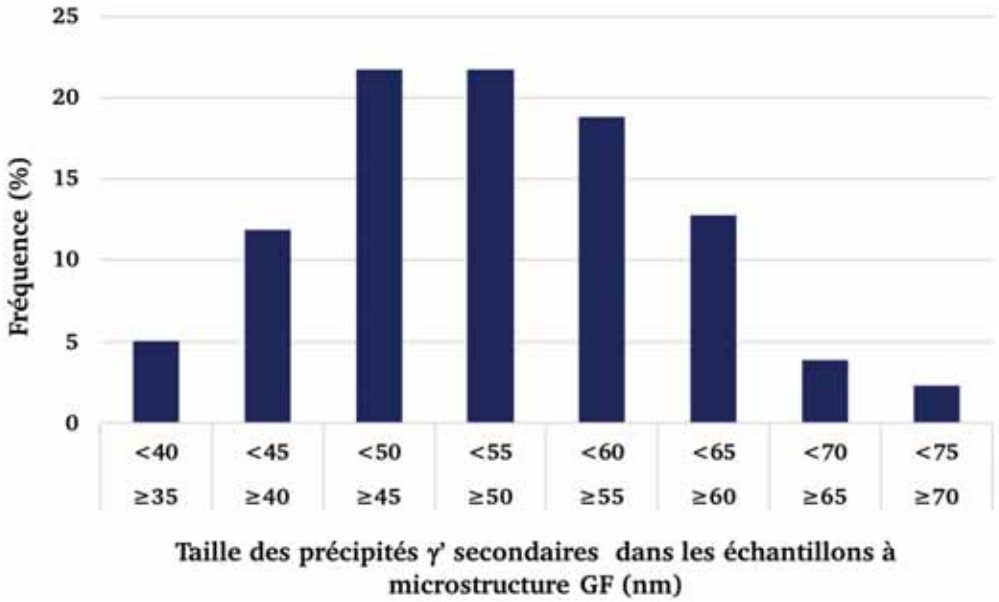

Figure III-6 : Histogramme de la taille des précipités γ' secondaires dans les échantillons à microstructure GF.

III.2.b. Échantillons à microstructure GG

i. Traitements thermiques

Pour obtenir des échantillons à microstructure gros grains (GG) une double mise en solution à 1120°C et 1080°C de respectivement 2 h et 4 h suivie d'un double traitement thermique à 800°C et 760°C de 4 h et 16 h chacun est réalisée (Tableau III-2). Ces mises en solution ainsi que les traitements thermiques sont suivis par un refroidissement à l'air. La Figure III-7 présente la microstructure granulaire des échantillons à microstructure GG observée au MEB r par Thébaud. La taille des grains des échantillons à microstructure GG est de 350 μm. Dans ces grains, on observe une microstructure de précipitation intragranulaire bimodale.

Tableau III-2 : Traitements thermiques permettant l'obtention de la microstructure GG.

	Mise en solution		Traitement thermique	
GG600 MPa/0,15	1120°C/2 h /	1080°C/ 4 h /	800°C/4 h/air	760°C/16 h/air
GG850 MPa/0,23	60 – 80°C/min	air		

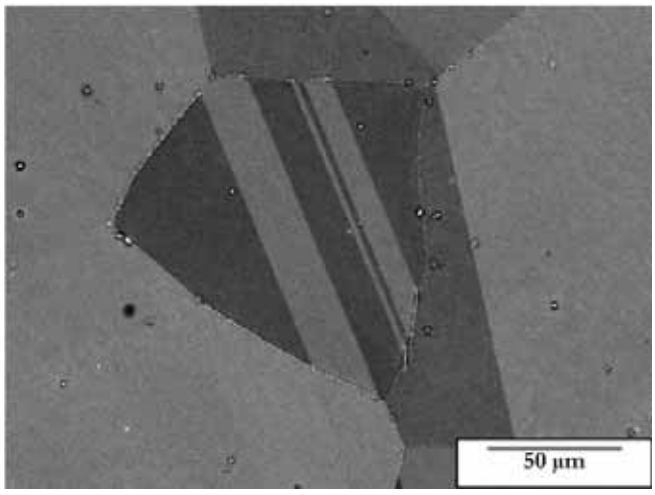

Figure III-7 : Images MEB de la structure granulaire dans les échantillons à microstructure GG **[Thébaud, 2017]**.

ii. Microstructure de précipitation

La Figure III-8 présente des images MET en champ sombre des précipités γ' secondaires apparus lors du refroidissement après la première mise en solution des échantillons à microstructure GG. Ces précipités ont ensuite coalescés lors de la seconde mise en solution sous forme cubique. Une étude statistique sur plus de 200 précipités et environ 900 couloirs ont permis d'estimer la taille de ces paramètres microstructuraux. Les histogrammes présentés sur la Figure III-9 montrent que dans les échantillons à microstructure GG, les précipités γ'

secondaires possèdent des arêtes d'à peu près 332 ± 36 nm et la taille des couloirs entre ces secondaires est estimée à environ 509 ± 46 nm.

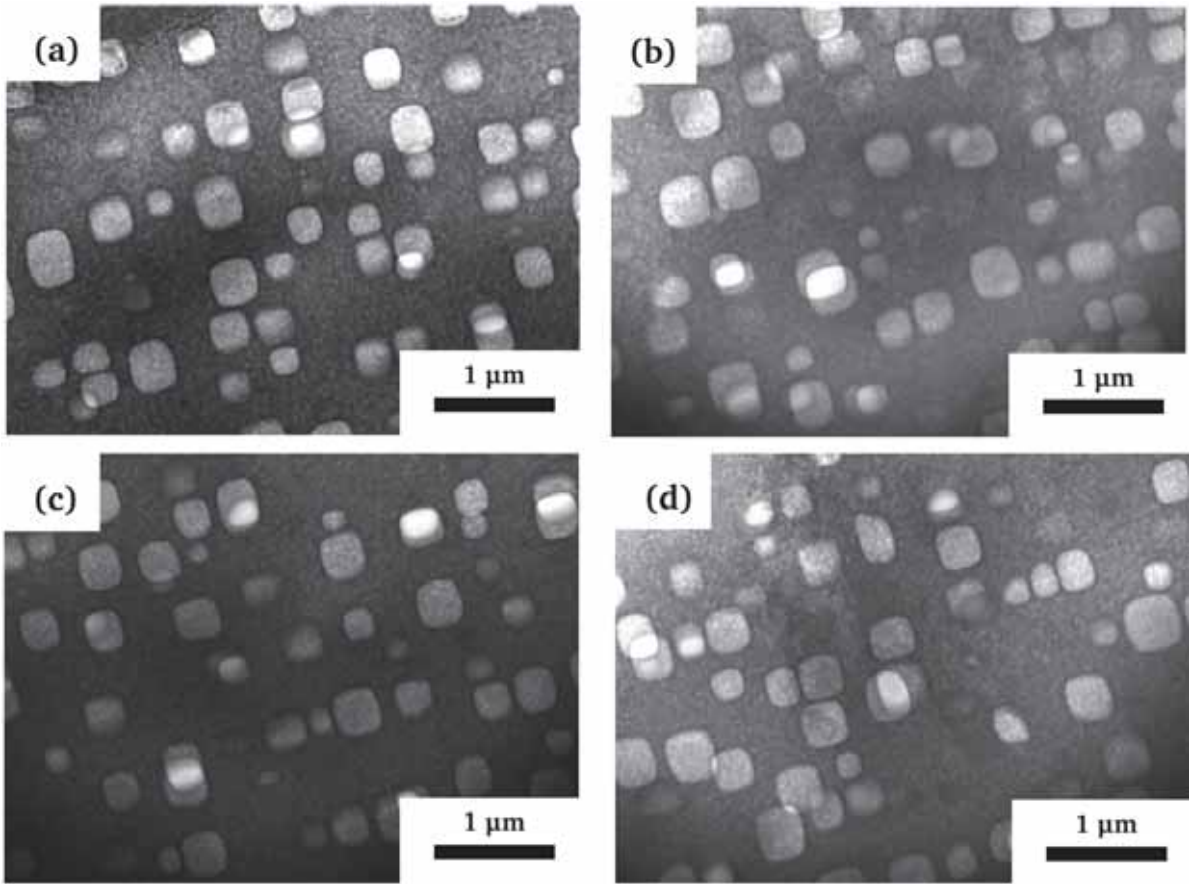

Figure III-8 : Images MET en champ sombre des précipités γ' secondaires dans les échantillons à microstructure GG.

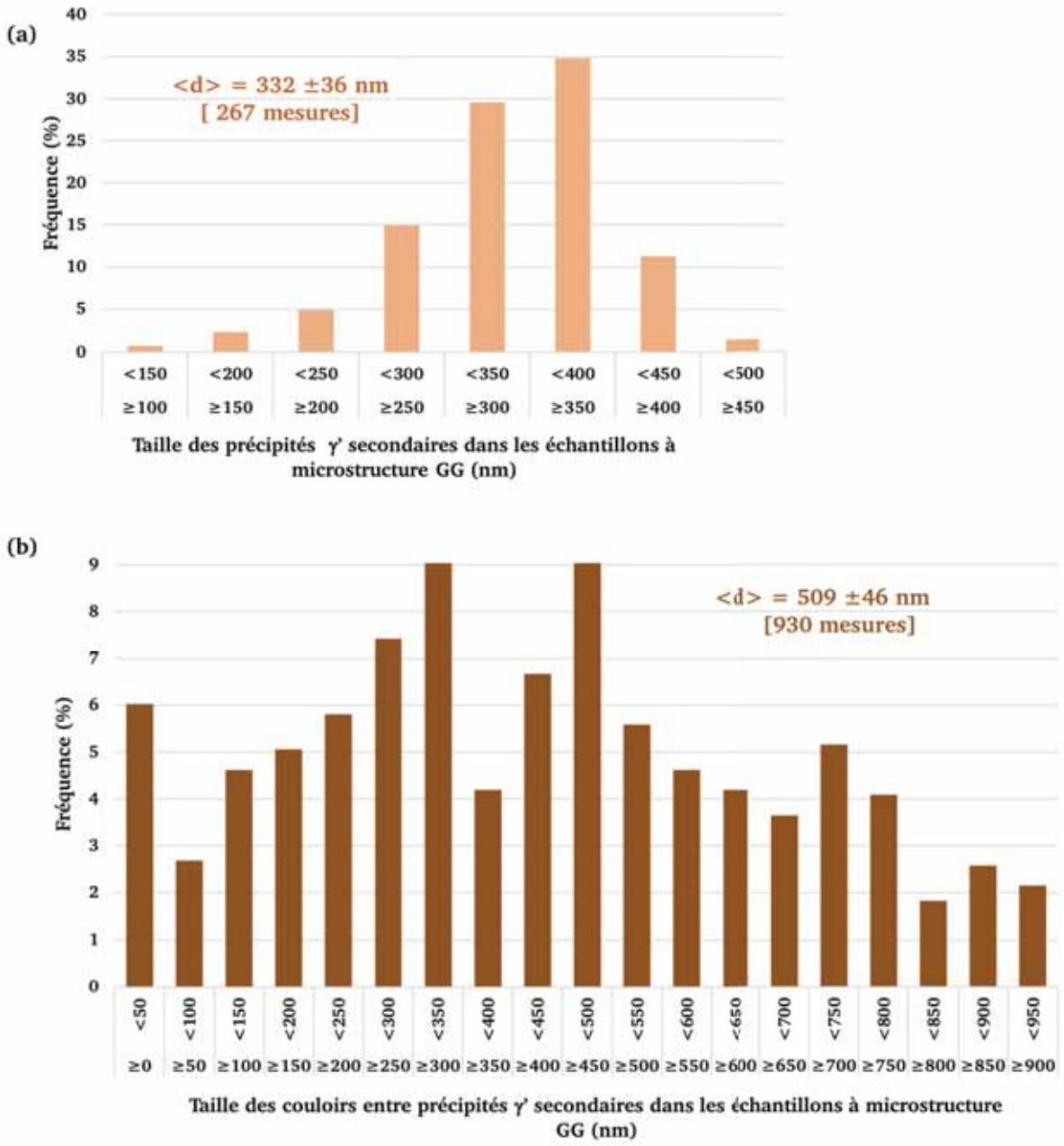

Figure III-9 : Histogrammes de (a) la taille des précipités γ' secondaires (b) la taille des couloirs entre les précipités γ' secondaires dans les échantillons à microstructure GG.

Lors du refroidissement après la deuxième mise en solution on observe la précipitation de γ' tertiaires dans les couloirs entre précipités γ' secondaires. La Figure III-10 présente un exemple d'images MET en champ clair utilisé pour imager ces précipités γ' tertiaires. Sur ces images les précipités γ' tertiaires sont entourés par des dislocations. Une quantification précise des précipités γ' tertiaires (423 mesures) et de la taille des couloirs (1000 mesures) a été réalisée. Les résultats sont présentés sur la Figure III-11. Les précipités γ' tertiaires ont un diamètre

moyen de 22 ± 4 nm et la taille des couloirs entre ces précipités γ' tertiaires est estimée à 37 ± 4 nm.

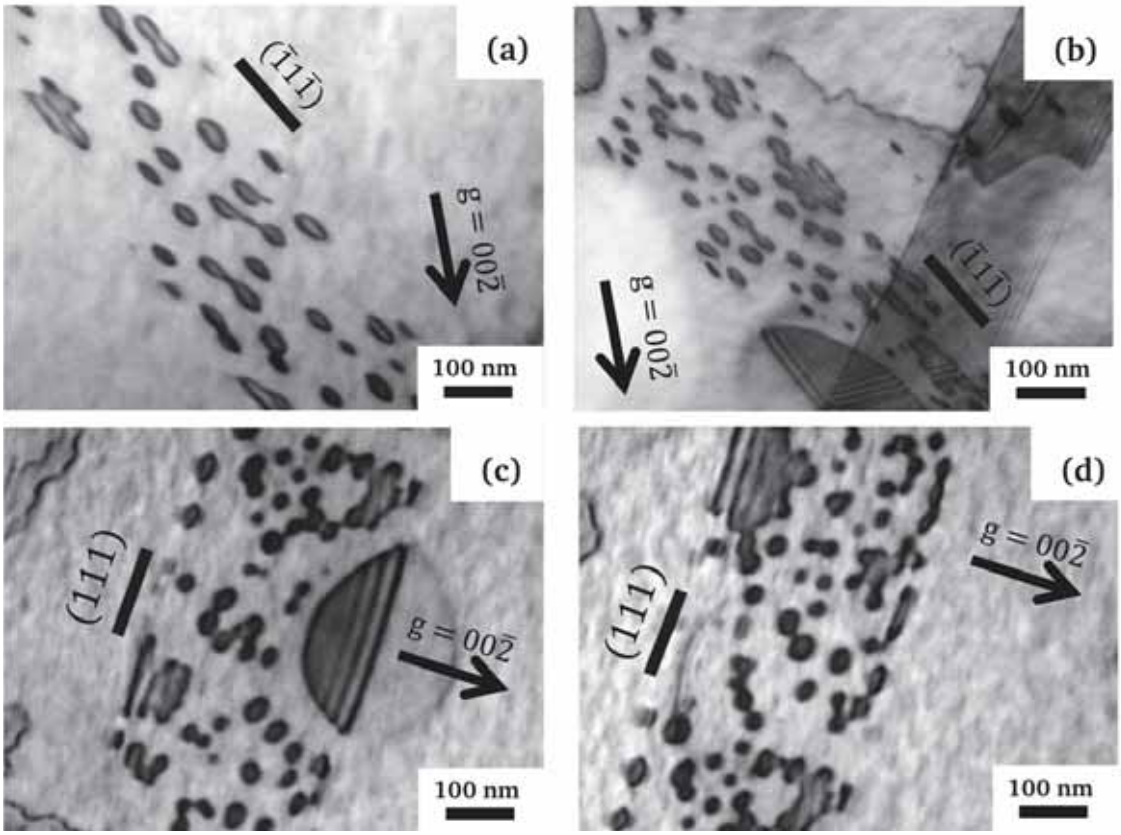

Figure III-10 : Images MET en champ clair des précipités γ' tertiaires cisaillés par des dislocations partielles dans les échantillons à microstructure GG.

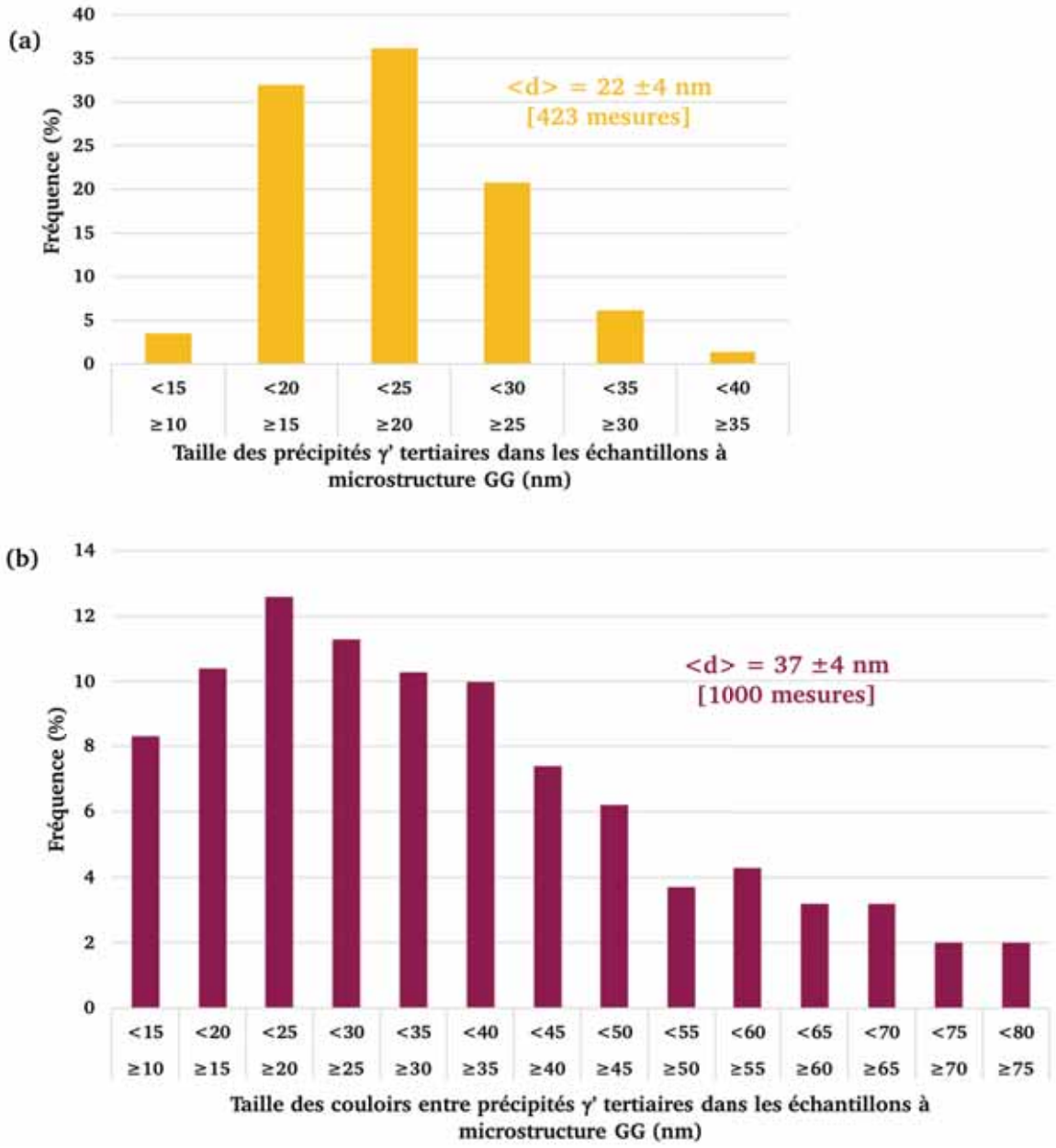

Figure III-11 : Histogrammes de (a) la taille des précipités γ' tertiaires (b) la taille des couloirs entre les précipités γ' tertiaires dans les échantillons à microstructure GG.

III.3. Micromécanismes de déformation

Nous allons présenter dans cette partie les micromécanismes de déformation observés au MET dans les échantillons à microstructures GF et GG flués sous 600 MPa et 850 MPa.

III.3.a. Échantillons à microstructure GF

Nous allons d'abord présenter les micromécanismes de déformation présents dans les échantillons grains fins flués sous 600 MPa jusqu'à 0,2%, 0,48%, 1,34% de déformation, mais également sur des éprouvettes fluées jusqu'à 17% de déformation qui correspond au taux de déformation à rupture. Puis, pour les échantillons flués à 850 MPa, nous allons montrer les observations réalisées sur des éprouvettes fluées autour de 0,20% de déformation. Lors du fluage sous 850 MPa, le taux de déformation exact des essais interrompus a été un paramètre difficile d'accès. En effet, la contrainte appliquée de 850 MPa entraîne une déformation rapide de l'échantillon difficile à maîtriser et le signal recueilli durant ces essais est souvent très bruité. Pour les essais interrompus, nous allons considérer que nous sommes à des taux de déformation égaux à 0,2% (GF850MPa/0,20) puis légèrement supérieurs à 0,2% de déformation (GF850MPa/>0,20). Des observations MET ont également été effectuées sur des éprouvettes fluées sous 850 MPa jusqu'à la rupture (9% de déformation).

i. Essais de fluage sous 600 MPa

Dans les précipités γ' primaires des échantillons flués sous 600 MPa jusqu'à 0,2%, 0,48%, 1,34% et 17% de déformation nous avons observé de nombreuses dislocations (Figure III-12). Dans ces précipités γ' la déformation se fait par du cisaillement par des superdislocations de type a<110>. À partir de 0,48% de déformation, il apparaît que les précipités γ' primaires sont également cisaillés par des supershockley de type a/3<112>. Des fautes sont alors visibles au sein de ces précipités qui témoignent de l'activation de ces mécanismes impliquant des partielles.

Il est toutefois important de souligner que dans le cas d'échantillons déformés jusqu'à 0,2% et 0,48% quelques précipités γ' primaires ne sont pas déformés comme le témoigne la Figure III-13. Pour des taux de déformation supérieurs, tous les précipités γ' primaires sont déformés.

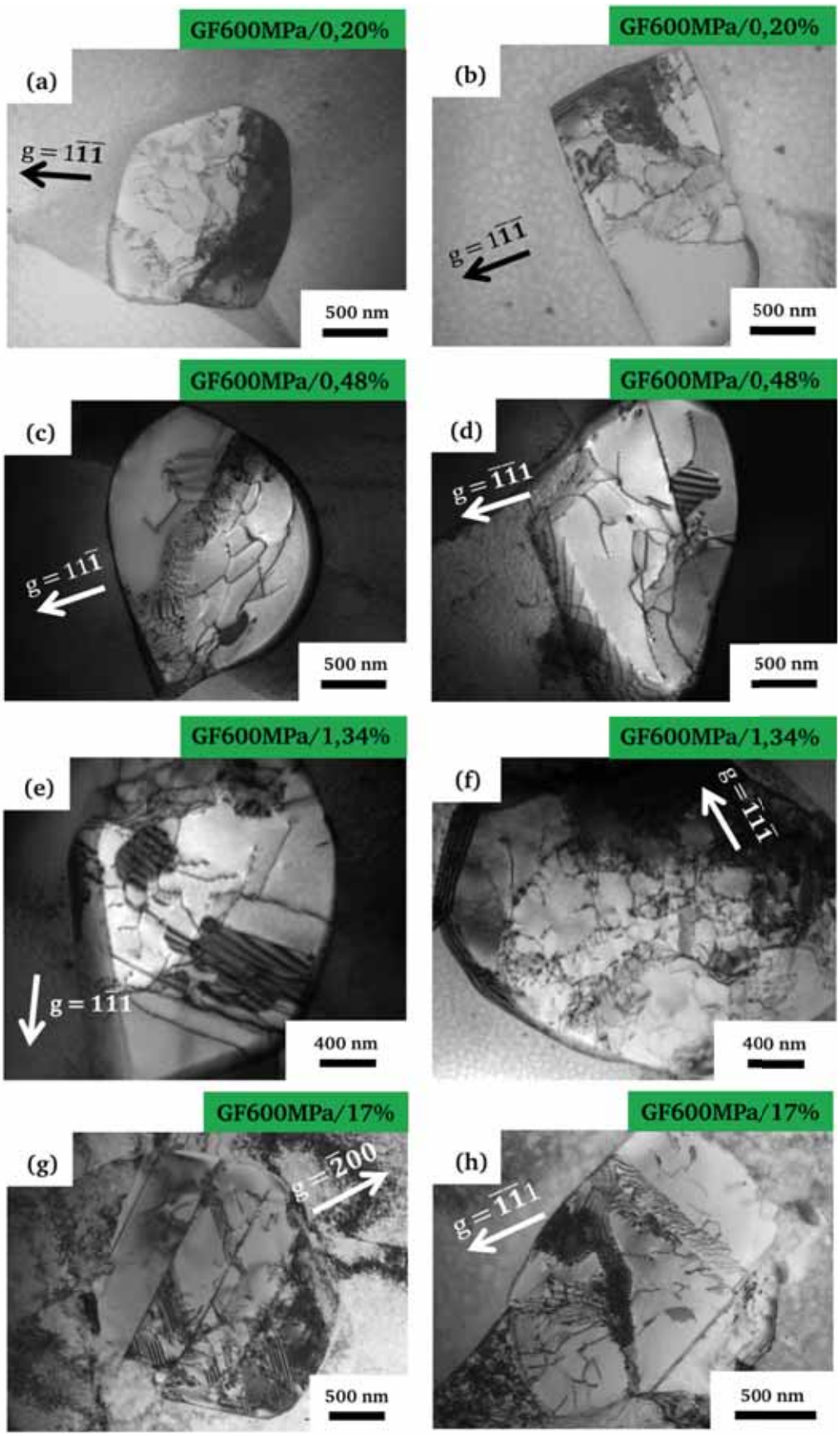

Figure III-12 : Images MET des précipités primaires déformés dans les échantillons flués sous 600 MPa.

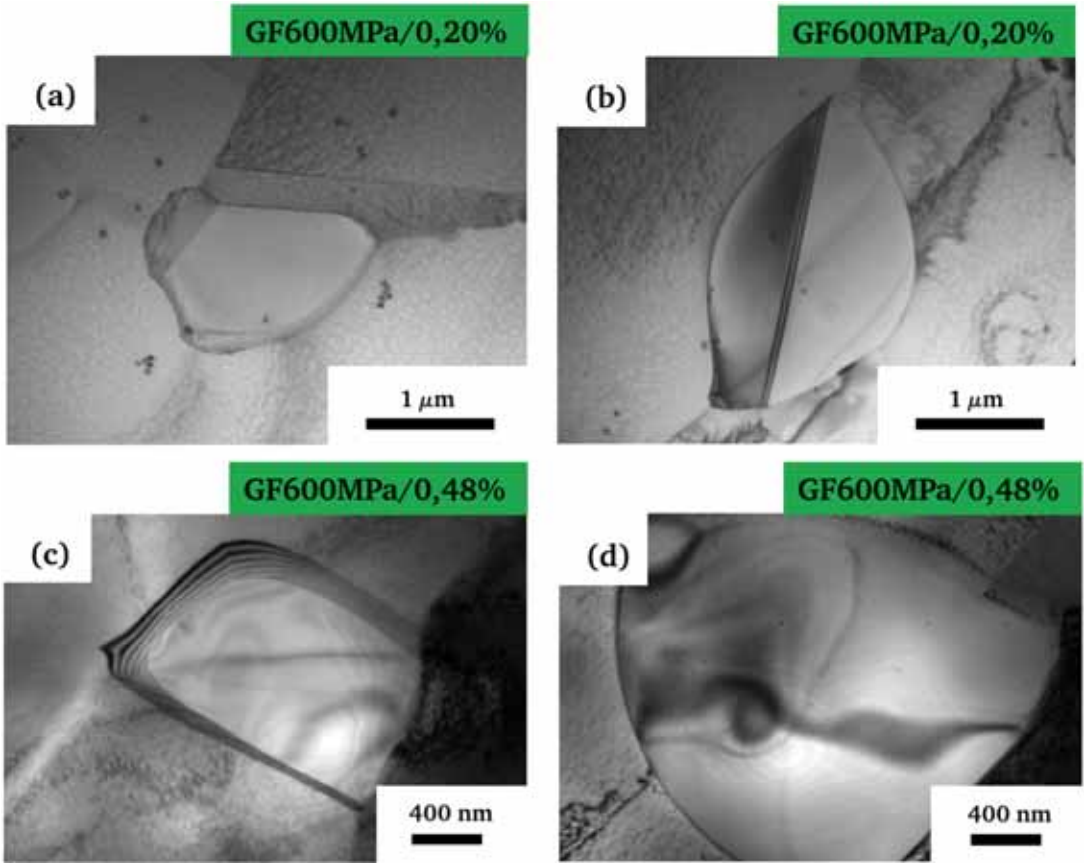

Figure III-13 : Images MET des précipités primaires non déformés dans les échantillons flués sous 600 MPa.

Les Figures III-14 à III-18 présentent les observations MET réalisées dans les grains des échantillons flués sous 600 MPa.

Sur la Figure III-14 et la Figure III-16, nous constatons que la déformation dans les échantillons GF600MPa/0,2 et GF600MPa/0,48 est localisée au voisinage des précipités primaires, mais également près des joints de grains et des joints de macles. Le contournement d'Orowan par des dislocations parfaites de type a/2<110> est le mode de déformation dominant.

Sur la Figure III-14, on observe une grande densité de dislocations autour des précipités primaires et ces derniers semblent être des sources de dislocations. La distance parcourue ici par les dislocations depuis les précipités primaires est d'environ 500 nm.

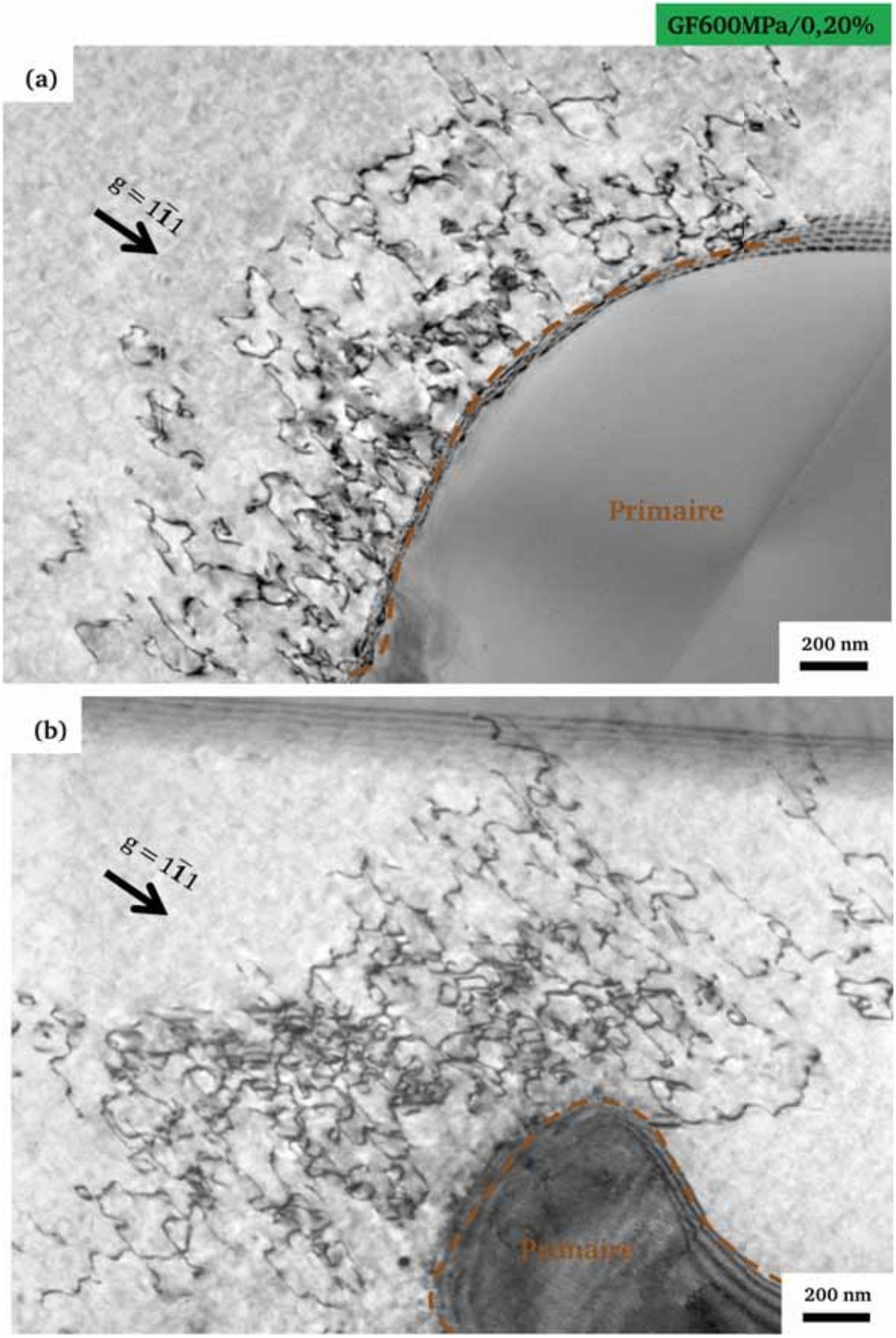

Figure III-14 : Paysage de déformation au voisinage de précipités primaires dans des échantillons flués sous 600 MPa jusqu'à 0,2% de déformation.

Les Figures III-15 (a) et (b) montrent des grains non déformés dans les échantillons GF600MPa/0,2.

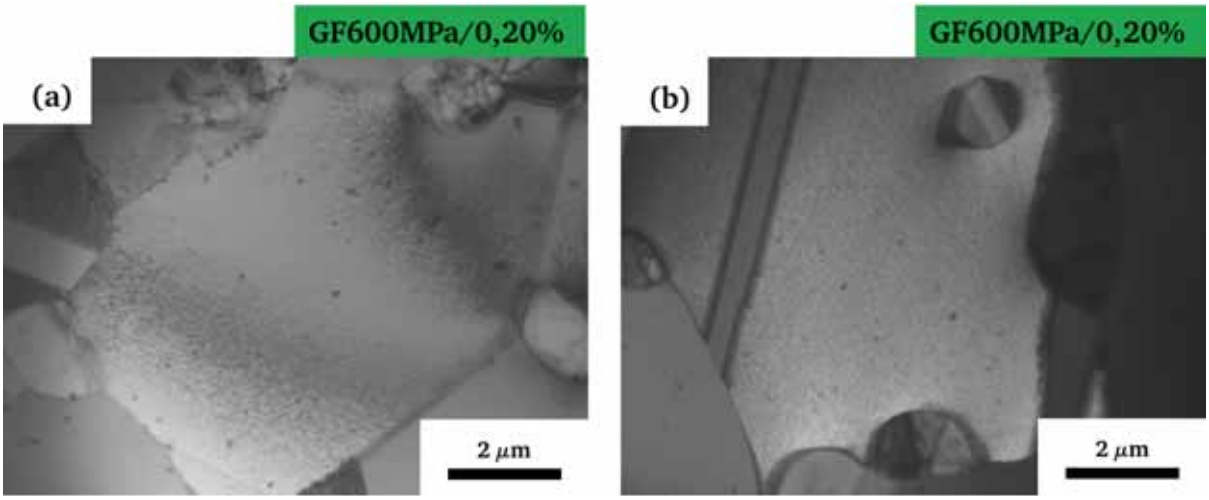

Figure III-15 : Images MET de grains non déformés dans les échantillons flués sous 600 MPa jusqu'à 0,2% de déformation.

Sur la Figure III-16, nous avons en (a) une vue générale d'un grain présent dans un échantillon GF600MPa/0,48 et en (b), (c), (d) et (e) les agrandissements des zones déformées dans ce grain. Sur ces agrandissements, on constate une nouvelle fois que les dislocations sont localisées près des précipités primaires (Figure III-16 (b), (c), et (e)), près des joints de grains (Figure III-16 (c) et (d)) et près d'un joint de macle (Figure III-16 (b)). Le reste du grain est quant à lui complètement dépourvu de dislocations. À ce taux de déformation, d'autres observations non présentées ici ont montré la présence d'ancrage ponctuel des dislocations parfaites sur des précipités γ' secondaires.

Dans les grains des échantillons GF600MPa/1,34, on observe différents mécanismes de déformation (Figure III-17). Sur la Figure III-17 (a), la déformation se fait par le contournement d'Orowan par des dislocations parfaites de type a/2<110> et sur la Figure III-17 (b) on observe du cisaillement par des dislocations partielles qui se propagent dans le plan $(\bar{1}\bar{1}1)$. De plus, nous avons constaté que ces systèmes de glissement étaient localisés près des précipités γ' primaires (Figure III-17 (a) et Figure III-17 (b)), des joints de grains (Figure III-17 (b)) et des joints de macles (Figure III-17 (a) et Figure III-17 (c)).

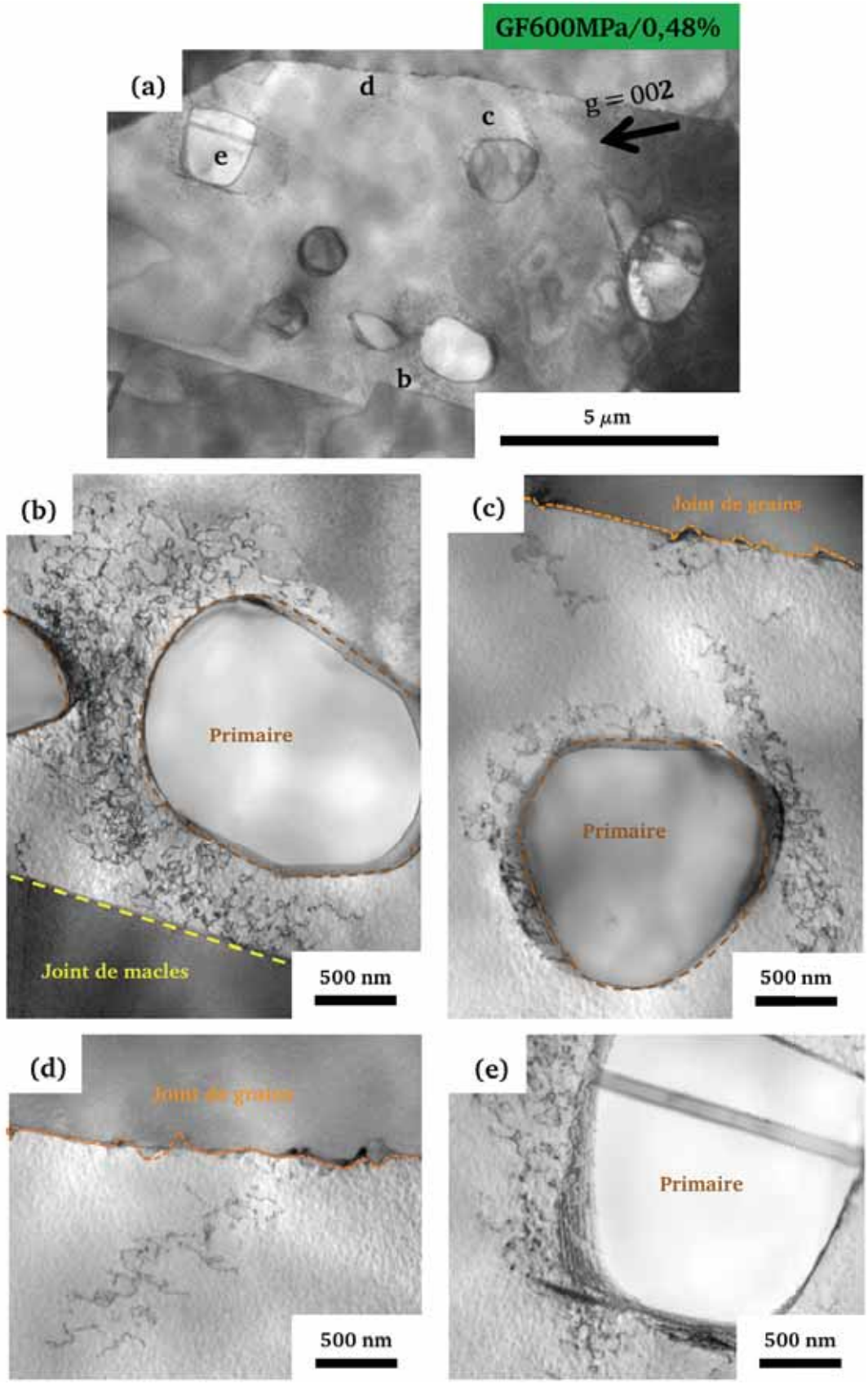

Figure III-16 : Image MET d'un grain dans un échantillon flué sous 600 MPa jusqu'à 0,48% de déformation (a) et des agrandissements des zones (b), (c), (d) et (e).

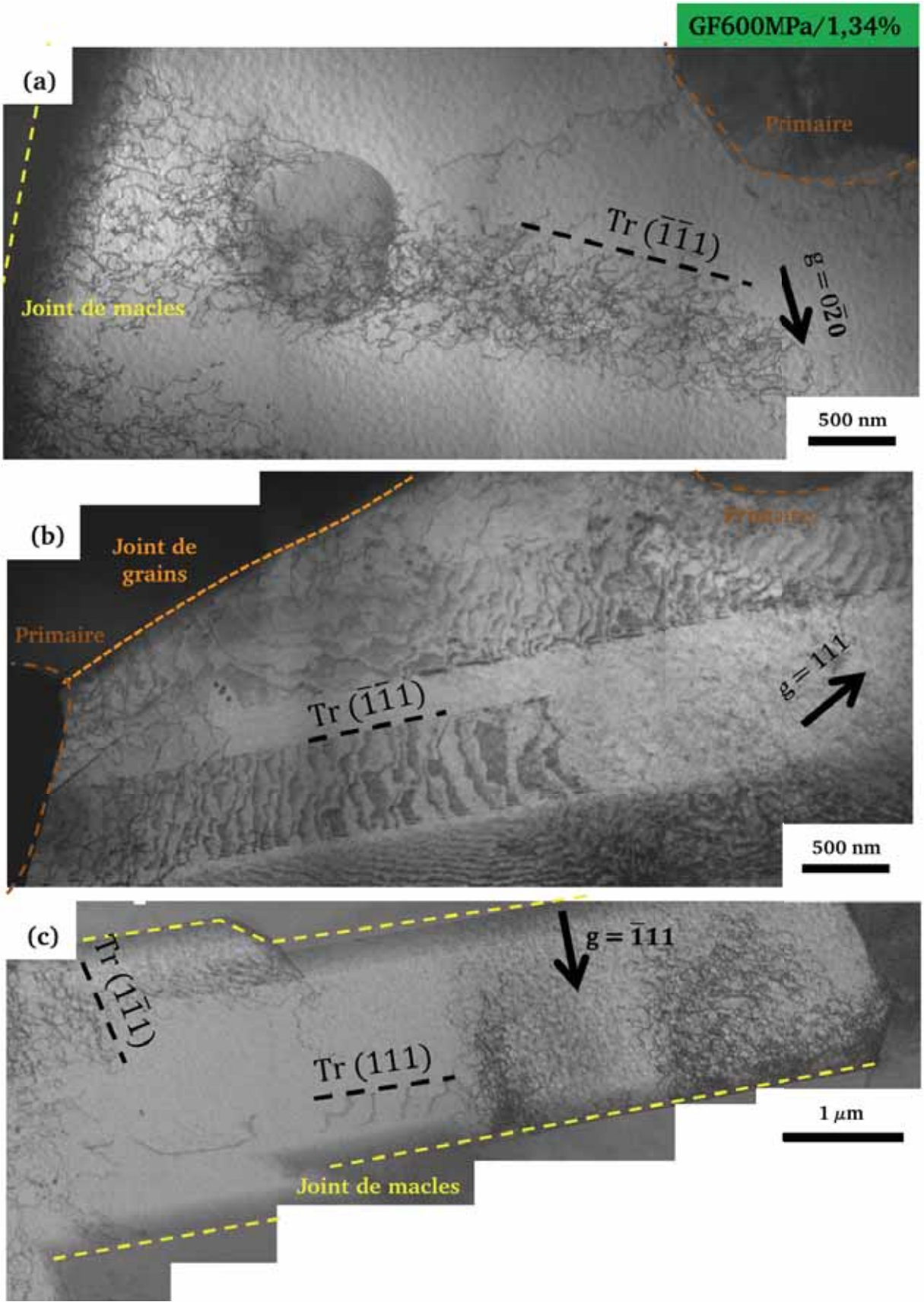

Figure III-17 : Images MET de grains déformés dans un échantillon flué sous 600 MPa jusqu'à 1,34% de déformation.

Dans les échantillons GF600MPa/17, la déformation s'est entièrement répandue à l'intérieur des grains où on peut observer la présence d'un grand nombre de boucles de dislocations parfaites entourant les précipités, qui atteste du mécanisme de contournement d'Orowan (Figure III-18 (a)) ainsi que le cisaillement des précipités par des dislocations partielles présentées sur la Figure III-18 (b).

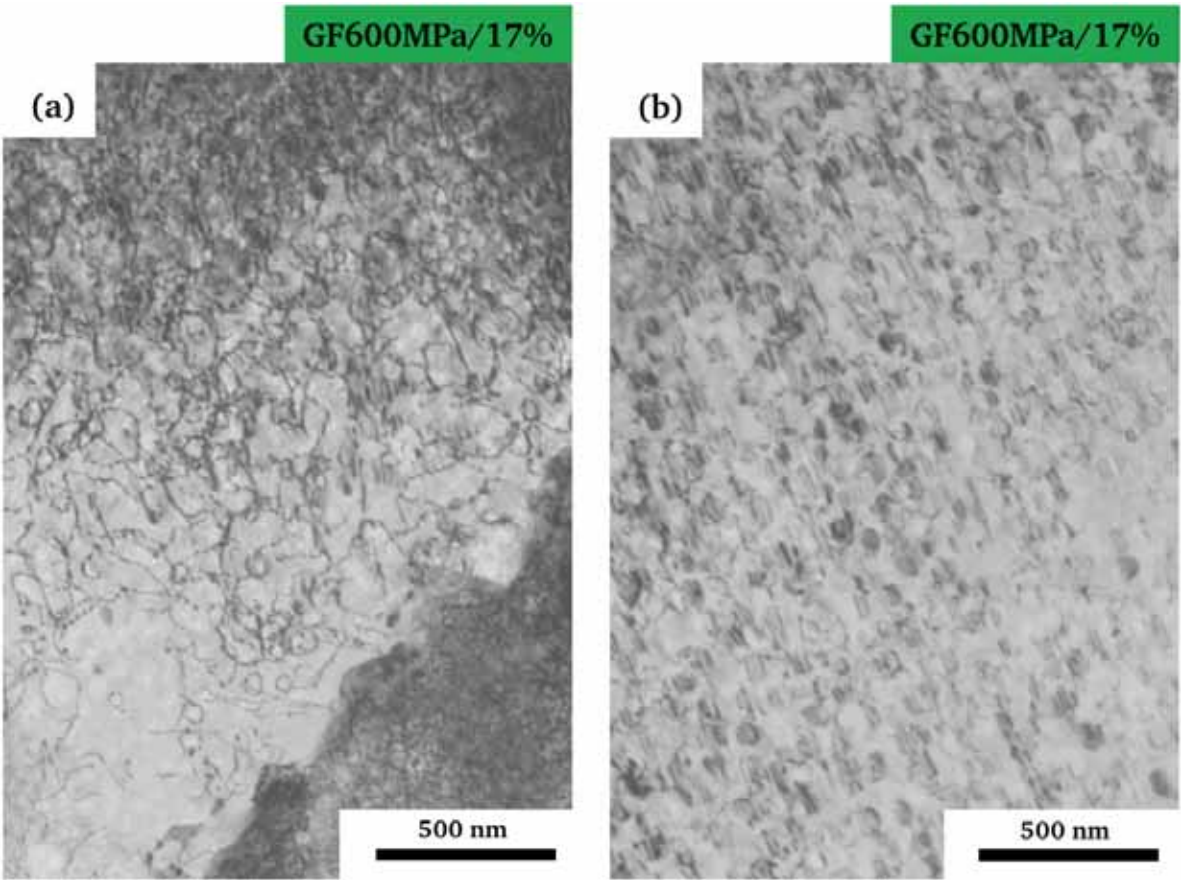

Figure III-18 : Paysage de déformation dans un échantillon flué sous 600 MPa jusqu'à la rupture (17% de déformation).

ii. Essais de fluage sous 850 MPa

Les micrographies des Figures III-19 à III-23 illustrent les micromécanismes de déformation dans les échantillons à microstructure GF flués sous 850 MPa autour de 0,2% et jusqu'à 9% de déformation.

À cette contrainte, on observe des précipités γ' primaires cisaillés par des superdislocations de type a<110> pour les trois taux de déformation étudiés (Figure III-19). Pour des taux de déformation supérieurs à 0,2%, nous avons également noté la présence du cisaillement par des supershockley. Dans les échantillons GF600MPa/0,20 et GF850MPa/>0,20, des précipités γ' primaires non déformés ont également été observés (Figure III-20). De plus, dans les

échantillons GF850MPa/0,20, nous avons constaté que beaucoup de grains ne sont pas déformés (Figure III-21 (a) et (b)).

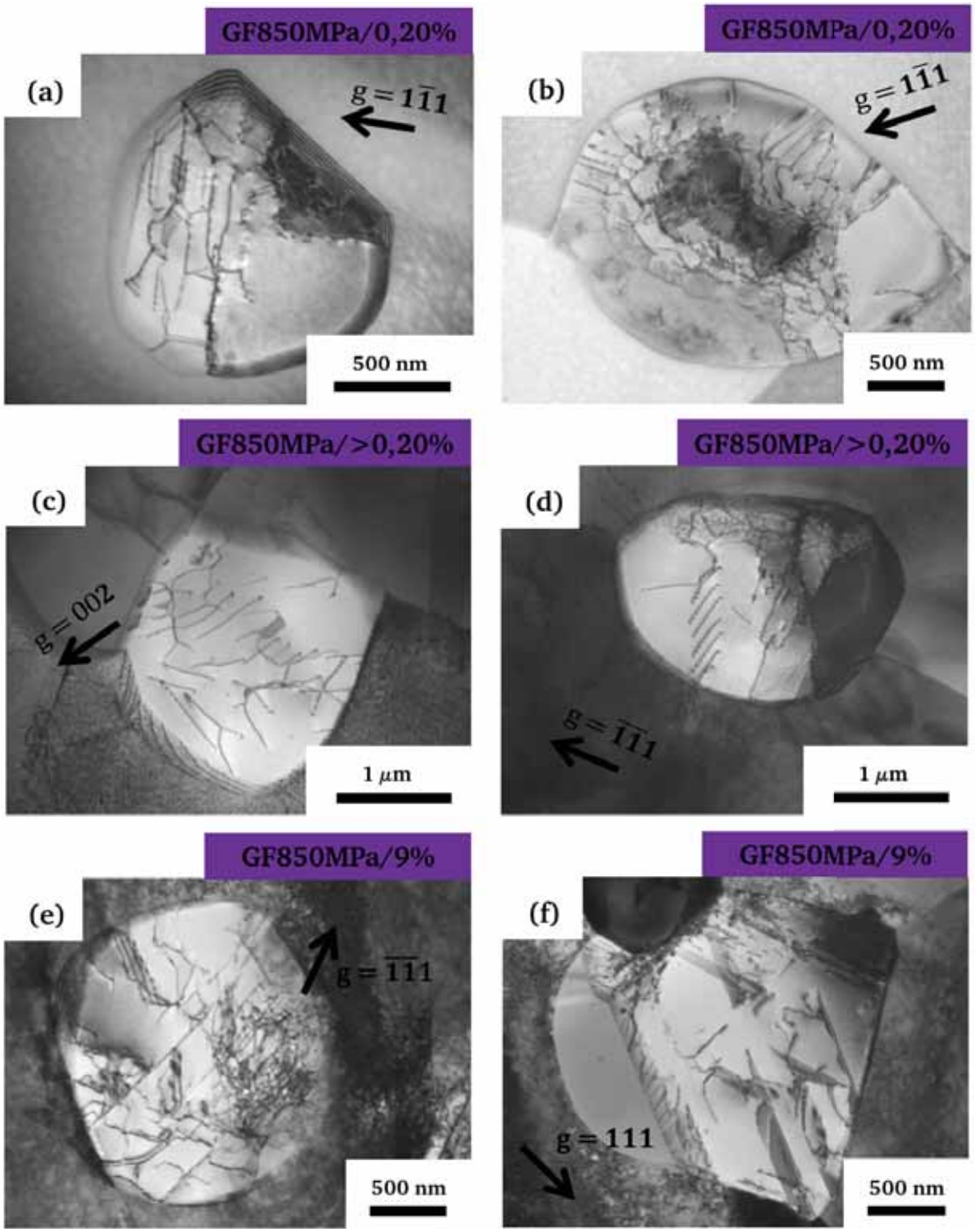

Figure III-19 : Images MET en champ clair de précipités primaires déformés dans des échantillons flués sous 850 MPa.

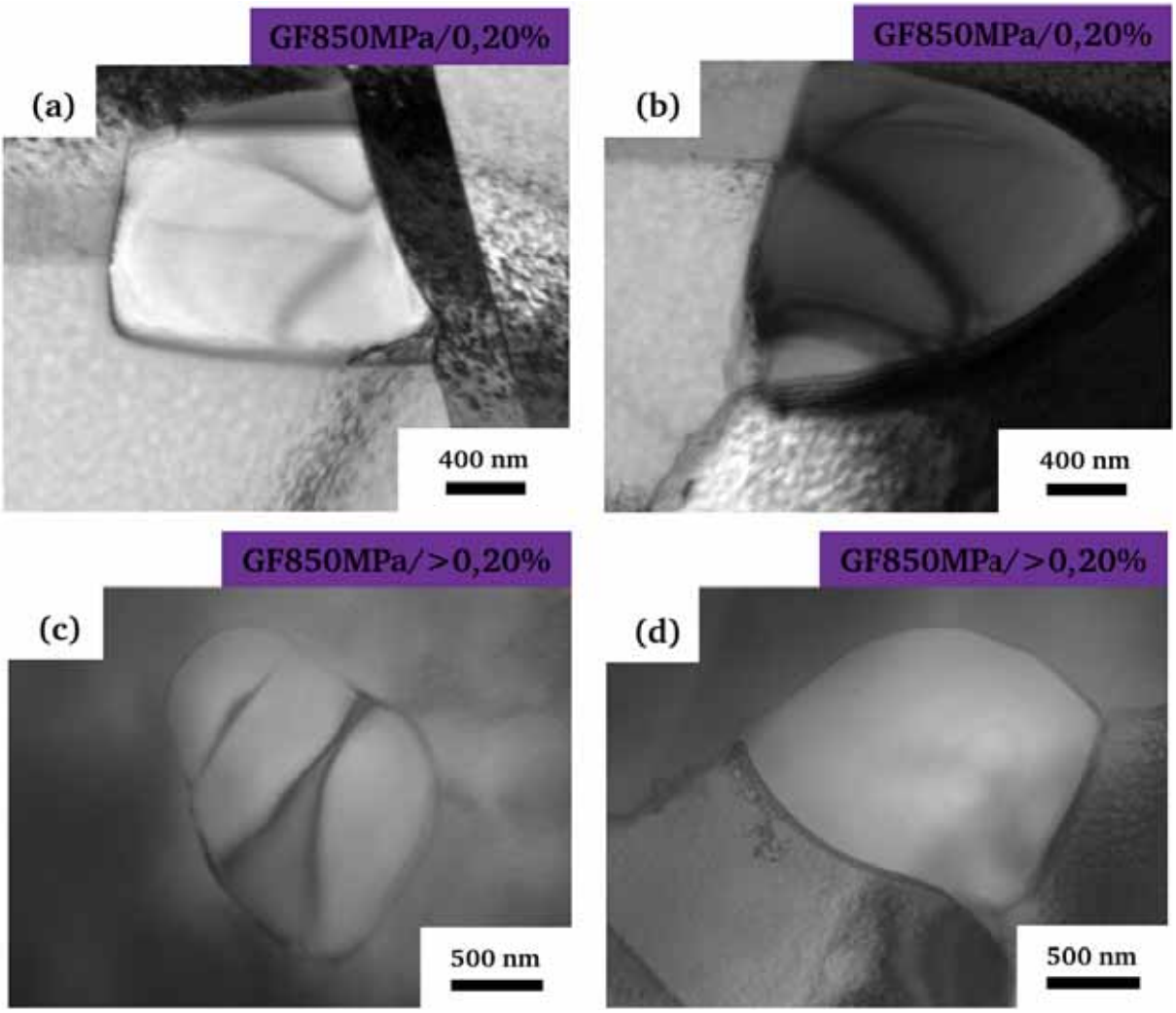

Figure III-20 : Images MET en champ clair de précipités primaires non déformés dans des échantillons flués sous 850 MPa.

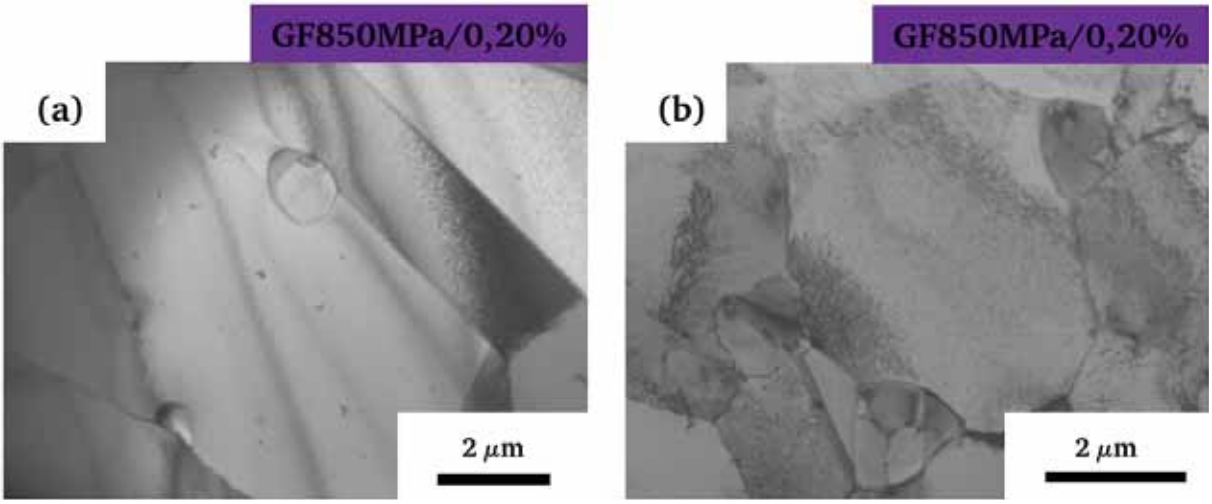

Figure III-21 : Micrographies de grains non déformés dans les échantillons flués sous 850 MPa jusqu'à 0,2 de déformation.

La Figure III-22 (a) et (b) présente les mécanismes de déformation dans les grains d'échantillons GF850MPa/0,2. On constate que les dislocations semblent être émises des précipités primaires, des joints de macles et des joints de grains. Sur ces deux micrographies, la distance parcourue par les dislocations est d'environ 1 micron, elle est deux fois plus grande que celle parcourue par les dislocations présentes dans les échantillons flués sous 600 MPa jusqu'à environ 0,2% de déformation. Le mécanisme de déformation majeur est le contournement d'Orowan par des dislocations parfaites de type a/2 <110>. Lorsque le taux de déformation augmente (échantillons GF850MPa/>0,2), la déformation qui était au départ localisé au voisinage des précipités γ' primaires, des joints de grains et des joints de macles se propage dans les grains comme illustré sur la Figure III-23. Sur cette figure, on observe également des dislocations au cœur du grain, mais leur densité reste cependant supérieure au voisinage des précipités γ' primaires et des joints de macles. Les agrandissements des micromécanismes de déformation de la Figure III-23 (a) (en (b) et (c)) montrent la présence d'ancrages ponctuels des dislocations sur des précipités γ' secondaires en 1 ainsi que de boucles d'Orowan en 2.

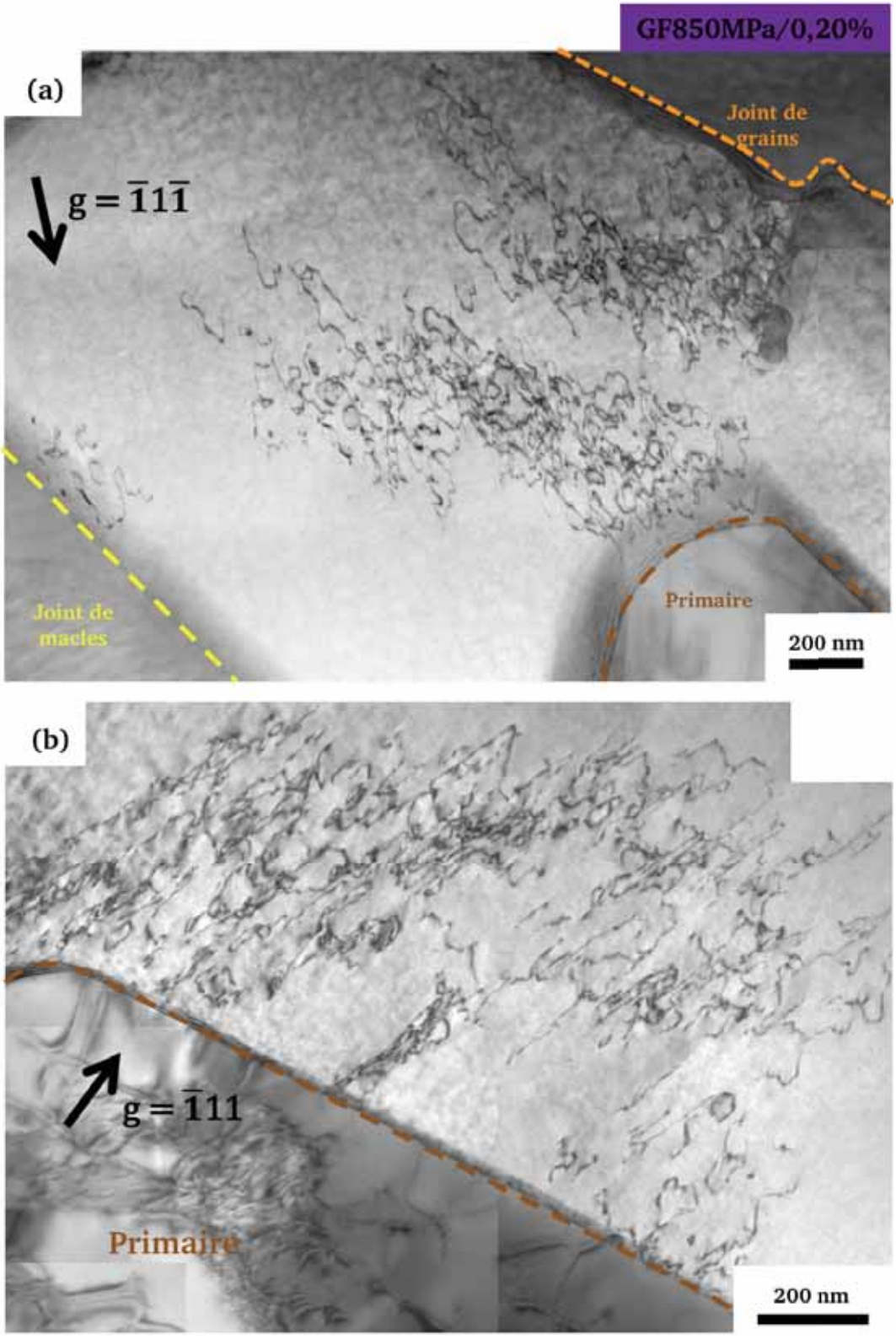

Figure III-22 : Paysage de déformation au voisinage de précipités primaires dans des échantillons flués sous 850 MPa jusqu'à 0,2% de déformation.

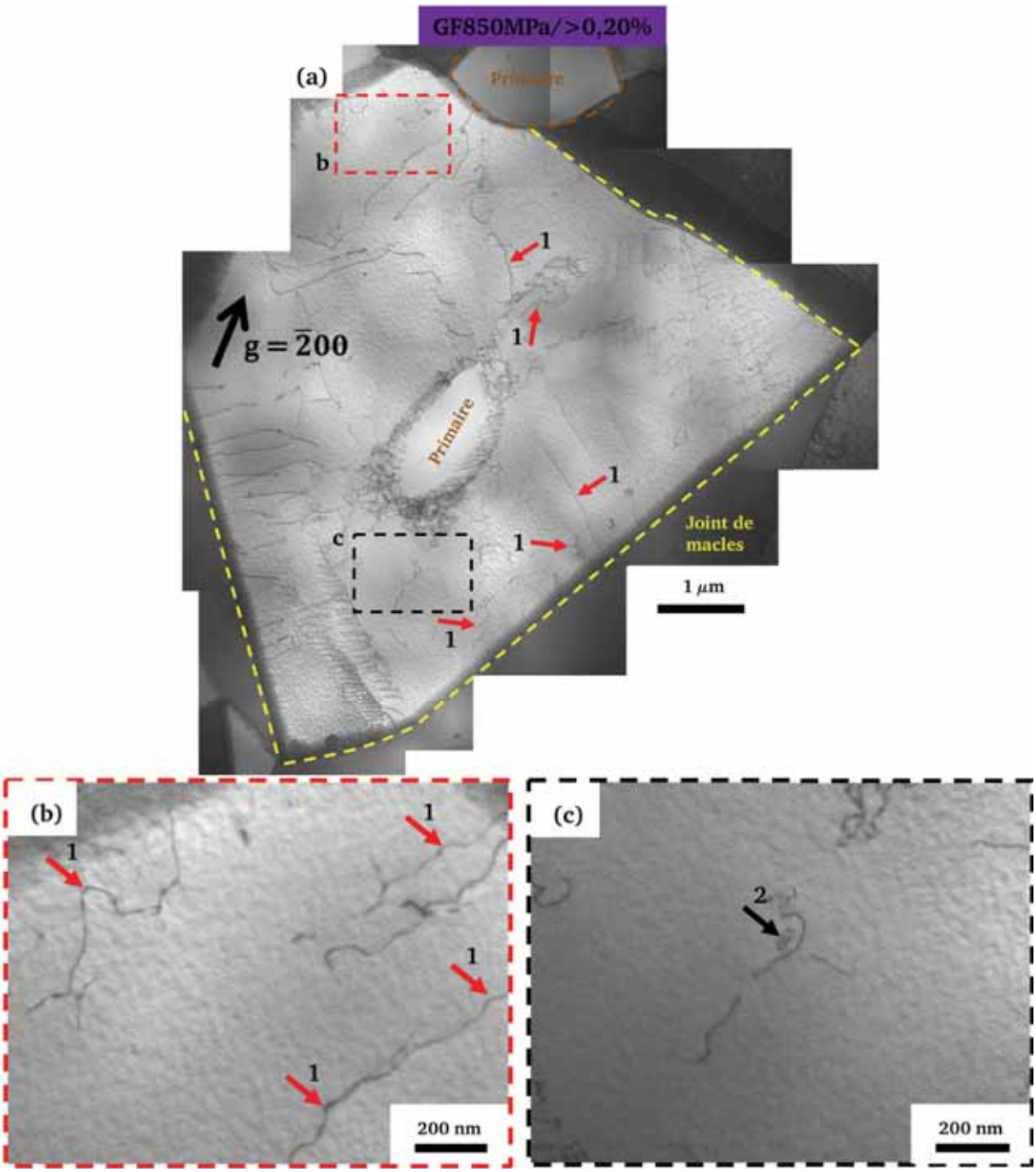

Figure III-23 : Paysages de déformation dans les grains d'échantillons flués à 850 MPa au-dessus de 0,20% de déformation.

À rupture, dans les échantillons flués sous 850 MPa (échantillons GF850MPa/9), on observe sur la Figure III-24 (a) une grande densité de boucles d'Orowan autour des précipités secondaires. De plus, des bandes de glissements en 2 sur la Figure III-24 (b) prouvent que la déformation se fait également par du cisaillement. Enfin, la présence de précipités fautés en 1 indique que le cisaillement se fait par des dislocations partielles. Ces observations rejoignent celles effectuées sur les échantillons flués jusqu'à la rupture sous 600 MPa.

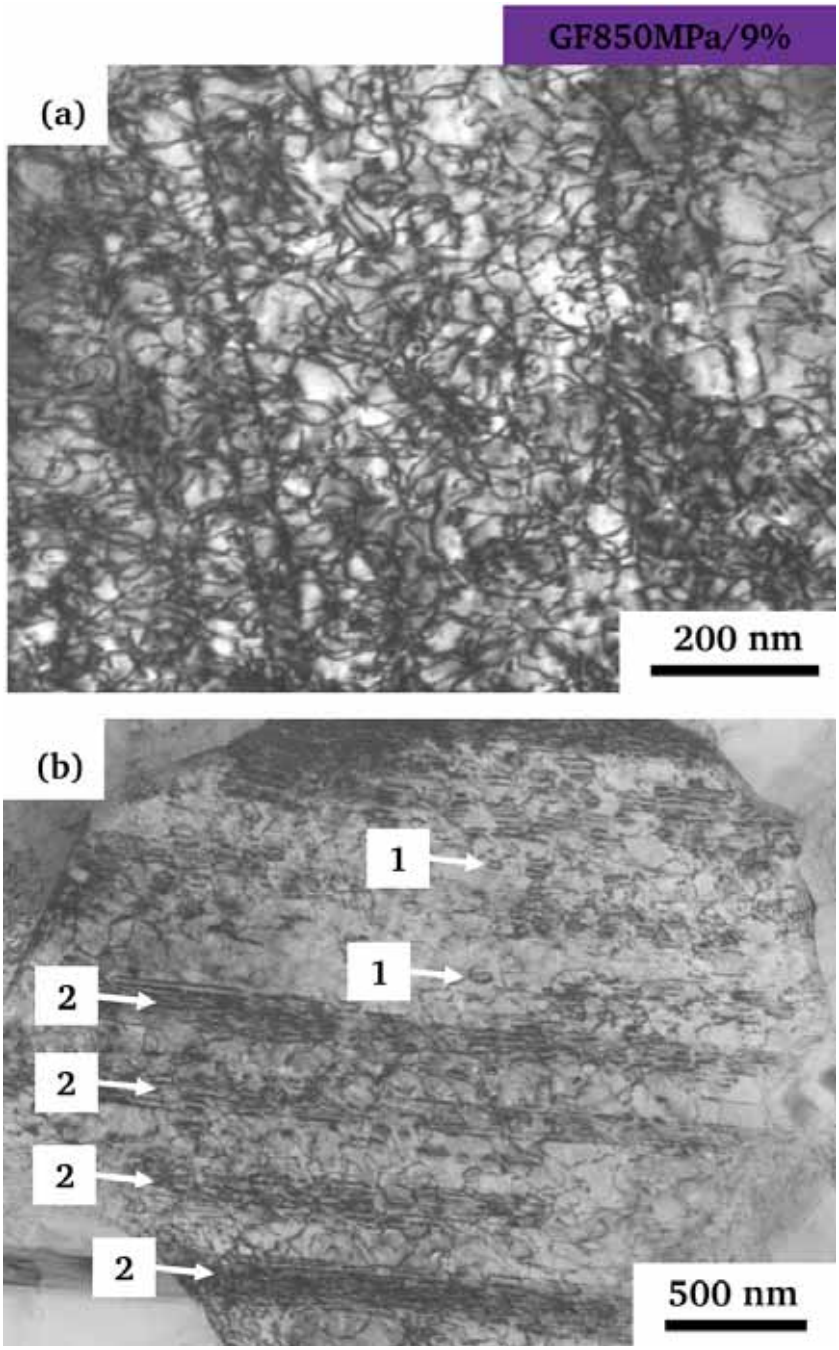

Figure III-24 : Paysage de déformation dans le grain d'un échantillon flué sous 850 MPa jusqu'à la rupture (9% de déformation).

iii. Synthèse

L'étude sur l'évolution des micromécanismes de déformation des échantillons à microstructure grains fins flués à 700°C sous 600 MPa a montré que les précipités primaires jouaient un rôle majeur dans le début de la plasticité. En effet, c'est dans les précipités primaires ou autour de ces derniers que s'amorce la déformation dans les premiers stades. Nous avons également remarqué le rôle significatif joué par les joints de grains et les joints de macles dans l'initiation de la plasticité.

Dans les précipités γ' primaires, les modes de déformation observés sont le cisaillement par des superdislocations de type a<110> et des supershockley de type a/3<112>. Dans les grains, on observe majoritairement du contournement d'Orowan par des dislocations parfaites de type a/2<110>, l'ancrage ponctuel des dislocations sur des précipités γ' secondaires mais également quelques traces de cisaillement par des dislocations partielles.

Les observations MET des échantillons à microstructure GF flués 850 MPa, sont similaires à celles des échantillons flués sous 600 MPa. Néanmoins, sous 850 MPa , nous avons constaté que la propagation des dislocations semble plus facile à cette contrainte que sous 600 MPa.

III.3.b. Échantillons à microstructure GG

i. Essais de fluage sous 600 MPa

- *Paysage de déformation observé au cœur des grains lors d'essais de fluage sous 600 MPa*

Les Figures III-25 à III-28 illustrent les différents micromécanismes de déformation présents aux cœurs des grains des échantillons GG600MPa/0,15.

De manière générale, il convient de distinguer les mécanismes de déformation qui impliquent des dislocations parfaites et ceux qui impliquent des dislocations partielles. Ces deux types de mécanismes ont en effet été observés dans les échantillons à microstructure GG déformés jusqu'à 0,15%.

La Figure III-25 et la Figure III-26 illustrent les mécanismes de déformation par des dislocations parfaites de type a/2<110> dans les plans de type {111}. Le franchissement des précipités γ' tertiaires par le contournement d'Orowan est activé dans ces échantillons comme illustré sur la Figure III-25. De plus, du cisaillement par des dislocations parfaites fortement couplées a été mis en évidence dans nos échantillons : ainsi sur la Figure III-26 on peut distinguer des dislocations parfaites de vecteur de Burgers $b = a/2[10\bar{1}]$ qui glissent dans le plan $(1\bar{1}1)$.

À ces mécanismes impliquant des dislocations parfaites, s'ajoutent des mécanismes de déformation mettant en jeu des dislocations partielles de type a/6<112>. Deux modes de franchissement ont ainsi pu être distingués :

- ceux laissant des fautes dans la matrice et les précipités γ' tertiaires (Figure III-26 dans les plans $(11\bar{1})$ et $(1\bar{1}\bar{1})$ et Figure III-28 dans le plan $(1\bar{1}1)$ et $(\bar{1}\bar{1}1)$ (en A)
- ceux laissant des fautes uniquement dans les précipités γ' tertiaires (Figure III-27 dans le plan (111) et Figure III-28 dans le plan $(\bar{1}\bar{1}1)$ en B) identifiés comme étant le mécanisme de Condat et Décamps.

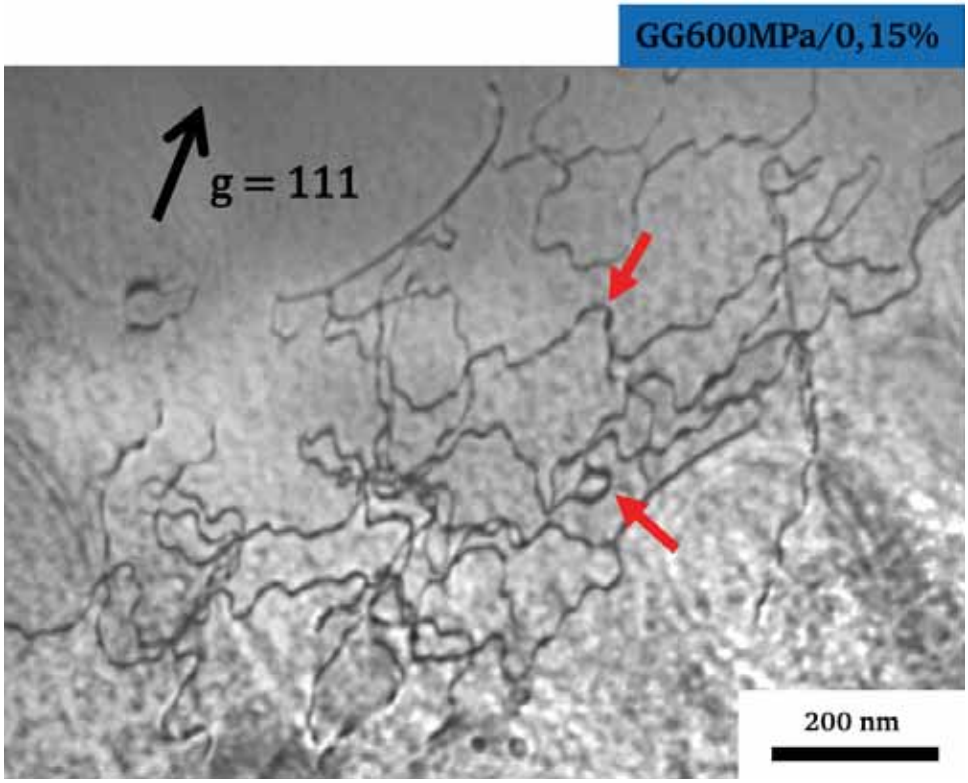

Figure III-25 : Micromécanismes de déformation au cœur des grains d'échantillons flués sous 600 MPa- contournement d'Orowan.

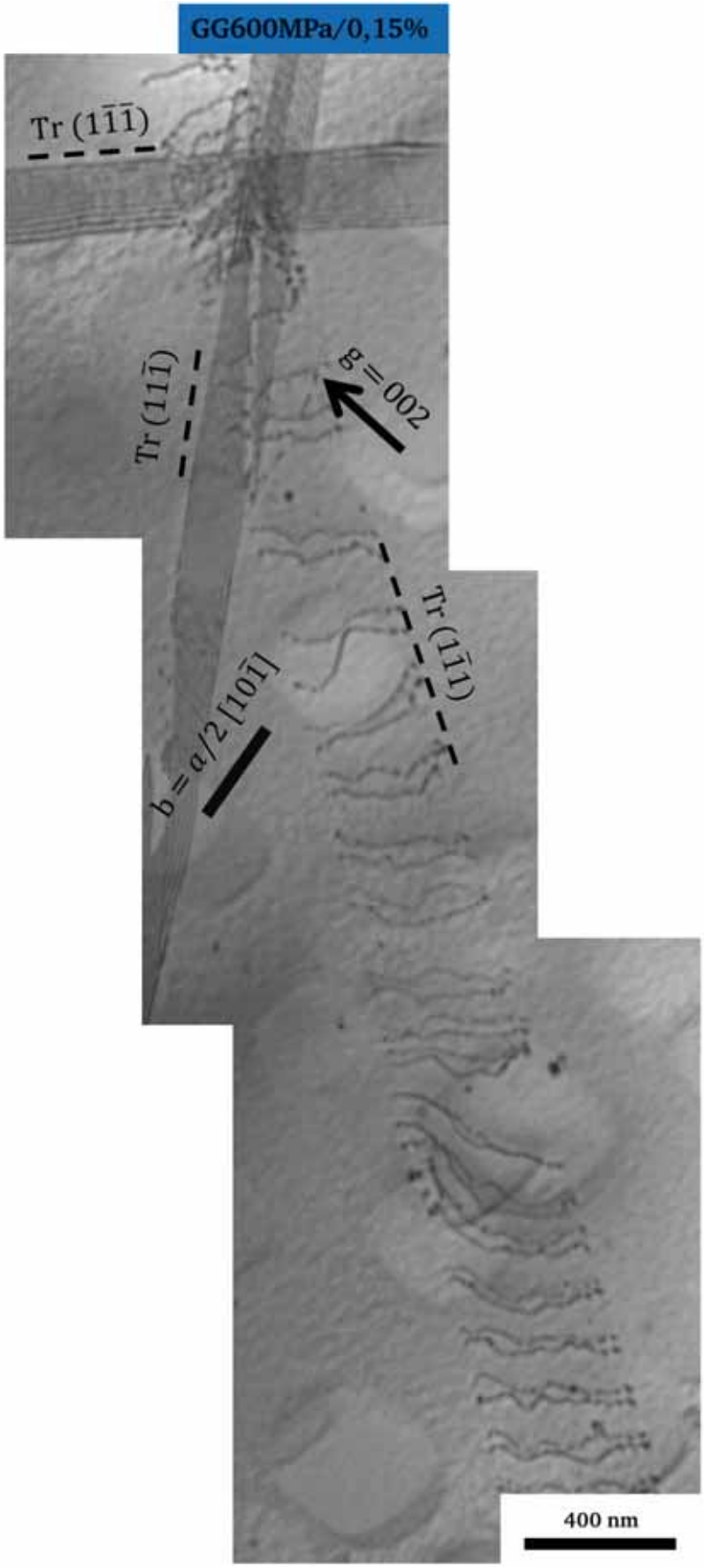

Figure III-26 : Micromécanismes de déformation au cœur des grains d'échantillons flués sous 600 MPa- cisaillement par des dislocations parfaites fortement couplées et par des dislocations partielles.

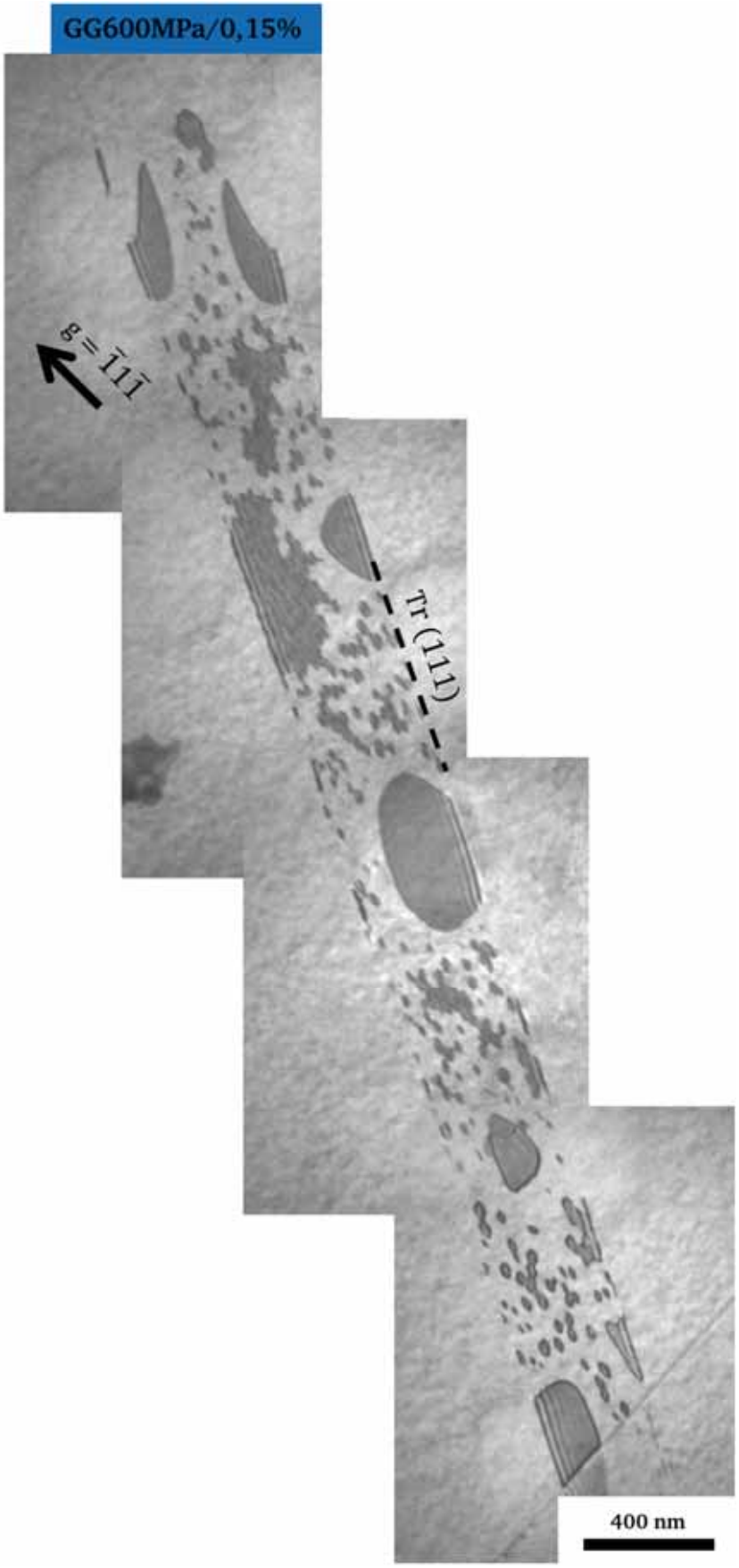

Figure III-27 : Micromécanismes de déformation au cœur des grains d'échantillons flués sous 600 MPa- cisaillement des précipités γ' par le mécanisme de Condat et Décamps.

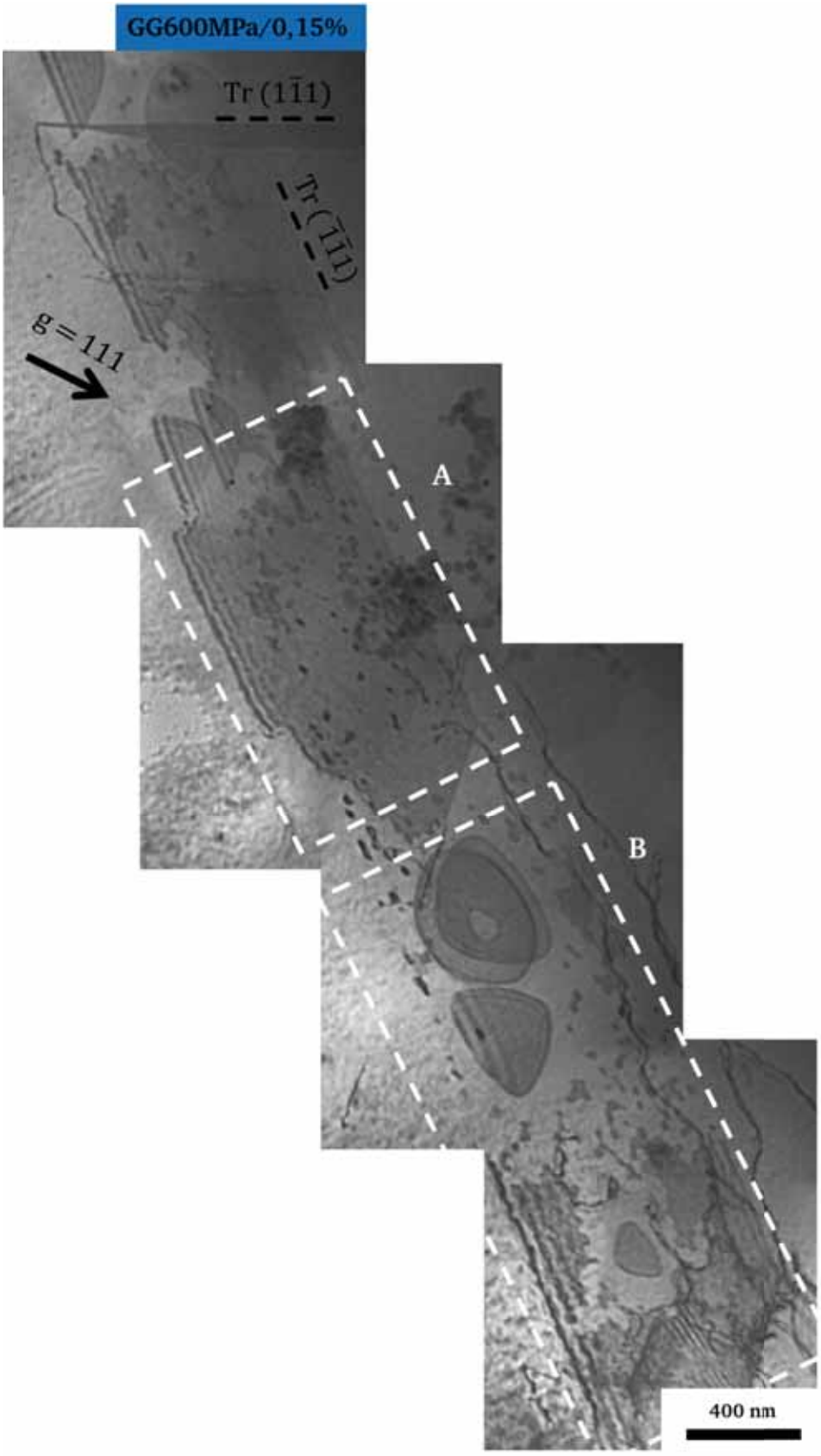

Figure III-28 : Micromécanismes de déformation aux cœurs des grains d'échantillons flués sous 600 MPa- cisaillement des précipités γ' par des dislocations partielles.

- ♦ *Paysage de déformation observé aux joints de grains lors d'essais de fluage sous 600 MPa*

Les Figures III-29 à III-33 montrent les paysages de déformation au voisinage des joints de grains dans les échantillons flués sous 600 MPa.

Sur la Figure III-29 (a), on constate que de nombreuses bandes de glissement sont présentes le long du joint de grains sur plusieurs microns et se propagent à l'intérieur du grain. Sur l'agrandissement de cette figure (Figure III-29 (b)) on peut voir que la déformation au voisinage du joint de grains se fait par des dislocations partielles laissant des fautes dans la matrice et les précipités γ' secondaires et tertiaires. Ces dislocations partielles se propagent dans des plans de glissement de type <111> et un seul système de glissement est actif à gauche et à droite du joint de grains.

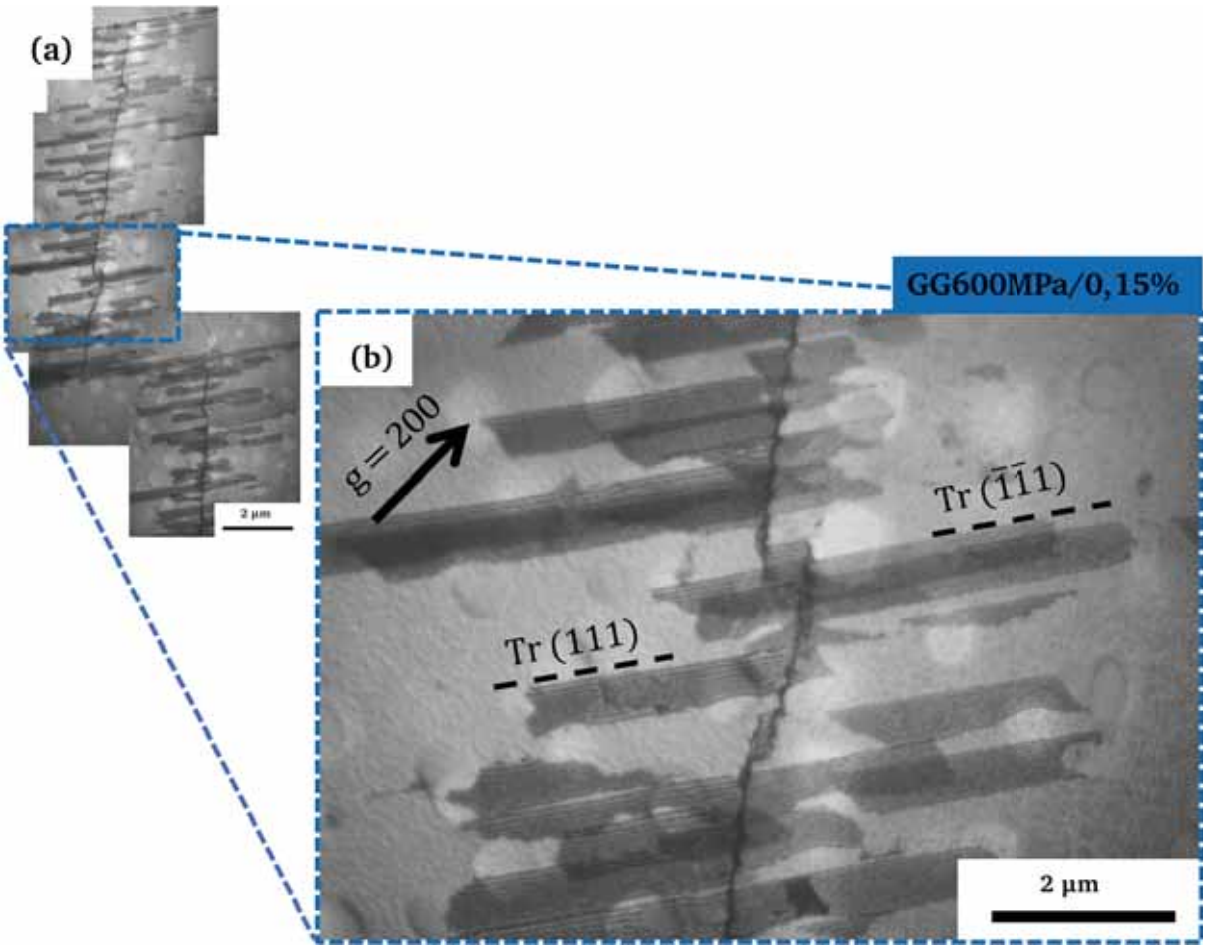

Figure III-29 : a) Vue générale autour d'un joint de grains dans un échantillon flué à 700°C sous 600 MPa jusqu'à environ 0,2% de déformation, b) Agrandissement sur les mécanismes de déformation.

La Figure III-30 représente un autre grain d'un échantillon flué sous 600 MPa. Dans ce grain, la déformation se fait également par des dislocations partielles. On observe un mécanisme laissant des fautes dans la matrice et les précipités γ' secondaires et tertiaires (Figure III-30 (a1)). Les premières observations laissaient penser que dans ce grain un seul système de glissement qui traverse tout le grain était activé. Cependant d'autres observations montrent la présence d'un second système de glissement (Figure III-31). Sur cette micrographie, on constate que ce deuxième système de glissement ne traverse pas entièrement le grain.

La Figure III-32 est un agrandissement de l'interface de la zone 2 de la Figure III-30. Sur cette figure, on constate que la déformation au joint de macle (dans la zone A) se fait par des dislocations parfaites qui glissent dans le plan $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$, mais aussi par du contournement d'Orowan par des dislocations parfaites (indiqué par des flèches sur la Figure III-32).

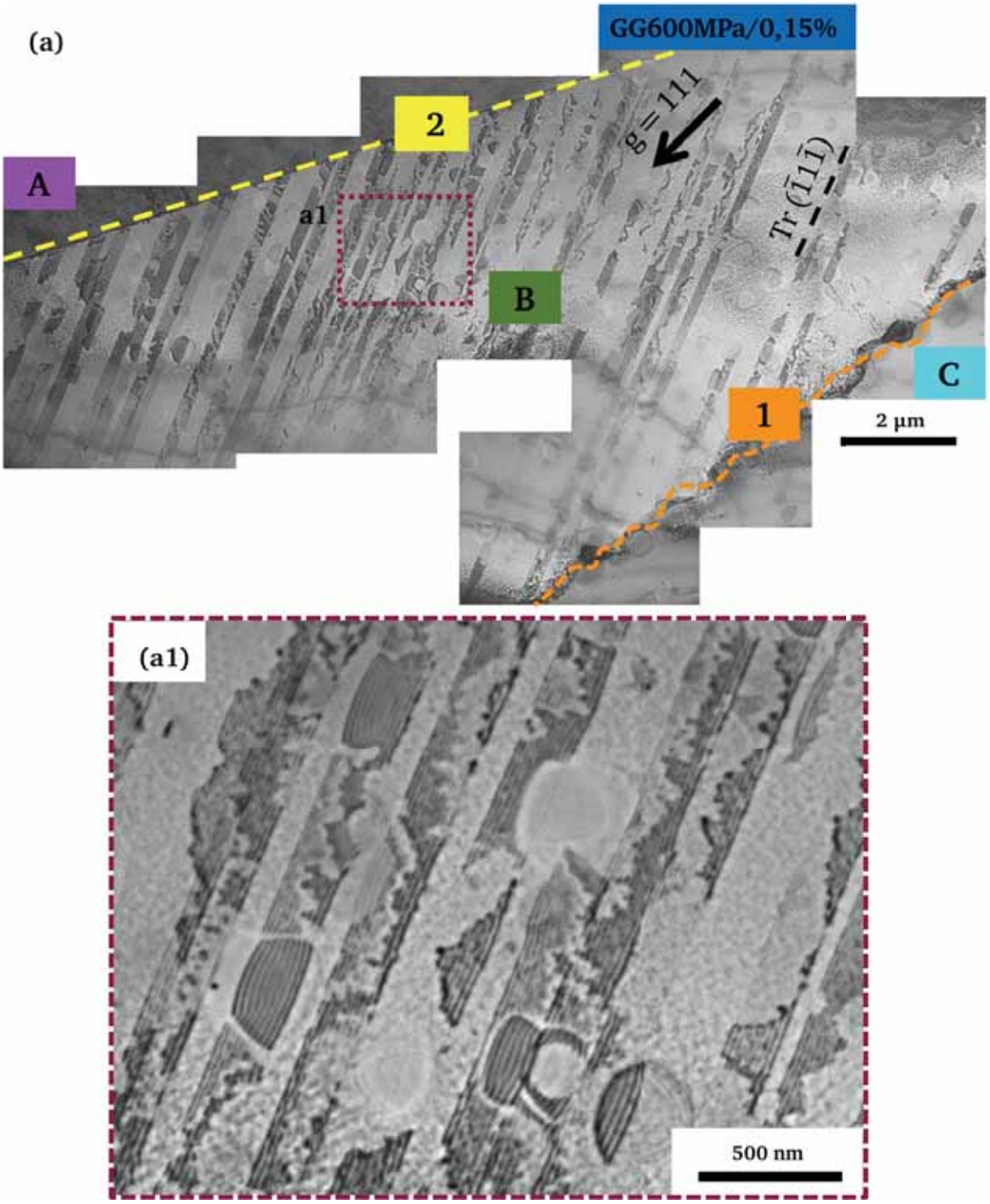

Figure III-30 : a) Vue générale d'un grain dans un échantillon flué à 700°C sous 600 MPa jusqu'à environ 0,2% de déformation, a1) Agrandissement de la zone a1. Les pointillés jaunes soulignent le joint de macle et les pointillés orange le joint de grains.

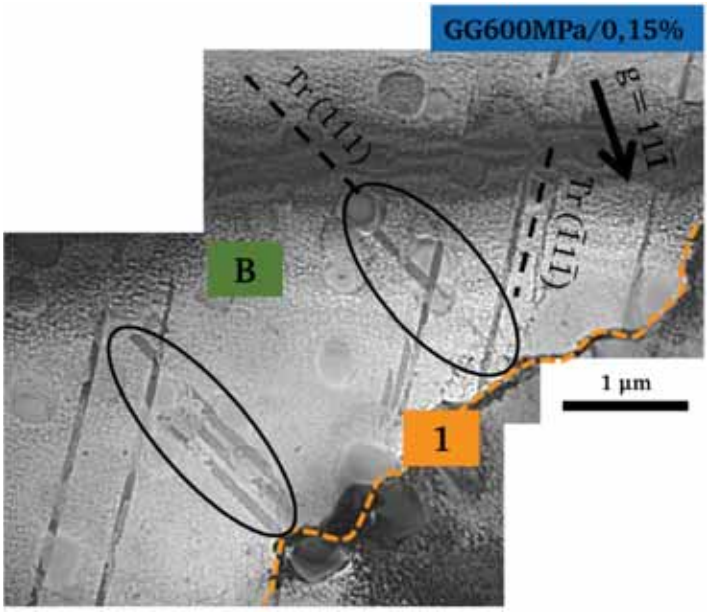

Figure III-31 : Agrandissement de la zone 1 de la Figure III-30.

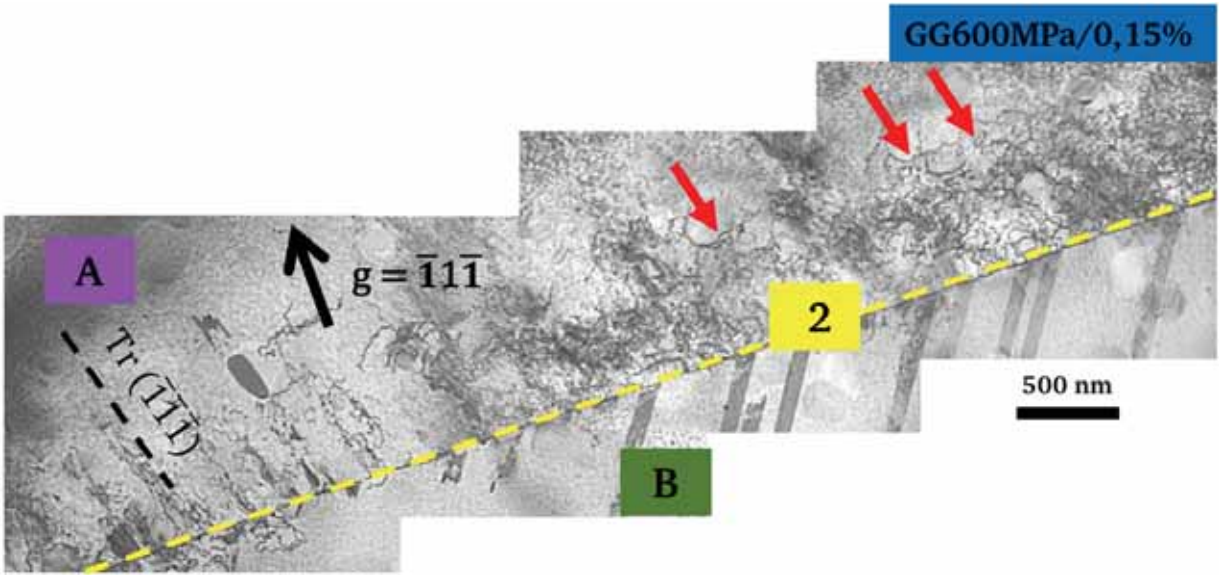

Figure III-32 : Agrandissement de la zone 2 de la Figure III-30.

Sur la Figure III-33 on peut voir un paysage de déformation autour d'un troisième joint de grains présent dans un échantillon GF600MPa/0,15. Sur cette figure, on constate que la déformation se fait par des dislocations partielles cisaillant les précipités γ' secondaires et tertiaires et par des dislocations partielles cisaillant la matrice et les précipités γ' secondaires et tertiaires. Il apparaît qu'à gauche et à droite du joint deux systèmes de glissements sont activés. Toutefois, on s'aperçoit que parmi les deux systèmes de glissements actifs à gauche ou à droite, un système de glissement possède une plus grande densité de dislocations et participe donc plus

à la déformation du grain. Dans le grain à gauche le plan $(11\bar{1})$ est favorisé pour le glissement des dislocations et dans le grain à droite, c'est le plan $(1\bar{1}1)$ qui est privilégié.

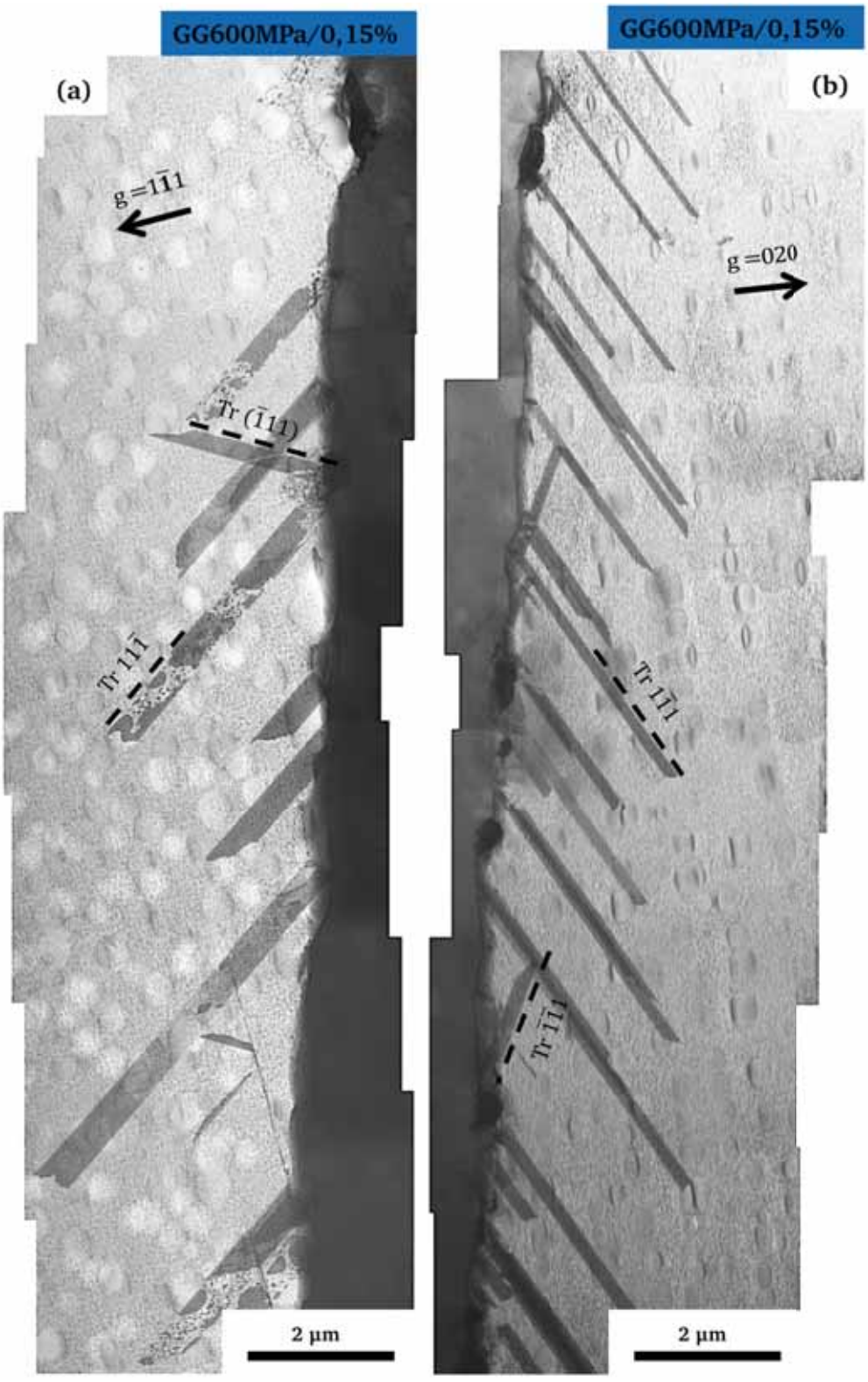

Figure III-33 : Paysage de déformation au voisinage d'un joint de grains d'un échantillon flué à 700°C sous 600 MPa jusqu'à environ 0,2% de déformation.

ii. Essais de fluage sous 850 MPa

- ♦ *Paysage de déformation observé au cœur des grains lors d'essais de fluage sous 850 MPa*

Les différents micromécanismes de déformation présents dans les échantillons GG850MPa/0,23 sont illustrés sur les Figures III-34 à III-36. Comme à 600 MPa, on observe sur la Figure III-34 le cisaillement par des dislocations parfaites fortement couplées dans le plan $(1\bar{1}1)$ avec un vecteur de Burgers $b = a/2[\bar{1}01]$ ainsi que le contournement d'Orowan sur la Figure III-35 (b). Les mécanismes impliquant des dislocations partielles dans les plans $(\bar{1}11)$ et $(\bar{1}1\bar{1})$ sont respectivement illustrés sur la Figure III-34 et Figure III-35 (a). Sur cette dernière figure, le mécanisme de Condat et Décamps peut être identifié.

Sur la Figure III-36, on constate la coexistence dans le même grain d'une multitude de micromécanismes de déformation impliquant des dislocations parfaites et partielles. On observe en :

- A, des dislocations parfaites faiblement couplées dans le plan $(\bar{1}11)$,
- B, dans le même plan $(\bar{1}11)$, le cisaillement des précipités γ' secondaires et tertiaires puis le cisaillement de la matrice et des précipités γ' secondaires et tertiaires par des dislocations partielles,
- C, le cisaillement de la matrice et des précipités γ' secondaires et tertiaires par des dislocations partielles dans le plan (111),
- et en D, le cisaillement des précipités γ' secondaires et tertiaires qui suggère le mécanisme de Condat et Décamps dans le plan $(1\bar{1}1)$.

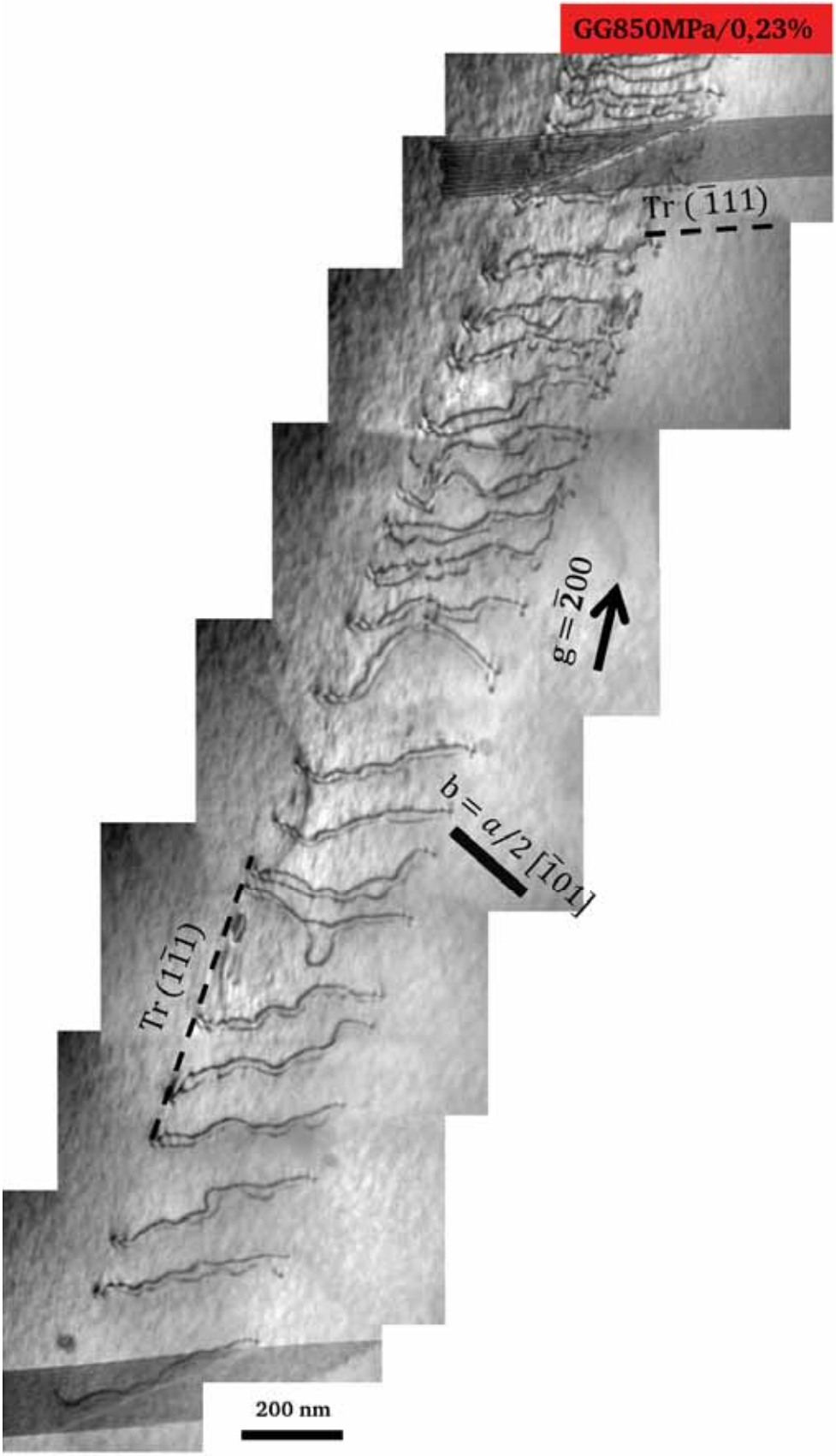

Figure III-34 : Micromécanismes de déformation au cœur des grains d'échantillons flués sous 850 MPa – cisaillement par des dislocations parfaites et partielles.

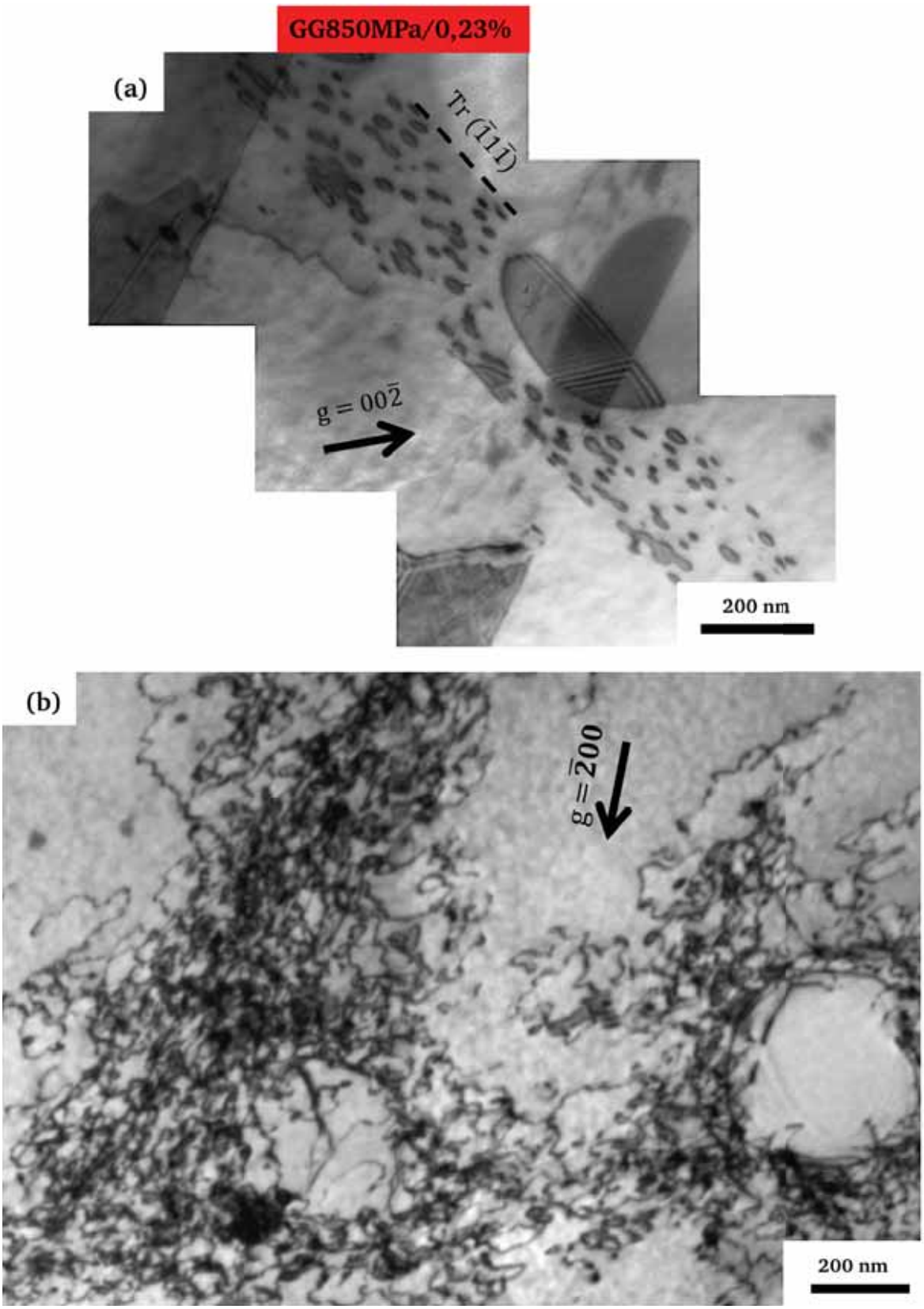

Figure III-35 : Micromécanismes de déformation au cœur des grains d'échantillons flués sous 850 MPa (a) cisaillement par le mécanisme de Condat et Décamps (b) contournement d'Orowan.

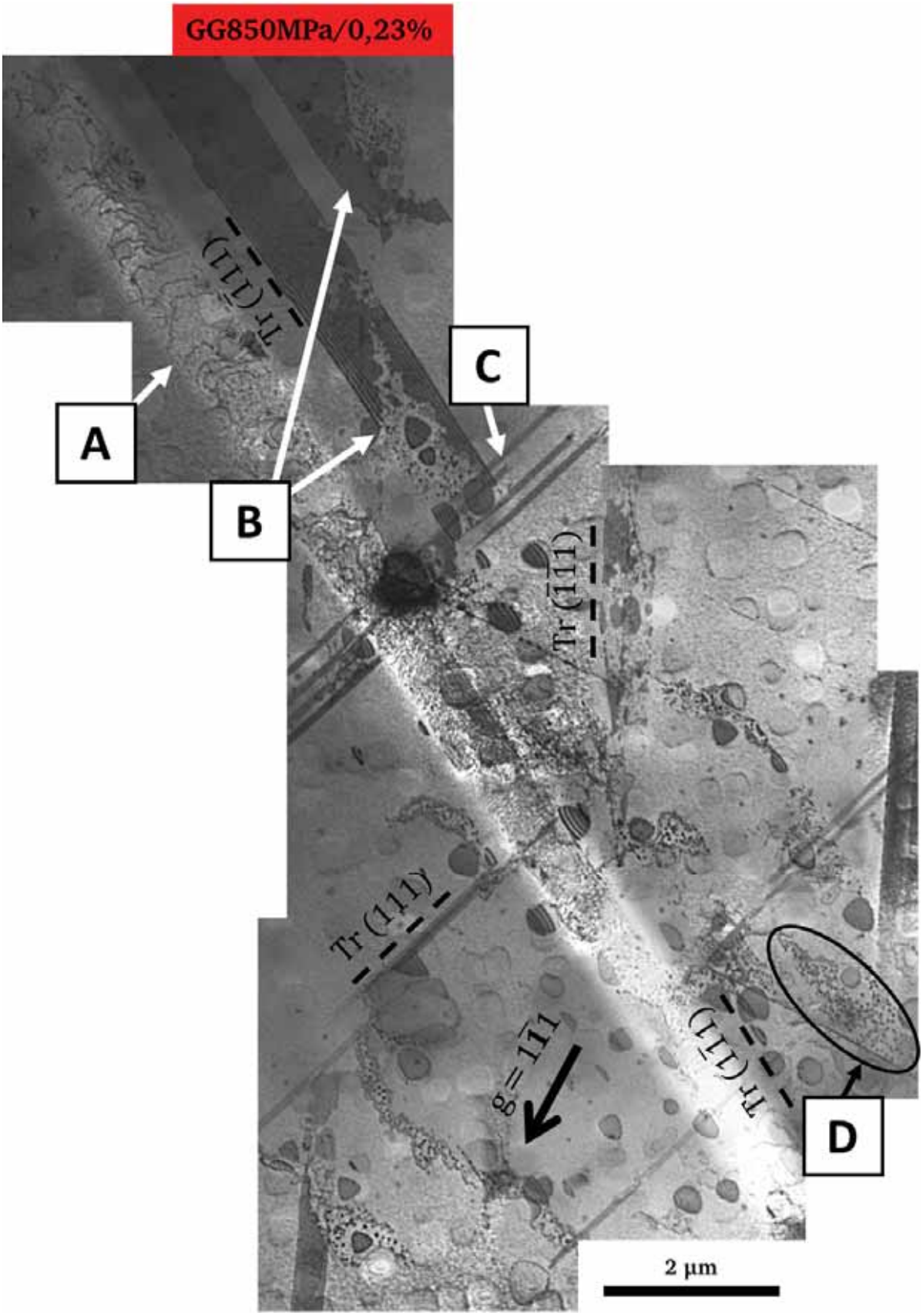

Figure III-36 : Coexistence de différents micromécanismes de déformation au cœur des grains d'échantillons flués sous 850 MPa.

♦ *Paysage de déformation observé aux joints de grains lors d'essais de fluage sous 850 MPa*

Les Figures III-37 à III-40 montrent les paysages de déformation aux voisinages des joints de grains dans les échantillons flués sous 850 MPa.

La Figure III-37 et la Figure III-38 illustrent les paysages de déformation dans deux grains adjacents. Dans ces grains, on observe en :

- A, le mécanisme de Condat et Décamps,
- B, le cisaillement de la matrice et des précipités γ' secondaires et tertiaires par des dislocations partielles,
- C, des dislocations parfaites de type a/2 <110>,
- D, dans le même plan, le cisaillement des précipités γ' secondaires et tertiaires seuls puis le cisaillement de la matrice et des précipités γ'secondaires et tertiaires.

Dans ces grains, trois systèmes de glissement sont activés à gauche et deux à droite. De plus, les bandes de glissement s'arrêtent à l'intérieur des grains. On peut donc supposer que c'est depuis le joint de grains que sont émises les bandes de glissement.

Les Figures III-39 à III-40 présentent les paysages de déformation de deux grains adjacents à un autre joint de grains. Comme précédemment, la déformation se fait par des dislocations partielles et parfaites. Sur la Figure III-39 on aperçoit en A du cisaillement par des dislocations parfaites couplées, en B le cisaillement des précipités γ' secondaires par le mécanisme de Condat et Décamps et en C le cisaillement de la matrice et des précipités γ' secondaires et tertiaires par des dislocations partielles. Ce mécanisme est également observé à droite du joint. Dans ce dernier grain, d'autres observations ont révélé la présence de nombreuses dislocations parfaites. De même, dans ces deux grains, plusieurs systèmes de glissements sont activés (deux dans le grain de gauche et trois dans le grain de droite).

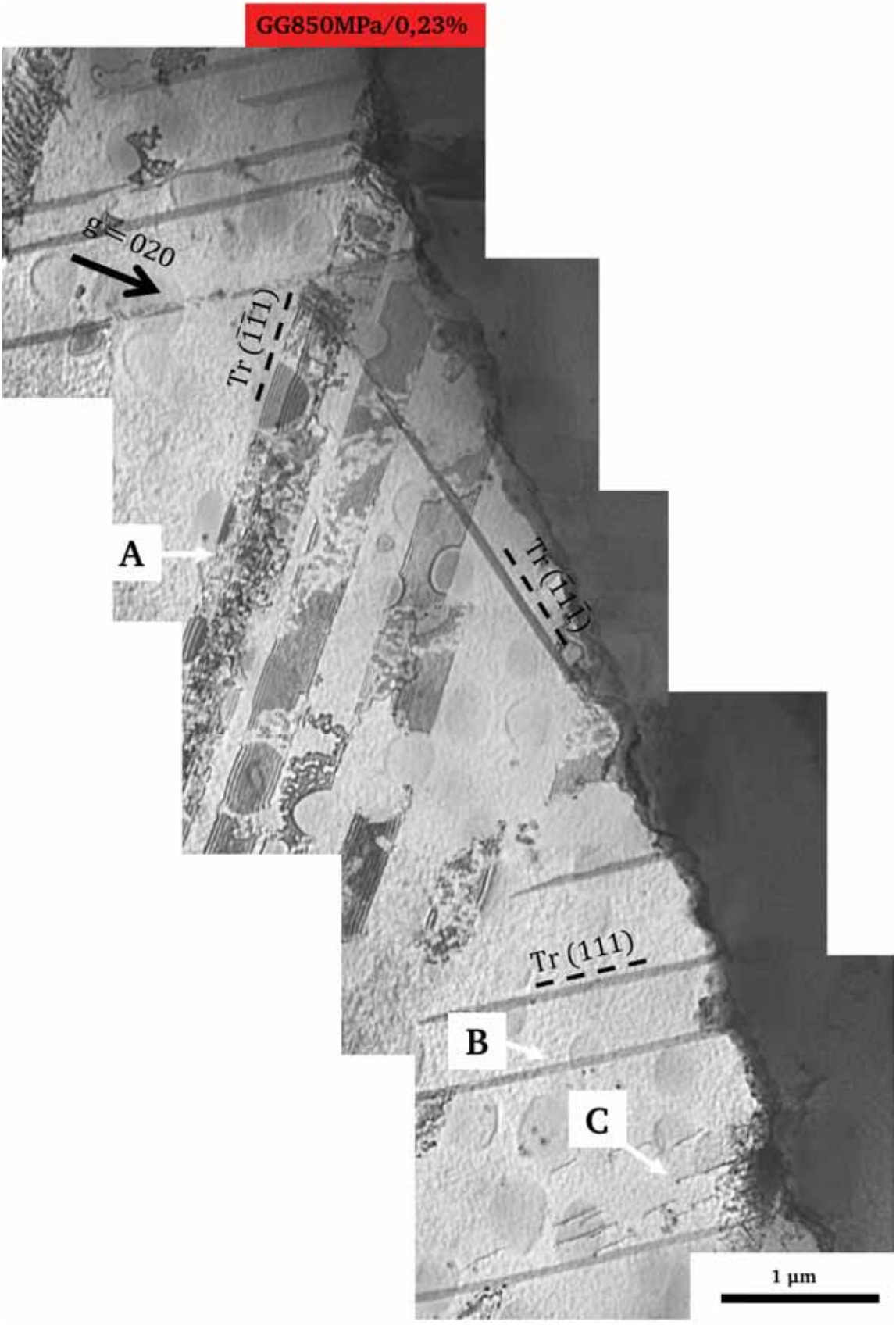

*Figure III-37 : Paysage de déformation au voisinage d'un premier joint de grains présent dans un échantillon flué à 700°C sous 850 MPa jusqu'à 0,2% de déformation – grain à **gauche** du joint.*

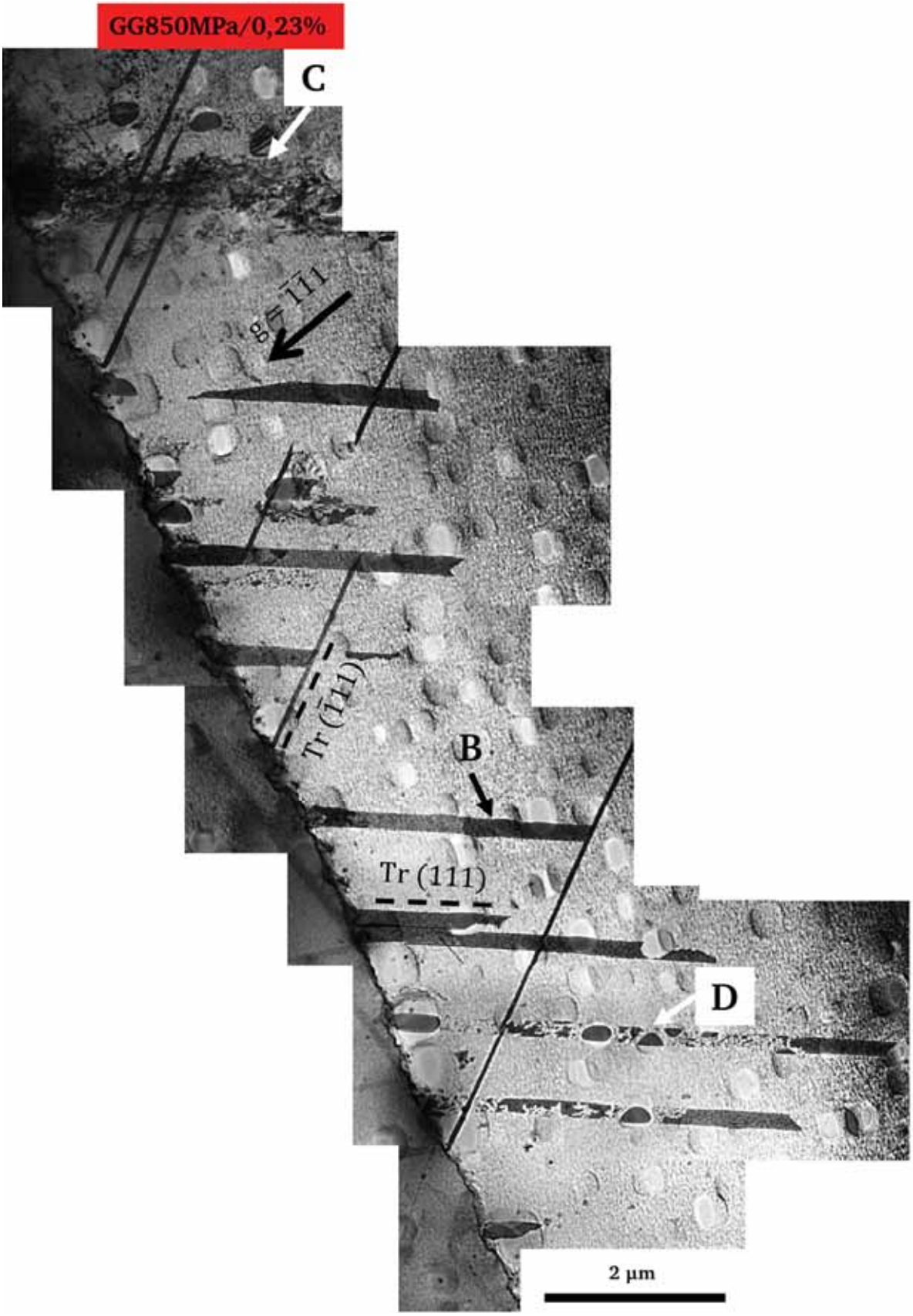

*Figure III-38 : Paysage de déformation au voisinage d'un premier joint de grains présent dans un échantillon flué à 700°C sous 850 MPa jusqu'à 0,2% de déformation – grain à **droite** du joint.*

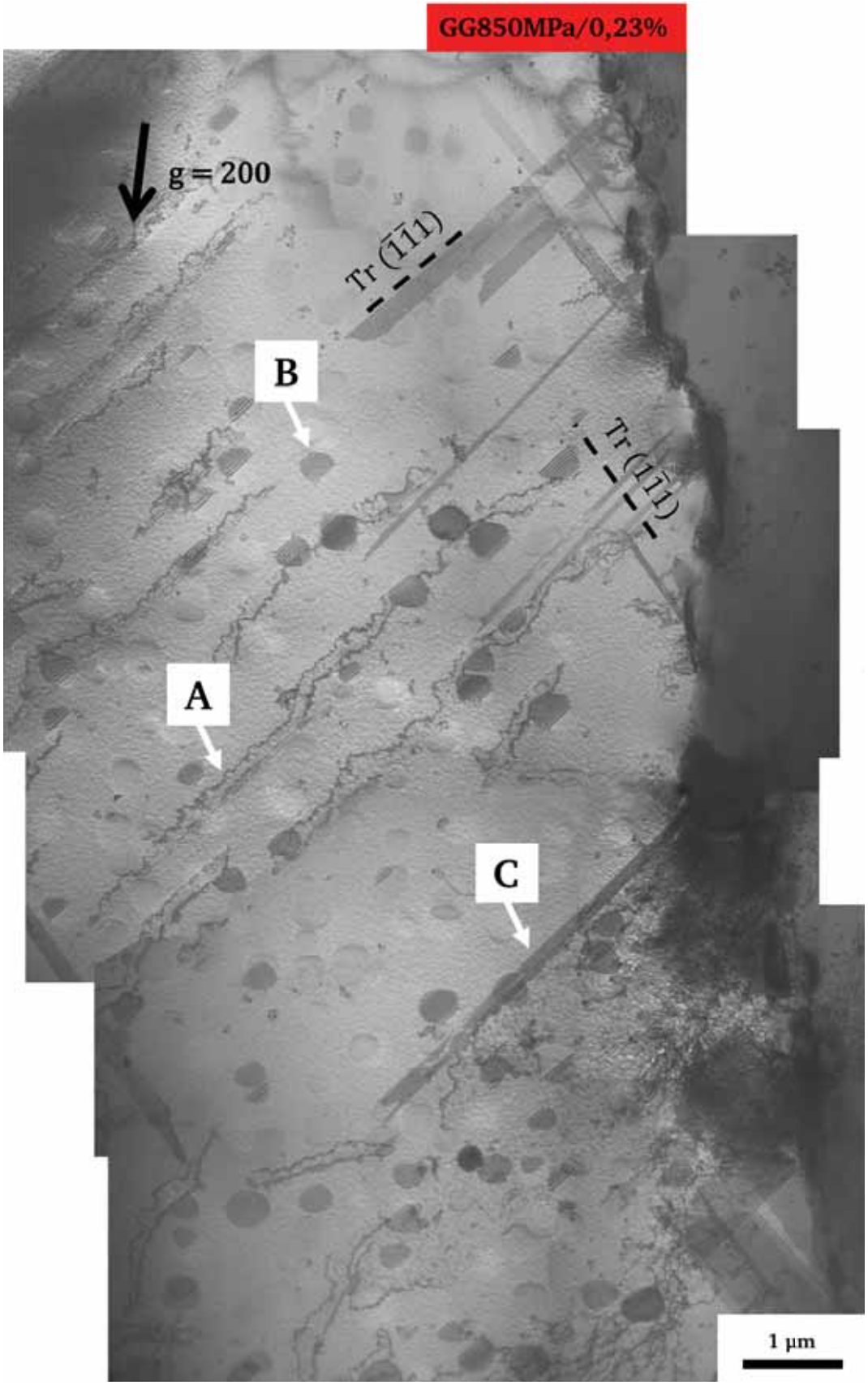

*Figure III-39 : Paysage de déformation au voisinage d'un deuxième joint de grains présent dans un échantillon flué à 700°C sous 850 MPa jusqu'à environ 0,2% de déformation – grain à **gauche** du joint.*

*Figure III-40 : Paysage de déformation au voisinage d'un deuxième joint de grains présent dans un échantillon flué à 700°C sous 850 MPa jusqu'à environ 0,2% de déformation – grain à **droite** du joint.*

iii. Synthèse

Les observations MET *post mortem* des échantillons à microstructure GG ont montré la coexistence de micromécanismes de déformation classiquement rencontrés dans la littérature. Quelle que soit la contrainte appliquée durant l'essai de fluage, la déformation aux cœurs des grains se produit par le cisaillement par des dislocations parfaites couplées, par le contournement d'Orowan par des dislocations parfaites, mais aussi par le cisaillement des précipités γ' secondaires et tertiaires et de la matrice γ par des dislocations partielles. L'observation aux joints de grains a montré la présence de nombreux systèmes de glissement actif au voisinage des joints de grains. Dans les échantillons flués sous 600 MPa un ou deux systèmes de glissement sont actifs alors que sous 850 MPa on observe l'activation systématique d'un plus grand nombre de systèmes de glissement.

III.4. Bilan sur les micromécanismes de déformation observés

Les différentes observations MET des échantillons à microstructures GF et GG flués sous 600 MPa et 850 MPa ont révélé la coexistence d'une multitude de micromécanismes de déformation. Nous allons dans cette partie faire une synthèse des différents micromécanismes observés.

III.4.a. Micromécanismes de déformation dans les précipités γ' primaires

Dans les précipités γ' primaires nous avons observés du cisaillement par des superdislocations de type a<110> et par des supershockley de type a/3<112> lorsque le taux de déformation est supérieur à 0,2% quelle que soit la contrainte appliquée.

Des dislocations dans les précipités γ' primaires ont également été observées par Laurence dans le René 65. D'après cet auteur, ces dislocations très rectilignes, et anguleuses sont immobiles et créées lors du forgeage **[Laurence, 2016]**. Cependant, d'autres auteurs ont montré que les précipités γ' jouent un rôle dans la déformation de l'alliage **[Flageolet, 2005; Yuan, 2013]**.

Dans son étude, Flageolet observe le cisaillement des précipités γ' primaires présents dans le N18 par des supershockley de type a/3<112> après des essais de fatigue-fluage sous 775 MPa à 700°C. Lorsqu'avant les essais de fluage-fatigue les échantillons sont vieillis 300 h à 800°C, les précipités γ' primaires sont cisaillés par des superdislocations de type a<110>. Dans le N18 c'est l'effet du vieillissement qui entraîne le changement du mode de déformation alors que dans l'AD730^{TM} c'est le taux de déformation.

III.4.b. Micromécanismes de déformation dans les grains

L'observation *post mortem* des échantillons à microstructures GF et GG flués sous 600 MPa et 850 MPa a montré une diversité de micromécanismes qui contrôlent la déformation.

Dans les échantillons à microstructure GF nous avons remarqué le contournement d'Orowan par des dislocations parfaites, l'ancrage ponctuel des dislocations parfaites sur les précipités γ' secondaires ainsi que le mécanisme de Condat et Décamps initié par des dislocations parfaites.

Dans les échantillons à microstructure GG, les observations MET ont montré qu'au cœur des grains d'échantillons flués sous 600 MPa et 850 MPa la déformation se faisait par le cisaillement par des dislocations parfaites fortement et faiblement couplées, le contournement d'Orowan, ainsi que le cisaillement par le mécanisme de Condat et Décamps.

Ces différents modes de déformation ont été observés et analysés par plusieurs autres auteurs **[Caron, 1988; Link, 1992; Décamps, 1991,1994 ; Zhang, 2001; Kolbe, 2001]**.

De plus, nous avons observé dans le même plan le cisaillement de la matrice γ et des précipités γ' secondaires et tertiaires puis le cisaillement des précipités γ' secondaires et tertiaires seuls. Ce mécanisme a été considéré par Raujol comme un phénomène de « filtrage » des dislocations **[Raujol, 2004]**. Dans cette configuration, le mécanisme de Condat et Décamps laissant des fautes dans les précipités γ' est d'abord observé. Ensuite, dans le même plan, la matrice est également fautée. Selon Raujol, la diminution de la taille des couloirs entraîne la décorrélation des dislocations parfaites en partielles ce qui provoque le cisaillement de la matrice et des précipités.

III.5. Effet de la taille des grains sur les micromécanismes de déformation

La comparaison des paysages de déformation d'échantillons à microstructures GF et GG a permis de mettre en évidence de nombreuses différences. Quelle que soit la contrainte appliquée durant les essais de fluage, dans les échantillons à microstructure GF la déformation se fait dans et au voisinage des précipités γ' primaires. Dans ces précipités γ' primaires on observe le cisaillement par des superdislocations et par des supershockley. Dans les grains, le cisaillement par des dislocations parfaites et partielles ainsi que du contournement d'Orowan sont les mécanismes de déformation mis en évidence.

Dans les échantillons à microstructure GG, au cœur des grains, la déformation se fait par le cisaillement de dislocations parfaites couplées, du contournement d'Orowan ainsi que le cisaillement de la matrice et des précipités par des dislocations partielles. Aux joints de grains

de ces échantillons, on observe l'activation de plusieurs systèmes de glissement émis depuis les joints de grains.

Sur les courbes de fluage sous 600 MPa des échantillons à microstructures GF et GG (Figure III-2 (a)) deux cas sont visibles :

- pour des temps inférieurs à 400 h, les échantillons GF et GG ont le même comportement macroscopique. On peut supposer que la plasticité localisée au voisinage et dans les précipités γ' primaires des échantillons à microstructure GF induit une vitesse de déformation égale à celle causée par le cisaillement par des dislocations parfaites et partielles, le contournement d'Orowan ainsi que la propagation de systèmes de glissement aux joints de grains dans les échantillons à microstructure GG.
- Pour des temps à rupture supérieurs à 400 h, on a une augmentation de la vitesse de déformation des échantillons à microstructure GF. On peut en déduire que les mécanismes mis en jeu dans les échantillons GF entraînent une déformation plus rapide de l'alliage que ceux présents dans les échantillons à microstructure GG.

Ces résultats montrent que l'effet de la taille des grains n'intervient que lorsque les durées des essais de fluage sont supérieures à 400 h. Or de nombreuses études ont montré l'importance d'une microstructure gros grains pour l'obtention de meilleures propriétés en fluage **[Bain, 1988; Torster, 1997; Jackson, 1999; Reed, 2006]**. Cependant, une taille de grain faible entraîne la diminution du libre parcours moyen des dislocations ce qui a pour effet de renforcer le matériau. Des études ont montré que les joints de grains agissaient à la fois comme des sources de dislocations et des obstacles à la déformation **[Krol, 2004; Flageolet, 2005; Laurence, 2016; Kozar, 2009]**. Selon certaines de ces études, les précipités γ' primaires présents dans les échantillons à microstructure GF peuvent également renforcer le matériau, car ils agissent comme les joints de grains **[Flageolet, 2005; Kozar, 2009]**.

Lors des essais de traction à 621°C du superalliage polycristallin IN100, Kozar observe l'accumulation puis le glissement des dislocations dans les précipités γ' primaires. Il suggère donc que le glissement des dislocations dans les précipités γ' primaires ou gros précipités γ' secondaires activés par la température serait un autre mode de durcissement des alliages **[Kozar, 2009]**..

Nos observations MET ont montrés une grande densité de dislocations dans les précipités γ' primaires présents dans les échantillons à microstructure GF aux premiers stades de la déformation ce qui a également pour effet de durcir ces échantillons.

En nous basant sur les résultats du diagramme de Norton, nous avons vu que dans les échantillons à microstructure GF le comportement en fluage est contrôlé par la diffusion (n=2,2) alors que dans les échantillons à microstructure GG il est contrôlé par le mouvement des dislocations et la diffusion (n=5,1). Lors des différentes observations MET aucun phénomène lié à la diffusion n'a été mis en évidence dans ces échantillons. Cependant, dans ses travaux, Thébaud conclut que lorsque les contraintes appliquées durant les essais de fluage sont faibles et pour des durées d'essais supérieurs à 100 h les phénomènes d'oxydation aux joints de grains ont lieu. Les échantillons à microstructure GG possédant moins de joints de grains que les échantillons à microstructure GF, dans ces derniers l'effet de l'oxydation sera exacerbé entraînant ainsi l'augmentation de la vitesse de déformation **[Thébaud, 2017]**. De plus, dans son étude, Thébaud a également réalisé des observations MEB sur des éprouvettes ayant subi des essais de fluage dans les mêmes conditions expérimentales. Dans les éprouvettes GF flués sous 600 MPa et 850 MPa, il constate que l'endommagement des éprouvettes est localisé au niveau des joints de grains et près des précipités γ' primaires. Dans les éprouvettes GG flués sous 850 MPa, il a observé la présence de nombreuses fissures intergranulaires et sur les joints de macles et de nombreuses bandes de glissement dans les grains. Les observations MEB de Thébaud sont en accord avec nos observations MET à savoir le rôle néfaste joué par les précipités γ' primaires.

Les courbes de fluage sous 850 MPa révèlent le même comportement macroscopique pour les deux microstructures. De plus, d'après le diagramme de Norton dans les deux cas, le fluage est contrôlé par le mouvement des dislocations (avec n_{GF}= 16,9 et n_{GG} = 22,4). On peut donc supposer qu'a cette contrainte, l'effet de la propagation des dislocations au voisinage et dans les précipités primaires dans les échantillons à microstructure GF conduit à la même déformation que la propagation des dislocations au cœur des grains et aux joints de grains d'échantillons à microstructure GG.

Sur ce même diagramme de Norton, sur un large domaine de contrainte (750 MPa à 850 MPa) dans les échantillons à microstructures GF et GG le fluage est contrôlé par le mouvement des dislocations. C'est donc l'interaction entre les dislocations et la microstructure de précipitation qui va influer sur les propriétés mécaniques en fluage de ces échantillons. L'effet de paramètres microstructuraux (taille des précipités, taille des couloirs, fraction volumique ...) a déjà été étudié par plusieurs auteurs**[Bhowal, 1990; Jackson, 1999; Locq, 2000,2004; Raujol, 2004;**

Laurence, 2014; Thébaud, 2017]. Dans notre étude, il est difficile de conclure que c'est la microstructure de précipitation qui contrôle les propriétés en fluage, car dans les échantillons à microstructures GF et GG la taille des précipités n'est pas le seul paramètre qui varie. Nous avons également une variation de la taille des grains (10 μm pour les échantillons à microstructure GF contre 350 μm pour les échantillons à microstructure GG) et de la fraction surfacique des précipités (40 % pour les échantillons à microstructure GF contre 32% pour les pour les échantillons à microstructure GG).

III.6. Effet de la contrainte sur les micromécanismes de déformation

III.6.a. Approche quantitative des micromécanismes de déformation

Les études sur l'effet de la contrainte dans les échantillons à microstructures GF et GG flués sous 600 MPa et 850 MPa ont montré les mêmes micromécanismes de déformation.

Dans les grains des échantillons à microstructure GF les observations MET ont mis en évidence, le contournement d'Orowan par des dislocations parfaites, l'ancrage ponctuel des dislocations parfaites sur les précipités γ' secondaires ainsi que le mécanisme de Condat et Décamps initié par des dislocations parfaites.

Dans les échantillons à microstructure GG, la déformation se fait par le cisaillement par des dislocations parfaites fortement et faiblement couplées, le contournement d'Orowan, ainsi que le cisaillement par le mécanisme de Condat et Décamps.

Il existe des modèles qui permettent de déterminer les contraintes associées aux différents micromécanismes de déformation en fonction de la microstructure. Dans le cas des échantillons à microstructure GG nous avons cherché les contraintes théoriques requises pour l'activation des différents micromécanismes impliquant des dislocations parfaites afin de les comparer à nos résultats expérimentaux. En nous basant sur les modèles monomodal et « unifié » présentés dans le chapitre 1 (**[Reppich, 1982a,1982b,Galindo-Nava, 2015]**) ainsi que les données de la littérature, nous avons calculé les valeurs théoriques des contraintes nécessaires pour que les mécanismes observés puissent être activés. Nous nous sommes intéressés à l'activation des mécanismes de contournement et cisaillement par des dislocations parfaites.

Les calculs ont été réalisés en tenant compte de nos valeurs expérimentales de taille des précipités, largeur des couloirs et fraction volumique ainsi que des paramètres physiques rappelés dans le Tableau III-3. L'énergie de paroi d'antiphase a été calculée grâce à l'équation proposée en 1999 par Jackson, le module de cisaillement pour l'AD730^{TM} a été pris égal à 76,3

GPa à 700°C comme suggéré par Devaux. Les valeurs de la fraction numérique en précipités secondaires et tertiaires (w_s et w_t) ont été estimées grâce à la fraction surfacique des précipités secondaires et tertiaires déterminés par Thebaud sur la même microstructure. Comme w_s est beaucoup plus faible que w_t, on pourrait considérer que seuls les précipités γ' tertiaires sont impliqués dans les mécanismes de cisaillement.

Tableau III-3 : Valeurs numériques des paramètres physiques de l'AD730^{TM} permettant de calculer les contraintes théoriques d'après les modèles de **[Reppich, 1982a,1982b ;Galindo-Nava, 2015].**

Paramètres physiques	Valeur numérique	Références
γ	0,28 J/m^2	**[Jackson, 1999]**
μ,	76,3 GPa	**[Devaux, 2014]**
$b_{parfaite}$	0,249 nm	
r_s	168 ± 18 nm	
rt	11 ± 1 nm	
w_s	0.2 %	**[Thébaud, 2017]**
w_t	99.8 %	**[Thébaud, 2017]**
f	0,36	**[Thébaud, 2017]**

Les valeurs des contraintes théoriques calculées avec les deux modèles sont présentées dans le Tableau III-4. D'après ce tableau, dans le modèle monomodal, la contrainte nécessaire au cisaillement des précipités γ' tertiaires par des paires de dislocations faiblement couplées est inférieure à celle nécessaire pour le cisaillement des précipités tertiaires par des paires de dislocations fortement couplées. Cela peut s'expliquer par la très petite taille des précipités tertiaires d'environ 20 nm. Ainsi, la contrainte nécessaire à l'appariement de deux dislocations est élevée, car la première dislocation n'est pas bloquée. De plus, nos calculs ont montré que pour un diamètre de précipités d'environ 24 nm (proches du diamètre des tertiaires étudiés) la contrainte nécessaire au cisaillement par des paires de dislocations faiblement couplées est égale à la contrainte nécessaire au cisaillement par des paires fortement couplées.

Dans le modèle « unifié », il apparaît que le rayon critique r_m (*cf* chapitre 1) pour la transition entre les mécanismes de cisaillement par des paires de dislocations faiblement couplées et fortement couplées a été estimé à 8 nm. Or le rayon de nos précipités γ' tertiaires est d'environ

11 nm, il n'est donc pas surprenant d'observer la coexistence des mécanismes de cisaillement par des paires de dislocations fortement et faiblement couplées.

Tableau III-4 : Valeurs des contraintes théoriques d'après le modèle monomodal et le modèle unifié de Galindo-Nava **[Galindo-Nava, 2015]**.

	Approche monomodale	Approche unifiée
Paires faiblement couplées	$\tau = 154 - 188$ MPa	$\tau = 186 - 192$ MPa $r_m = 8$ nm
Paires fortement couplées	$\tau = 388 - 413$ MPa	
Contournement Orowan	$\tau_{Or} = 390 - 434$ MPa	

Dans le Tableau III-5, nous avons reporté les contraintes critiques résolues associées aux mécanismes de déformation illustrés sur les Figures III-25, III-26, III-34 et III-36. L'identification des plans de glissement et du vecteur de Burgers a permis de calculer le facteur de Schmid pour chaque situation. Lorsque nous n'avons pas pu déterminer le vecteur de Burgers, nous donnons la valeur maximale du facteur de Schmid compte tenu du plan de glissement.

Tableau III-5 : Valeurs expérimentales des contraintes critiques résolues en tenant compte du vecteur de Burgers ou du facteur de Schmid maximum dans le plan de glissement.

Contrainte appliquée		Mécanismes observés	Vecteur de Burgers	Plan de glissement	Contrainte critique résolue
600 MPa	Figure III-25	Contournement	-	$1\bar{1}1$ (FS =0,46)	276 MPa
	Figure III-26	Dislocations fortement couplées	b = $a/2\ [10\bar{1}]$	$1\bar{1}1$ (FS =0,29)	174 MPa
850 MPa	Figure III-34	Dislocations fortement couplées	b = $a/2\ [\bar{1}01]$	$1\bar{1}1$ (FS =0,20)	170 MPa
	Figure III-36	Dislocations faiblement couplées	b = $a/2\ [101]$	$\bar{1}11$ (FS =0,19)	162 MPa

La comparaison des contraintes critiques résolues (Tableau III-5) avec les contraintes critiques théoriques (Tableau III-4), montrent qu'avec le modèle monomodal, les valeurs des contraintes critiques théoriques (154 – 188 MPa) et des contraintes critiques résolues (162 MPa) sont du même ordre de grandeur pour les mécanismes impliquant des paires de dislocations faiblement couplées. Avec l'approche « unifiée », les valeurs des contraintes critiques théoriques sont également en accord avec les valeurs des contraintes critiques résolues. Elles sont de 186 – 192 MPa avec l'utilisation de l'approche « unifiée » et on trouve des contraintes critiques résolues de 162 – 174 MPa. Cependant, pour le cisaillement par des paires de dislocations fortement couplées, il existe un écart entre les contraintes critiques théoriques avec l'approche monomodale (388 – 413 MPa) et les contraintes critiques résolues (170 – 174 MPa). Cet écart est également observé pour le contournement d'Orowan. En effet, pour l'activation de ce mécanisme, les contraintes critiques théoriques sont de 362 – 403 MPa alors qu'on trouve environ 276 MPa pour la contrainte critique résolue.

Plusieurs hypothèses peuvent être avancées pour justifier les écarts observés entre les contraintes théoriques calculées et les contraintes critiques résolues estimées avec le facteur de Schmid. En premier lieu, il est possible que les lames MET ne soient pas prélevées parfaitement perpendiculairement à l'axe de sollicitation. De ce fait, les facteurs de Schmid calculés ici peuvent être légèrement différents par rapport aux facteurs de Schmid réels au cours de l'essai

mécanique. Expérimentalement, nous évaluons l'écart qui peut exister entre les lames MET étudiées et la perpendiculaire à l'axe de sollicitation à ± 5%. Cette variation modifie les valeurs des contraintes critiques résolues de ± 20%.

D'autre part, il est possible que localement, la microstructure de précipitation s'écarte de la microstructure moyenne ou que la contrainte locale soit plus élevée du fait de la présence d'un supplément de contrainte (par exemple il peut y avoir une contrainte de compatibilité au niveau des joints de grains) ce qui entraîne l'activation des micromécanismes. Enfin, les calculs des contraintes théoriques ont été menés grâce à des estimations de grandeurs comme l'énergie de paroi d'antiphase et de fraction volumique que nous n'avons pas déterminées dans le cadre de cette étude, mais pris dans la littérature.

III.6.b. Comparaison des micromécanismes de déformation sous 600 MPa et 850 MPa des microstructures GF

Dans la partie III.3.a, nous avons vu comment évoluent les mécanismes de déformation dans les échantillons à microstructure GF lors d'un essai de fluage sous 600MPa. Pour rappel, nous avons vu que dans un premier temps, la déformation est localisée dans les précipités γ' primaires. Puis, lorsque le taux de déformation augmente, elle reste près de ces précipités γ' primaires, près des joints de grains et près des joints de macles. Quand le taux de déformation augmente encore, la déformation se propage à l'intérieur des grains, on peut supposer que les dislocations initialement présentes dans les précipités γ' primaires se propagent dans les grains. À rupture, les précipités γ' primaires ainsi que les grains sont saturés de dislocations.

Durant les premiers stades de la déformation, nous avons observé le cisaillement des précipités γ' primaires par des superdislocations alors que dans les grains le contournement d'Orowan est dominant. Lorsque le taux de déformation augmente, dans les précipités γ' primaires, en plus du cisaillement par des superdislocations nous avons également constaté le cisaillement par des supershockley. Dans les grains, lorsque le taux de déformation augmente, en plus du contournement, le cisaillement par des dislocations partielles et l'ancrage ponctuel des dislocations sur des précipités γ' secondaires est également observé.

Les observations réalisées sur les échantillons à microstructure GF flués sous 850 MPa laissent supposer qu'à cette contrainte, les mécanismes de déformation sont identiques à ceux observés dans les échantillons à microstructure GF flués sous 600 MPa.

La seule différence observée entre les échantillons flués sous 600 MPa et 850 MPa est que pour un taux de déformation équivalent, la propagation des dislocations semble plus facile dans les échantillons flués sous 850 MPa par rapport aux échantillons flués sous 600 MPa. En effet, à 0,2% de déformation, la distance parcourue par les dislocations lors des essais de fluage sous 850 MPa est de 1 micron contre 500 nm dans les échantillons flués sous 600 MPa. On a donc plus de déformation dans les échantillons flués sous 850 MPa, ce qui est en accord avec le comportement observé durant les essais de fluage (Figure III-3 (a)). Quelle que soit la contrainte appliquée durant l'essai de fluage, nos observations ont mis en évidence le rôle important que jouent les précipités γ' primaires, les joints de grains et les joints de macles dans les premiers stades de la plasticité.

Quelle que soit la contrainte appliquée durant les essais de fluage, les observations MET d'échantillons à microstructure GF ont montré des dislocations au voisinage des précipités γ' primaires, des joints de grains et/ou des joints de macles. La présence des dislocations autour de ces éléments microstructuraux suggère qu'ils jouent un rôle dans l'initiation de la plasticité. Lors des essais de fluage sous air à 700°C sous 800 MPa sur le René 65, Laurence conclut que les joints de grains et les joints de macles sont des sources de dislocations **[Laurence, 2016]**. Selon l'étude de Krol sur le Nimonic PE16, les joints de grains sont également des sources de dislocations. En effet, dans ce superalliage, cet auteur a remarqué des zones dénuées de précipités γ' autour des joints de grains dans lesquelles la formation des dislocations est plus facile **[Krol, 2004]**. De même, dans la structure hétérogène de l'Udimet 720, Billot constate une zone de déplétion au voisinage des joints de grains. Cette zone est peuplée de précipités tertiaires contrairement au cœur du grain qui est peuplé de précipités secondaires. Cette différence de microstructure entraîne une différence de micromécanismes de déformation. En effet aux cœurs des grains, Billot observe le mécanisme de Condat et Décamps et du contournement alors qu'aux joints de grains il n'observe que du contournement **[Billot, 2010]**. Avec ces observations des micromécanismes de déformation, on pourrait supposer que dans les échantillons à microstructure GF de l'AD730^{TM} nous avons une microstructure de précipitation homogène. Afin de vérifier cette hypothèse, nous avons réalisé des observations MET en champ sombre au voisinage d'un précipité γ' primaire (Figure III-41(a)) et d'un joint de macle (Figure III-41(b)). Sur ces figures, aucune variation de la microstructure de précipitation n'est constatée. Ces observations confirment l'hypothèse selon laquelle dans les échantillons à microstructure GF de l'AD730^{TM} la microstructure de précipitation est homogène. Ce ne sont

donc pas les différences de microstructure de précipitation qui permettent d'expliquer l'initiation de la plasticité au voisinage des précipités γ' primaires et des joints de macles.

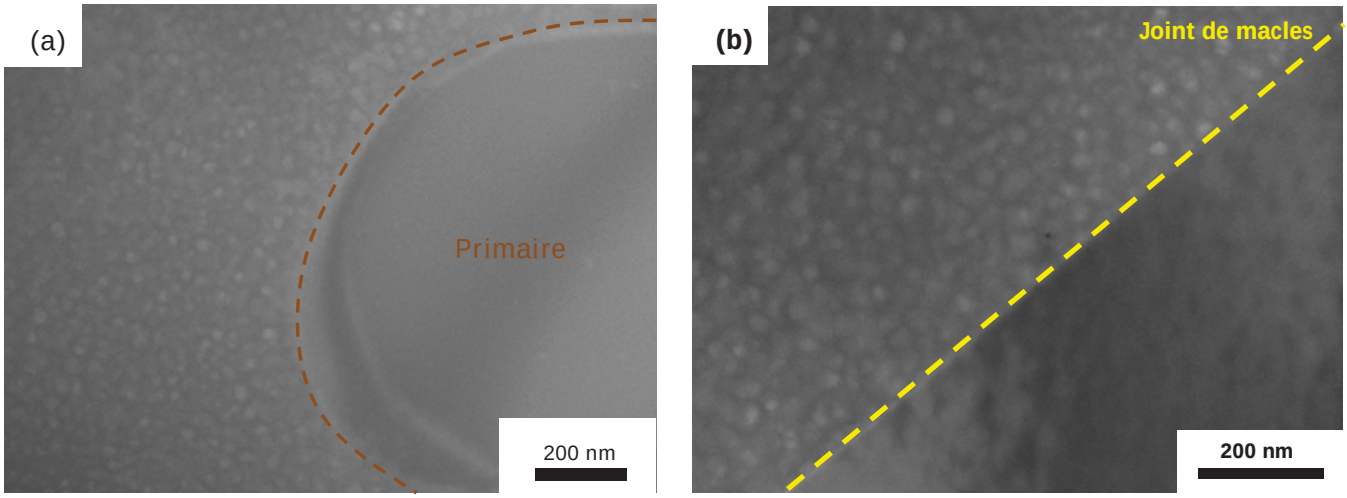

Figure III-41 : Images MET en champ sombre au voisinage de : a) un précipité primaire b) un joint de macle.

III.6.c. Comparaison des micromécanismes de déformation sous 600 MPa et 850 MPa des microstructures GG

Pour rappel, les différentes observations MET du cœur des grains des échantillons à microstructure GG flués sous 600 MPa et 850 MPa n'ont indiqué aucune différence de micromécanismes de déformation. Cependant, au voisinage des joints de grains, nous avons décelé des différences. En effet, sous 600 MPa peu de systèmes de glissement sont activés (un ou deux) alors que sous 850 MPa plusieurs systèmes de glissements sont activés (deux ou trois). Ce résultat n'est pas surprenant puisqu'on peut supposer qu'une contrainte plus élevée va générer l'activation d'un nombre plus important de systèmes de glissement. L'analyse qui suit a pour objectif de comprendre l'origine et les répercussions de la présence de ces systèmes de glissement.

i. Facteur de Schmid

Nous avons cependant voulu vérifier qu'il y avait bien un effet de la contrainte et pas un effet du « hasard » dû au fait que nous observons quelques grains qui n'ont pas les mêmes orientations et présentent donc peut-être des facteurs de Schmid différents. Nous voulons donc identifier si les différences observées sont des artéfacts ou bien des différences que nous pouvons réellement attribuer à la contrainte. Pour chaque grain, nous avons évalué l'influence de la contrainte appliquée à travers la détermination du facteur de Schmid. Pour cela, nous

avons regardé si les systèmes de glissements activés aux joints de grains possèdent le plus grand facteur de Schmid.
Dans le Tableau III-6 (600 MPa) et le Tableau III-7 (850 MPa), nous avons reporté les plans de glissement de chaque grain étudié, calculé les facteurs de Schmid possibles et identifié tous les systèmes de glissement actifs aux joints de grains. Quand cela était possible, nous avons calculé le facteur de Schmid exact des dislocations dans les plans de glissement actifs. La détermination du vecteur de Burgers des dislocations partielles étant complexe et nécessitant beaucoup de temps nous n'avons pas pu les déterminer. Le facteur de Schmid a donc été calculé avec le vecteur de Burgers des dislocations parfaites.

D'après le Tableau III-6, pour une contrainte appliquée de 600 MPa, les systèmes de glissements actifs dans les grains de la Figure III-29 et la Figure III-33 ne possèdent pas le plus grand facteur de Schmid. Pour le grain de la Figure III-33, on constate que les systèmes de glissements activés possèdent un très faible facteur de Schmid (FS = 0,02 ou 0,03 ou 0,08). Cependant, pour le grain de la Figure III-30 (zone A et B), les systèmes de glissement actifs possèdent les plus grands facteurs de Schmid

Dans le Tableau III-7, pour une contrainte appliquée de 850 MPa, il est clair que les plans de glissement actifs dans les grains de la Figure III-37 à la Figure III-40 ne sont pas toujours associés au plus haut facteur de Schmid.

Tableau III-6 : Valeurs de facteurs de Schmid d'échantillons flués sous 600 MPa jusqu'à 0,2% de déformation.

Contrainte appliquée	**Figure**	**Plan**	**Valeurs possibles du Facteur de Schmid**	**Actif ?**	**Facteur de Schmid**
600 MPa	Figure III-29 (gauche)	$1\bar{1}1$	0,14<s<0,46	Non	-
		111	0,18<s<0,48	Oui	0,18
		$\bar{1}\bar{1}1$	0,12<s<0,37	Non	-
		$\bar{1}11$	0,06<s<0,27	Non	-
	Figure III-29 (droite)	$\bar{1}11$	0,19<s<0,45	Non	-
		$\bar{1}\bar{1}1$	0,20<s<0,50	Oui	0,20
		$\bar{1}1\bar{1}$	0,13<s<0,29	Non	-
		$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	0,04<s<0,15	Non	-
	Figure III-30 (zone B)	$\bar{1}11$	0,11<s<0,32	Non	-
		$\bar{1}1\bar{1}$	0,16<s<0,46	Oui	0,46
		111	0,13<s<0,34	Oui	0,34
		$11\bar{1}$	0,01<s<0,06	Non	-
	Figure III-32 (zone A)	$1\bar{1}\bar{1}$	0,11<s<0,33	Non	-
		$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	0,14<s<0,45	Oui	0,45
		$11\bar{1}$	0,14<s<0,36	Non	-
		$\bar{1}1\bar{1}$	0,01<s<0,03	Non	-
	Figure III-33 (a)	111	0,02<s<0,09	Non	-
		$1\bar{1}1$	0,07<s<0,32	Non	-
		$11\bar{1}$	0,02<s<0,27	Oui	0,02
		$\bar{1}11$	0,03<s<0,27	Oui	0,03
	Figure III-33 (b)	$\bar{1}11$	0,07<s<0,43	Non	-
		111	0,07<s<0,45	Non	-
		$\bar{1}\bar{1}1$	0,03<s<0,07	Oui	0,03
		$1\bar{1}1$	0,02<s<0,10	Oui	0,08

Tableau III-7 : Valeurs de facteurs de Schmid d'échantillons flués sous 850 MPa jusqu'à 0,2% de déformation.

Contrainte appliquée	**Figure**	**Plan**	**Valeurs possibles du Facteur de Schmid**	**Actif ?**	**Facteur de Schmid**
850 MPa	Figure III-37	$\bar{1}11$	0<s<0,10	Non	-
		$\bar{1}\bar{1}1$	0<s<0,32	Oui	0, 32
		$\bar{1}1\bar{1}$	0,01<s<0,25	Oui	0,23
		111	0,03<s<0,24	Oui	0,21
	Figure III-38	$1\bar{1}1$	0,21<s<0,37	Non	-
		111	0,15<s<0,50	Oui	0,15
		$\bar{1}\bar{1}1$	0,10<s<0,23	Non	-
		$\bar{1}11$	0,02<s<0,07	Oui	0,02
	Figure III-39	111	0,02<s<0,42	Non	-
		$1\bar{1}1$	0,01<s<0,43	Oui	-
		$\bar{1}11$	0,01<s<0,42	Non	-
		$\bar{1}\bar{1}1$	0,04<s<0,40	Oui	0,40
	Figure III-40	$\bar{1}11$	0,13<s<0,32	Oui	0,13
		$\bar{1}\bar{1}1$	0,13<s<0,46	Oui	0,46
		111	0,12<s<0,32	Oui	-
		$1\bar{1}1$	0,004<s<0,03	Non	-

Que ce soit à 600 MPa ou à 850 MPa, il n'existe donc pas de relation entre le facteur de Schmid et l'activation d'un système de glissement correspondant aux plans de glissement identifiés. Le facteur de Schmid n'est donc pas le paramètre qui contrôle l'activation des systèmes de glissement, car il ne permet pas de prédire les systèmes de glissement qui seront activés. En effet aux joints de grains, il peut exister une concentration de contraintes locales qui peut permettre l'activation d'autres systèmes de glissement.

Des modélisations des systèmes de glissements activés aux joints de grains en fonction des orientations cristallographiques et de la morphologie des grains sont en cours de réalisation par C.Collard en collaboration avec S.Berbenni. Avec le modèle micromécanique appliqué aux polycristaux, dans le cas d'une structure cubique à faces centrées et en s'appuyant sur des

cartographies EBSD des orientations des grains, l'objectif est de prévoir la nature et le nombre de systèmes de glissement activé sous 600 MPa et 850 MPa dans le cas des microstructures étudiées.

ii. Désorientation cristallographique

Nous avons également voulu vérifier si les systèmes de glissement activés de part et d'autre des joints de grains résultaient d'une transmission facilitée d'un grain à l'autre par une faible désorientation entre les grains adjacents ce qui pourrait expliquer l'existence de plusieurs systèmes de glissement émis depuis les joints de grains. Pour cela, nous avons donc déterminé les angles de désorientation entre grains d'après la procédure décrite dans le chapitre 2. Cette procédure a été réalisée pour tous les grains de part et d'autre d'un joint de grains actif.

La Figure III-42 (a) présente un exemple de projection stéréographique simplifiée des grains de la Figure III-39 et la Figure III-40. En pointillés nous avons représenté les pôles et les plans de type {110} de la projection stéréographique du grain à droite du joint (Figure III-40). En traits pleins nous avons les pôles et les plans de type {100} du grain à gauche du joint (Figure III-39). On constate sur cette figure que le pôle le plus proche de la normale au plan de lame est le $[\bar{1}01]$ pour le grain à droite du joint et le $[001]$ pour le grain à gauche. D'après les propriétés du réseau cubique, l'angle entre les directions de type <110> et <100> est de 45°. Dans le cas présenté, il existe un léger écart entre la normale au plan de lame et le pôle $<\bar{1}01>$. L'angle trouvé par nos calculs entre nos deux pôles est de 37°. Ces deux grains sont donc fortement désorientés.

La Figure III-42 (b) présente la projection stéréographique avec les pôles et les plans de types {111} du grain de la Figure III-39 (traits pleins) et celui de la Figure III-40 (pointillés). Sur cette figure on voit que les plans de glissement du grain à gauche et du grain à droite du joint sont très éloignés. Cette configuration rend difficile la transmission des dislocations entre les deux grains.

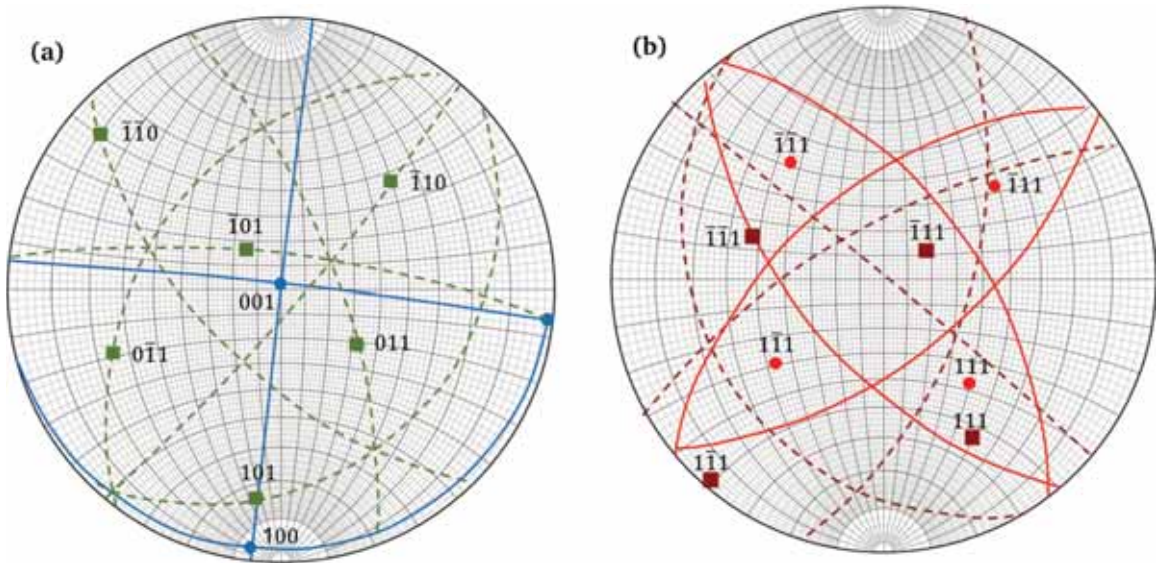

Figure III-42 : Projection stéréographique simplifiée

(a) avec les pôles et plans de type [110] du grain de la Figure III-39 (traits pleins) et les pôles et plans de type [100] du grain de la Figure III-40 (pointillés),

(b) les pôles et plans de type {111} du grain de la Figure III-39 (traits pleins) et les pôles et plans de type [100] du grain de la Figure III-40 (pointillés).

Sur la Figure III-43, est présentée la projection stéréographique avec les pôles et les plans de type {111} des grains A et B de la Figure III-32. En traits pleins nous avons les pôles et plans du grain A et en pointillés ceux du grain B. Sur cette figure, on voit que les plans de glissements $(\bar{1}1\bar{1})$ du grain A et $(11\bar{1})$ du grain B sont très proches. Dans ces conditions, la transmission des dislocations est facilitée pour ce joint de macle.

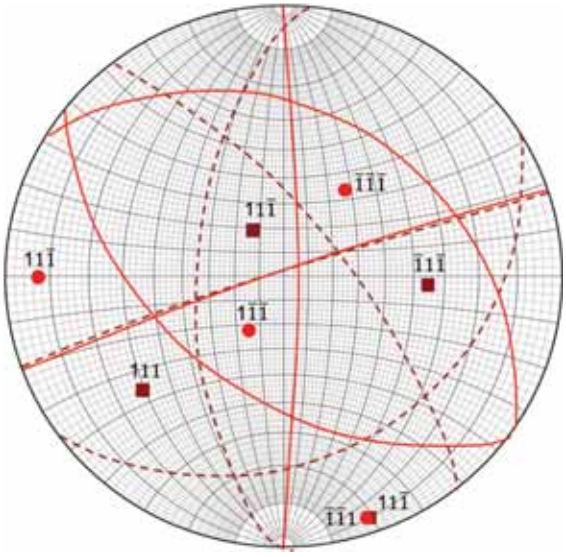

Figure III-43 : Projection stéréographique simplifiée de la Figure III-32 avec en traits pleins les plans de type {111} du grain A et en pointillés les plans de type {111} du grain B.

Dans le Tableau III-8, nous avons synthétisé les résultats de l'étude des désorientations cristallographiques. Dans ce tableau sont reportés les angles de désorientation ainsi que les axes de rotation de chaque joint étudié. Ces résultats montrent que chaque grain adjacent analysé à 600 MPa et à 850 MPa possède un angle de désorientation supérieur à 36°.

Dans le cas du grain de la Figure III-30, les systèmes de glissement ne sont actifs que dans le grain B, le joint de grains émet des systèmes de glissement dans le grain B, mais pas dans le grain C. Les dislocations émises de ce joint de grains vont se propager à travers le grain B et seront transmises à gauche au niveau du joint de macles. Dans le cas d'un joint de macle, la transmission de dislocation est donc facilitée entre les zones B et A de la Figure III-30.

Pour les autres joints, les résultats du Tableau III-8 montre que les grains de part et d'autre de chaque joint de grain sont fortement désorientés. Les différents systèmes de glissement activés ne correspondent pas à des configurations particulières où la transmission serait plus facile, mais à un réel effet de contrainte. La contrainte appliquée de 850 MPa permet d'activer différents systèmes de glissement qui sont émis à partir des joints de grains.

Tableau III-8 : Tableau synthétisant les résultats de l'étude des désorientations cristallographiques.

Contrainte	**Figures**	**Angles de désorientation (°)**	**Axes de rotation**	**Nature de l'interface**
600 MPa	Figure III-29	52°	(-21,-28,24)	Joint de grains
	Figure III-30 (1)	50°	(-324,90,-225)	Joint de grains
	Figure III-30 (2)	59°	(-36,-27,30)	Joint de macles
	Figure III-33	43°	(4,24,-6)	Joint de grains
850 MPa	Figures III-37 et III-38	54°	(-120, 32,144)	Joint de grains
	Figures III-39 et III-40	37°	(90,200,45)	Joint de grains

iii. Synthèse - Discussion

Nous avons vu que la comparaison des paysages de déformation aux cœurs des grains d'échantillons à microstructure GG flués sous 600 et 850 MPa a montré des paysages de déformation similaires. En effet quelle que soit la contrainte appliquée durant l'essai de fluage, nous avons observé les mêmes micromécanismes impliquant le même type de dislocations. La ressemblance des paysages de déformation peut s'expliquer par le fait que dans ces échantillons, après les traitements thermiques et les essais de fluage, nous avons la même

microstructure de précipitation. Toutefois, le temps nécessaire pour construire ces paysages n'est pas le même à faible et forte contrainte. En effet, pour atteindre environ 0,2% de déformation, sous 600 MPa il faut presque 9 h contre 0,19 h lors du fluage à 850 MPa. L'effet de la contrainte présenté en début de chapitre n'est pas expliqué par les observations des mécanismes de déformation intragranulaires.

Grâce aux approches monomodale et « unifiée », nous avons pu calculer les contraintes critiques théoriques nécessaires à l'activation des micromécanismes de déformation observés et nous les avons comparés aux contraintes critiques résolues. Nous avons trouvé un bon accord entre les deux, ce qui peut justifier l'existence des divers micromécanismes observés au MET.

Les analyses des micromécanismes de déformation au niveau des joints de grains ont montré la présence de systèmes de glissement actifs, quelle que soit la contrainte appliquée durant les essais de fluage. Cependant, nous avons constaté des différences significatives sur le nombre de systèmes de glissement activés. En effet, sous 600 MPa, seulement un ou deux systèmes de glissement sont actifs de part et d'autre des joints de grains. De plus, dans ces échantillons, le nombre de bandes de glissement du second système de glissement est souvent très faible. En comparaison, dans les échantillons flués sous 850 MPa, la contrainte appliquée est suffisamment élevée pour permettre l'activation de plusieurs systèmes de glissement, car deux ou trois systèmes sont systématiquement activés. Ces différences peuvent expliquer le fait que la vitesse de déformation des échantillons flués sous 850 MPa est 15 fois plus élevée que celle des échantillons flués sous 600 MPa.

Dans ses travaux sur l'AD730^{TM}, Thébaud a observé les faciès de rupture d'échantillons flués dans les mêmes conditions expérimentales **[Thébaud, 2017]**. Pour les deux contraintes, les faciès de rupture présentent à la fois des zones de propagation de fissure critique intergranulaires et transgranulaires. Cependant, pour les échantillons flués à 600 MPa, les facettes lisses correspondent soit à des joints de macles soit à des fissures qui se sont propagées aux joints de grains ou le long des rares systèmes de glissement actifs qui traversent le grain entier (Figure III-44 (a)). En comparaison, à 850 MPa, Thébaud remarque que la fissure suit un chemin plus chaotique et n'est pas confinée dans un seul système de glissement (Figure III-44 (b)). L'initiation de la fissure se produit de façon intergranulaire, soit entre deux bandes de glissement, soit entre un joint de grains et une bande de glissement. Ainsi, l'activation de

nombreux systèmes de glissement permet un plus grand nombre de trajets possibles pour la propagation des fissures (Figure III-44 (c) et (d)).

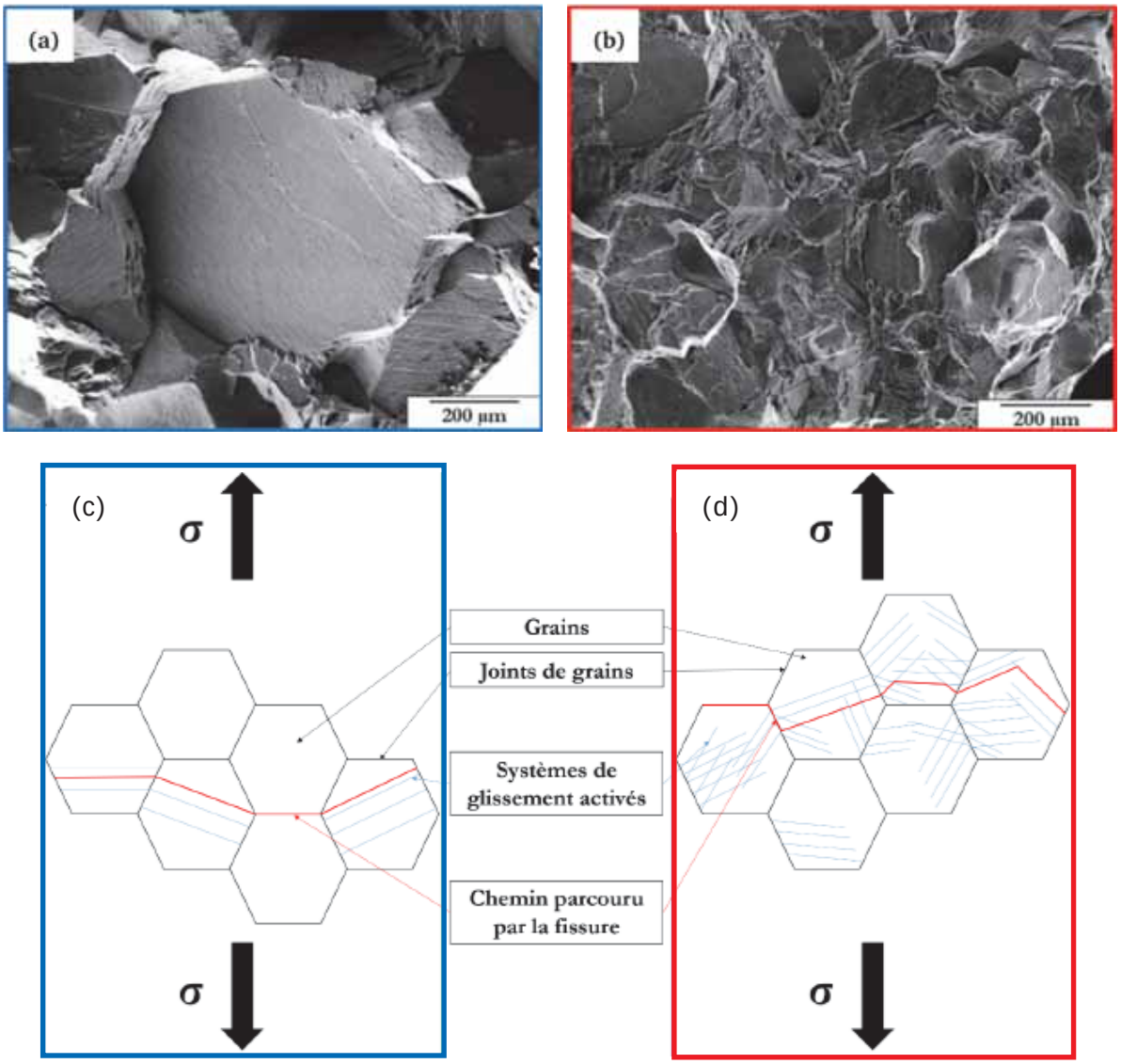

Figure III-44 :Images MEB des faciès de rupture d'éprouvettes flués à 700°C sous 600 MPa (a) et 850 MPa (b) schéma représentant la propagation d'une fissure lors d'un essai de fluage sous (c) 600 MPa et (d) 850 MPa **[Thébaud, 2017]**.

Les analyses du facteur de Schmid nous ont permis de constater qu'à 600 MPa et à 850 MPa, il n'existait pas de relation entre le facteur de Schmid et l'activation des systèmes de glissement. Dans nos conditions, le facteur de Schmid n'est pas le paramètre prédominant contrôlant l'activation des micromécanismes de déformation. Cela implique que les joints de grains jouent un rôle important dans l'activation de systèmes de glissement à partir de ces zones. Ces résultats

diffèrent des conclusions de Spearot et Burbery **[Spearot, 2005; Burbery, 2015]**. Selon leurs études, il existe une corrélation entre les systèmes de glissement actifs et le facteur de Schmid. Cependant de nombreux autres auteurs ont établi que la nucléation des dislocations se produit fréquemment dans un système de glissement autre que celui prédit par une analyse du facteur de Schmid **[Spearot, 2007; Zhang, 2011; Beyerlein, 2013; Wyman, 2017]**.

D'autres auteurs ont réalisé des études afin de prédire la réponse mécanique du superalliage polycristallin base nickel en tenant compte des propriétés des joints de grains. Récemment, grâce à des modélisations couplées à des observations expérimentales, Alabort définit les joints de grains comme étant des éléments critiques qui sont responsables de la résistance ou de la ductilité des alliages **[Alabort, 2018]**. Selon cet auteur, la géométrie locale, l'orientation et la nature des joints de grains gouvernent la chute des propriétés mécaniques, car ils provoquent une répartition hétérogène de déformation. On observe donc une accumulation de la déformation aux joints de grains qui entraîne le passage d'une rupture intergranulaire à une rupture transgranulaire.

Enfin, les études sur les désorientations cristallographiques ont montré que tous les grains adjacents actifs étaient fortement désorientés ce qui rend difficile la transmission des dislocations aux joints de grains.

III.7. Conclusions

Le but de ce chapitre était de comprendre à la fois l'effet de la taille des grains et de la contrainte appliquée sur les micromécanismes de déformation lors des essais de fluage à 700°C.

Dans les échantillons à microstructure GF, flués sous 600 MPa et 850 MPa, les observations MET ont montré que l'initiation de la plasticité se faisait dans les précipités γ' primaires. Ces derniers sont cisaillés par des superdislocations ainsi que par des supershockleys. Lorsque le taux de déformation augmente, la déformation se propage dans les grains, mais reste localisée près des précipités γ' primaires, près des joints de grains et près des joints de macles pour enfin se généraliser dans les grains lorsque le taux de déformation est supérieur à 0,2% dans les échantillons flués sous 850 MPa à 1,34 % dans les échantillons flués sous 600 MPa. Dans les grains, le contournement d'Orowan, l'ancrage ponctuel des dislocations sur les précipités γ' secondaires ainsi que le cisaillement par des dislocations partielles sont les modes de déformation observés. À rupture, quelle que soit la contrainte appliquée durant les essais de fluage, les paysages de déformation à l'intérieur des précipités γ' primaires et des grains sont

similaires : on observé le cisaillement des précipités γ' primaires par des superdislocations et des supershockleys ainsi que le cisaillement et le contournement des précipités γ' secondaires.

Dans les échantillons à microstructure GG, nous avons observé les mêmes micromécanismes de déformation aux cœurs des grains dans les échantillons flués sous 600 MPa et 850 MPa. La déformation dans ces échantillons se fait par des dislocations parfaites fortement ou faiblement couplées ainsi que par le contournement d'Orowan. De plus, nous avons constaté le cisaillement d'abord des précipités γ' secondaires et tertiaires puis dans le même plan, le cisaillement de la matrice et des précipités γ' secondaires et tertiaires. Les observations des joints de grains ont montré l'activation de plusieurs systèmes de glissement. Dans les échantillons flués sous 600 MPa, un ou deux systèmes de glissement sont actifs contre deux ou trois dans les échantillons flués sous 850 MPa.

L'évaluation de l'effet de la taille des grains a montré que pour une contrainte appliquée de 600 MPa, les comportements macroscopiques des échantillons à microstructures GF et GG sont d'abord similaires, puis diffèrent lorsque les durées en fluage sont supérieures à 400 h avec une augmentation de la vitesse de déformation des échantillons à microstructure GF.
On peut supposer que sous 600 MPa, pour des durées en fluage inférieures à 400 h les micromécanismes de déformations dans les échantillons à microstructure GF ayant lieu dans les précipités γ' primaires, aux voisinages des précipités γ' primaires, des joints de grains et des joints de macles génèrent la même quantité de déformation que les micromécanismes de déformation ayant lieu au cœur des grains et aux joints de grains des échantillons à microstructure GG. Lorsque les durées en fluage sont supérieures à 400 h on peut soupçonner la présence de phénomène de diffusion (non mis en évidence dans cette étude) qui va entraîner la dégradation plus rapide des propriétés mécaniques en fluage des échantillons à microstructure GF dû à la plus grande densité de joints de grains.

Pour une contrainte appliquée de 850 MPa, le comportement macroscopique des microstructures GF et GG est similaire et dans les deux cas, le fluage est contrôlé par le mouvement des dislocations. Cependant, nous n'avons pas observé les mêmes paysages de déformation entre ces deux échantillons. Dans les échantillons à microstructure GF nous avons observé le cisaillement des précipités γ' primaires par des superdislocations, le contournement des précipités γ' secondaires et le mécanisme de Condat et Décamps. Dans les échantillons à

microstructure GG, au cœur des grains nous avons observé le cisaillement par des dislocations fortement et faiblement couplées, le contournement d'Orowan, le mécanisme de Condat et Décamps ainsi que le cisaillement d'abord des précipités γ' secondaires et tertiaires puis dans le même plan, le cisaillement de la matrice et des précipités γ' secondaires et tertiaires. Aux joints de grains des échantillons à microstructure GG nous avons constaté l'émission de systèmes de glissement. Nous pouvons présumer qu'à cette contrainte, les micromécanismes de déformation présents dans les échantillons à microstructure GF produisent la même quantité de déformation que ceux ayant lieu dans les échantillons à microstructure GG.
Les résultats des essais de fluage sous 600 MPa et 850 MPa des échantillons à microstructure GF ont montré des différences de comportement macroscopique alors que les micromécanismes de déformation sont similaires. Pour les deux contraintes, la seule observation qui pourrait expliquer l'augmentation de la vitesse de déformation en fluage est la propagation plus facile des dislocations dans les échantillons flués sous 850 MPa par rapport aux échantillons flués sous 600 MPa.

Pour les échantillons à microstructure GG, les différences de comportement en fluage sous 600 MPa et sous 850 MPa n'ont pas été expliquées par les observations intragranulaires, car nous avons observé dans ces échantillons les mêmes modes de déformation. Grâce aux différents modèles théoriques, nous avons pu justifier la présence de ces micromécanimes de déformation aux cœurs des grains. Cependant, les observations aux joints de grains ont montré l'activation de plusieurs systèmes de glissement. Dans les échantillons flués sous 600 MPa, un ou deux systèmes de glissement sont actifs contre deux ou trois dans les échantillons flués sous 850 MPa. C'est donc le nombre de systèmes de glissement activés qui permet d'expliquer l'augmentation de la vitesse de déformation observée au cours des essais de fluage sous 850 MPa. En effet, plus le nombre de systèmes de glissement actifs est élevé, plus le nombre de plans de glissement l'est aussi et donc plus les dislocations possèdent de chemin où leur propagation est facilitée.
Avec les analyses des joints de grains actifs, nous avons conclu que les joints de grains étudiés étaient fortement désorientés et que les systèmes de glissement actifs sont émis depuis les joints de grains. Enfin, d'autres études ont montré que les systèmes de glissement actifs ne sont pas dépendants du facteur de Schmid.

Chapitre IV : Effet de la température de traitement thermique et de vieillissement sur les micromécanismes de déformation

Dans ce chapitre, nous allons à la fois évaluer l'effet de la température de traitement thermique puis l'effet du vieillissement sur les micromécanismes de déformation en fluage.
Dans la première partie, un comparatif entre des échantillons traités thermiquement à 730°C, 760°C et 790°C pendant 8 h est faite. La caractérisation des microstructures de ces trois échantillons permet d'accéder à la distribution en taille des précipités γ' secondaires et de comprendre l'évolution des microstructures de précipitation en fonction du traitement thermique. Nous donnons également un aperçu des différents micromécanismes de déformation observés dans chaque échantillon. Les résultats des études par spectroscopie EDX et EELS sur les compositions chimiques locales des différentes phases ainsi que leurs évolutions au cours du traitement thermique sont également exposés. Nous terminons par une discussion qui synthétise les différents résultats obtenus dans ce chapitre et les met en parallèle avec les différentes études réalisées dans d'autres superalliages afin de proposer des éléments de réponse sur l'interprétation de la différence de comportement macroscopique observée durant les essais de fluage en fonction du traitement thermique.

La deuxième partie de ce chapitre s'intéresse à l'effet d'un vieillissement à 850°C sur les propriétés mécaniques en fluage à 700°C sous 600 MPa. Pour cette étude, nous avons également caractérisé les microstructures de précipitation des échantillons non vieillis puis vieillis à 850°C. Nous avons ainsi pu accéder à plusieurs informations comme l'évolution des précipités γ' primaires, la distribution en taille des précipités secondaires ainsi que la distribution en taille des couloirs entre précipités γ' secondaires au cours du vieillissement. Nous comparons ensuite les différents micromécanismes de déformation observés dans chaque échantillon.
Enfin, dans la discussion, nous proposons des éléments de réponse qui expliquent les différences de comportement observées durant les essais de fluage en lien avec la partie précédente.

IV.1. Effet du traitement thermique

IV.1.a. Présentation de la problématique

Dans ce chapitre, nous allons étudier l'effet du traitement thermique sur le comportement en fluage et donc sur les micromécanismes de déformation de l'AD730^{TM}.

Cette étude a été réalisée sur les échantillons à microstructure grains fins (GF) dont les traitements thermiques sont présentés dans le Tableau IV-1. Ces échantillons se différencient par la température du dernier traitement thermique appliqué avant l'essai de fluage. Pour rappel, ces échantillons sont désignés par GF730°C, GF760°C et GF790°C. Les éprouvettes ont ensuite été fluées à 700°C sous 500 MPa.

Tableau IV-1 : Traitements thermiques permettant l'obtention des échantillons GF730°C, GF760°C et GF790°C.

	Mise en solution	Traitement thermique
Échantillons GF730°C	1080°C/4 h/air	730°C/8 h / air
Échantillons GF760°C		760°C/8 h / air
Échantillons GF790°C		790°C/8 h / air

Les courbes de fluage réalisées à l'institut Pprime sont présentées sur la Figure IV-1. Sur cette dernière, on constate que les échantillons GF730°C et GF760°C possèdent un comportement en fluage similaire. Ce résultat permet de supposer qu'entre un traitement thermique à 730°C et à 760°C, il n'y a aucune évolution de la microstructure de précipitation et aucune variation des micromécanismes de déformation. Cependant, le comportement en fluage de l'échantillon GF790°C diffère des deux autres. En effet, on voit que l'échantillon GF790°C présente une vitesse de déformation plus élevée que celles des échantillons GF730°C et GF760°C. Nous allons donc essayer de déterminer l'origine de cette différence de comportement à l'échelle nanométrique.

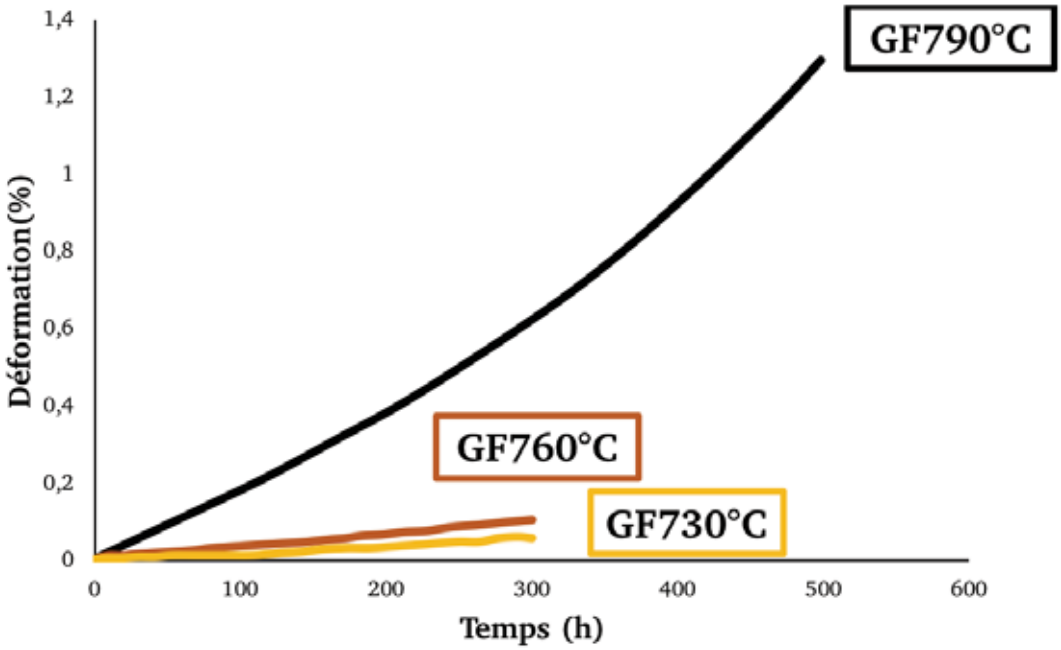

Figure IV-1 : Courbes de fluage à 700°C sous 500 MPa d'échantillons GF730°C, GF760°C et GF790°C.

Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés à la microstructure de précipitation des trois échantillons. En effet, ce paramètre est connu pour avoir un rôle important dans le comportement en fluage des superalliages.

L'effet de la microstructure sur le comportement au fluage, et plus généralement sur les mécanismes de durcissement, a été largement étudié dans le cas des superalliages Udimet 720Li et René 88DT, ainsi que sur d'autres superalliages polycristallins similaires tels que N18 et NR3 **[Jackson, 1999; Furrer, 1999; Mao, 2002; Raujol, 2004; Dubiez-Le Goff, 2004; Flageolet, 2005; Viswanathan, 2005; Karthikeyan, 2006; Kozar, 2009; Tiley, 2010; Miao, 2012]**. Ces études ont souligné le fait que la microstructure de précipitation contrôle le comportement en fluage de ce type de superalliages sur une plage de températures de 650 à 800°C. Certaines d'entre elles ont proposé une approche de modélisation pour corréler la microstructure, les micromécanismes de déformation et la résistance des superalliages polycristallins **[Karthikeyan, 2006; Kozar, 2009]**.

La microstructure de précipitation des échantillons GF730°C, GF760°C et GF790°C est présentée sur la Figure IV-2. On voit sur cette figure que les précipités γ' secondaires dans ces échantillons sont sphériques. De plus leur répartition dans la matrice ainsi que leur distribution en taille sont assez homogènes. Toutefois, des précipités γ' secondaires plus gros ont été observés, mais leur rareté nous amène à conclure qu'ils ne jouent pas un rôle important dans le

contrôle des micromécanismes de déformation. Ils ne sont donc pas pris en compte dans nos statistiques. L'observation seule des clichés de la Figure IV-2 ne permet pas de déceler des différences entre ces trois échantillons. Une étude statistique de la taille des précipités γ' secondaires a donc été effectuée sur 164, 324 et 290 précipités γ' secondaires présents dans les échantillons GF730°C, GF760°C et GF790°C.

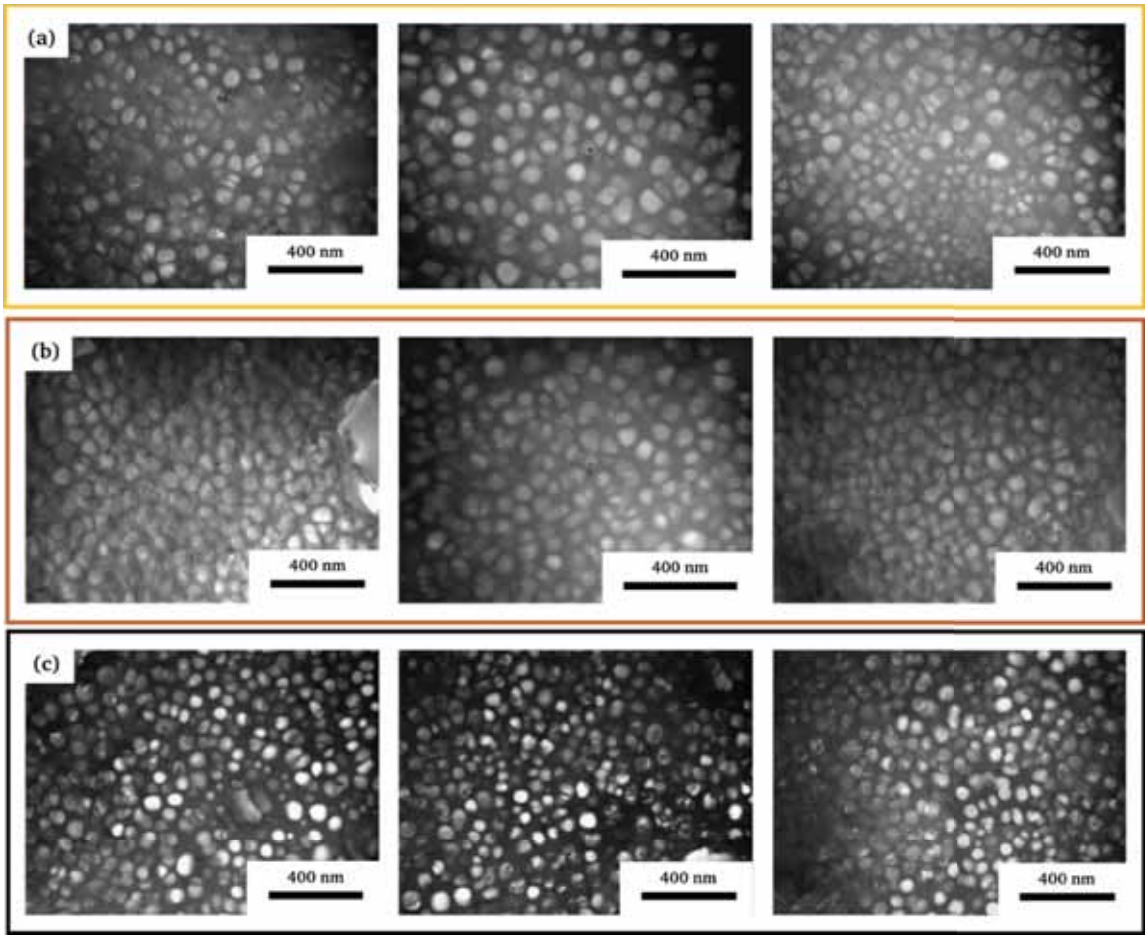

Figure IV-2 : Micrographies MET en champ sombre de la microstructure de précipitation des échantillons GF730°C (a) GF760°C (b) et GF790°C (c). Différentes zones observées sont illustrées pour chaque échantillon.

La Figure IV-3 montre les histogrammes de distribution de taille ainsi que les valeurs moyennes <d> déduites de ces histogrammes. On constate que les précipités γ' secondaires ont un diamètre moyen compris entre 60 et 76 nm dans les échantillons GF730°C, 57 et 73 nm dans échantillons GF760°C et 61 et 75 nm dans les échantillons GF790°C. Ces valeurs moyennes démontrent qu'entre nos trois échantillons les différences de taille de précipités γ' sont très peu significatives. De plus, on peut supposer que la fraction volumique des précipités γ' secondaires est également constante d'un échantillon à l'autre ce qui implique une taille de couloirs comparable pour les trois microstructures. On en déduit qu'aucune évolution de la

microstructure de précipitation n'a lieu entre les trois échantillons. Les caractéristiques microstructurales (taille des précipités γ' et largeurs des couloirs) ne permettent donc pas d'expliquer les différences de comportement observées lors des essais de fluage. Le comportement en fluage entre les échantillons GF730°C et GF760°C étant sensiblement le même dans la suite nous allons nous focaliser sur l'étude des échantillons GF760°C et GF790°C.

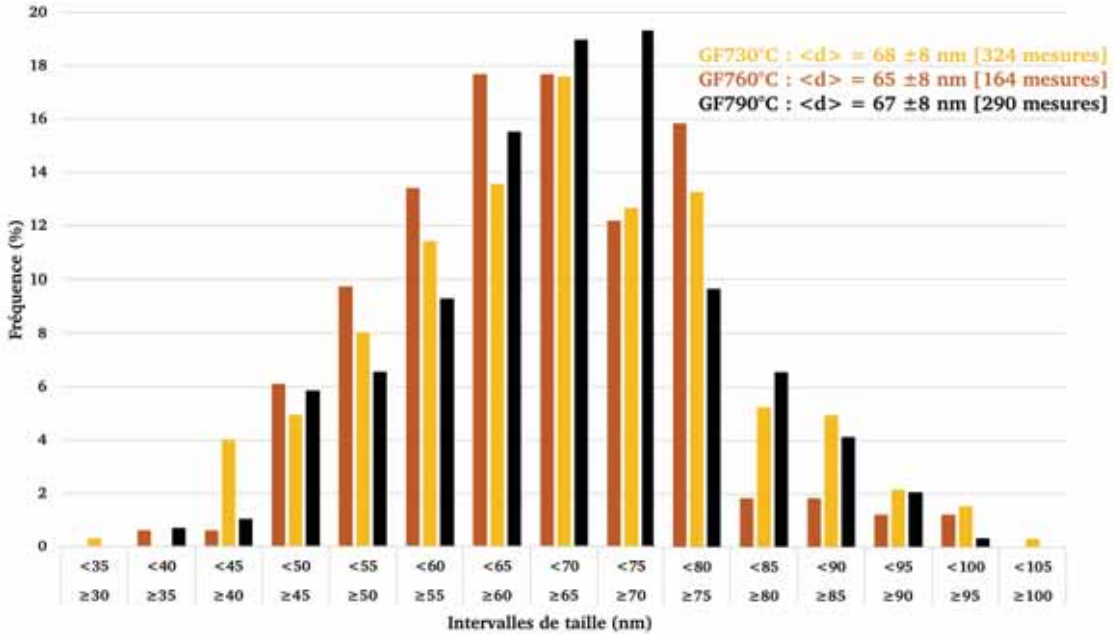

Figure IV-3 : Histogrammes de la taille des précipités γ' secondaires des échantillons GF730°C, GF760°C et GF790°C.

IV.1.b. Micromécanismes de déformation

Dans cette partie, nous allons présenter les observations MET *post mortem* des échantillons GF760°C et GF790°C ayant subi des essais de fluage à 700°C sous 500 MPa. Ensuite, nous allons comparer les micromécanismes de déformations de ces deux échantillons afin de voir si les différences observées à l'échelle des dislocations permettent d'expliquer les différences macroscopiques observées durant les essais de fluage.

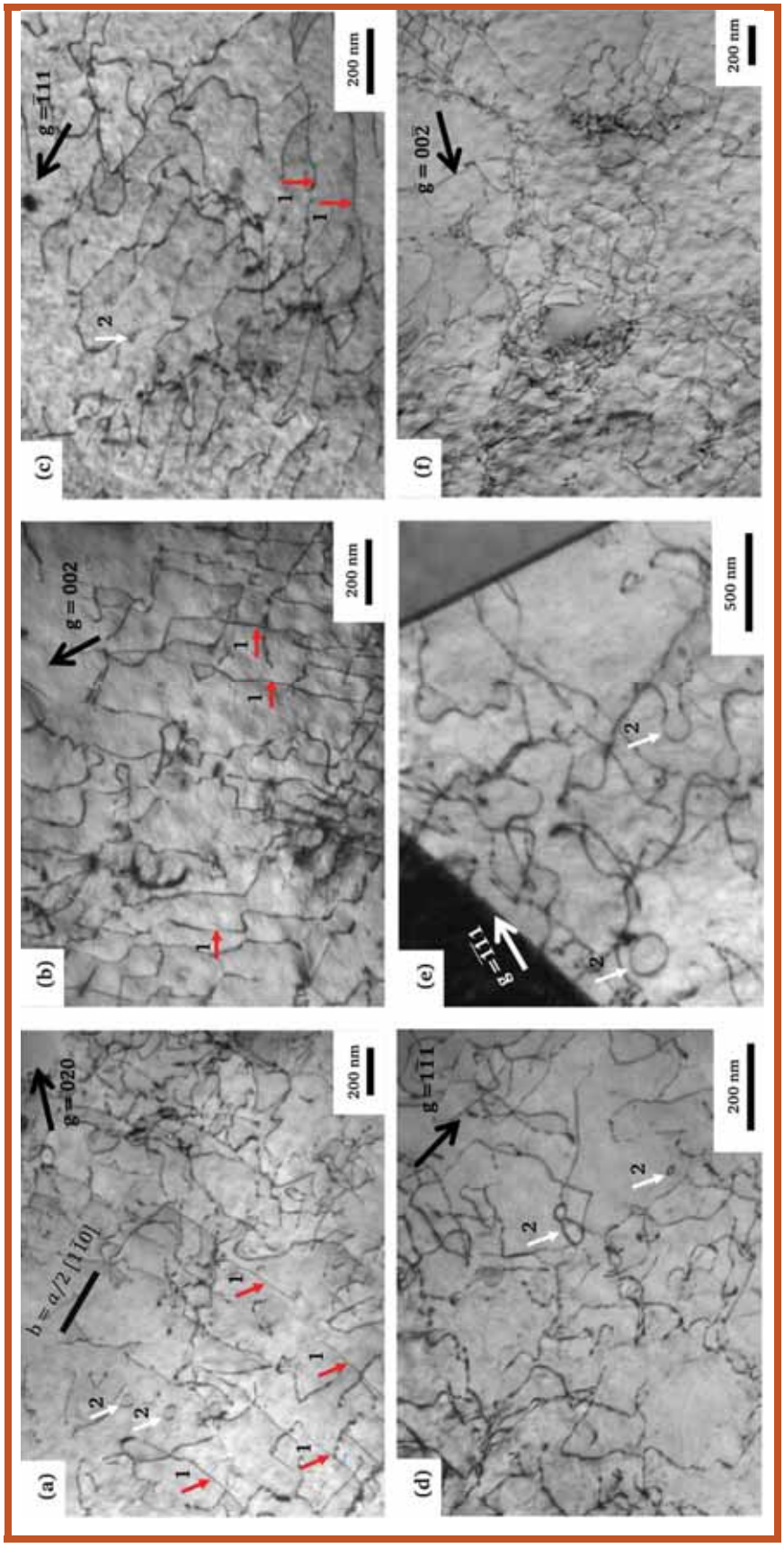

Figure IV-4 : Images MET présentant les micromécanismes de déformation dans différentes zones des échantillons GF760°C.

i. Micromécanismes de déformation dans les échantillons GF760°C

La Figure IV-4 illustre les micromécanismes de déformation présents dans l'échantillon GF760°C. Sur cette figure on observe en 1, de nombreuses dislocations rectilignes, signe de cisaillement par des dislocations parfaites ainsi que des boucles d'Orowan en 2, signe de contournement. L'utilisation des critères d'invisibilité $\vec{g}.\vec{b} = 0$ a permis d'identifier le vecteur de Burgers des dislocations. Sur la Figure IV-4 (a) le vecteur de Burgers des dislocations rectilignes en 2 est $b = a/2\,[1\bar{1}0]$.

Nous allons dans la suite présenter un exemple d'analyse de dislocations parfaites. Sur la Figure IV-5 ((a), (b) et (c)), nous avons imagé la zone étudiée sous différents vecteurs diffractants. Ici, nous nous intéressons aux dislocations horizontales repérées par les flèches.

Ces dislocations sont visibles pour $g = 1\bar{1}1$ (Figure IV-5 (a)) et $g = 0\bar{2}2$ (Figure IV-5 (b)) et invisibles pour $g = 11\bar{1}$ (Figure IV-5 (c)). Il n'est pas possible de déterminer le vecteur de Burgers des dislocations repérées par les flèches seulement avec ces trois g, nous allons donc également déterminer le plan de glissement des dislocations. La Figure IV-6 (a) présente une projection stéréographique simplifiée à tilt 0. Sur cette figure, nous avons tracé les 4 plans de glissements possibles et es deux flèches indiquent les deux seuls vecteurs de Burgers possibles grâce au critère d'invisibilité. La Figure IV-6 (b) présente également une projection stéréographique simplifiée à tilt +18 ($g = 1\bar{1}1$).

Les dislocations avec le vecteur de Burgers de $b = a/2\,[1\bar{1}0]$ glissent soit dans le plan $(11\bar{1})$ soit dans le plan $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$. Si ces dislocations glissaient dans le plan $(11\bar{1})$, elles ne seraient pas aussi allongées sur la Figure IV-5 (a) car pour cette orientation le plan $(11\bar{1})$ est presque perpendiculaire au plan d'observation. Le vecteur de Burgers des dislocations horizontales de la Figure IV-5 (a) et (b) est donc $b = a/2\,[1\bar{1}0]$ et ces dernières glissent dans le plan $(11\bar{1})$.

Grâce à ce résultat ainsi qu'aux différentes analyses non présentées ici, on peut conclure que dans les échantillons étudiés, le cisaillement et le contournement des précipités γ' se fait par des dislocations parfaites de type $b = a/2 < 110 >$.

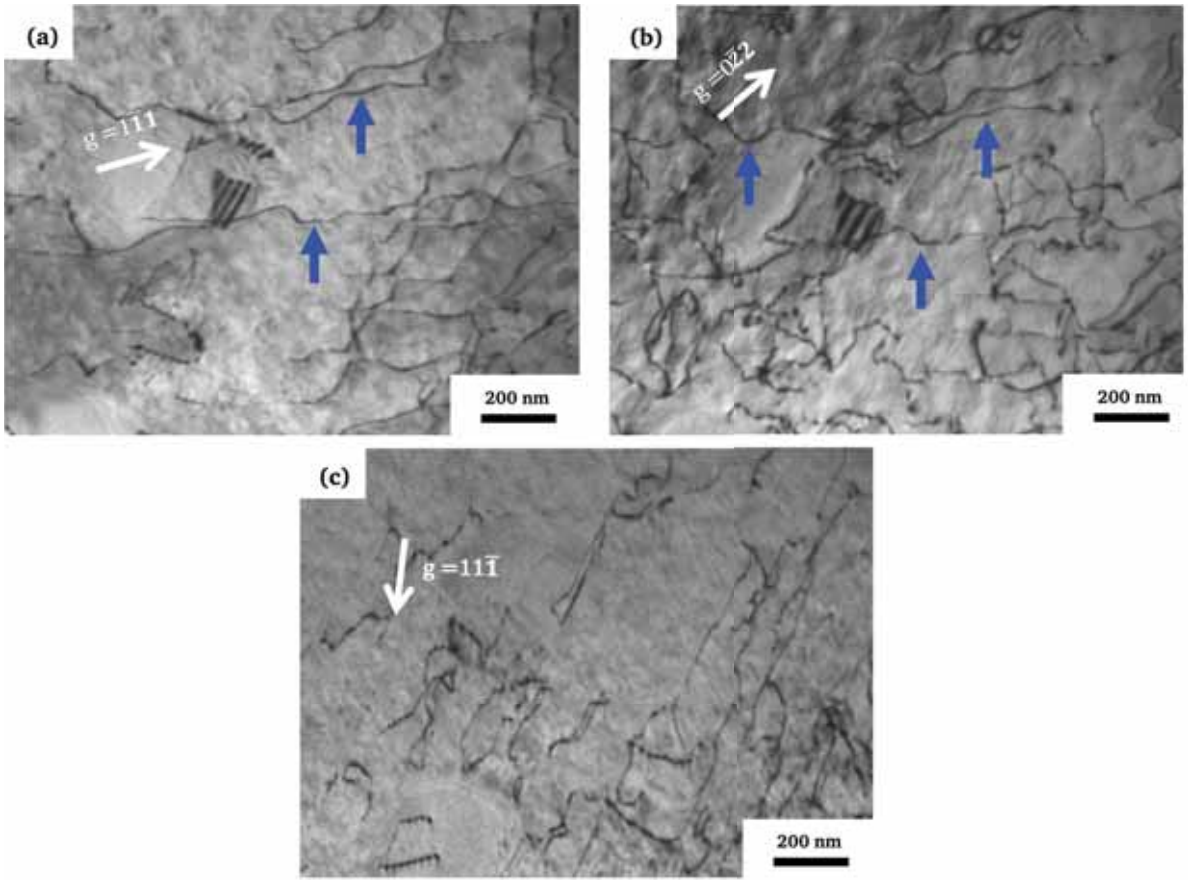

Figure IV-5 : Images MET de dislocations parfaites prises sous différents vecteurs diffractants.

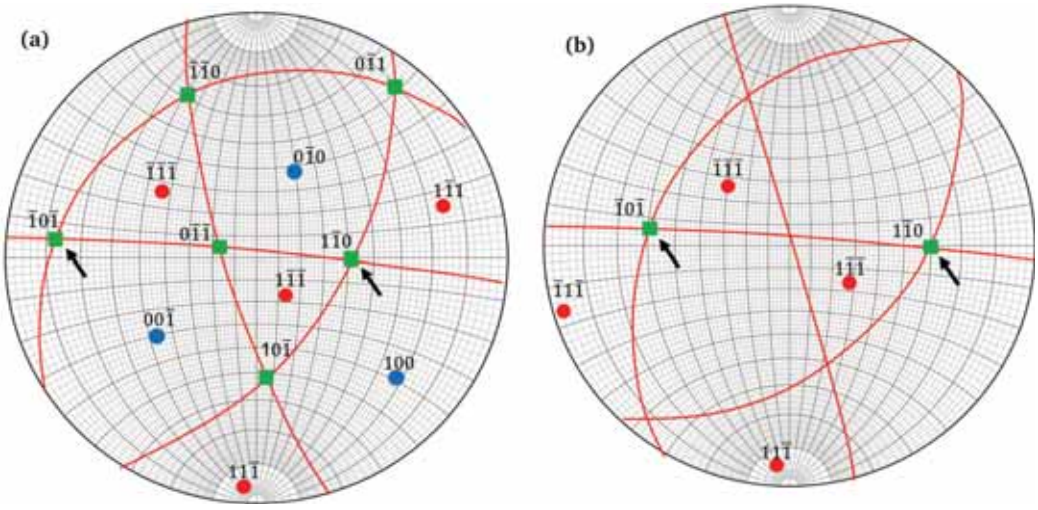

Figure IV-6 : Projections stéréographiques simplifiées à tilt 0 (a) et à tilt +18 ($g = 1\bar{1}1$), (b).

ii. Micromécanismes de déformation dans les échantillons GF790°C

Les micromécanismes de déformation observés dans les échantillons GF790°C sont présentés sur la Figure IV-7. Sur la Figure IV-7(a, b, c, d et e), on constate la présence de nombreuses boucles d'Orowan en 1. Sur la Figure IV-7(c, et e), on peut voir l'apparition de dislocations

parfaites très courbées en 2. De plus, sur la Figure IV-7(b, d, et f), on note la présence de précipités γ' avec des défauts d'empilement en 3. La présence de ces fautes dans les précipités γ' témoigne de l'activation de mécanismes de déformation qui impliquent des dislocations partielles. Nous avons également constaté une plus grande densité de dislocations dans les échantillons GF790°C. Ces observations sont en accord avec le fait que les échantillons GF790°C étudiés possèdent un plus grand taux de déformation (1,3% contre 0,11% pour les échantillons GF760°C).

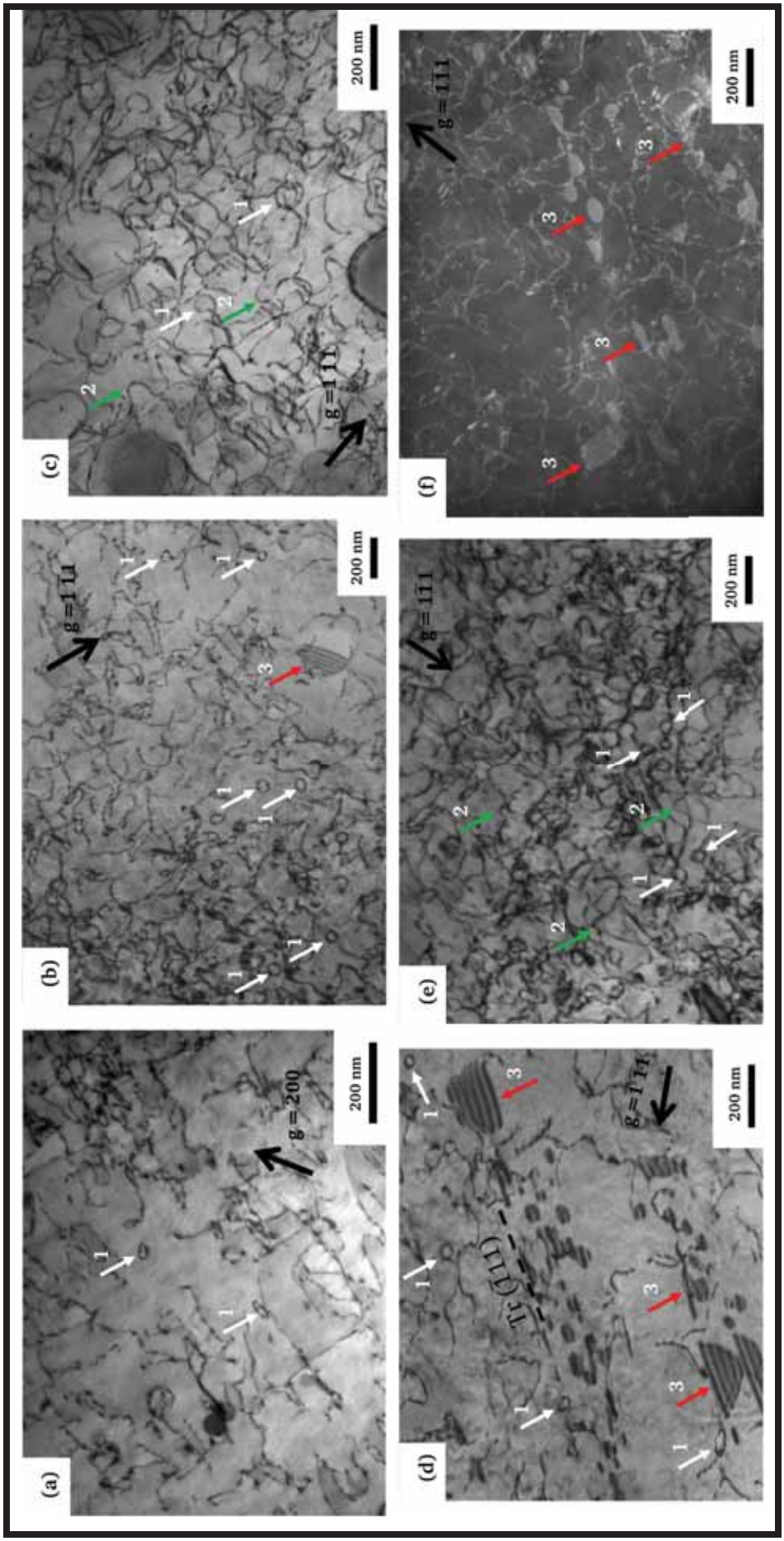

Figure IV-7 : Images MET présentant les micromécanismes de déformation dans les échantillons GF790°C.

iii. Analyse des mécanismes de déformation par des dislocations partielles

Nous allons dans cette partie analyser le mécanisme de cisaillement par des dislocations partielles observé dans les échantillons GF790°C. Ce mécanisme laisse une SISF ou un SESF dans les précipités γ' et une dislocation autour du précipité γ'. Il est donc semblable au mécanisme de Condat et Décamps. Grâce aux notations de Thompson nous allons déduire comment se fait la dissociation des dislocations impliquées. La Figure IV-8 présente le mécanisme de cisaillement par des dislocations partielles sous différents vecteurs diffractants. Dans le Tableau IV-2, nous avons reporté les valeurs de |g.b| pour les dislocations présentes dans le plan de glissement identifié $\boldsymbol{\alpha} = (\mathbf{111})$.

Tableau IV-2 : Valeurs des |g.b| pour différents g du mécanisme étudié.

	$\lvert g.b \rvert$ pour les **g** suivants			
b	$00\bar{2}$	200	$\bar{1}\bar{1}1$	$0\bar{2}2$
CB = $^1/_2\,[\bar{1}10]$	0	1	0	1
CD = $^1/_2\,[01\bar{1}]$	1	0	0	0
BD = $^1/_2\,[\bar{1}01]$	1	1	1	1
2Cα = $^1/_3\,[\bar{1}2\bar{1}]$	$^2/_3$	$^2/_3$	$^2/_3$	2
Cα = $^1/_6\,[\bar{1}2\bar{1}]$	$^1/_3$	$^1/_3$	$^1/_3$	1
2B**α** = $^1/_3\,[2\bar{1}\bar{1}]$	$^2/_3$	$^4/_3$	$^2/_3$	0
B**α** = $^1/_6\,[2\bar{1}\bar{1}]$	$^1/_3$	$^2/_3$	$^1/_3$	0
2D**α** = $^1/_3\,[\bar{1}\bar{1}2]$	$^4/_3$	$^2/_3$	$^4/_3$	2
D**α** = $^1/_6\,[\bar{1}\bar{1}2]$	$^2/_3$	$^1/_3$	$^2/_3$	1

Les dislocations entourant les précipités γ' sont visibles pour $g = 200$ (Figure IV-8 (b)) et invisibles pour $g = 00\bar{2}$ (Figure IV-8 (a)), $g = \bar{1}\bar{1}1$ (Figure IV-8 (c)) et $g = 0\bar{2}2$ (Figure IV-8 (d)). D'après le Tableau IV-2, elles ont pour vecteur de Burgers B**α.** La dislocation de tête n'est pas imagée sur la Figure IV-8, on ne peut donc pas déduire la dissociation mise en jeu. Cependant, nos observations et analyses prouvent que les mécanismes de déformation observés dans nos échantillons sont en accord avec les processus de Condat et Décamps initiés par des dislocations parfaites laissant des partielles de type a/6<112> autour des précipités γ'.

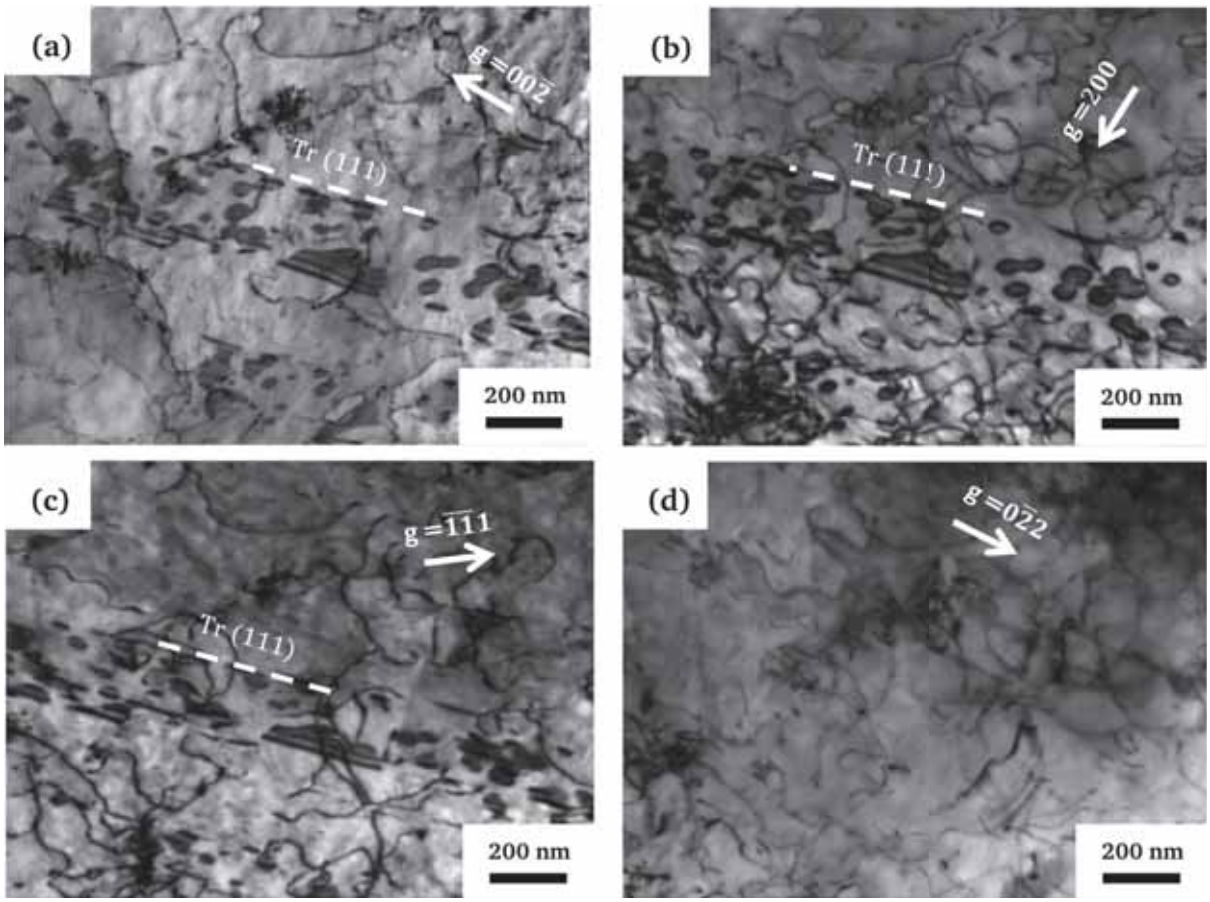

Figure IV-8 : Images MET du mécanisme de cisaillement prises sous différents g.

iv. Synthèse

L'observation des échantillons GF760°C et GF790°C a montré que dans ces deux échantillons, la déformation se produisait par la propagation de dislocations parfaites de matrice de type a/2<110>. La présence simultanée de dislocations très rectilignes, de dislocations très courbées et de boucles traduit la coexistence des mécanismes bien connus de cisaillement de précipités et de contournement d'Orowan. La différence majeure observée est l'apparition de dislocations partielles de types a/6<112> dans les échantillons GF790°C en accord avec le mécanisme de Condat et Décamps **[Décamps, 1986]**.

Si l'on cherche à interpréter l'origine de l'apparition de ces dislocations partielles, différents paramètres physiques doivent être envisagés. On peut tout d'abord penser à la microstructure, en particulier la taille des couloirs entre précipités secondaires, car c'est là où se propagent les dislocations. Dans une étude antérieure, dans un superalliage polycristallin de microstructure assez proche, Douin a souligné et quantifié le rôle de la taille des couloirs γ sur la formation de dislocations partielles **[Douin, 2007]**. D'après cette étude, la propagation de dislocations dans

des couloirs étroits met en jeu leur flexibilité, inversement proportionnelle à leur tension de ligne qui dépend du carré du module de leur vecteur de Burgers. Ainsi, une dislocation partielle étant plus flexible qu'une parfaite, le mécanisme de déformation mettant en jeu des partielles sera favorisé dans le cas d'une microstructure fine avec des couloirs étroits. Cependant, notre étude statistique de la caractérisation de la microstructure de précipitation n'a pas permis de mettre en évidence des différences notables de taille de couloirs qui permettraient de justifier la formation de dislocations partielles.

L'autre paramètre physique à considérer pour interpréter la présence de dislocations partielles est l'énergie de défaut d'empilement (Stacking Fault Energy) que nous nommerons SFE dans ce qui suit. Des travaux menés depuis les années 1970 dans les alliages base Ni, ont permis de montrer que cette SFE était contrôlée par les éléments d'addition (Cr, Co, Mo, W…) **[Köster, 1964; Clément, 1974; Yang, 1988; Yuan, 2011; Goodfellow, 2018]**. Enfin, il est aussi admis que le cisaillement des précipités γ' (et par voie de conséquence le mécanisme de Condat et Décamps) est contrôlé par l'énergie de paroi d'antiphase (Antiphase Boundary Energy – APBE). Cette énergie est aussi très dépendante de la chimie **[Ardell, 1988; Douin, 1991; Dimiduk, 1993; Baither, 2002; Crudden, 2014]**.

La compréhension des différences de comportement en fluage observées et la recherche du/ des paramètre(s) physique(s) pertinent(s) permettant d'interpréter ces différences nous ont donc conduits à mener des analyses des compositions chimiques locales afin d'identifier d'éventuelles fluctuations au cours des différents traitements thermiques.

IV.1.c. Détermination de la chimie

Nous allons dans cette partie déterminer les compositions chimiques locales des différentes phases dans les échantillons GF760°C et GF790°C afin d'identifier d'éventuelles modifications de composition chimique.

i. Spectroscopie EDX

Afin de quantifier la composition chimique de la matrice γ et des précipités γ' ainsi que la répartition des éléments, nous avons d'abord utilisé la spectroscopie EDX. Pour cela, nous avons réalisé des cartographies EDX sur ces deux échantillons (Figure IV-9).

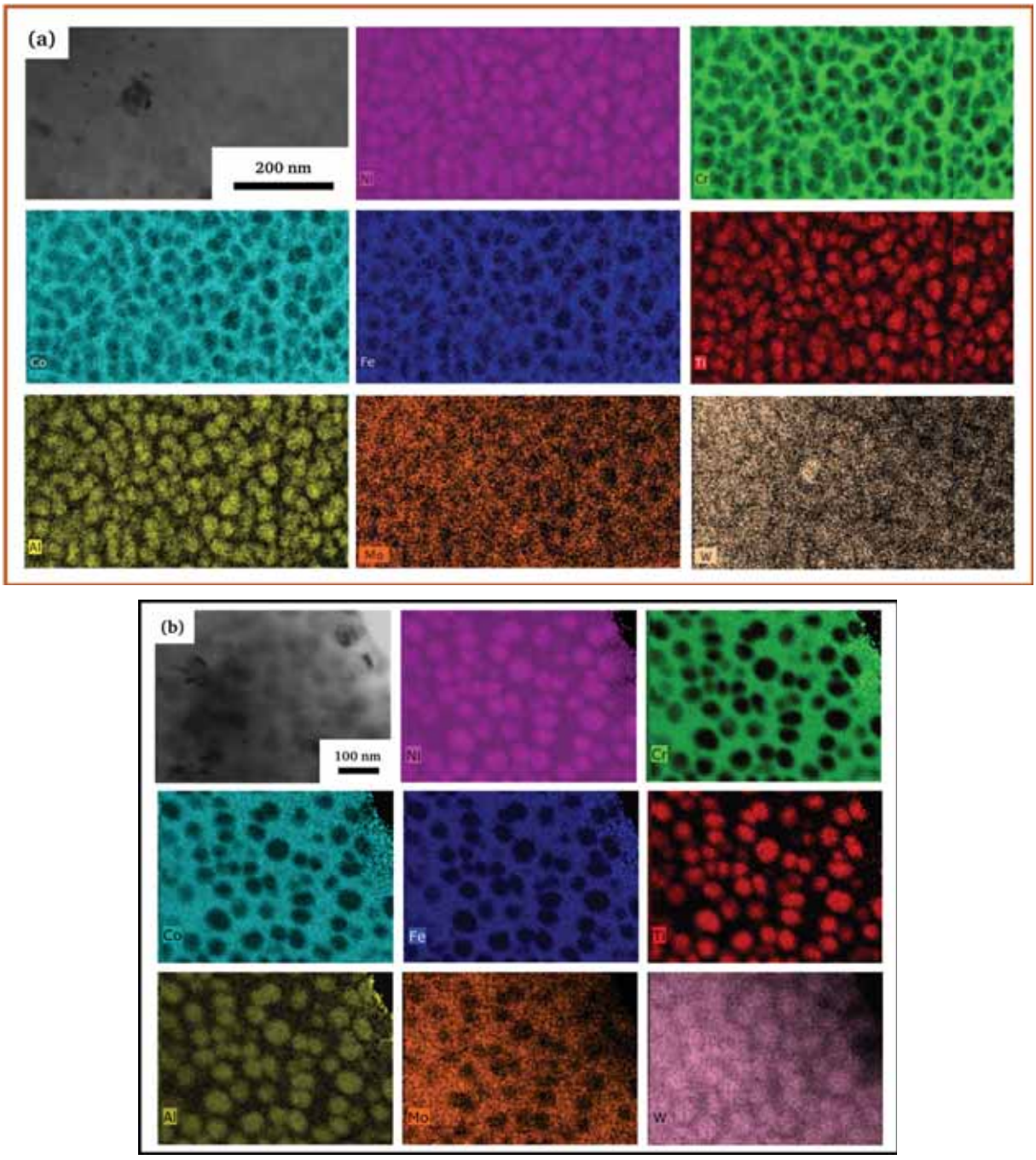

Figure IV-9 : Cartographies obtenues par spectroscopie EDX illustrant la répartition des éléments entre la matrice γ et les précipités γ' dans les échantillons GF760°C (a) et GF790°C (b).

Les résultats de quantifications issues des cartographies EDX sont synthétisés dans le Tableau IV-3. Dans ce tableau, on voit que tous les éléments présents dans l'AD730^{TM} peuvent être détectés. De plus, ce tableau montre que la variation de la composition chimique dans la matrice et les précipités entre les échantillons GF760°C et GF790°C est négligeable. Ces résultats peuvent être comparés à ceux obtenus par Bellot (Tableau IV-4). Sur ce même superalliage, cet

auteur a déterminé la composition chimique de l'alliage en utilisant une technique d'extraction des précipités et de l'imagerie MEB à haute résolution **[Bellot, 2013]**.

Tableau IV-3 : Comparaison de la composition chimique en pourcentage atomique de la matrice γ et des précipités γ' des échantillons GF760°C et GF790°C obtenus des cartographies par spectroscopie EDX.

	%at	Ni	Cr	Co	Fe	Ti	Al	W	Mo
GF760°C	γ	47,3±5,6	25,2±2,4	12,5±1,7	7,4± 1,2	0,9± 0,6	1,5± 0,6	0,9± 0,3	2,6± 0,8
	γ'	66,9± 6,9	2,5±1,7	3,7±1,4	2,6± 0,9	8,7 ±1,2	8,8± 0,9	0,2± 0,2	0,7± 0,5
GF790°C	γ	47,8± 5,9	25,7±2,6	12,2±1,9	7,1± 1,5	0,6± 0,3	2,2± 0,6	1,2± 0,2	2,8± 0,5
	γ'	68,7± 7,2	3,1± 0,5	4,2±1,0	2,8± 0,8	8,1± 1,1	12,5±0,6	0,7± 0,2	0,8± 0,3

Tableau IV-4 : Composition chimique en pourcentage atomique de la matrice γ et des précipités γ' de l'AD730^{TM} obtenue par extraction des précipités et imagerie MEB à haute résolution **[Bellot, 2013].**

%at	Ni	Cr	Co	Fe	Ti	Al	W	Mo
γ	50,11	26,19	11,56	6,01	0,68	1,52	0,97	2,69
γ'	69,99	2,27	2,86	0,70	10,30	11,23	0,61	0,45

Si l'on se concentre sur la composition chimique de la matrice, car c'est dans les couloirs de cette phase que vont se propager les dislocations et que se dissocient les dislocations partielles et si l'on se focalise sur les éléments qui sont connus pour influencer l'énergie de défaut d'empilement comme le Co et le Cr, on voit dans le Tableau IV-4 que Bellot trouve des teneurs en Co de 12%at. et en Cr de 26%at.. Lors de nos analyses, dans la matrice, nous trouvons des teneurs en Co et Cr de 12,5± 1,7 %at. et de 25,2± 2,4%at. dans l'échantillon GF760°C et de 12,2± 1,9%at. et 25,7± 2,6%at. dans l'échantillon GF790°C. Nos résultats sont en accord avec ceux de Bellot et cela suggère que nous avons analysé la partie la plus mince de nos échantillons. Avec la spectroscopie EDX, il est possible d'obtenir une caractérisation quantitative plutôt bonne, bien que nous n'ayons pas utilisé la méthode d'extraction des précipités γ' comme cela a souvent été utilisé dans la littérature **[Bellot, 2013; Goodfellow, 2018]**.

Nous avons également essayé d'analyser les précipités γ', mais il est impossible de garantir que le faisceau d'électrons ne traverse pas la matrice γ au-dessus ou au-dessous des précipités γ'

donc les résultats pour les précipités γ' doivent être interprétés très soigneusement. Cependant on remarque que la teneur en Al dans les précipités γ' des échantillons GF790°C est légèrement plus élevée que dans les échantillons GF760°C.

D'autres analyses ont été réalisées sur des lignes en balayant la matrice puis les précipités, car pour rappel lors d'un profil ligne, les résultats sont plus précis que les cartographies EDX (*cf* chapitre 2). Ces analyses n'ont été réalisées que sur les six éléments les plus présents dans l'AD730^{TM}. Les spectres EDX des profils lignes ainsi que les images MET correspondantes sont présentés sur la Figure IV-10 pour les échantillons GF760°C et sur la Figure IV-11 pour les échantillons GF790°C. Sur chaque image MET, la zone balayée est représentée par une flèche blanche (Figure IV-10 et Figure IV-11).

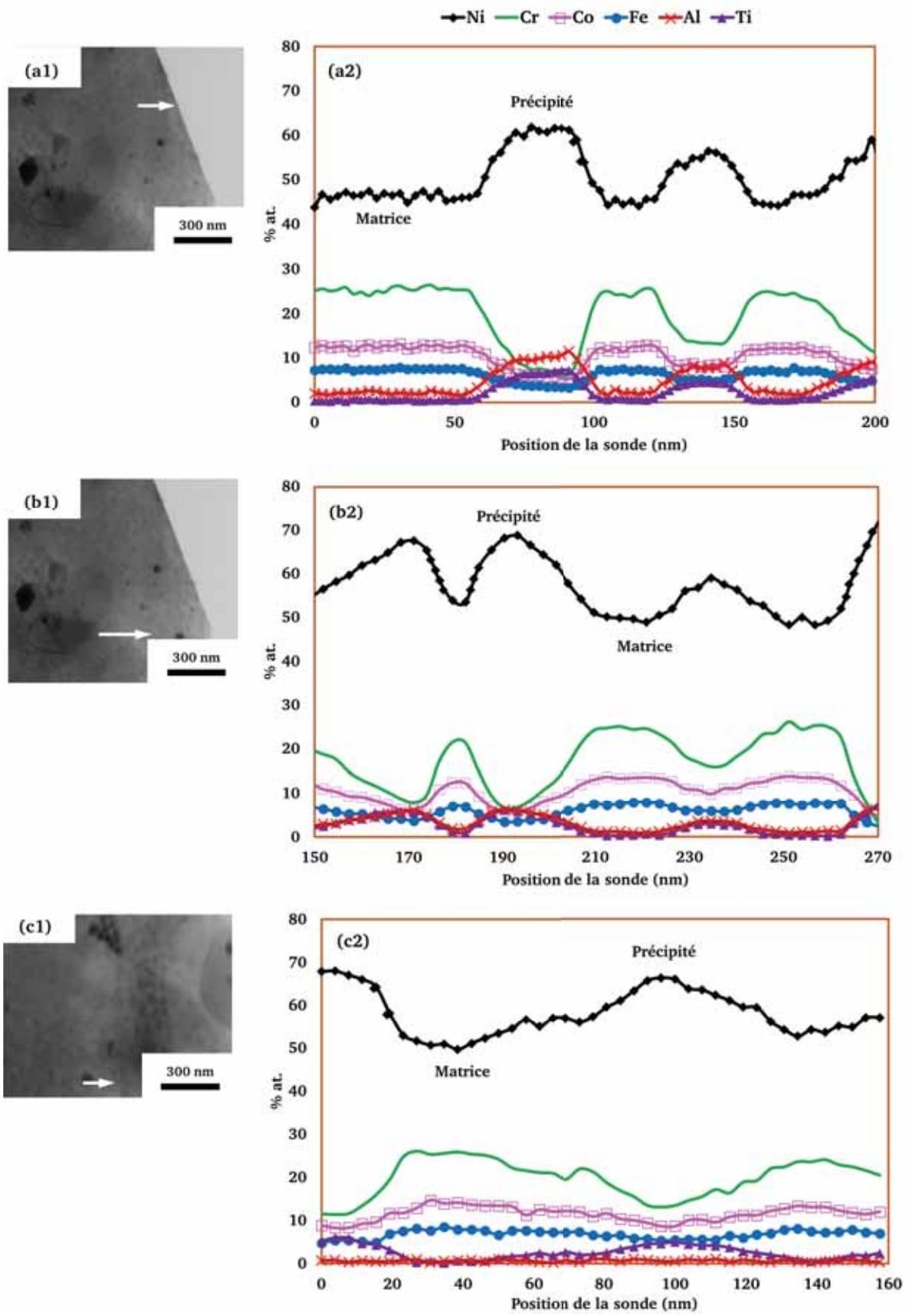

Figure IV-10 : Spectres EDX de la composition chimique réalisés le long de plusieurs lignes dans les échantillons GF760°C.

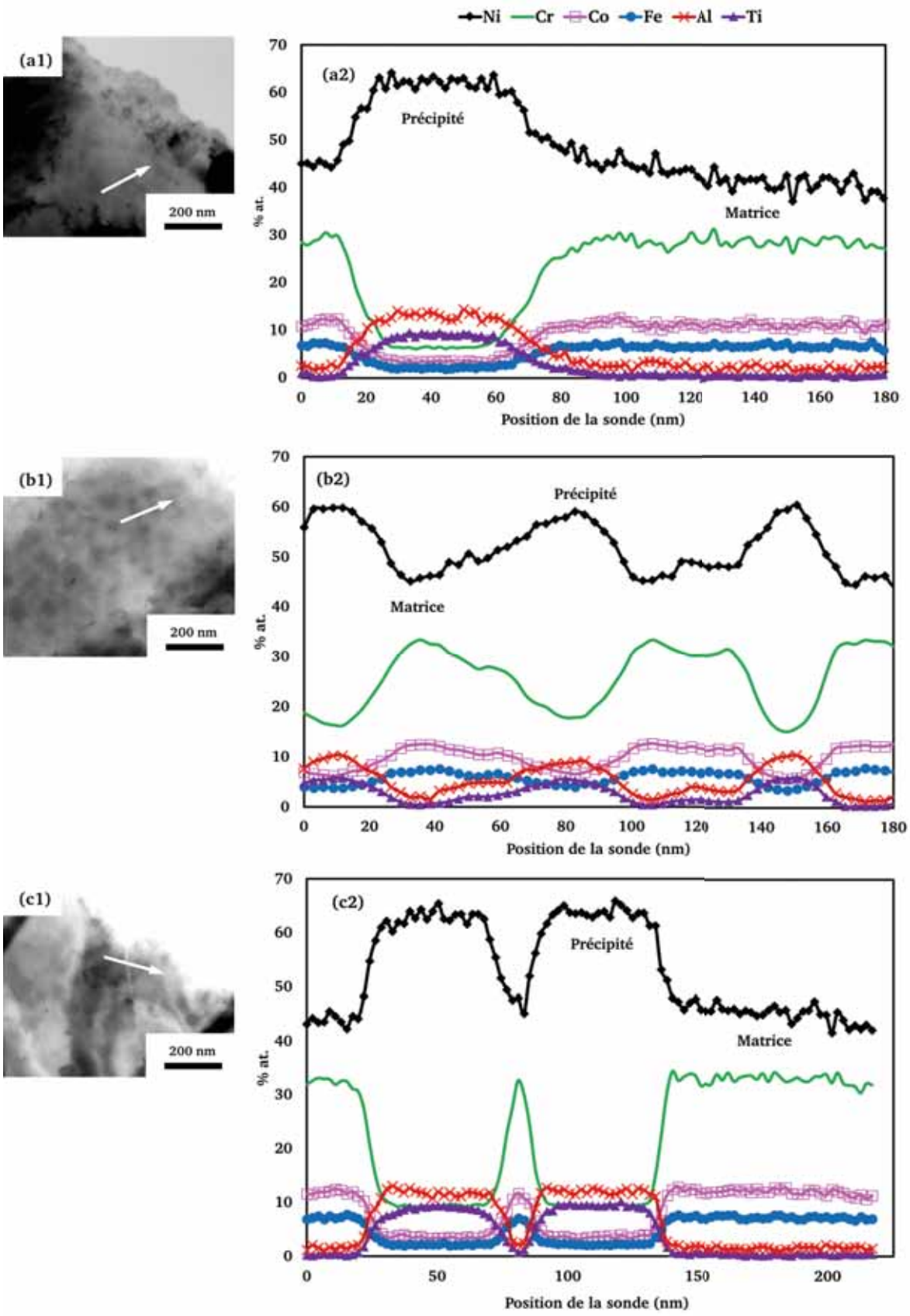

Figure IV-11 : Spectres EDX de la composition chimique réalisés le long de plusieurs lignes dans les échantillons GF790°C.

Tableau IV-5 : Comparaison de la composition chimique en pourcentage atomique de la matrice et des précipités γ'secondaires des échantillons GF760°C et GF790°C obtenus des profils lignes par spectroscopie EDX.

	%at	Ni	Cr	Co	Fe	Ti	Al
GF760°C	γ	48,5 ± 2,6	25,0 ± 1,4	13,1 ± 1,1	7,5 ± 0,7	0,6 ± 0,3	1,0 ± 0,1
	γ'	63,0 ± 3,7	6,5 ± 0,9	6,5 ± 0,7	4,3 ± 0,7	6,5 ± 0,8	8,0 ± 0,7
GF790°C	γ	43,7 ± 3,2	30,0 ± 1,8	11,3 ± 1,5	6,7 ± 1,0	0,3 ± 0,3	2,3 ± 0,3
	γ'	61,7 ± 3,6	10,7 ± 0,5	4,6 ± 0,9	2,6 ± 0,6	8,0 ± 0,6	11,0 ± 0,4

Lorsque l'on compare les profils lignes de la Figure IV-10, on constate que sur les profils (a2) et (b2) tous les éléments sont détectés alors que sur les profils (c2) l'aluminium n'est pas détecté. L'observation des images MET, montre que les profils ligne EDX (a2) et (b2) ont été réalisés le long des zones à proximité du trou (donc fines) contrairement au profil (c2) qui a été réalisé loin du trou c'est-à-dire dans une zone plus épaisse par rapport aux zones précédentes. Ce résultat montre les limites d'utilisation de la spectroscopie EDX.

Selon plusieurs auteurs, la spectroscopie EDX serait peu adaptée pour la quantification de l'Al. En effet, l'utilisation de cette technique entraîne parfois des disparités dans les concentrations en Al. Cela serait dû au fait que l'émission de la raie K α d'Al a une énergie très faible, elle est donc facilement absorbée par l'échantillon et n'est pas détectée au cours des analyses EDX. Ce phénomène entraîne une sous-estimation de la concentration en Al dans les résultats EDX **[Westwood, 2011; Goodfellow, 2018]**. En comparaison, les profils de la Figure IV-11 ont tous été réalisés à proximité du trou de la lame MET (c'est à dire à proximité de zones fines) ainsi tous les éléments recherchés sont détectés.

Le Tableau IV-5 récapitule les résultats obtenus en EDX avec l'acquisition de profils de lignes de la Figure IV-10 et de la Figure IV-11. Si l'on compare la teneur en Co et en Cr dans la matrice et la teneur en Ti dans les précipités γ'secondaires des échantillons GF760°C et GF790°C, on voit qu'avec les profils lignes EDX de légères fluctuations sont détectées. En effet dans l'échantillon GF760°C, on trouve des teneurs en Co de 13,1± 1,1 %at. alors qu'elle est de 11,3± 1,5%at dans l'échantillon GF790°C. Pour les teneurs en Cr, elle est de 25,0± 1,4%at et de 30,0± 1,8%at dans les échantillons GF760°C et GF790°C respectivement. De même, on constate une légère variation de la teneur en Ti dans les précipités γ' secondaires qui n'avait pas été décelée lors des cartographies EDX.

Les résultats des lignes EDX montrent que, avec l'augmentation de la température de traitement thermique au-delà de 760°C, on a dans la matrice γ, une augmentation de la teneur en chrome et une diminution de la teneur en Co. Dans les précipités γ' secondaires, avec l'augmentation de la température de traitement thermique, on observe une légère augmentation de la teneur en Ti ainsi que celle de la teneur en Al.

Comme la quantification de la concentration élémentaire est plus précise et appropriée en utilisant les expériences EELS, des expériences EELS complémentaires ont été réalisées pour confirmer la composition chimique locale de chaque phase.

ii. Spectroscopie EELS

De nombreuses expériences ont été réalisées en utilisant la spectroscopie EELS. Cependant, avec cette technique tous les éléments chimiques ne peuvent pas être obtenus simultanément sur le même spectre, car les éléments possédant des énergies plus élevées (> 1000 eV) risquent d'être noyés dans le fond continu. Deux fenêtres d'analyse ont donc été choisies, la première sur une gamme d'énergie 400 eV-1000 eV afin que les seuils du titane (449 eV), du chrome (575 eV), du fer (707 eV), du cobalt (778 eV) et du nickel (850 eV) soient accessibles et la seconde autour de 1560 eV afin d'avoir accès au seuil de l'aluminium. Avec la spectroscopie EELS, il est impossible de détecter les éléments trop lourds comme le molybdène et le tungstène.

La Figure IV-12 présente des pointés EELS réalisés respectivement dans la matrice γ (Figure IV-12 (a)) et les précipités γ'secondaires (Figure IV-12 (b)). Ces pointés permettent de confirmer comment se répartissent les éléments dans l'AD730^{TM}. On retrouve que le Cr, Fe, Co sont localisés préférentiellement dans la matrice (γ gènes) tandis que le Ni et le Ti sont essentiellement dans les précipités (γ' gènes). Cependant malgré de nombreuses tentatives, il n'a pas été possible de détecter le pic d'énergie correspondant à Al que ce soit dans la matrice ou les précipités γ' secondaires. Ces résultats ont soulevé quelques interrogations, car d'après les résultats EDX, la teneur en Al dans les précipités γ' secondaires est plus élevée que la teneur en Cr, Co et Ti, quel que soit le traitement thermique. Or ces trois éléments sont détectés par EELS contrairement à l'Al.

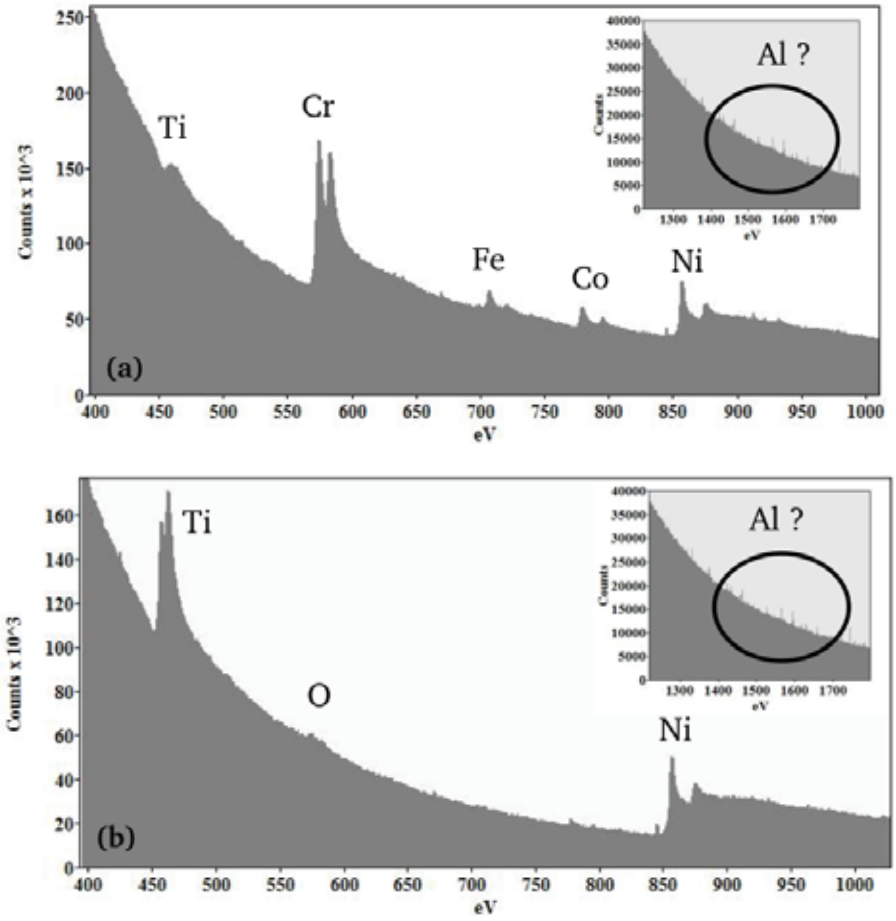

Figure IV-12 : Spectres des pointés EELS de la matrice(a) et d'un précipité (b).

Des profils lignes ont étés réalisés sur les deux échantillons, car les résultats ainsi obtenus le seront avec une plus grande statistique et les différences existantes seront plus marquées. Les éléments Cr et Co, qui peuvent affecter la SFE dans la matrice γ, ont été particulièrement étudiés. La teneur en Ti a été également contrôlée à la fois dans les phases γ et γ', car cet élément peut affecter l'APBE et se retrouve principalement dans les précipités γ' secondaires. Aussi, si une évolution de la teneur en Ti est observée dans les précipités γ' secondaires et également dans la phase γ, nous pourrons conclure à une évolution significative.

La Figure IV-13 et la Figure IV-14 présentent des profils EELS réalisés le long de lignes qui traversent la matrice γ et des précipités γ' secondaires dans les échantillons GF760°C et GF790°C. Ces profils confirment les résultats obtenus avec les pointés EELS sur la répartition des éléments γ gènes et γ' gènes. De plus, ces profils indiquent clairement une différence significative de la teneur en Cr dans la matrice pour les deux traitements thermiques étudiés.

Après un traitement thermique à 790°C, la teneur en Cr dans la matrice est d'environ 42,3± 5,1% contre 22,8± 2,7% après un traitement thermique à 760°C (Tableau IV-6). Pour la teneur en Co, elle diminue légèrement dans la matrice des échantillons GF760°C. L'autre résultat important présenté dans ce tableau est l'augmentation de la teneur en Ti dans les précipités γ' secondaires avec l'augmentation de la température de traitement thermique, qui passe de 5,8%at à 16,6%at. dans respectivement les échantillons GF760°C et GF790°C.
Sur les profils des lignes de la Figure IV-13 et la Figure IV-14, on peut noter l'absence d'Al. Lors de tous nos profils EELS, il nous a été impossible de détecter cet élément. Or, il est connu que cet élément joue un rôle important dans la protection contre l'oxydation, mais surtout participe à la formation des précipités γ' et donc stabilise les propriétés mécaniques des superalliages **[Laurence, 2016; Augustins-Lecallier, 2012]**.

L'évaluation directe de tous les éléments est donc difficile et les valeurs obtenues ne sont pas exactes. Cependant, comme la différence de teneur en Cr et Ti est significative et que les expériences ont été faites dans les mêmes conditions expérimentales et ont été multipliées pour avoir des résultats fiables, tout laisse à penser qu'il y a une réelle variation de la teneur en ces éléments dans les échantillons à GF790°C en comparaison avec les échantillons GF760°C.

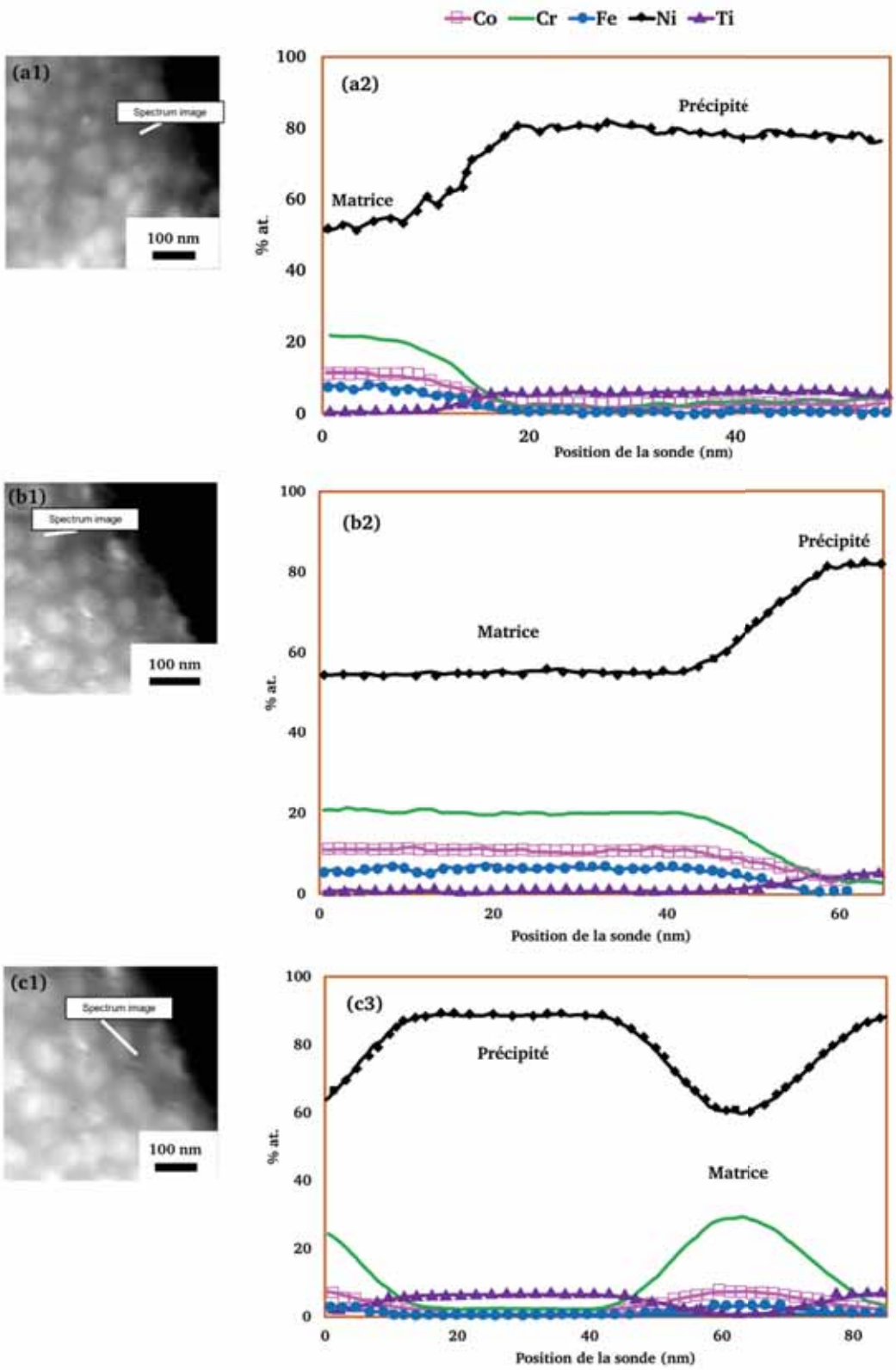

Figure IV-13 : Spectres EELS de la composition chimique réalisés le long de plusieurs lignes dans les échantillons GF760°C.

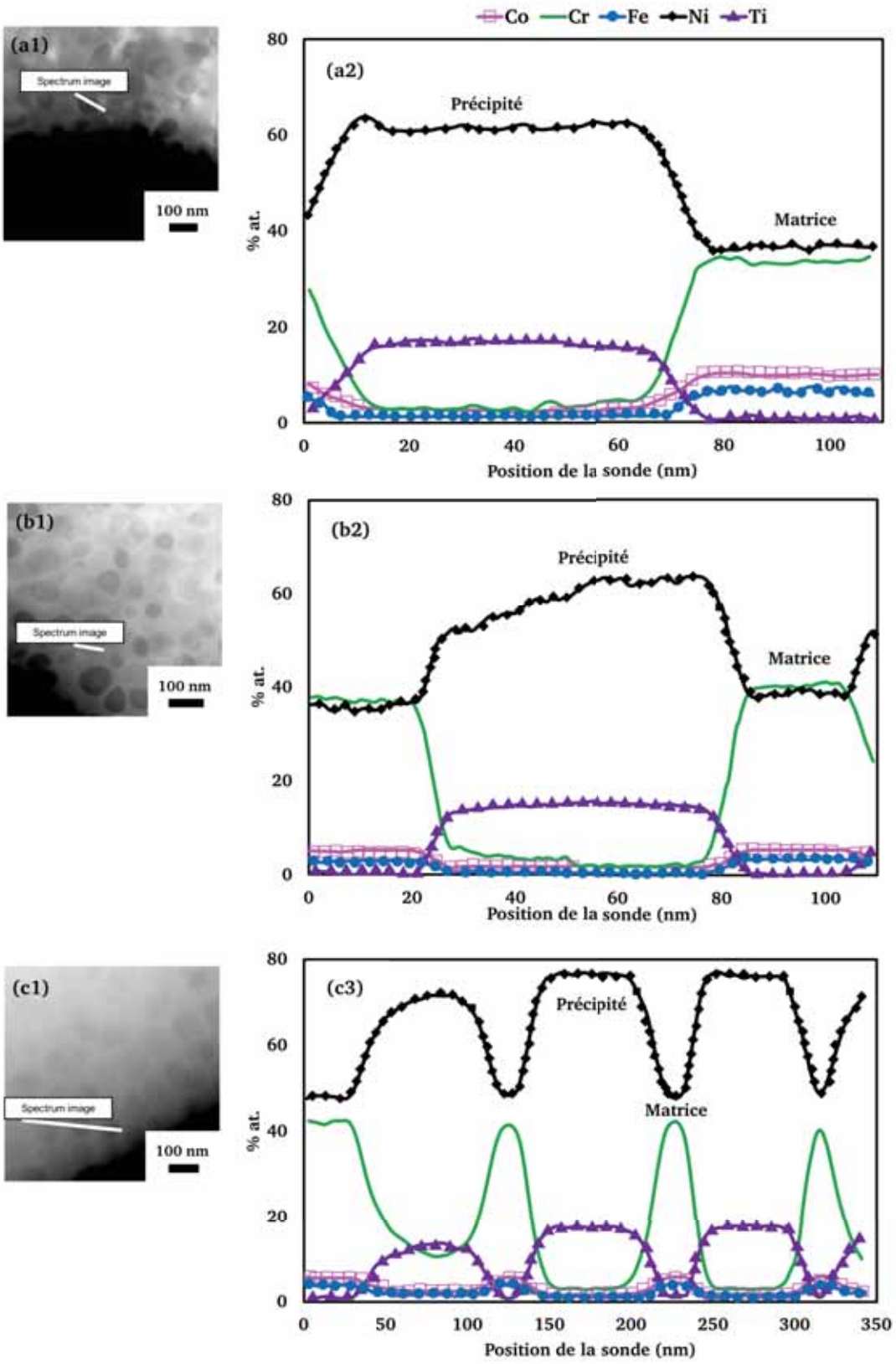

Figure IV-14 : Spectres EELS de la composition chimique réalisés le long de plusieurs lignes dans les échantillons GF790°C.

Tableau IV-6 : Comparaison de la composition chimique en pourcentage atomique de la matrice et des précipités γ' secondaires des échantillons GF760 et GF790 obtenus des lignes par spectroscopie EELS.

	%at	Ni	Cr	Co	Fe	Ti
GF760°C	γ	56,9± 6,8	22,8 ± 2,7	11,7 ± 1,4	7,2 ± 0,9	0,4 ± 0,1
	γ'	80,5 ± 9,7	2,8 ± 0,3	2,6 ± 0,3	0,3 ± 0,1	5,5 ± 0,7
GF790°C	γ	43,0± 5,2	42,3 ± 5,1	8,6 ± 1,0	4,9 ± 0,6	0,6 ± 0,1
	γ'	66,8 ± 8,0	6,4 ± 0,8	2,4 ± 0,3	0,3 ± 0,1	16,7 ± 2,0

iii. Validité des résultats obtenus

Même si les résultats issus des expériences EELS nous semblent plus fiables et plus pertinents que ceux issus de l'EDX (pour des raisons évoquées précédemment), nous avons voulu confirmer les évolutions de composition chimique mesurées. Nous avons donc programmé une nouvelle campagne expérimentale sur un MET combinant ces deux techniques de spectroscopie (ce qui est assez rare comme équipement) afin d'analyser une même zone en EELS et EDX.

Sur la Figure IV-15, nous avons présenté un exemple de spectres EDX et EELS réalisés au JEM-ARM200F Cold FEG sur l'échantillon GF790°C. Les spectres (b) et (c) de cette figure ont été réalisés sur la même zone de la figure (a). Pour une même zone analysée, si l'on compare les résultats obtenus par spectroscopie EDX et EELS on voit que la teneur en éléments présents est toujours plus élevée sur les résultats EELS. Cela peut s'expliquer par le fait que moins d'éléments sont détectés lors des analyses EELS (comparativement aux analyses EDX), la quantification se fait donc sur moins d'éléments et les résultats obtenus suggèrent une plus grande teneur en éléments étudiés. Sur les spectres de la Figure IV-15, on peut noter qu'avec la spectroscopie EDX, l'Al est toujours détecté alors que les spectres EELS de la même zone ne mettent pas en évidence la présence de l'Al.
L'absence du signal de l'Al dans les spectres EELS peut s'expliquer par le fait que le pic de cet élément est un pic dit « mou », ce qui signifie qu'il se noie dans le bruit de fond, car le rapport signal sur bruit n'est pas assez marqué, et sa détection est compliquée.

Grâce au logiciel EELS Advisor de Gatan, C. Marcelot a réalisé des simulations de spectres EELS pour nos échantillons GF760°C et GF790°C en faisant varier les paramètres comme la composition chimique, l'épaisseur de la lame MET et les conditions d'acquisition (taille de sonde, angle de convergence et de collection …). Malgré de nombreuses tentatives, la détection

de l'Al dans nos différents échantillons n'a été possible dans aucun cas. Ce résultat confirme les résultats obtenus lors de nos différentes expériences.

Ne pouvant donc obtenir une quantification des éléments tels que l'Al, le Mo et le W dans nos alliages en utilisant la spectroscopie EELS, et cette technique étant malgré tout plus à même de fournir des données quantitatives fiables pour tous les autres éléments, nous avons calculé les rapports Ni/Al, Ni/Mo et Ni/W dans la matrice et dans les précipités γ' secondaires obtenus par spectroscopie EDX. Avec les différents rapports obtenus, nous avons pu calculer les pourcentages atomiques de tous les éléments. Les résultats synthétisés dans le Tableau IV-7 permettent de mettre en évidence que :

- Il existe une différence qualitative notable dans la teneur en Cr entre les deux échantillons, la teneur en Cr supérieure étant toujours observée dans la matrice des échantillons GF790°C. Dans les échantillons GF760°C, la teneur en Cr dans la matrice peut être estimée quantitativement à environ 26% at. alors qu'elle est d'environ 37%at. dans les échantillons de GF790°C.
- On observe une légère fluctuation locale en Co dans la matrice, mais nous n'avons pas identifié de tendance réelle avec le traitement thermique.
- La teneur en Ti dans les précipités γ' secondaires augmente légèrement alors que dans la matrice elle diminue avec l'augmentation de la température de traitement thermique.
- La teneur en Mo dans la matrice reste constante avec le traitement thermique alors qu'elle diminue dans les précipités γ' secondaires passant de 2,4%at. dans les échantillons GF760°C à 0,5%at. dans les échantillons GF790°C.

Bien sûr, les concentrations chimiques en éléments dans les précipités γ' secondaires déduites des expériences EELS peuvent être affectées par la matrice, mais nous avons répété de nombreuses expériences pour pouvoir obtenir une tendance nette. Même si les concentrations chimiques ne peuvent pas être considérées comme des valeurs exactes, les fluctuations observées dans les précipités γ' secondaires des échantillons GF790°C par rapport aux échantillons GF760°C sont significatives.

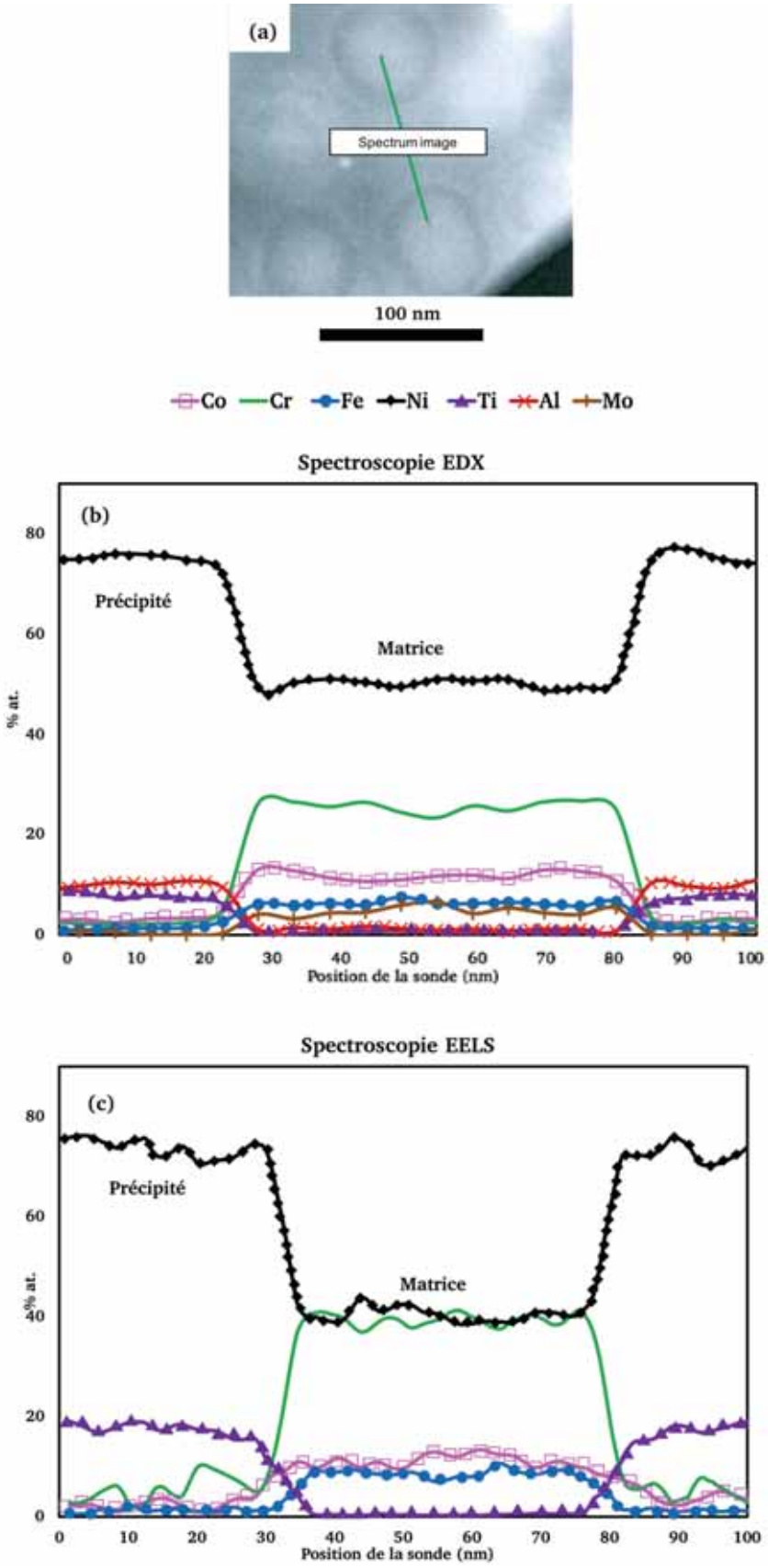

Figure IV-15 : Spectres EDX et EELS réalisés au JEM-ARM200F Cold FEG dans un échantillon GF790°C.

Tableau IV-7 : Composition chimique en pourcentage atomique des échantillons GF760°C et GF790°C grâce au couplage des techniques de spectroscopie EDX et EELS.

	%at	Ni	Cr	Co	Fe	Ti	Al	Mo	W
GF760°C	γ	52,6±6,3	25,9±3,1	10,3±1,2	8,7 ± 1,0	1,7±0,2	0,8 ± 0,1	4,1 ± 0,1	1,0 ± 0,3
	γ'	69,7±8,4	6,1±0,7	3,1±0,4	1,8 ± 0,2	11,5±1,4	7,7 ± 0,9	2,4 ± 0,6	0,2 ± 0,3
GF790°C	γ	43,8±5,3	36,8±4,4	10,1±1,2	8,1 ±1,0	0,6±0,1	0,7± 0,1	4,8 ± 0,7	0,9 ± 0,2
	γ'	67,4±8,1	4,4±0,5	3,9 ±0,4	1,0 ±0,1	16,7±2,0	9,6 ± 0,4	0,5 ± 0,3	0,6 ± 0,2

iv. Détermination de l'énergie de défaut d'empilement

Afin d'évaluer l'influence de la composition chimique locale sur les micromécanismes de déformation, nous avons réalisé des observations en champ sombre dans le but de déterminer l'énergie de défaut d'empilement de nos échantillons. Ce paramètre a été calculé expérimentalement à partir des distances de dissociations d entre deux dislocations partielles de Shockley. Dans le cadre de cette étude, la détermination de l'énergie de défaut d'empilement n'a été possible que dans les échantillons GF760°C. En effet, ces échantillons possèdent une faible densité de dislocations ainsi que de longues dislocations rectilignes ce qui n'est pas le cas des échantillons GF790°C où les dislocations sont plus nombreuses et très courbées.

Dans le cas d'un CFC, la relation utilisée pour déterminer l'énergie de défaut d'empilement est donnée par *Équation IV-1*. Cette équation a été établie en 1957 par Read et elle traduit l'équilibre de chaque partielle en élasticité isotrope **[Read, 1957]**.

$$\Gamma = \frac{\mu}{8\pi}\frac{2-\nu}{1-\nu}\left(1-\frac{2\nu cos2\emptyset}{2-\nu}\right)\frac{b_p^2}{d} \qquad \textit{Équation IV-1}$$

Avec Γ est l'énergie de défaut d'empilement, μ est le module de cisaillement, ν le coefficient de Poisson, $\emptyset$ le caractère de dislocation parfaite, b_p le vecteur de Burgers de la dislocation partielle, d distance de dissociation.

La Figure IV-16 montre un exemple de dislocations dissociées imagées en champ sombre et observées avec un g=$\bar{2}20$. Avec une incertitude de 10%, nous avons déterminé des distances de dissociation comprises entre 3,32 ±0,3 nm et 4,91 ±0,5 nm qui correspondent pour un caractère de 43° à 60°. Avec ces valeurs, nous avons pu évaluer l'énergie de défaut d'empilement qui est comprise entre 31 et 37 mJ/m^2. Nous avons comparé ces valeurs aux énergies de défaut d'empilement de différents superalliages comme AM1, MC2 et AM3 dont

les teneurs en Co et les valeurs d'énergies de défaut d'empilement sont présentées dans le Tableau IV-8. Lorsque l'on compare nos valeurs d'énergie de défaut d'empilement à la littérature, on voit que nos résultats sont du même ordre de grandeur. Comme la détermination de l'énergie de défaut d'empilement n'a été possible expérimentalement que dans les échantillons GF760°C, nous allons dans la discussion quantifier le pourcentage de diminution de l'énergie de défaut d'empilement (SFE) grâce à des calculs dans le cas des deux échantillons.

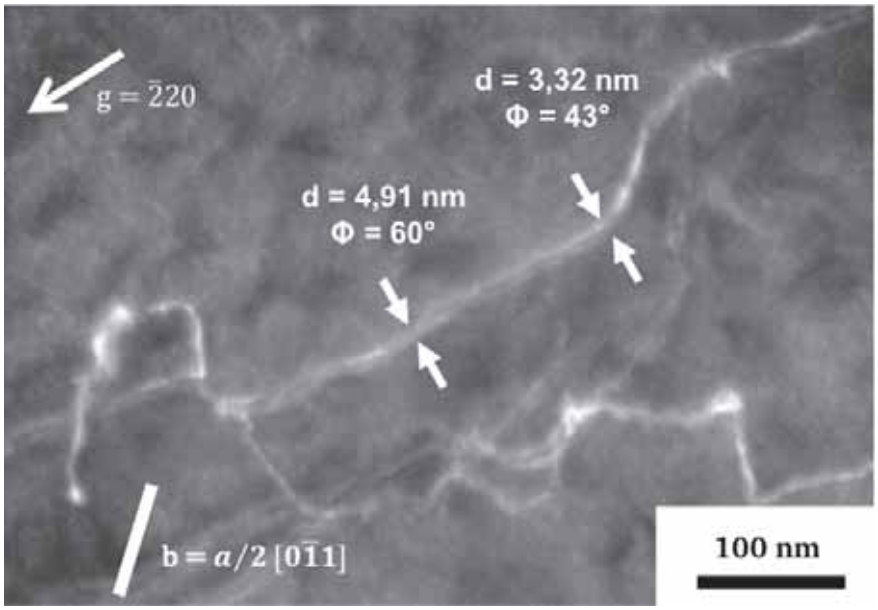

Figure IV-16 : Image MET en champ sombre de la dissociation des dislocations dans l'AD730™.

Tableau IV-8 : Valeurs des énergies de défaut d'empilement dans l'AM1, le MC2 et l'AM3 en fonction de la teneur en Co.

	Γ (mJ/m^2)	%at. Co	Références
γ_{AM1}	20	6,5	**[Décamps, 1986]**
γ_{MCRe} et γ_{MCRu} de 25°C à 1050°C	25 à 30	9,1	**[Pettinari, 2002]**
γ_{MC2}	28 à 31	9,1	**[Benyoucef, 1995]**
γ_{AD730}	31 à 37	10,3	
γ_{AM3}	20 à 30	11,81	**[Décamps, 1991]**

v. Synthèse

La détermination de la composition chimique des phases γ et γ' dans les deux échantillons a tout d'abord été réalisée en utilisant la spectroscopie EDX. Cette technique a permis de détecter

tous les éléments présents dans l'AD730^{TM} et de confirmer les résultats obtenus par d'autres auteurs via des techniques « globales » utilisant le MEB. Afin de déceler des variations plus fines de la composition chimique, l'utilisation de la spectroscopie EELS a été nécessaire. L'utilisation de cette technique a permis de mettre en évidence des évolutions de composition chimique lors du traitement thermique à 790°C. Les résultats ont montré pour les échantillons traités thermiquement à 790°C, une nette augmentation de la teneur en Cr dans la matrice γ, une augmentation de la teneur en Ti dans les précipités γ'secondaires, de légères fluctuations du Co avec les valeurs les plus élevées dans la matrice de l'échantillon de GF790°C et une diminution de la teneur en Mo dans les précipités γ' secondaires des échantillons GF790°C. Un grand nombre d'expériences EELS et EDX réalisées dans les mêmes conditions expérimentales ont permis de valider nos résultats. Nous avons également déterminé expérimentalement l'énergie de défaut d'empilement dans l'AD730^{TM} et les résultats obtenus sont en accord avec ceux obtenus sur des superalliages ayant des compositions chimiques proches de l'AD730^{TM}.

IV.1.d. Discussion des résultats

La stœchiométrie des phases γ et γ' est connue pour influencer l'énergie de défaut d'empilement (SFE) et/ou l'énergie de paroi d'antiphase (APBE), qui contrôlent partiellement le cisaillement des phases γ et/ou γ' par des dislocations partielles ou parfaites.

Afin d'interpréter nos résultats, nous allons dans un premier temps comparer les résultats actuels sur l'évolution de la concentration chimique élémentaire avec la littérature ainsi que ses conséquences sur la SFE et sur l'APBE. Puis nous allons comparer les micromécanismes de déformation observés dans l'AD730^{TM} après un traitement thermique à 760°C avec la littérature et proposer une interprétation. Dans un troisième temps, nous allons déterminer la relation entre les courbes de fluage macroscopiques et les résultats expérimentaux.

i. Évolution de la concentration chimique locale avec le traitement thermique et ses conséquences sur la SFE et sur l'APBE

L'évolution de la composition chimique locale de la phase γ et de la phase γ' pendant le traitement thermique a déjà été mentionnée dans la littérature dans le cas des superalliages base nickel. Goodfellow a analysé la stabilité microstructurale d'un superalliage modèle base nickel dont la composition chimique est proche des superalliages polycristallins à haute résistance tels que le RR1000. De plus, le superalliage étudié par cet auteur possède des taux plus élevés d'Al et de Ti que l'AD730^{TM} **[Goodfellow, 2018]**. Dans cet alliage, Goodfellow a montré une légère

augmentation de Ti dans les précipités γ' lors du traitement thermique à 760°C pendant 100 h ce qui implique une réorganisation de composition chimique au cours du traitement thermique. Cette même réorganisation de composition chimique a été observée dans nos échantillons au cours d'un traitement thermique à 790°C où l'on constate également une augmentation de Ti dans la phase γ'.

Dans le superalliage polycristallin René 65, Laurence a montré que le vieillissement à 800°C entraîne la ségrégation de Cr et Co **[Laurence, 2016,2014]**. L'origine de ces ségrégations est la diffusion de Cr et Co assistée par les dislocations. La même tendance a été récemment observée dans les alliages ayant une fraction volumique de précipités γ' élevée tels que l'AM1, MC2 et Inconel 792 utilisés pour les aubes de turbines **[Hamadi, 2018; Kontis, 2018]**. Ce résultat est important, car dans notre cas, même si nous n'observons aucune ségrégation de Cr et Co, nous avons mesuré une évolution de la concentration en Cr et une légère variation en Co. Cette évolution est donc possible lors du vieillissement à des températures proches de 800°C dans de tels alliages du fait des processus de diffusion.

Le Co et le Cr sont connus pour diminuer la SFE dans la matrice **[Köster, 1964; Clément, 1974; Décamps, 1986; Yang, 1988; Yuan, 2011]**. En utilisant les travaux de Xie, il est possible de quantifier dans les superalliages base nickel, le pourcentage de diminution de la SFE ($\Delta SFE\ (\%)$) par rapport au nickel pur en utilisant l'Équation IV-1 **[Xie, 1982]** :

$$\Delta SFE\ (\%) = 1.66.\, at\%\ Cr + 1.72\ at\%Al + 8.0\ at\%Ti + 1.66\ at\%Mo + 50a\%\ (for\ W) + 0.96at.\%Co \qquad \textit{Équation IV-2}$$

Les coefficients de réduction de la SFE ont été déduits par Xie et ses collaborateurs par régression linéaire dans l'intervalle 0-28%at. de Cr, 0-22% at. de Co, 0-5% at. d'Al, 0-2,5% at. de Ti, ce qui correspond à la composition de la matrice de la plupart des superalliages. Johnson a étudié l'influence de W sur la SFE sur les systèmes Ni-W **[Johnson, 1972]**. Il a constaté qu'au départ, l'addition de W diminue considérablement la SFE jusqu'à une certaine teneur. Au-delà, l'ajout de W supplémentaire n'a plus d'effet. La forte diminution au départ est d'environ 50% pour 0,65%at. de W. Comme la teneur en W est supérieure à 0,65%at dans la plupart des superalliages, le coefficient de réduction de la SFE peut être considéré comme constant et égal à 50%.

Si nous appliquons l'Équation IV-2 à l'AD730^{TM}, nous trouvons : une diminution de la SFE d'environ 140% dans les échantillons GF760°C et une diminution de la SFE d'environ 156% dans les échantillons GF790°C par rapport au Ni pur. L'évolution de la teneur en éléments induit une valeur inférieure de la SFE, qui peut donc être quantifiée.

Comme la SFE est diminuée pendant le vieillissement, il n'est donc pas surprenant d'observer des dislocations partielles après un traitement thermique à 790°C, qui n'ont pas été observées dans les échantillons traités thermiquement à 760°C pour lequel la SFE est plus élevée. Il n'est pas non plus surprenant de ne pas observer de maclage, car dans la littérature ce mécanisme est associé à une valeur très faible de SFE correspondant à environ 34%at. de Co dans la matrice, ce qui n'est pas le cas l'AD730^{TM} **[Yuan, 2012]**.

En outre, comme la principale interaction entre les dislocations et les précipités γ' est le cisaillement de cette phase ordonnée, la stabilité de cette phase est donc importante.

Duval est l'un des premiers auteurs à avoir signalé une possible évolution chimique locale au cours du vieillissement dans les superalliages base nickel et Royer dans le cas de monocristaux **[Duval, 1994; Royer, 1999]**. Ils ont montré qu'un écart de la composition chimique élémentaire par rapport à la stœchiométrie à l'équilibre peut induire une modification de la structure $L1_2$ ordonnée des précipités γ'. Bien entendu, cet effet devrait influencer notablement l'interaction avec les dislocations, car il modifie l'effet durcissant des précipités γ'.

Comme le cisaillement des précipités γ' est contrôlé par l'APBE, ce paramètre a été déterminé dans la présente étude. L'APBE peut être obtenu en utilisant le modèle proposé par Crudden dans le cas de superalliages base Ni constitués de plusieurs éléments selon l'Équation IV-3 **[Crudden, 2014]**.

$$\gamma_{APB} = \gamma_{APB}^{0} + \sum_i k_i \, x_i^{\gamma'} \qquad \textit{Équation IV-3}$$

où γ_{APB}^{0} est l'APBE de Ni_3Al et x_i est la concentration en %at. en élément i dans la phase γ'. Les coefficients k_i sont des constantes spécifiques de chaque élément.

La valeur de l'APBE de Ni_3Al pur est prise à 150 mJ/m^2 d'après des calculs ab initio de Chandran et Vamsi **[Chandran 2011; Vamsi, 2012**]. Les coefficients k_i utilisés sont reportés dans le Tableau IV-9.

Tableau IV-9 : Coefficients ki utilisés pour le calcul de l'APBE d'après **[Crudden, 2014]**.

	Ti	**Cr**	**Mo**	**W**
k_i (mJm^{-2} / at)	15	- 1,7	- 1,7	4,6

En utilisant les concentrations chimiques élémentaires obtenues dans la phase γ' de l'AD730^{TM}, nous avons constaté que l'APBE était d'environ 312 mJ/m^2 dans les échantillons GF760°C et de 395 mJ/m^2 dans les échantillons GF790°C. Comme l'APBE est liée à la capacité des dislocations à cisailler les précipités γ', cette information quantitative permet d'expliquer pourquoi le cisaillement des précipités par des dislocations parfaites de type a/2<110> n'est pas le mécanisme unique dans les échantillons GF790°C.

Le Mo est également connu pour participer au durcissement des précipités γ'. Son influence sur les propriétés mécaniques a été récemment étudiée par Goodfellow grâce à un travail expérimental très précis associé à de la modélisation **[Goodfellow, 2018]**. Grâce à ses travaux, cet auteur a démontré que la teneur en Mo reste stable dans la matrice lors des traitements thermiques à 760°C. Toutefois, il remarque une légère augmentation de la teneur en Mo dans les précipités γ' secondaires. Elle passe de 0,7%at. lorsque le traitement thermique dure 1 h à 1,5%at. après 1000 h de traitement thermique. De plus, dans les précipités γ' tertiaires, Goodfellow note la diminution de la teneur en Mo avec l'augmentation de la durée du traitement thermique. Elle passe de 2%at. durant des traitements thermiques de 1 h à 2,9% pour 100 h de traitement thermique à 760°C. Le diamètre moyen des précipités γ' secondaires dans les échantillons analysés durant notre étude (57 – 76 nm) étant plus proche de celui des précipités γ' tertiaires étudiés par Goodfellow (max 50 nm) que des précipités γ' secondaires (min ~160 nm), nous pouvons conclure que les résultats obtenus dans l'AD730^{TM} sont en accord avec ceux obtenus par Goodfellow pour les précipités γ' tertiaires.

ii. Interprétation des micromécanimes observés avec la littérature

Les mécanismes de déformation observés après un traitement thermique à 730°C ou 760°C, impliquent majoritairement des dislocations parfaites. Nous avons une combinaison du contournement d'Orowan et du cisaillement des précipités γ' secondaires. Lors d'un traitement thermique à 790°C, l'évolution de la composition chimique locale diminue la SFE et augmente l'APBE de sorte que la nucléation des dislocations partielles devient plus facile et que le cisaillement des précipités γ' devient plus difficile à cause de l'augmentation de l'APBE.

Ensuite, le mécanisme de Condat et Décamps peut être privilégié, car il entraîne une conversion des dislocations a/2<110> en une a/3<112>, plus énergétiquement favorable. Ces mêmes modes de déformation ont déjà été mentionnés dans la littérature **[Kear, 1970; Condat, 1987; Milligan, 1991; Mukherji, 1991; Zhang, 2001]**.

iii. Relation entre les courbes de fluage macroscopiques et les résultats expérimentaux

La formule l'Équation IV-4 permet de relier la vitesse de déformation à la densité de dislocations mobiles, leur vitesse et leur vecteur de Burgers

$$\dot{\varepsilon} = \rho b v \qquad \textit{Équation IV-4}$$

Avec $\dot{\varepsilon}$ la vitesse de déformation, ρ la densité de dislocations mobiles, b le vecteur de Burgers v la vitesse des dislocations mobiles.

Si l'on analyse la vitesse de déformation avec la formule de l'Équation IV-4, les facteurs pouvant induire l'augmentation de la vitesse de déformation en fluage observée dans les échantillons GF790°C peuvent être discutés comme suit :

- la nucléation facile des dislocations partielles peut favoriser une augmentation de la densité des dislocations (ρ): cette augmentation de la densité de dislocations a été observée sur les images MET. On peut facilement estimer qu'elle se situe autour d'un facteur de 10.
- la nucléation des dislocations partielles, plus flexibles que les dislocations parfaites, en raison de leur tension de ligne inférieure (proportionnelle au carré du module de vecteur de Burgers), peut induire une augmentation de la vitesse de dislocation (v) lors de leur propagation.

Expérimentalement, les vitesses de déformation en fluage sont d'environ $5{,}5.10^{-8}$ s^{-1} pour les échantillons GF760°C et $4{,}3.10^{-7}$ s^{-1} pour les échantillons GF790°C. Cela conduit à une augmentation d'un facteur de 8, qui peut être expliqué par nos observations expérimentales de MET.

Nous pouvons comparer nos observations MET avec les travaux de Viswanathan **[Viswanathan, 2004]**. Cet auteur a étudié le comportement en fluage à 650°C pour une microstructure grossière (diamètre moyen de précipités γ' secondaires compris entre 100 et 200 nm et diamètre moyen de précipités γ' tertiaires compris entre 12 et 25 nm possédant une

fraction volumique de 2% pour les précipités γ' tertiaires) et plus fine (diamètre moyen de précipités γ' secondaires comprise entre 50 et 100 nm et un diamètre moyen de précipités γ' tertiaires compris entre 5 et 20 nm et une fraction volumique de 12% pour les précipités γ' tertiaires) du René 88DT. Dans l'AD730^{TM}, nous avons observé des micromécanismes de déformation similaires à ceux de la microstructure plus grossière de Viswanathan, tandis que le maclage est le micromécanisme de déformation dominant dans la microstructure plus fine. Dans cette étude, la présence de fautes isolées est associée à l'augmentation de la vitesse de déformation en fluage par rapport aux mécanismes de maclage, qui semblent avoir un effet durcissant. Selon les travaux de Viswanathan, le passage du mécanisme avec des fautes isolées dans la microstructure plus grossière au micromaclage dans la microstructure plus fine, est dû à la variation de la fraction volumique des précipités γ' tertiaires.

L'influence de la précipitation a également été analysée par Thébaud dans des monocristaux d'AD730^{TM}. Lors des essais de fluage réalisés à 700°C sous 700 MPa ou 750 MPa, Thébaud a observé de meilleures propriétés de fluage pour la microstructure fine ayant un diamètre moyen de précipités γ' secondaires de 35 nm par rapport à la microstructure plus grossière avec un diamètre moyen de précipités γ'secondaires de 160 nm. Avec ces résultats, cet auteur a suspecté une transition dans les micromécanismes contrôlant la déformation liée à l'effet de la microstructure **[Thébaud, 2018]**.

Dans notre cas, le passage du mécanisme avec des dislocations parfaites à celui avec des dislocations parfaites et partielles est causé par des variations d'APBE et de la SFE en lien avec des changements dans la composition chimique locale lors d'un traitement thermique à 790°C.

IV.1.e. Conclusion intermédiaire

Le but de cette première partie était de comprendre quels paramètres physiques contrôlant la déformation à l'échelle des dislocations étaient à l'origine des différences macroscopiques observées durant les essais de fluage à 700°C sous 500 MPa dans des échantillons ayant subi différents traitements thermiques. Les résultats macroscopiques ont révélé des comportements en fluage similaires lors d'un traitement thermique à 730°C et à 760°C pendant 8h. Cependant, le comportement des échantillons ayant subi un traitement thermique à 790°C pendant 8 h diffère des deux autres. Les études statistiques sur la microstructure de précipitation n'ont révélé aucune différence dans la taille et dans la distribution des précipités γ'.

Les analyses MET *post-mortem* ont révélé que dans les échantillons GF760°C, le mode de déformation dominant est contrôlé par des dislocations parfaites a/2<110>, et aucune dislocation partielle n'a été observée. Dans les échantillons GF790°C, le mode de déformation dominant est le cisaillement par des dislocations partielles de Shockley a/6<112> et par des dislocations parfaites a/2 <110> associées au contournement d'Orowan.

Comme aucune différence de taille des précipités γ' n'a été mise en évidence entre les deux échantillons, l'interaction entre les dislocations et la microstructure est régie par l'énergie d'APB (AntiPhase Boundary Energy) et l'énergie de défaut d'empilement (SFE) qui sont contrôlées par la composition chimique locale. Des expériences EDX et EELS ont été effectuées pour vérifier la stœchiométrie de chaque phase. Ces analyses quantitatives ont mis en évidence une augmentation nette de la teneur en Cr dans la matrice γ et une augmentation de la teneur en Ti et Al dans les précipités γ' secondaires mais aussi une diminution de la teneur en Mo dans les précipités γ' secondaires lors du traitement thermique à 790°C. Les compositions chimiques obtenues ont été utilisées pour évaluer l'évolution de la SFE et de l'APBE à l'aide de modèles théoriques et empiriques dans les deux échantillons étudiés. Les calculs ont montré que, dans les échantillons GF790°C, la SFE est diminuée tandis que l'APBE augmente par rapport aux échantillons GF760°C. Ces évolutions peuvent expliquer le passage d'un mode de déformation par des dislocations parfaites à un mode de déformation avec des dislocations partielles. Comme, dans les échantillons GF790°C, la SFE est plus basse et l'APBE est plus élevée, il est plus facile pour les dislocations de convertir l'APB en une faute d'empilement de super-réseau, par conversion d'une dislocation de type a/2<110> en des dislocations de type a/3<112>. Ces dernières peuvent facilement traverser les précipités γ' secondaires, qui sont entourés par une dislocation de Shockley de type a/6<112>. La nucléation facile des dislocations partielles ainsi que leur mode de propagation plus facile peuvent expliquer l'augmentation de la densité de dislocations mobiles et de l'augmentation de la vitesse des dislocations. Cela peut conduire à une augmentation de la vitesse de déformation en fluage dans les échantillons GF790°C observée sur les courbes de fluage macroscopiques.

Dans la deuxième partie de ce chapitre, le but est de comprendre l'effet du vieillissement à 850°C sur le comportement en fluage à 700°C sous 600 MPa de l'AD730^{TM}. La connaissance de cet effet du vieillissement passe par l'évaluation de l'évolution de la microstructure de précipitation et des micromécanismes de déformation.

IV.2. Effet du vieillissement

IV.2.a. Problématique et traitement thermique

Cette étude a été réalisée sur des échantillons GF dont les traitements thermiques sont présentés dans le Tableau III-1. Après la mise en solution, le traitement thermique réalisé sur ces échantillons est de 4 h à 730°C. En effet, nous avons vu dans la partie IV.1 que le comportement en fluage des échantillons traités thermiquement à cette température était meilleur. De plus, la durée de ce traitement thermique a été divisée par 2, car d'autres études ont montré que cela avait un effet bénéfique sur le comportement en fluage de l'AD730^{TM} **[Devaux, 2014]**.

Afin d'évaluer les effets du vieillissement, nous avons effectué des vieillissements de 100 h à 850°C.Pour l'étude de la microstructure de précipitation, les échantillons GF50MPa/87 seront également caractérisés. Ces échantillons ont été flués à 850°C sous 50 MPa pendant 350 h. Au vu de la faible contrainte appliquée durant l'essai de fluage, nous allons considérer dans la suite que ces échantillons sont vieillis 350 h à 850 °C. Les observations des micromécanismes de déformation ne seront pas réalisées sur ces échantillons.

Tableau IV-10 : Traitements thermiques permettant l'obtention de la microstructure GF.

	Mise en solution	Traitement thermique	Vieillissement
Échantillons non vieillis (GF600MPa/0,48)	1080°C/4 h/air	730°C/4 h/ air	-
Échantillons vieillis 100 h à 850°C (GF600MPa/0,34)			850°C /100 h / air
Échantillons vieillis 350 h à 850°C (GF50MPa/87)			« 850°C / 350 h / air »

La Figure IV-17 montre le comportement en fluage à 700°C sous 600 MPa des échantillons non vieillis et vieillis. Sur cette figure, on voit que dans les premiers stades de la déformation ces deux échantillons ont le même comportement en fluage. Cependant autour de 0,2% de déformation, les comportements en fluage des échantillons diffèrent. Avec une diminution de la vitesse de déformation des échantillons non vieillis. L'objectif de cette étude est donc de

comprendre cette différence de comportement durant les essais de fluage à 700°C sous 600 MPa.

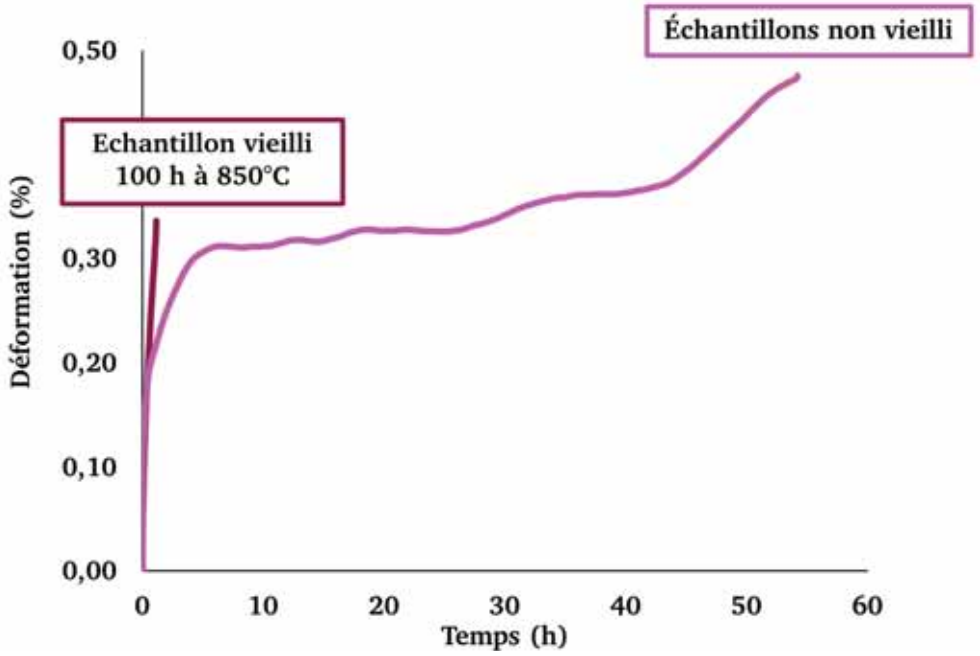

Figure IV-17 : Courbes de fluage sous 600 MPa d'échantillons vieillis et non vieillis.

IV.2.b. Effet du vieillissement sur la microstructure de précipitation

i. Précipités primaires

- *Échantillons non vieillis*

Sur la Figure IV-18 sont imagés en champ clair quatre précipités γ' primaires présents dans un échantillon non vieilli. Ces précipités γ' possèdent des tailles et des formes variables, mais également un aspect lisse et homogène. Sur la Figure IV-19 des cartographies EDX réalisées sur un autre précipité γ' primaire, sont présentées. Sur ces cartographies, on constate que la composition chimique des précipités γ' primaires est homogène. Contrairement à la matrice, ce précipité γ' primaire possède une grande teneur en nickel, en titane et en aluminium et une faible teneur en chrome, en cobalt et en fer. De plus, on voit que la répartition des éléments dans le précipité γ' primaire est semblable à celui des précipités γ'secondaires qui l'entoure.

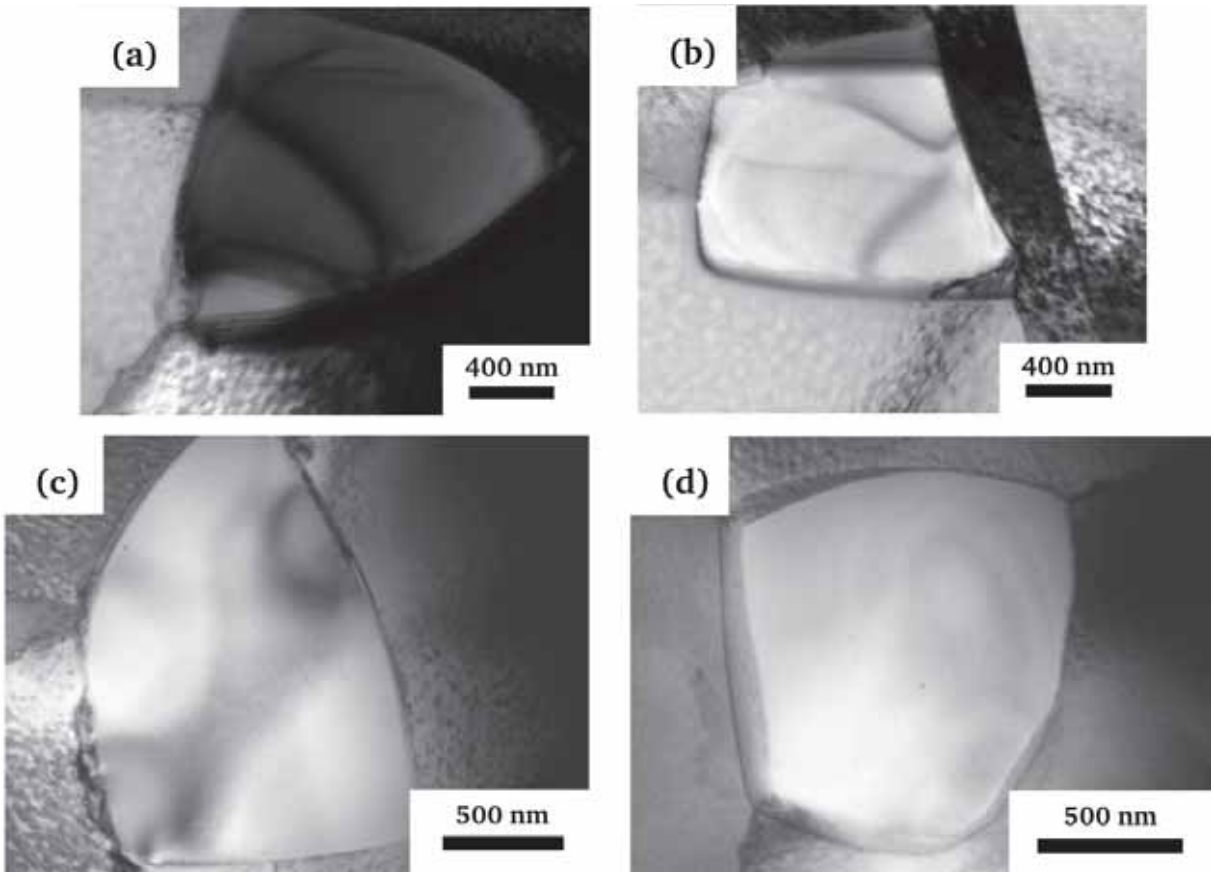

Figure IV-18 : Images MET en champ clair des précipités γ' primaires dans l'échantillon non vieilli.

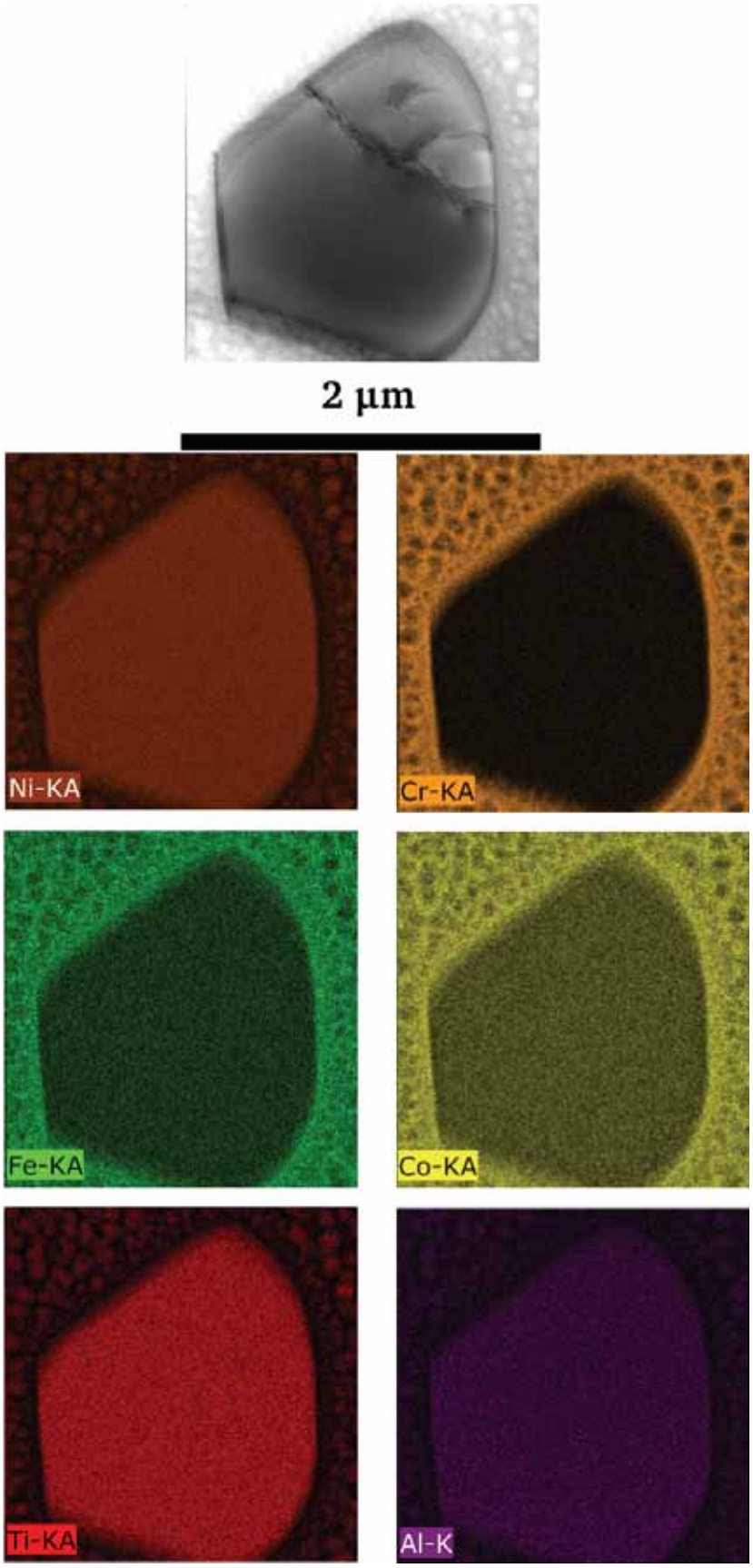

Figure IV-19 : Cartographies EDX d'un précipité γ' primaire dans un échantillon non vieilli.

♦ *Échantillons vieillis*

La Figure IV-20 présente des micrographies de précipités γ' primaires présents dans des échantillons vieillis 100 h à 850°C. Sur ces images on voit que les précipités γ' primaires possèdent un aspect granuleux. Les précipités γ' primaires dans les échantillons vieillis n'ont pas le même aspect que dans les échantillons non vieillis (Figure IV-18). Ici l'aspect granuleux est dû à la présence de nanoparticules qui ont germé durant le vieillissement. Dans chaque précipité γ' primaire de cette figure on constate qu'il existe une zone au bord des primaires sans ces nanoparticules d'environ 145 nm.

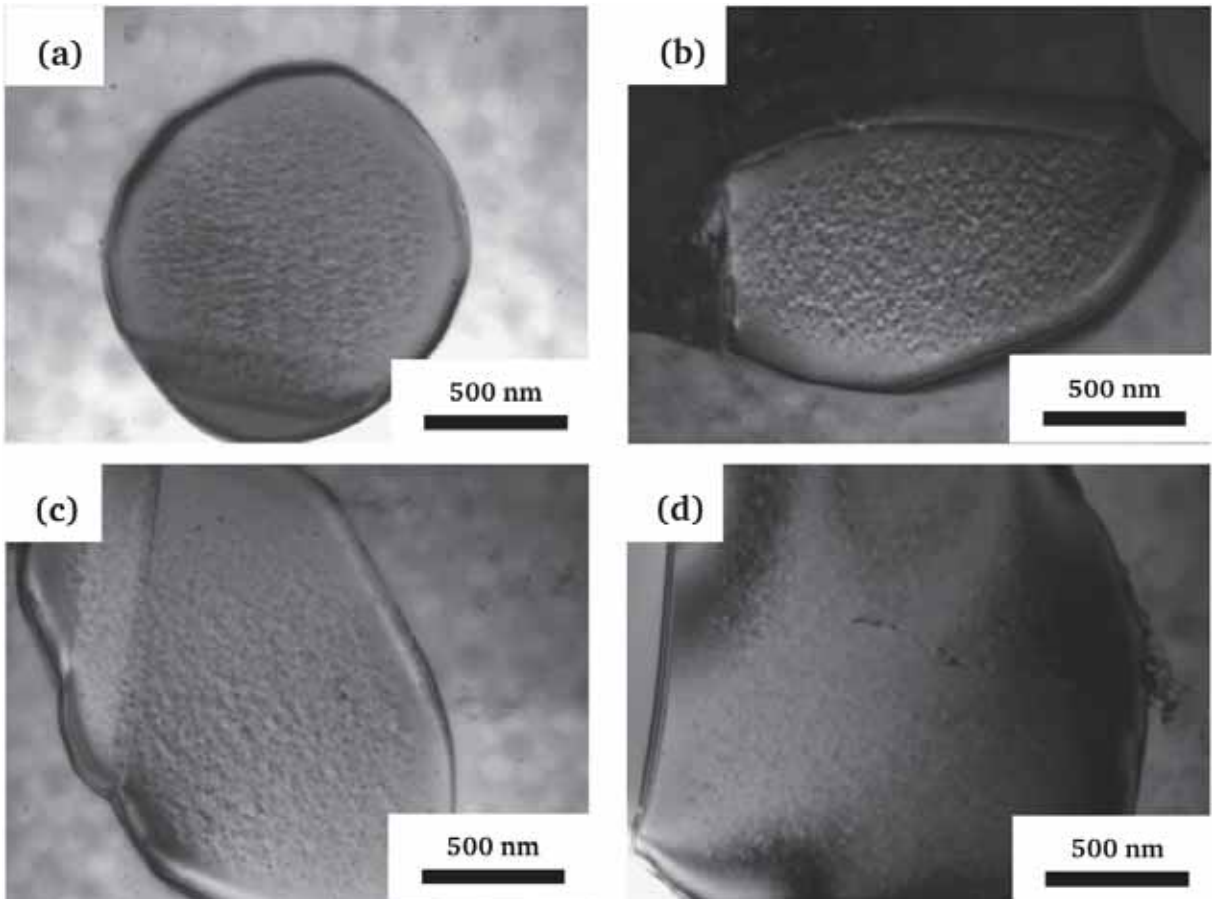

Figure IV-20 : Images MET en champ clair des précipités γ' primaires d'échantillons vieillis 100 h à 850°C.

Sur la Figure IV-21 nous avons en (a) les clichés de diffraction sous différents vecteurs diffractant d'un même précipité γ' primaire présent dans un échantillon vieilli et en (b) nous avons imagé ce précipité γ' primaire sous les mêmes vecteurs diffractants. Sur les clichés de diffraction, on n'observe aucun spot de surstructure de type $L1_2$. Cela suggère que ces nanoparticules ne sont pas ordonnées à longue distance. La présence de nanoparticules a été observée dans quasiment tous les précipités γ' primaires des échantillons vieillis 100 h à 850°C.

Au vu des micrographies de la Figure IV-20 et de la Figure IV-21, l'estimation de la taille de ces nanoparticules a été très délicate, voire impossible. Afin de confirmer la nature de ces nanoparticules, nous avons réalisé des cartographies EDX sur les précipités γ' primaires. Sur les cartographies de la Figure IV-22, on voit que la composition chimique des nanoparticules est différente de celle du précipité γ' primaire. En effet, contrairement aux précipités γ' primaires, ces particules possèdent une faible teneur en nickel, en aluminium et en titane. Cependant, ces nanoparticules ont une plus forte teneur en chrome, en cobalt et en fer.

Des quantifications précises de ces nanoparticules n'ont pas été réalisées parce que ces derniers sont de très petites tailles. Lors de l'analyse, il est donc fort probable qu'on accède à la composition chimique des précipités γ' primaires plutôt que celle des nanoparticules.

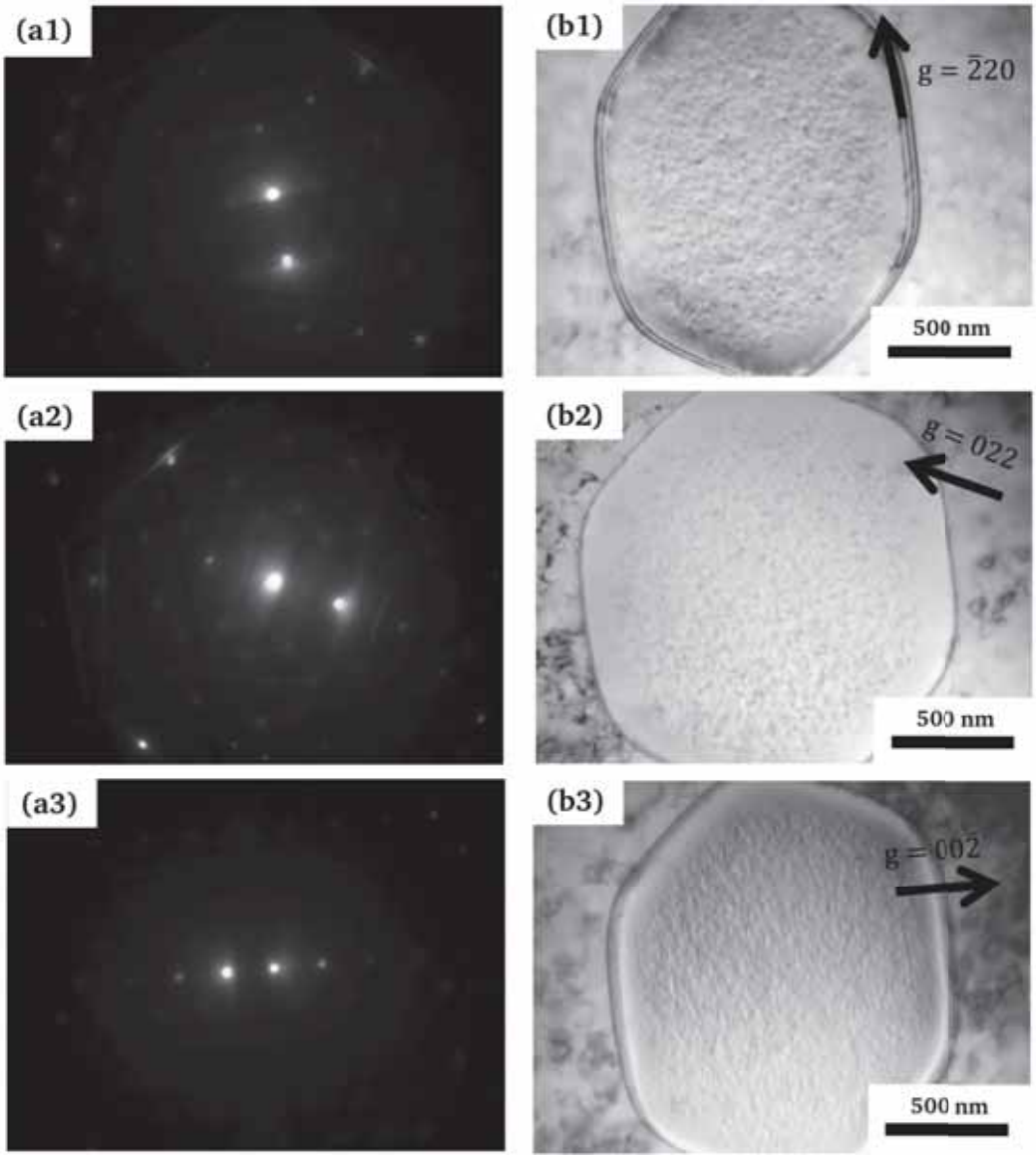

Figure IV-21 : Clichés de diffraction sous différents vecteurs diffractant (a) ainsi que les images MET en champ clair d'un précipité γ' primaire dans un échantillon vieilli 100 h à 850°C.

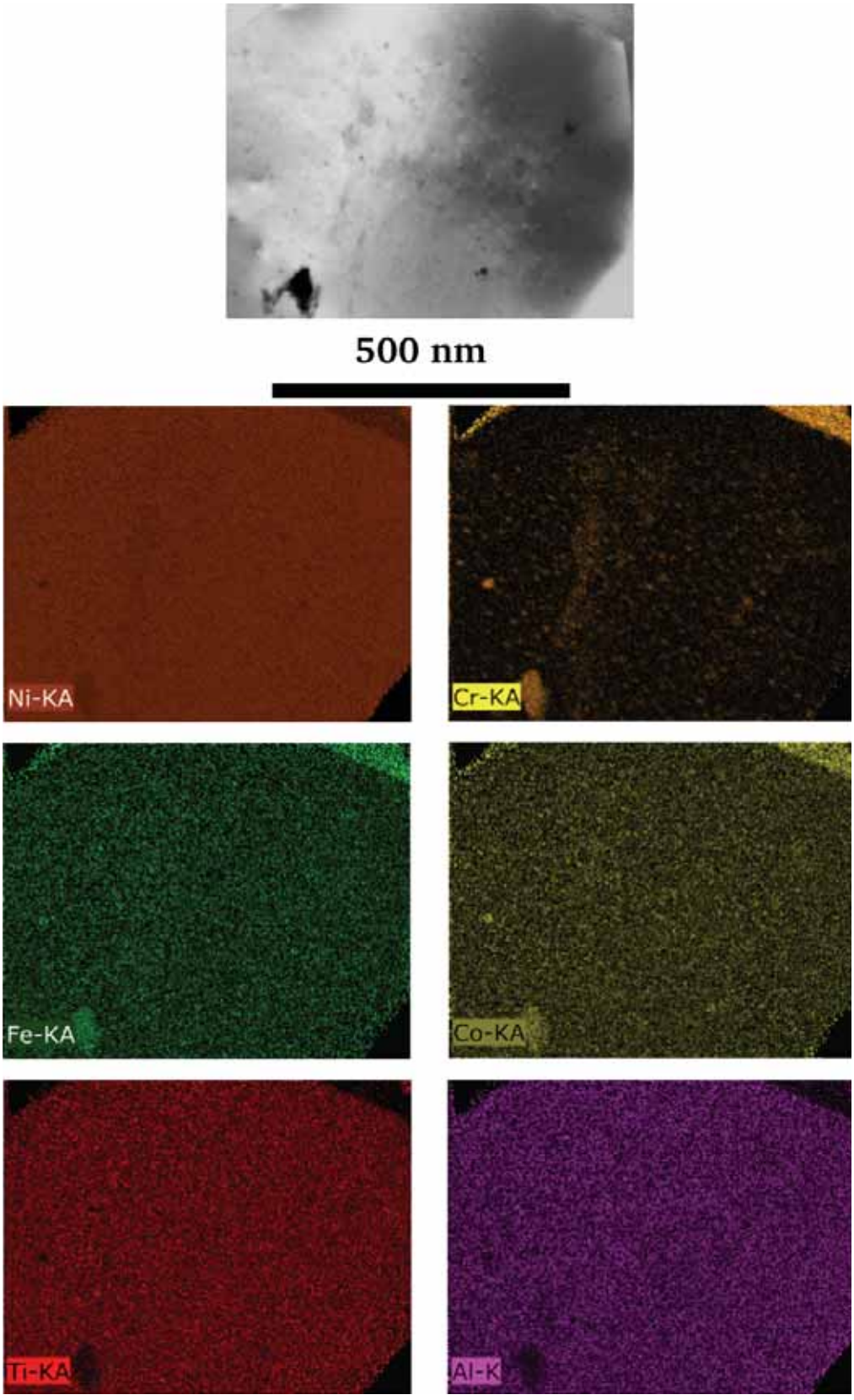

Figure IV-22 : Cartographies EDX de la seconde phase dans les précipités γ' primaires d'échantillons vieillis 100 h à 850°C.

La Figure IV-23 illustre quatre précipités γ' primaires présents dans des échantillons vieillis 350 h à 850°C. Sur ces clichés MET on constate également la présence de nanoparticules dans les précipités γ' primaires. Cependant, on voit qu'un vieillissement plus long entraîne la croissance et la diminution du nombre de nanoparticules. Sur les cartographies EDX de la Figure IV-24 on retrouve les mêmes résultats sur la répartition des éléments que lors des cartographies des précipités γ' primaires vieillis à 850°C pendant 100 h. Dans les échantillons vieillis 350 h à 850°C, la taille des nanoparticules dans les précipités γ' primaires est d'environ 25 nm. Ici aussi, la quantification précise de ces nanoparticules donnerait des résultats erronés à cause de leur petite taille, nous pouvons seulement affirmer que ces nanoparticules contiennent davantage de Cr, de Co, de Fe et moins de Ni, Al, Ti que les précipités γ' primaires.

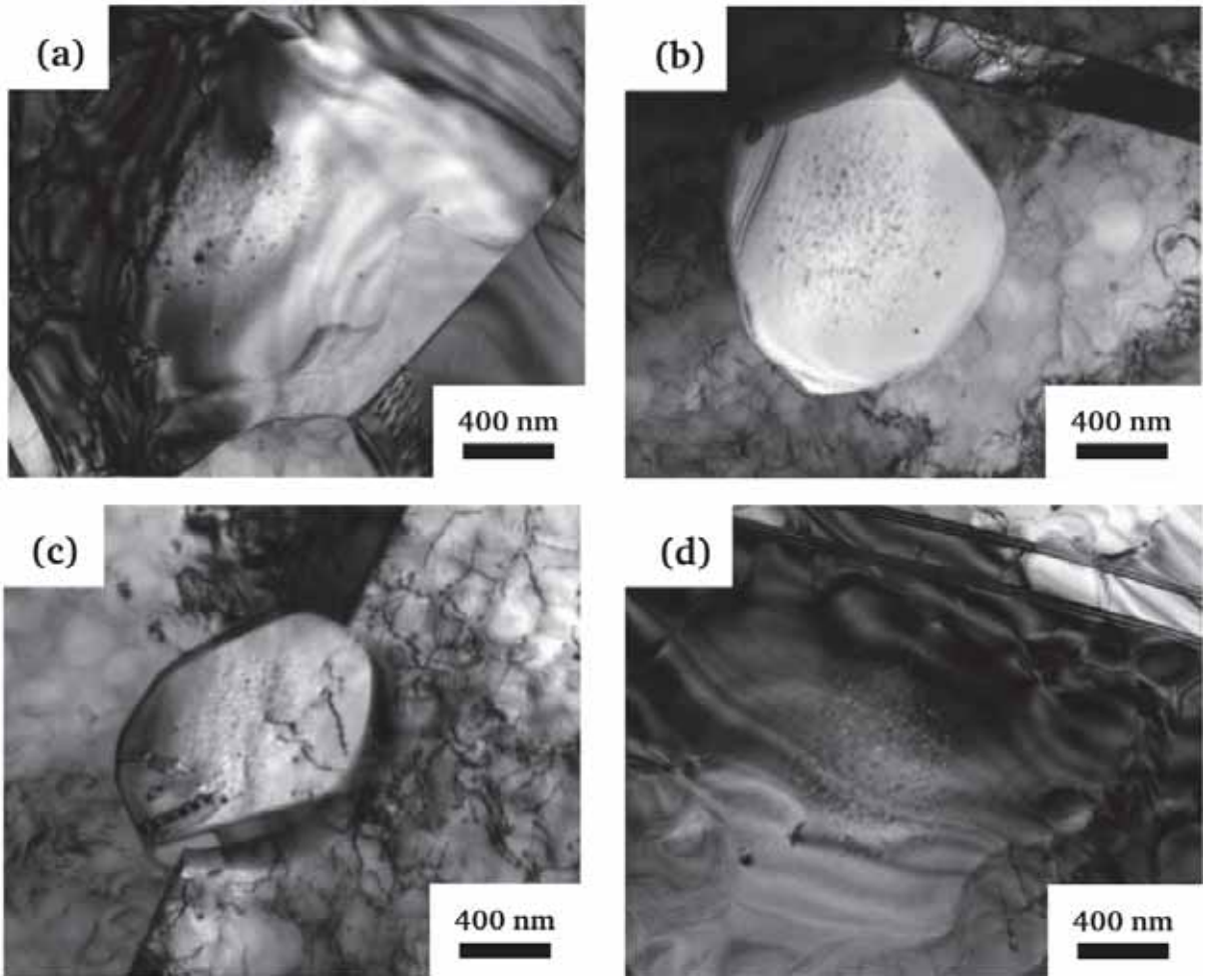

Figure IV-23 : Images MET en champ clair des précipités γ' primaires d'échantillons vieillis 350 h à 850°C.

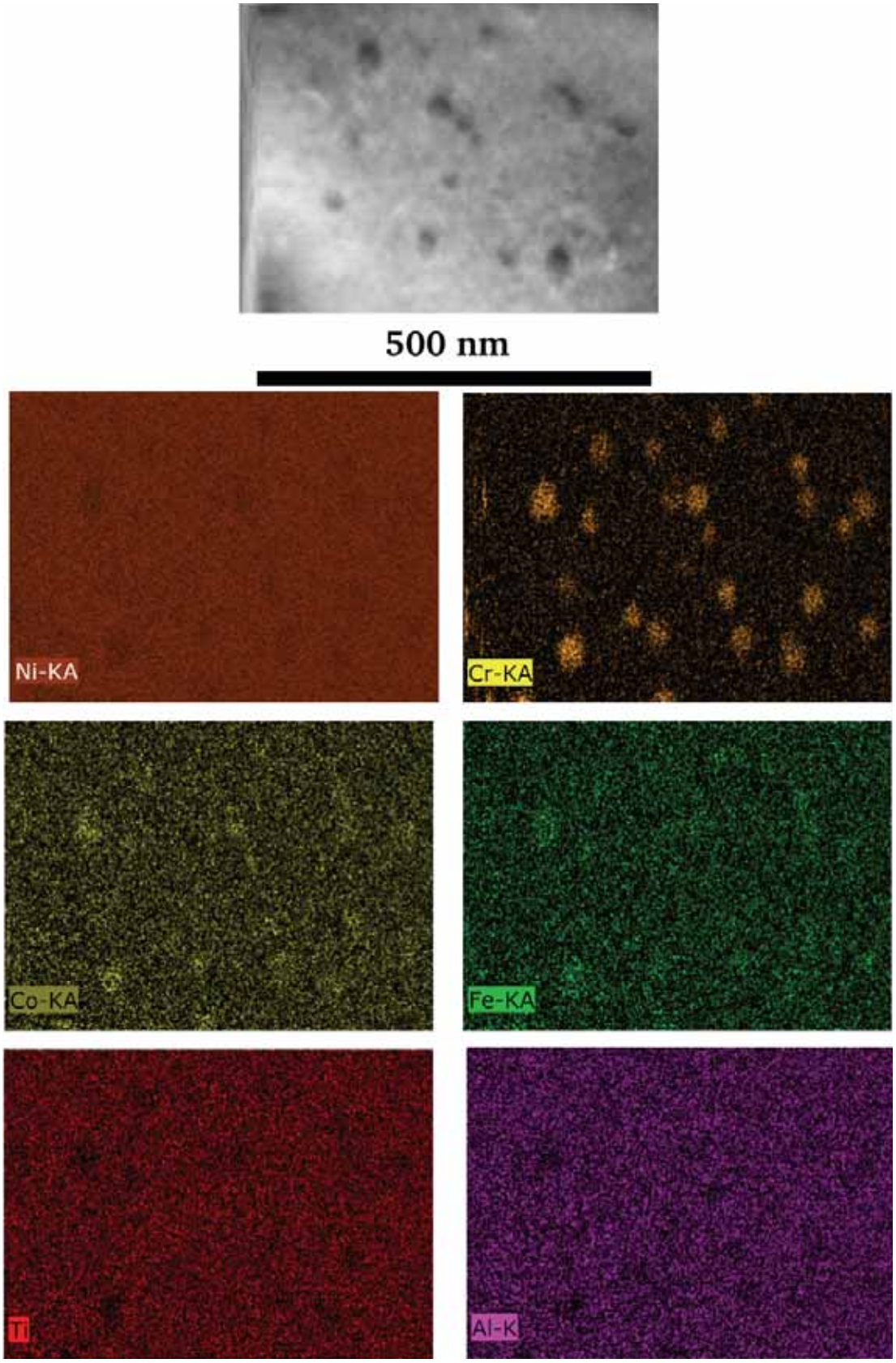

Figure IV-24 : Cartographies EDX de la seconde phase dans les précipités γ' primaires d'échantillons vieillis 350 h à 850°C.

ii. Précipités secondaires

La Figure III-5 à la Figure IV-27 présentent la morphologie de précipitation des secondaires respectivement dans les échantillons non vieillis, vieillis 100 h à 850°C ainsi que dans les échantillons vieillis 350 h à 850°C. Sur ces clichés, on voit qu'avant et après vieillissement, les précipités γ' secondaires sont sphériques et sont répartis de manière homogène dans la matrice. Dans les conditions de vieillissement étudiées, les précipités γ' secondaires restent cohérents avec la matrice, car ils restent sphériques au cours du vieillissement. Sur la Figure IV-26 ((a), (c) et (d)) et la Figure IV-27((b) et (c)) les flèches mettent en évidence les phénomènes de coalescence qui ont lieu avec le vieillissement.

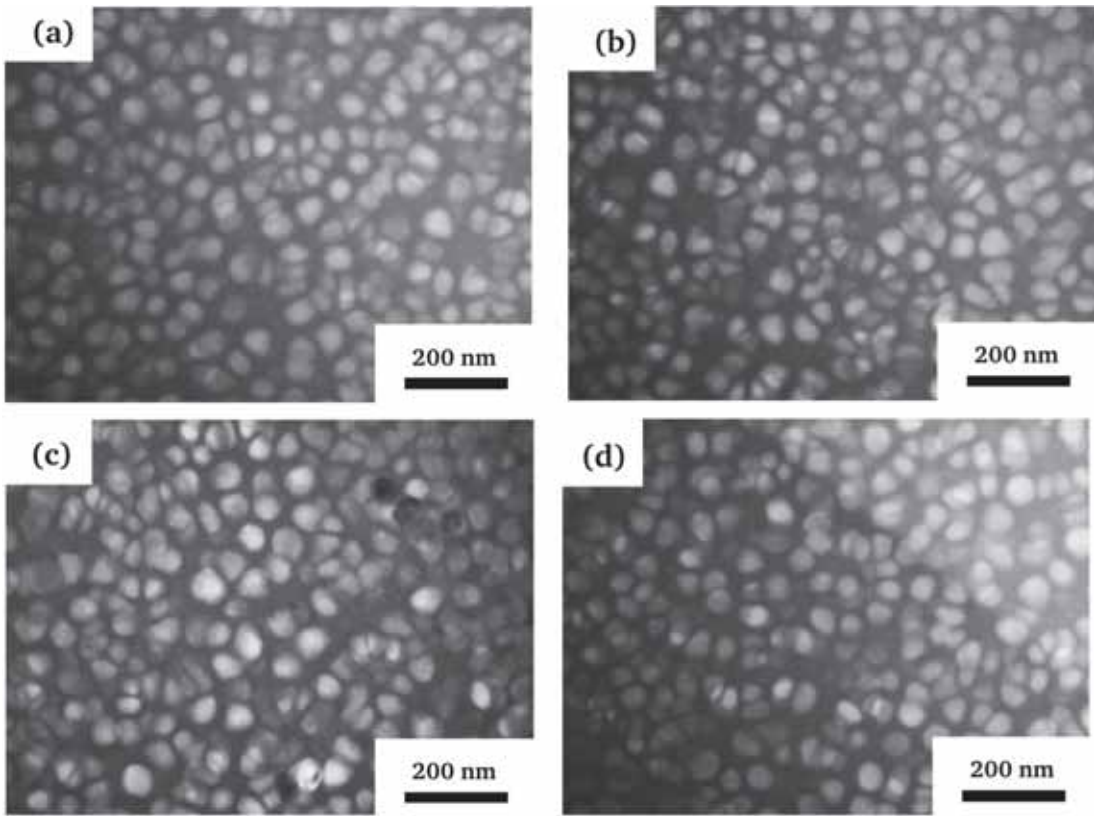

Figure IV-25 : Images MET en champ sombre des précipités γ' secondaires s dans les échantillons non vieillis.

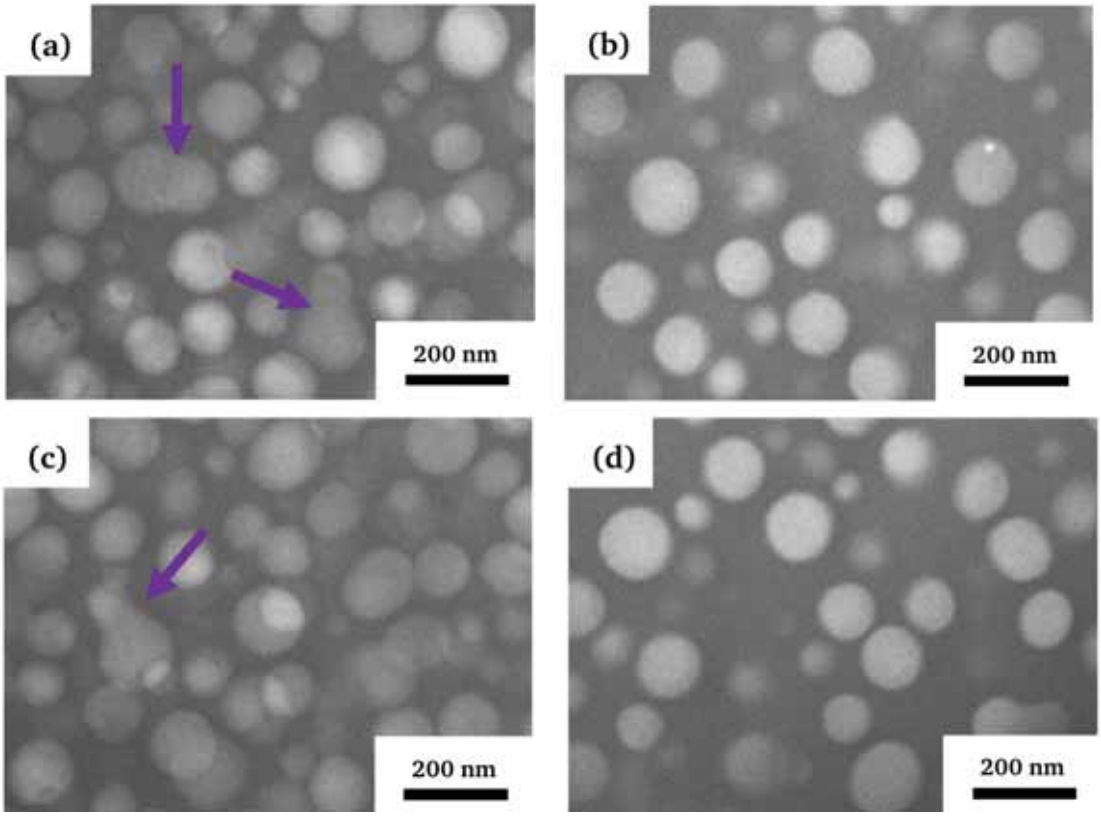

Figure IV-26 : Images MET en champ sombre des précipités γ' secondaires dans les échantillons vieillis 100 h à 850°C.

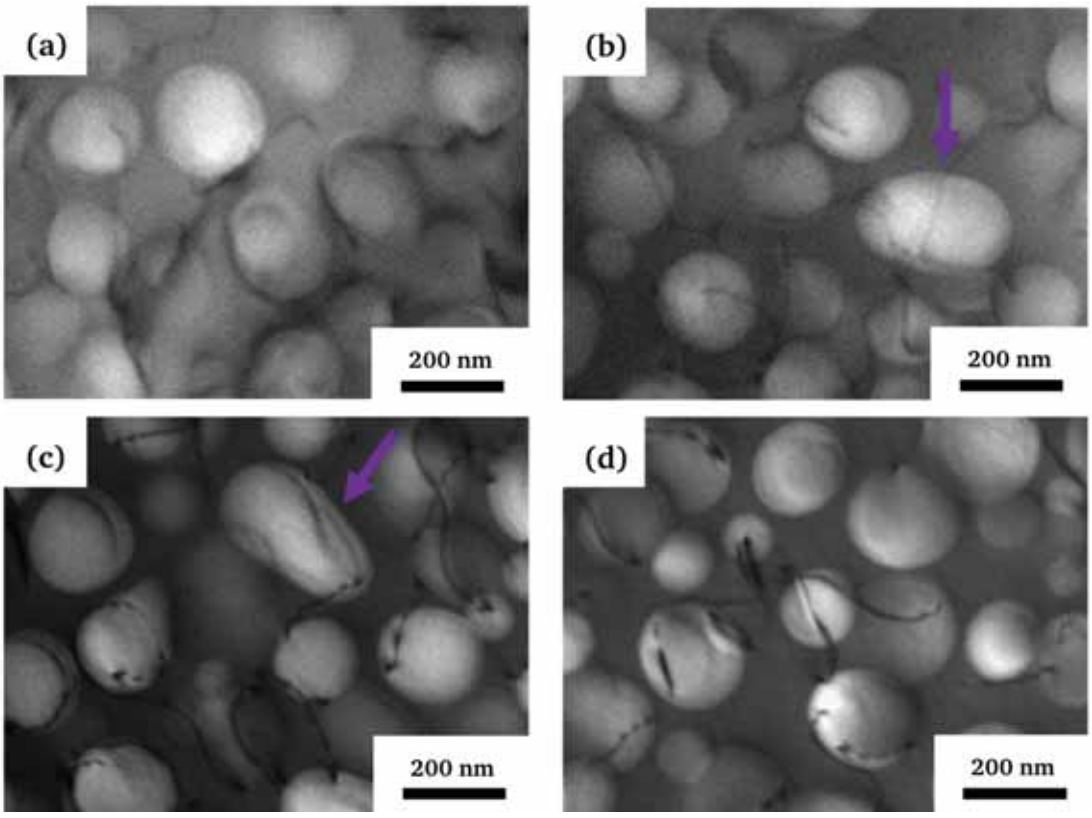

Figure IV-27 : Images MET en champ sombre des précipités γ' secondaires dans les échantillons vieillis 350 h à 850°C.

Des études statistiques ont été réalisées sur ces trois échantillons afin de déterminer l'évolution de la microstructure de précipitation des secondaires γ' avec le vieillissement. Les résultats sont présentés sur l'histogramme de la Figure III-6. Cette étude a été réalisée sur plus de 600 précipités γ' secondaires présents dans chaque échantillon. Sur cet histogramme sont également présentés les diamètres moyens des précipités γ' secondaires (<d>) en fonction du vieillissement déduit des histogrammes. Les résultats montrent que les précipités γ' secondaires ont un diamètre compris entre :

- 47 et 61 nm dans les échantillons non vieillis,
- 106 et 134 nm dans les échantillons vieillis 100 h à 850°C
- 158 et 200 nm dans les échantillons vieillis 350 h à 850°C.

On a donc une augmentation de la taille des précipités γ' secondaires avec le vieillissement.

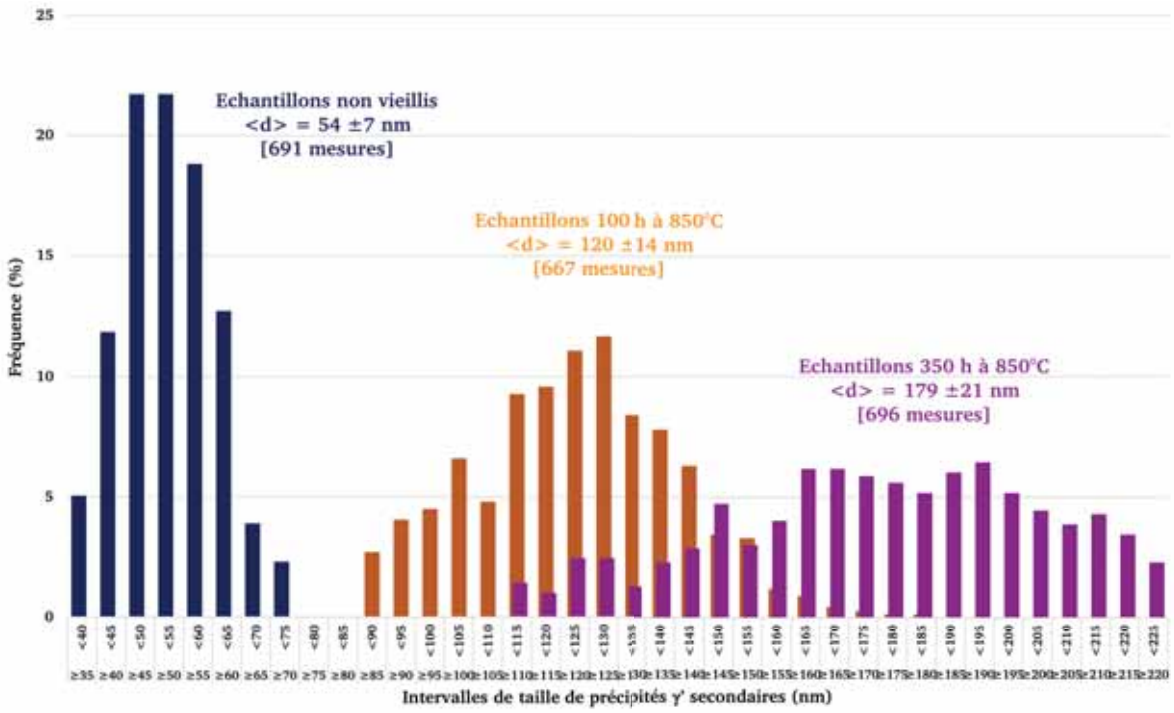

Figure IV-28 : Histogramme de la taille des précipités γ' secondaires dans les échantillons non vieillis, les échantillons vieillis 100 h à 850°C et les échantillons 350 h à 850°C

Pour chaque échantillon, nous avons réalisé une dizaine de mesures de la taille des couloirs afin de déterminer comment évoluait ce paramètre avec le vieillissement. Les valeurs moyennes sont reportées dans le Tableau IV-11. Les résultats montrent que dans les échantillons non vieillis, les échantillons vieillis 100 h à 850°C et les échantillons vieillis 350 h à 850°C, la taille

moyenne des couloirs entre précipités γ' secondaires est évaluée à respectivement 17 nm, 35 nm et 76 nm. La taille des couloirs augmente également avec le vieillissement.
Pour la détermination de la taille des couloirs, nous n'avons pas utilisé la technique avec les précipités γ' cisaillés par des dislocations partielles. Il est donc possible que les valeurs des tailles de couloirs soient sous-estimées.

Tableau IV-11 : Valeurs moyennes de taille des couloirs entre les précipités γ' secondaires dans les échantillons à microstructure GF.

	Taille moyenne des couloirs (nm)
Échantillons non vieillis	17±2,0
Échantillons vieillis 100 h à 850°C	35±4,2
Échantillons vieillis 350 h à 850°C	76±9,2

IV.2.c. Micromécanismes de déformation

Nous allons présenter dans cette partie un aperçu des micromécanismes de déformation observés dans les échantillons non vieillis et vieillis 100 h à 850°C flués à 700°C sous 600 MPa.

i. Échantillons non vieillis

Les différents micromécanismes de déformation présents dans les échantillons non vieillis sont illustrés sur la Figure IV-29 à la Figure IV-32 et ont déjà été présentés dans le chapitre III. Pour rappel nous avons observé :

- du cisaillement des précipités γ' primaires par des superdislocations de type a<110>. et des supershockley de type a/3 <112> (Figure IV-29 (a) et (b)),
- du contournement d'Orowan par des dislocations parfaites de type a/2<110> (Figure IV-30 et Figure IV-31 en 3),
- du cisaillement par des dislocations parfaites (Figure IV-31 en 1)
- l'épinglage des dislocations parfaites par des précipités γ' secondaires (Figure IV-31 en 2).

Dans les échantillons non vieillis, nous avons également constaté que les dislocations semblaient être émises des précipités γ' primaires. De plus, nous avons observé la présence de précipités γ' primaires et de grains non déformés (Figure IV-29 (c) et (d) et Figure IV-32).

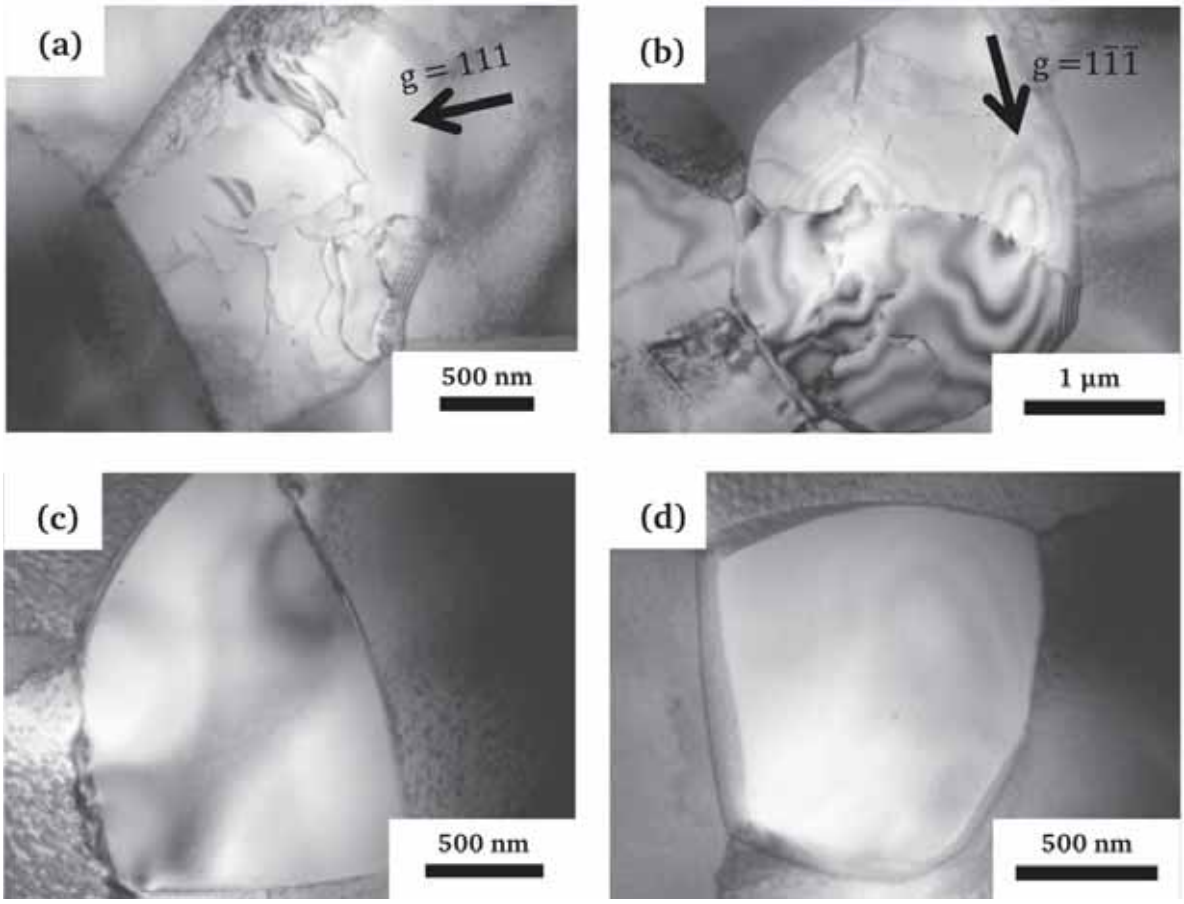

Figure IV-29 : Images MET de précipités γ' primaires dans des échantillons non vieillis (a et b) précipités γ' primaires déformés (c et d) précipités γ' primaires non déformés.

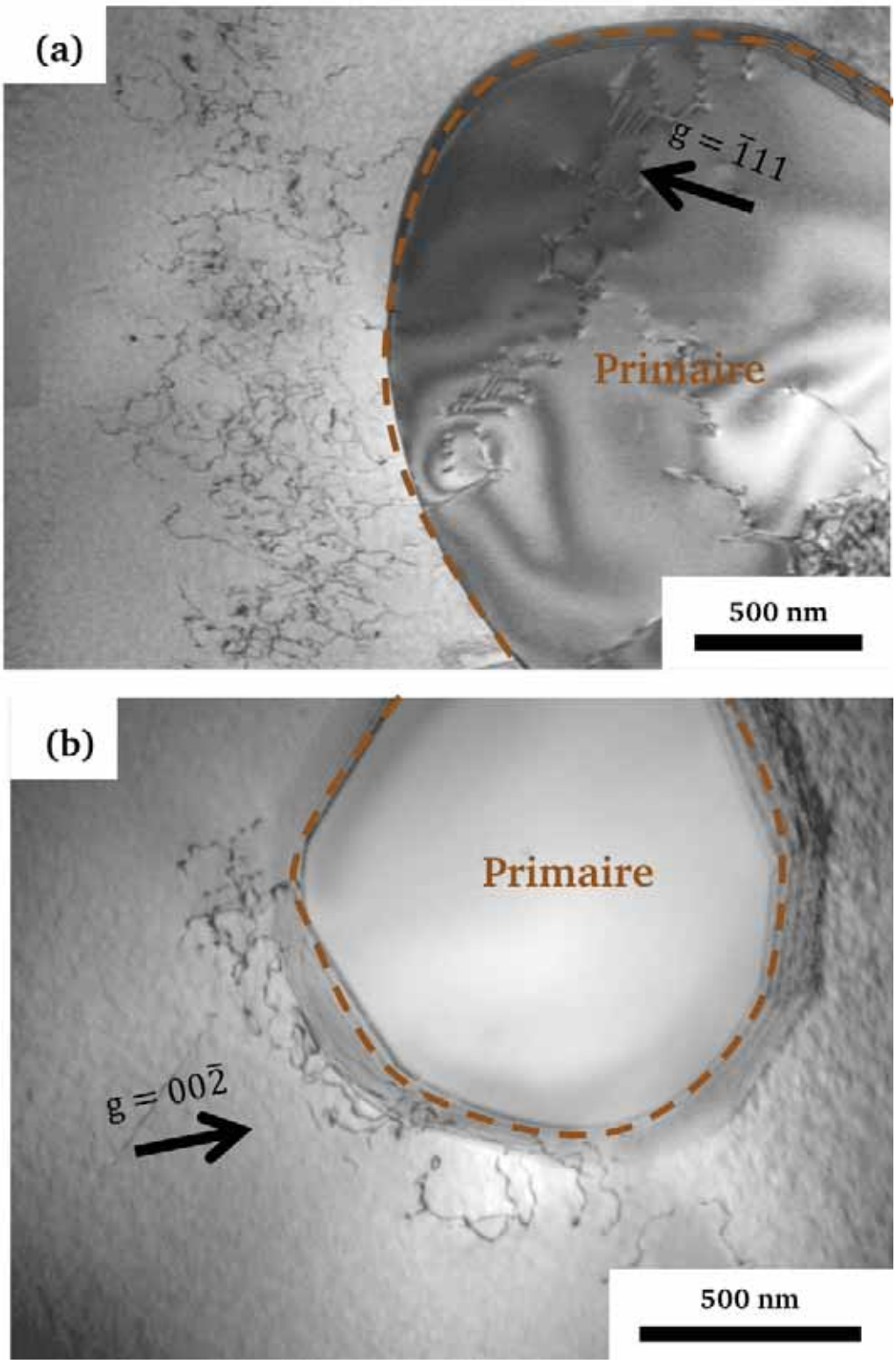

Figure IV-30 : Images MET présentant des dislocations au voisinage de précipités γ' primaires dans les échantillons non vieillis.

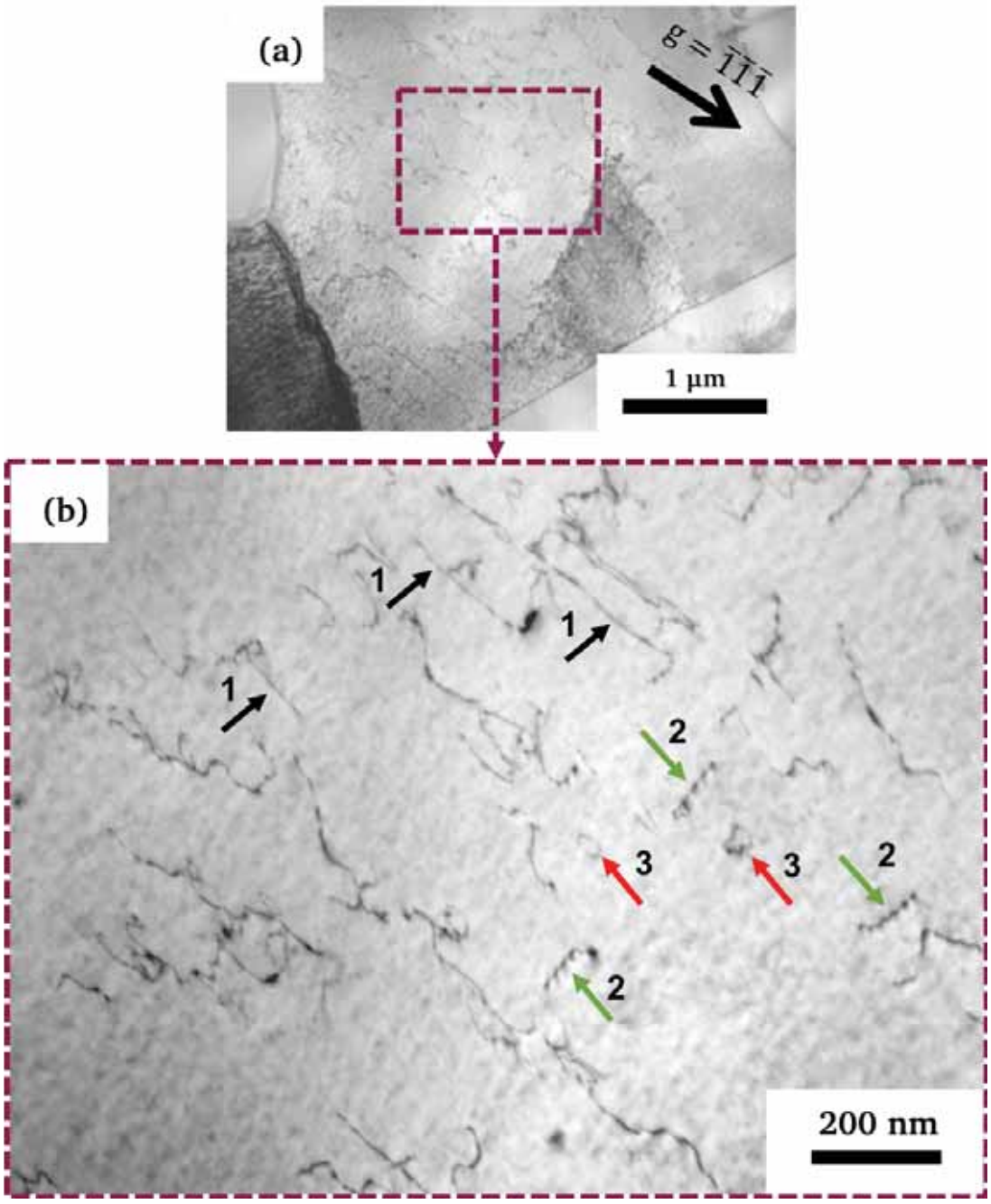

Figure IV-31 : Paysage de déformation d'un grain dans un échantillon non vieilli (a) agrandissement de la zone entourée (b)

(1) cisaillement par des dislocations parfaites,

(2) épinglage des dislocations sur les précipités γ' secondaires

(3) contournement d'Orowan,

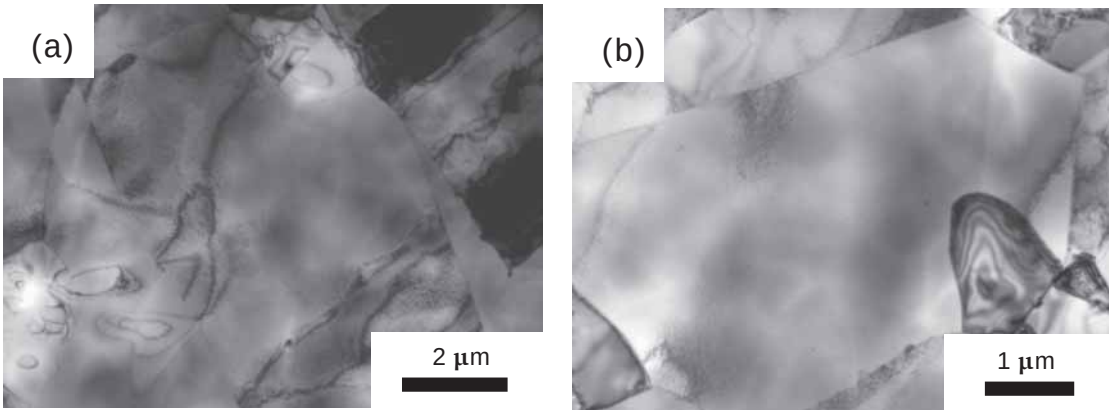

Figure IV-32 : Images MET de grains non déformés dans les échantillons non vieillis.

ii. Échantillons vieillis 100 h à 850°C

Sur les Figures IV-33 à IV-36 sont présentées les observations MET des échantillons vieillis 100 h à 850°C. De la même manière que dans les échantillons non vieillis, nous avons observé des précipités γ' primaires déformés (Figure IV-33) et non déformés (Figure IV-20 et IV-21).

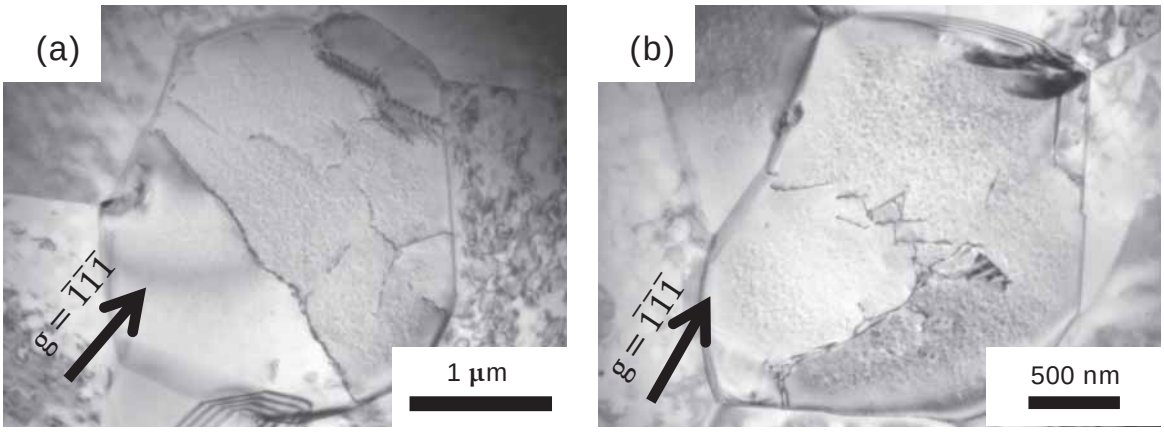

Figure IV-33 : Images MET de précipités γ' primaires dans les échantillons vieillis 100 h à 850°C.

Dans les grains de ces échantillons vieillis, nous avons constaté une grande densité de dislocations se propageant dans des bandes de glissement à travers tout le grain (Figure IV-34). Sur les Figures IV-35 et IV-36, sont illustrés les différents micromécanismes de déformation observés, tels que :

- de nombreuses boucles d'Orowan signe de contournement par des dislocations parfaites de type a/2<110> (Figure IV-35 (a) et (b)),
- le cisaillement de la matrice γ et des précipités γ' secondaires par des dislocations partielles (Figure IV-36 (a)),
- le mécanisme de Condat et Décamps (Figure IV-36 (b)).

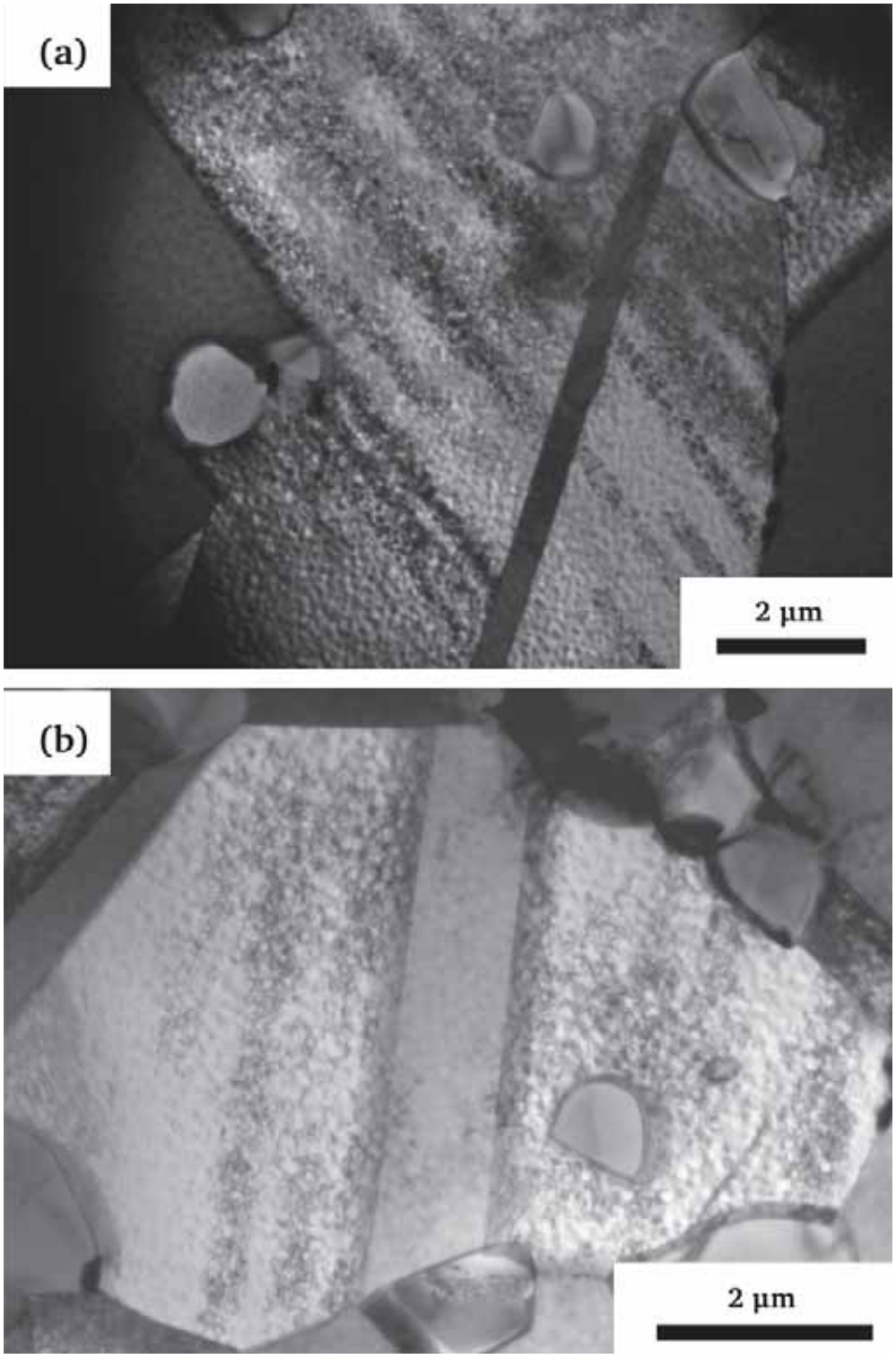

Figure IV-34 : Images MET présentant la déformation dans des grains d'échantillons vieillis 100 h à 850°C.

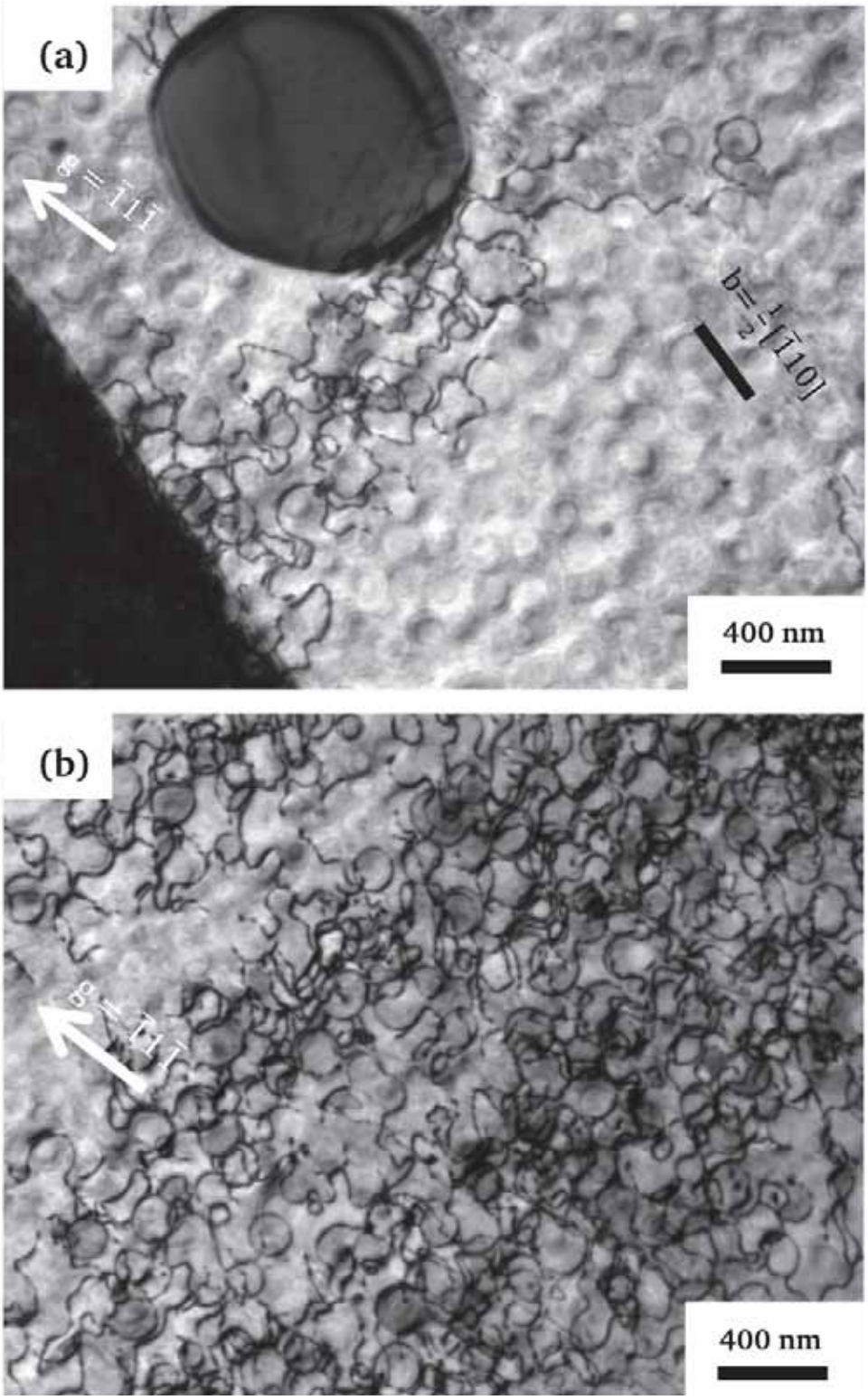

Figure IV-35 : Images MET présentant les micromécanismes impliquant des dislocations parfaites dans les échantillons vieillis 100 h à 850°C.

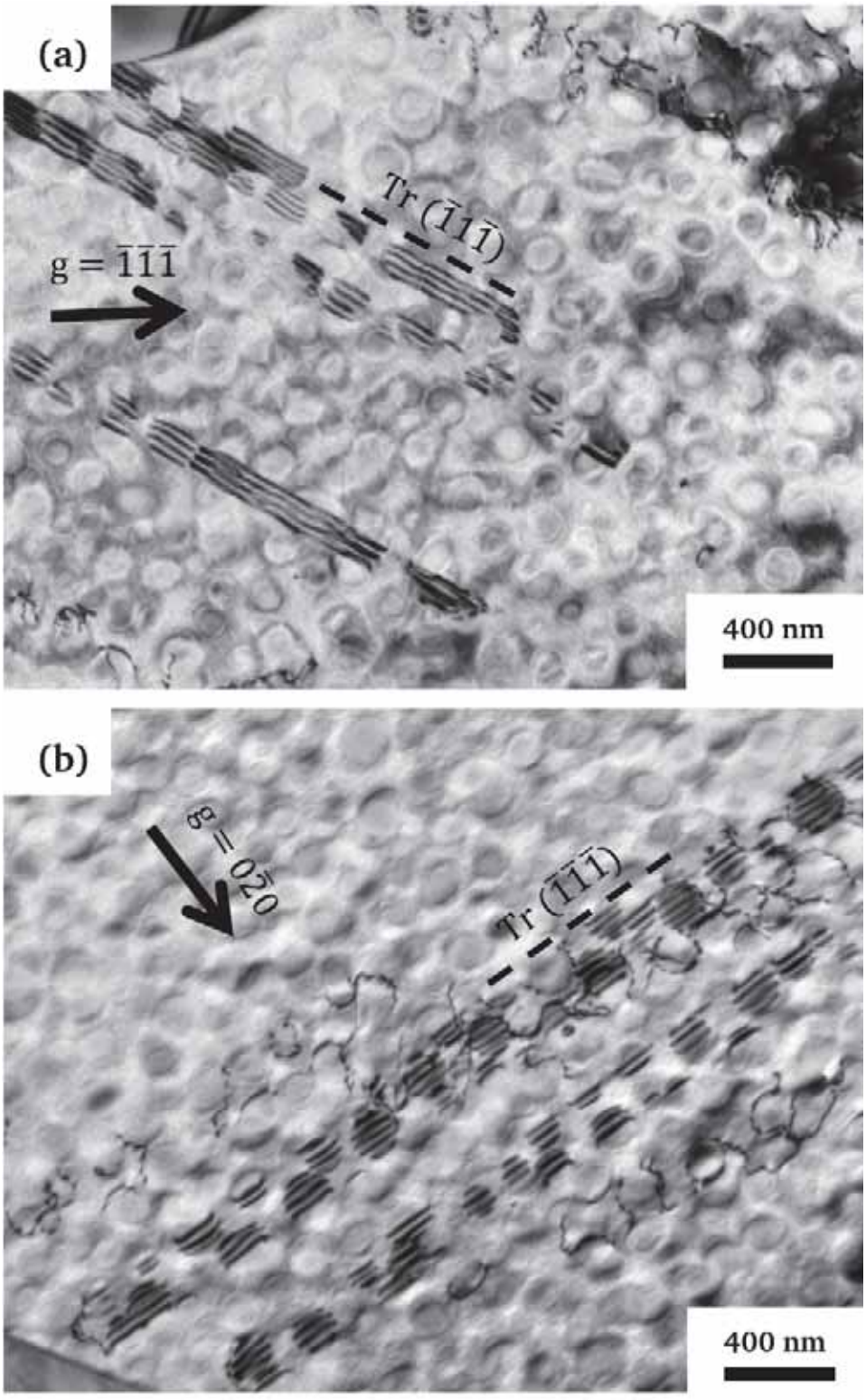

Figure IV-36 : Images MET présentant le cisaillement de la matrice et des précipités par des dislocations partielles (a) et le mécanisme de Condat et Decamps (b) dans les échantillons vieillis 100 h à 850°C.

iii. Synthèse

Les observations MET des échantillons non vieillis et vieillis 100 h à 850°C ont montré la présence de micromécanismes de déformation déjà présentés dans ce manuscrit (*cf* chapitre III). Cependant, la comparaison des micromécanismes de déformation présents dans les échantillons non vieillis et vieillis 100 h à 850°C a révélé des différences étonnantes. Dans les échantillons vieillis 100 h à 850°C nous avons constaté la présence des micromécanismes de déformation impliquant des dislocations partielles. Ce mode de déformation n'a pas été observé dans les échantillons non vieillis flués jusqu'à 0,48% de déformation. De plus, dans les échantillons vieillis 100 h à 850°C, la densité de dislocations est plus importante que dans les échantillons non vieillis. Or les échantillons vieillis 100 h à 850°C possèdent un taux de déformation plus faible (0,34% dans les échantillons vieillis contre 0,48% dans les échantillons non vieillis).

IV.2.d. Discussion des résultats

Les propriétés mécaniques en fluage des superalliages sont très dépendantes de la microstructure de précipitation γ'. Par ailleurs, les caractéristiques physiques et chimiques de cette phase γ' sont étroitement liées à la température de traitement thermique et de vieillissement. Pour comprendre les résultats obtenus lors de la caractérisation microstructurale et les observations des micromécanismes de déformation nous allons discuter des effets du vieillissement sur les précipités γ' primaires, puis sur les précipités γ' secondaires et enfin sur les micromécanismes de déformation observés.

i. Effet du vieillissement sur les précipités primaires

Lors du vieillissement de 100 h à 850°C nous avons observé l'apparition de nanoparticules dans les précipités γ' primaires. Cette autre phase dans les précipités γ' primaires a également été observée dans les alliages tels que l'IN-738, le Mar-M200, le PWA 1480, le N18, le René 65 et le TMW-4M3 **[Merrick, 1973; Oblak, 1974; Miller, 1994,2007,Cadel, 2002; Laurence, 2016; Yuan, 2013]**.

De nombreuses études ont été réalisées afin d'identifier la nature de cette autre phase présente dans les précipités γ' primaires. Grâce à l'étude des contrastes de diffraction, plusieurs auteurs établissent que ces nanoparticules seraient de la phase γ qui aurait précipité dans les phases γ' **[Oblak, 1974; Cadel, 2002; Flageolet, 2005; Yuan, 2013]**. Les différents clichés de diffraction réalisés sur les précipités γ' primaires ont montré que cette phase n'était pas

ordonnée à longue distance de type $L1_2$. On peut supposer que cette phase a une structure proche de celle de la phase γ de structure cubique à faces centrées désordonnée.

L'imagerie MET en champs sombre a permis à Merrick d'exclure l'hypothèse selon laquelle ces particules seraient des carbures. D'après cet auteur, comme la phase γ' des superalliages à base de nickel n'est pas de composition stœchiométrique, sa composition chimique à l'équilibre avec la phase γ variera avec la température **[Merrick, 1973]**. Toujours d'après les études de Merrick sur le superalliage IN738, cette seconde phase s'agglomère au centre laissant ainsi une zone sans précipités γ à la périphérie des précipités γ' primaires et ne serait pas présente dans tous les précipités γ' primaires.
Des zones sans particules dans les primaires près de l'interface primaire / matrice ont également été observées par Oblak dans le Mar-M200 dopé par du Hf **[Oblak, 1974]**. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus sur l'AD730^{TM}, car dans les précipités γ' primaires, nous avons en effet observé des zones d'environ 145 nm sans nanoparticules.
Au moyen d'une sonde atomique tridimensionnelle, Cadel a constaté que les petites particules présentes dans les précipités γ' primaires sont enrichies en chrome et en molybdène. Il conclut que ce sont des particules de phase γ métastables qui précipitent au sein des précipités γ' primaires durant le refroidissement **[Cadel, 2002]**. En utilisant la même méthode, Miller avait obtenu des résultats semblables dans le superalliage polycristallin PWA 1480 **[Miller, 1994]**.
Les résultats de nos cartographies EDX ont montré que les nanoparticules présentes dans nos échantillons possédaient une forte teneur en Cr en Co et en Fe. Lors du vieillissement à 850°C pendant 100 h, on aurait donc la germination d'une phase γ dans les précipités γ' primaires.
Cette hypothèse est en accord avec les travaux d'Oblak. Selon cet auteur, si un superalliage base nickel est vieilli à une température où la matrice γ et les précipités γ' sont sursaturés il est possible d'observer la précipitation de la phase γ dans la phase γ' **[Oblak, 1974]**.

Dans le superalliage ERBO/1 proche du CMSX 4, Yardley observe également la précipitation de nanoparticules dans des gros précipités γ' lors d'un traitement thermique jusqu'à 1000°C suivi d'un refroidissement. Selon lui, ce phénomène a lieu, car lors du traitement thermique, les éléments tels que le Re, Co et Cr diffusent de la matrice γ vers les gros précipités γ' et lors du refroidissement le processus de diffusion dans le sens inverse est trop lent. Cela a pour conséquence la présence de phase γ dans les gros précipités γ' **[Yardley, 2016]**.

Dans nos échantillons, nous avons constaté la croissance et la diminution du nombre de particules de phase γ présentes dans les précipités γ' primaires durant ce qu'on a considéré comme des vieillissements de 350 h à 850°C.
Dans le TMW-4M3, après un traitement thermique de mise en solution de 4 h à 1130°C, Yuan remarque la présence de particules d'environ 5 nm dans les précipités γ' primaires. Toutefois, après un vieillissement à double paliers de 24 h à 650°C puis de 16 h à 760°C, cet auteur remarque une augmentation du nombre de particules, mais pas leur croissance. Cependant lors des essais de fluage de 7562 h sous 320 MPa à 725°C, il note que la taille de ces particules augmente. En effet sous ces conditions, la taille des nanoparticules est de 20 nm contre 7 nm lors des essais de fluage de 467 h sous 630 MPa, à 725°C **[Yuan, 2013]**.

Afin de comprendre l'effet de cette germination et croissance des précipités γ dans les précipités γ' primaires, Tian a réalisé une étude sur l'évolution de la dureté Vickers des alliages Ni_3Al possédant de fins précipités γ en fonction du temps de vieillissement à 800°C. Il démontre qu'il existe un pic de dureté autour de 3 h de vieillissement. Selon ce résultat, la présence de particules de γ dans les précipités γ' primaires aurait pour effet de durcir les précipités γ' primaires ce qui les rend plus efficaces pour empêcher les mouvements de dislocations, améliorant ainsi la résistance au fluage de l'alliage. Cependant, pour des vieillissements supérieurs à 3 h, cet auteur remarque la diminution de la dureté de l'alliage **[Tian, 1986]**. C'est donc ce dernier phénomène qui semble avoir lieu dans les échantillons vieillis pendant 100 h, car sur la Figure IV-17, on constate que ces échantillons vieillis 100 h à 850°C possèdent de moins bonnes propriétés en fluage que les échantillons non vieillis.
D'après Miller la présence de ces précipités γ dans les précipités γ' primaires pourrait entraver le mouvement des dislocations à travers les précipités γ' primaires par l'augmentation du nombre d'interfaces γ / γ' améliorant les propriétés mécaniques de l'alliage **[Miller, 1994]**.

ii. Effet du vieillissement sur les précipités γ' secondaires

Les études sur la microstructure de précipitation ont montré qu'avec le vieillissement, on observe une augmentation de la taille des précipités γ' secondaires. Cette tendance est également observée lorsque la durée du vieillissement augmente.
Lors d'un vieillissement de 277 h à 750°C dans le NR3, Raujol constate une augmentation de la taille des précipités γ' tertiaires (d'environ 16 nm) ainsi qu'une augmentation de la largeur des couloirs entre ces précipités γ' tertiaires **[Raujol, 2004]**.

Ces derniers résultats sont en accord avec ceux observés dans nos échantillons d'AD730^{TM}. De même, nous avons constaté une augmentation de la taille des couloirs entre précipités γ' secondaires avec le vieillissement ce qui a également été observé dans le NR3 et le René 65 **[Locq, 2000,2004; Raujol, 2004; Laurence, 2016]**.

D'après les travaux de Stevens sur le IN-738, la croissance de précipités γ' durant le vieillissement entraîne une diminution de la dureté de l'alliage ainsi que la perte des propriétés en fluage, car les gros précipités γ' n'offrent aucune résistance à la propagation des dislocations **[Stevens, 1979]**.

Des études plus récentes ont montré que la taille des précipités γ' ainsi que la taille des couloirs entre précipités γ' étaient des paramètres clé pour le contrôle des propriétés mécaniques en fluage des superalliages **[Bhowal, 1990; Jackson, 1999; Locq, 2000,2004; Raujol, 2004; Laurence, 2014; Thébaud, 2017]**. Effectivement, le mode de franchissement des précipités γ' par des dislocations (cisaillement ou contournement) que ce soit par des dislocations parfaites ou partielles dépend de ces paramètres microstructuraux.

iii. Effet du vieillissement sur les micromécanismes de déformation

Les observations MET *post-mortem* des échantillons non vieillis, ont montré le cisaillement des précipités γ' par des dislocations parfaites, quelques boucles d'Orowan ainsi que l'épinglage des dislocations par des précipités γ'. La présence de ce dernier mécanisme démontre que dans ces échantillons les précipités γ' secondaires entravent le mouvement des dislocations ce qui a pour effet de ralentir la déformation de l'alliage lors de l'essai de fluage.

Dans les échantillons vieillis, nous avons noté la présence de cisaillement de la matrice γ et des précipités γ' par des dislocations partielles ainsi que du franchissement par du contournement d'Orowan. Nous avons vu dans la partie IV.2 que lorsque les mécanismes impliquant des dislocations partielles et le contournement d'Orowan sont observés, on a une augmentation de la vitesse moyenne en fluage. En effet, au-delà de 0,2 % de déformation, sur la Figure IV-17, on voit que l'échantillon non vieilli se déforme plus vite que l'échantillon vieilli 100 h à 850°C. Cependant, il est surprenant d'observer des mécanismes impliquant des dislocations partielles dans les échantillons vieillis 100 h à 850°C qui possèdent une taille moyenne des précipités γ' secondaires plus grande (120 nm pour les échantillons vieillis contre 54 nm pour les échantillons non vieillis) et des couloirs plus larges (35 nm pour les échantillons vieillis contre

17 nm pour les échantillons non vieillis) alors qu'ils ne sont pas observés dans les échantillons non vieillis déformé jusqu'à 0,48%.
Il est important de noter que les mécanismes impliquant des dislocations partielles ont également été observés dans des échantillons non vieillis flués à 700 °C sous 600 MPa, mais possédant des taux de déformation plus importants (>1,34 % de déformation, *cf* Chapitre III).

L'apparition des différents micromécanismes de déformation dans les échantillons vieillis 100 h à 850°C montre clairement l'effet du vieillissement. En effet, nous avons également vu dans la partie I.1, qu'un traitement thermique de 8 h à 790°C au lieu de 760°C entraînait des fluctuations de composition chimique qui avait pour effet de diminuer l'énergie de défaut d'empilement (SFE) et d'augmenter l'énergie d'APB (AntiPhase Boundary Energy). Ces phénomènes avaient pour conséquence l'apparition de mécanismes impliquant des dislocations partielles dans les échantillons ayant subi un traitement thermique à 790°C.
Les études sur la composition chimique locale des phases γ et γ' n'ont pas été réalisées sur les échantillons non vieillis et vieillis présentés dans cette partie, mais on peut supposer retrouver les mêmes effets que ceux observés dans les échantillons ayant subi un traitement thermique à 790°C. On peut donc présumer que, comme les échantillons sont vieillis à plus haute température et pour une durée plus longue, les phénomènes de diffusion sont en théorie plus importants. Cela aura pour effet d'intensifier les fluctuations chimiques entre les phases γ et γ' ce qui va entraîner des modifications de la SFE et de l'APBE et donc générer les mécanismes impliquant des dislocations partielles. De plus, la germination des précipités γ dans les précipités γ' primaires dans les échantillons vieillis permet de supposer que la composition chimique de la matrice γ dans les échantillons vieillis est différentes de celle de la matrice γ dans les échantillons non vieillis. Cette différence de composition chimique peut également expliquer la différence dans les micromécanismes de déformation observés entre ces deux échantillons.

D'une manière générale, les observations MET ont révélé une plus grande densité de dislocations dans les échantillons vieillis par rapport aux échantillons non vieillis. Comme il a été établi dans le chapitre III, la nucléation facile de dislocations partielles favorise l'augmentation de la densité de dislocations. La présence d'une plus grande densité de dislocations dans les échantillons vieillis peut également être provoquée par la présence des précipités γ dans les précipités γ' primaires. Dans ses travaux sur le N18, Flageolet suggère que

ces précipités γ présents dans les précipités γ' primaires sont des sources de dislocations. Dans son étude, Flageolet réussit à observer la création de dislocations par les précipités γ présents dans les précipités γ' primaires **[Flageolet, 2005]**. Nos observations ne nous ont pas permis de constater la création de dislocations par les précipités γ. Cela est dû au fait que les précipités γ présents dans les échantillons vieillis 100 h à 850°C sont de très petites tailles contrairement à ceux observés dans le N18 qui possèdent un diamètre d'environ 400 nm.

IV.2.e. Conclusion intermédiaire

Le but de cette deuxième partie était de comprendre les différences de comportement en fluage à 700°C sous 600 MPa observées entre des échantillons non vieillis et des échantillons vieillis à 850°C. Les études sur la microstructure de précipitation ont montré la germination et la croissance de précipités γ dans les précipités γ' primaires avec le vieillissement. De même, nous avons constaté l'augmentation de la taille des précipités γ' secondaires ainsi que celle des couloirs entre précipités γ' secondaires avec le vieillissement.

Les observations MET *post mortem* ont montré des précipités γ' primaires déformés et non déformés dans les échantillons non vieillis et vieillis. Dans les grains, des différences de micromécanismes de déformation ont été constatées. Dans les échantillons non vieillis la déformation est localisée au voisinage des précipités γ' primaires et dans quelques grains. Les mécanismes de déformation observés sont le cisaillement par des dislocations parfaites et le contournement d'Orowan. Dans les échantillons vieillis 100 h à 850°C, nous avons observé de nombreuses boucles d'Orowan, le mécanisme de Condat et Décamps ainsi que le cisaillement de la matrice et des précipités γ' par des dislocations partielles. Ces deux derniers modes de déformation n'ont pas été observés dans les échantillons non vieillis pour le taux de déformation étudié dans ce chapitre.

L'observation de micromécanismes impliquant des dislocations partielles dans des échantillons possédant des couloirs plus larges alors qu'ils ne sont pas observés dans des échantillons avec des couloirs plus étroits est inhabituelle. Nous pouvons supposer qu'il existe des fluctuations de composition chimique dans les échantillons vieillis qui diminuent l'énergie de défaut d'empilement (SFE) et augmentent l'énergie d'APB (AntiPhase Boundary Energy) entraînant l'apparition des mécanismes avec des dislocations partielles ainsi que l'augmentation de la densité de dislocations mobiles.

IV.3. Conclusion générale

Le but de ce chapitre était de comprendre l'effet de la température de traitement thermique et du vieillissement sur les micromécanismes de déformation en fluage à 700°C. Nous avons vu que ces deux paramètres entraînaient la modification des propriétés mécaniques en fluage à 700°C de l'AD730^{TM}.

Lors de l'étude de l'effet de la température de traitement thermique, nous avons réussi a montré que l'affaiblissement de la résistance mécanique en fluage à 700°C sous 500 MPa n'est pas dû à la croissance des précipités γ' secondaires, mais à des fluctuations de composition chimique locale entre les phases γ et γ' qui ont lieu sous l'effet de la température. En effet, ces variations de compositions chimiques locales lors d'un traitement thermique au-delà de 760°C entraînent un changement de mode de déformation, une diminution de la SFE et une augmentation de l'APBE qui ont été quantifiées.

Les évaluations de l'effet du vieillissement à 850°C ont révélé une légère différence de comportement mécanique lors des essais de fluage à 700°C sous 600 MPa entre les échantillons non vieillis et vieillis. Nous avons vu qu'un vieillissement à 850°C avait pour effet de modifier la structure des précipités γ' primaires, de faire croître les précipités γ' secondaires et de changer les interactions entre les dislocations et précipités γ'. Des analyses quantitatives de composition chimique locale entre les phases γ et γ' n'ont pas été réalisées, mais il serait intéressant de voir si l'on retrouve les mêmes tendances que celles observées lors du traitement thermique à 790°C.

Conclusions Générales et Perspectives

Le travail présenté avait pour objectif d'étudier l'influence de la microstructure sur les micromécanismes de déformation en fluage dans le superalliage AD730^{TM}. Ce superalliage sera utilisé pour la fabrication des disques de turbines des futurs turboréacteurs pour application civile. De nombreuses études ont à ce jour été réalisées afin de connaître les propriétés mécaniques en fluage à 700°C de l'AD730^{TM}. Toutefois, il est primordial de comprendre l'origine de ces propriétés mécaniques à l'échelle microscopique. Pour cela, quatre axes d'études ont été sélectionnés et portent sur l'influence sur les micromécanismes de déformation :

- de la taille des grains,
- de la contrainte appliquée pendant les essais de fluage,
- de la température de traitement thermique,
- du vieillissement.

Des analyses quantitatives des paramètres caractérisant la microstructure de précipitation et des observations des micromécanismes de déformation ont été réalisées grâce à des techniques de microscopie électronique en transmission conventionnelle. Pour les études des compositions chimiques locales des phases γ et γ', des techniques de spectroscopie EDX et EELS ont été utilisées.

Pour cette étude, les échantillons possèdent soit une microstructure à grains fins (GF) soit une microstructure à gros grains (GG) est les contraintes appliquées durant les essais de fluage à 700°C sont soit de 500 MPa, de 600 MPa ou 850 MPa.

Les observations *post mortem* des micromécanismes de déformation des échantillons à microstructure GF flués sous 600 MPa et 850 MPa, ont montré :

- le cisaillement des précipités γ' primaires par des superdislocations ainsi que par des dislocations supershockley,
- le contournement et le cisaillement des précipités γ'secondaires par des dislocations parfaites et partielles.

Nous avons pu établir que l'initiation de la plasticité se faisait dans les précipités γ' primaires. Lorsque le taux de déformation augmente, la déformation se propage dans les grains, mais reste localisée près des précipités γ' primaires, près des joints de grains et près des joints de macles pour enfin se généraliser à l'intérieur des grains lorsque le taux de déformation est supérieur à 0,2% dans les échantillons flués sous 850 MPa et 1,34 % dans les échantillons flués sous 600

MPa. À rupture, quelle que soit la contrainte appliquée durant les essais de fluage, les paysages de déformation dans les précipités γ' primaires et dans les grains sont similaires.

Dans les échantillons à microstructure GG flués sous 600 MPa et 850 MPa nous avons constaté :

- le cisaillement des précipités γ' secondaires par des dislocations parfaites fortement ou faiblement couplées,
- le contournement d'Orowan,
- le cisaillement des précipités γ' secondaires par le mécanisme de Condat et Décamps,
- le cisaillement d'abord des précipités γ' secondaires et tertiaires puis dans le même plan le cisaillement de la matrice et des précipités γ' secondaires et tertiaires,
- l'activation de plusieurs systèmes de glissements aux joints de grains.

L'évaluation de l'effet de la taille des grains a montré que pour une contrainte appliquée de 600 MPa, les comportements macroscopiques des échantillons à microstructure GF et GG sont d'abord similaires, puis diffèrent lorsque les durées en fluage sont supérieures à 400 h avec une augmentation de la vitesse de déformation des échantillons à microstructure GF.
Sous 600 MPa, pour des durées en fluage inférieures à 400 h les micromécanismes de déformation dans les échantillons à microstructure GF ayant lieu dans les précipités γ' primaires, aux voisinages des précipités γ' primaires, des joints de grains et des joints de macles sont équivalent micromécanismes de déformation ayant lieu au cœur des grains et aux joints de grains des échantillons à microstructure GG. Lorsque les durées en fluage sont supérieures à 400 h on peut soupçonner la présence de phénomène de diffusion (non mis en évidence dans cette étude) qui va entraîner la dégradation plus rapide des propriétés mécaniques en fluage des échantillons GF (dû à leur plus grande densité de joints de grains).

Pour une contrainte appliquée de 850 MPa, le comportement macroscopique des microstructures GF et GG sont similaires. Or, nous n'avons pas observé les mêmes paysages de déformation. Dans les échantillons à microstructure GF nous avons observé le cisaillement des précipités γ' primaires par des superdislocations, le contournement des précipités γ' secondaires et le mécanisme de Condat et Décamps. Dans les échantillons à microstructure GG, au cœur des grains nous avons observé le cisaillement par des dislocations fortement et faiblement couplées, le contournement d'Orowan, le mécanisme de Condat et Décamps ainsi que le cisaillement d'abord des précipités γ' secondaires et tertiaires puis dans le même plan, le

cisaillement de la matrice et des précipités γ' secondaires et tertiaires. De plus, aux joints de grains des échantillons à microstructure GG nous avons constaté l'émission de systèmes de glissement. Cependant, dans les deux microstructures le comportement en fluage est contrôlé par le mouvement des dislocations. Nous pouvons donc supposer que l'effet des micromécanismes présents dans les échantillons à microstructure GF n'est pas similaire à ceux présents dans les échantillons à microstructure GG.

Concernant l'étude sur l'effet de la contrainte appliquée, nous avons comparé les micromécanismes de déformation opérants dans les échantillons à microstructure GF puis dans les échantillons à microstructure GG flués sous 600 MPa et 850 MPa.

Les résultats des essais de fluage sous 600 MPa et 850 MPa des échantillons à microstructure GF ont montré des différences de comportement macroscopique qui ne sont pas visibles à l'échelle des dislocations. En effet, pour les deux contraintes, le seul élément qui explique la différence de comportement en fluage est la propagation plus facile des dislocations dans les échantillons flués sous 850 MPa qui entraîne la déformation plus rapide des échantillons flués sous 850 MPa par rapport aux échantillons flués sous 600 MPa.

Pour les échantillons à microstructure GG, les différences de comportement en fluage sous 600 MPa et sous 850 MPa n'ont pas été expliquées par les observations des micromécanismes de déformation intragranulaires, car nous avons observé les mêmes modes de déformation quelle que soit la contrainte appliquée durant les essais de fluage. Différents modèles théoriques permettent de justifier l'apparition de la multitude micromécanimes de déformation aux cœurs des grains. Les observations des joints de grains ont montré l'activation de plusieurs systèmes de glissements. Dans les échantillons flués sous 600 MPa, un ou deux systèmes de glissement sont actifs contre deux ou trois dans les échantillons flués sous 850 MPa. C'est donc le nombre de systèmes de glissement activés qui explique les différences de comportement observées durant les essais de fluage. En effet, plus le nombre de systèmes de glissement actifs est élevé, plus le nombre de plans de glissement l'est aussi et donc plus les dislocations possèdent des chemins où leur propagation est facilitée.
Les analyses cristallographiques des grains de part et d'autre des joints de grains ont permis de conclure que les grains étudiés étaient fortement désorientés et que les systèmes de glissement étaient émis depuis les joints de grains. De plus, les systèmes de glissement activés ne sont pas nécessairement associés aux facteurs de Schmid les plus élevés.

Une étude sur la température de traitement thermique a également été réalisée sur des échantillons à microstructure grains fins flués sous 500 MPa à 700°C. Un comparatif a été effectué entre des échantillons traités thermiquement 8 h à 730°C (GF730°C), à 760°C (GF760°C) et à 790°C (GF790°C). Les résultats macroscopiques ont révélé le même comportement en fluage pour les échantillons traités thermiquement 8 h à 730°C et à 760°C alors que celui des échantillons ayant subi un traitement thermique à 790°C diffère. Les études statistiques sur la microstructure de précipitation n'ont révélé aucune évolution dans la taille des précipités γ' secondaires, la distribution de ces précipités γ' et la taille des couloirs entre γ' secondaires. Les observations MET *post mortem* ont montré la présence de cisaillement par des dislocations parfaites a/2<110> et du contournement d'Orowan dans les échantillons GF760°C et GF790°C. Lors du traitement thermique à 790°C nous avons constaté l'apparition de cisaillement par des dislocations partielles de Shockley a/6<112> ce qui n'est pas observé dans les échantillons traités thermiquement à 760°C. Aucune différence dans la microstructure de précipitation n'ayant été observé, c'est donc l'énergie d'APB (AntiPhase Boundary Energy) et l'énergie de défaut d'empilement (SFE) qui sont contrôlées par la composition chimique locale qui gouverne l'interaction entre les dislocations et les précipités γ' secondaires.

Des analyses quantitatives réalisées grâce à des expériences EDX et EELS ont mis en évidence une augmentation nette de la teneur en Cr dans la matrice γ et une augmentation de la teneur en Ti et Al dans les précipités γ' secondaires, mais aussi une diminution de la teneur en Mo dans les précipités γ' secondaires lors du traitement thermique à 790°C. La composition chimique obtenue a été utilisée pour évaluer l'évolution de la SFE et de l'APBE à l'aide de modèles théoriques et empiriques dans les deux échantillons étudiés. Les calculs ont montré que, dans les échantillons GF790°C, la SFE est diminuée tandis que l'APBE augmente. Dans les échantillons GF790°C, le cisaillement des précipités γ' secondaires par une dislocation parfaites de matrice devient dans ces cas plus difficile, il est alors plus facile pour les dislocations de convertir l'APB en une faute d'empilement de super-réseau, par conversion d'une dislocation de type a/2<110> en des dislocations partielles de type a/3<112>. Ces dernières peuvent facilement traverser les précipités γ' secondaires, qui sont entourés par une dislocation de Shockley de type a/6<112> selon le mécanisme de Condat et Décamps. La nucléation facile des dislocations partielles ainsi que leur mode de propagation plus facile peuvent expliquer l'augmentation de la densité de dislocations mobiles et l'augmentation de la vitesse de déformation dans les échantillons GF790°C flués à 700°C sous 500 MPa.

À propos de l'évaluation de l'effet du vieillissement, une comparaison a été réalisée entre des échantillons à microstructure grains fins non vieillis et vieillis à 850°C. Ces échantillons ont été flués à 700°C sous 600 MPa. Les études sur la microstructure de précipitation ont montré la germination et la croissance de précipités γ dans les précipités γ' primaires avec le vieillissement. De même, nous avons constaté l'augmentation de la taille des précipités γ' secondaires ainsi que celle des couloirs entre précipités γ' secondaires avec le vieillissement.
Les observations MET *post mortem* ont montré dans les échantillons non vieillis et vieillis la présence :

- de précipités γ' primaires non déformés
- de précipités γ' primaires cisaillés par des superdislocations
- du contournement d'Orowan

Lors des différentes observations, nous avons néanmoins constaté des différences. En effet, dans les échantillons non vieillis la déformation reste localisée au voisinage des précipités γ' primaires et dans quelques grains alors que dans les échantillons vieillis la déformation est généralisée dans tous les grains. De plus, dans les échantillons non vieillis nous avons observé le cisaillement par des dislocations parfaites alors que, dans les échantillons vieillis, le mécanisme de Condat et Décamps ainsi que le cisaillement de la matrice et des précipités γ' par des dislocations partielles sont opérants. L'observation de micromécanismes impliquant des dislocations partielles dans des échantillons possédant des couloirs plus larges alors qu'ils ne sont pas observés dans des échantillons avec des couloirs plus étroits est inhabituelle. On peut supposer qu'il existe des fluctuations de composition chimique dans les échantillons vieillis qui vont modifier les énergies de défaut d'empilement (SFE) et d'APB (AntiPhase Boundary Energy) entraînant l'apparition des mécanismes avec des dislocations partielles ainsi que l'augmentation de la densité de dislocations mobiles.

En conclusion, nous avons mis en évidence au cours de cette étude le rôle primordial joué par les précipités γ' primaires dans la déformation en fluage des échantillons à microstructure GF, le rôle majeur des joints de grains dans l'activation de système de glissement. De plus, nous avons constaté l'influence des traitements thermiques ou des vieillissements sur les compositions chimiques locales qui peuvent grandement modifier les mécanismes d'interaction dislocations/ précipités et donc le comportement macroscopique en fluage.

En perspective, il serait intéressant de :

- valider les résultats expérimentaux sur l'activation des différents systèmes de glissement aux joints de grains des échantillons à microstructure gros grains flués sous 600 MPa et 850 MPa grâce à la modélisation qui est actuellement en cours.
- Réaliser des essais *in situ* afin d'observer la création des bandes de glissement aux joints de grains.
- Réaliser des analyses chimiques sur les différentes phases des échantillons vieillis et non vieillis afin de voir si l'on observe des fluctuations de composition chimique comme celles observées lors des traitements thermiques.

Références Bibliographiques

Alabort, E., D. Barba, S. Sulzer, M. Lißner, N. Petrinic, R. C. Reed. **2018**. "Grain boundary properties of a nickel-based superalloy: characterisation and modelling." *Acta Materialia* 151. Elsevier Ltd: 377–94. doi:10.1016/j.actamat.2018.03.059.

Ardell, A. J., J. C. Huang. **1988**. "Antiphase boundary energies and the transition from shearing to looping in alloys strengthened by ordered precipitates." *Philosophical Magazine Letters* 58 (4): 189–97. doi:10.1080/09500838808214752.

Astm. **1997**. *Specialty Handbook, Heat Resistant Materials*. Edited by Davis and associates (Eds). ASTM International.

Augustins-Lecallier, I. **2012**. "Conception de nouveaux superalliages MdP base nickel pour disques de turbines." Thèse de Doctorat - l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris - France.

Bain, K.R., M.L. Gambone, J.M. Hyzak, M.C. Thomas. **1988**. "Development of damage tolerant microstructures in Udimet 720." *Superalloy 1988*, 13–22.

Baither, D., C. Rentenberger, H. P. Karnthaler, E. Nembach. **2002**. "Three alternative experimental methods to determine the APB energies of the γ' precipitates in superalloys." *Philosophical Magazine A* 82: 1795.

Beardmore, P., R. Davies, T. Johnston. **1969**. "On the temperature dependence of the flow stress of nickel base alloys."

Bellot, C., P. Lamesle. **2013**. "Quantitative measurement of gamma prime precipitates in two industrial nickel-based superalloys using extraction and high resolution SEM imaging." *Journal of Alloys and Compounds* 570: 100–103. doi:10.1016/j.jallcom.2013.03.057.

Benyoucef, M., B. Décamps, A. Coujou, N. Clément. 1995. *Philosophical Magazine* 71: 4.

Beyerlein, I.J., J.Wang, R. Zhang. **2013**. "Mapping dislocation nucleation behavior from bimetal interfaces." *Acta Materialia* 61 (19). doi:10.1016/j.actamat.2013.08.061.

Bhowal, P.R., E.F. Wright, and E.L. Raymond. **1990**. "Effects of cooling rate and γ′ morphology on creep and stress-rupture properties of a powder metallurgy superalloy." *Metallurgical and Materials Transactions A* 21 (6).

Billot, Thomas. **2010**. "Comportement et endommagement en fatigue et fatigue - fluage à haute température de différents états microstructuraux du superalliage base-nickel Udimet 720." Thèse de Doctorat - Ecole Nationale Supérieur de Mécanique et Aérotechnique - France

Bouse, G.K. **1996**. *Superalloy 1996*, 163–72.

Bowmer, T. **1961**. Method and apparatus for cooling a member such, for example, as a turbine blade of a gas turbine engine. Brevet GB861632, issued 1961.

Brooks, J.W., and P.J. Bridges. **1988**. "Metallurgical stability of Inconel alloy 718," 33–42.

Brown, L.M., and R.K. Ham. **1971**. "Strengthening methods in crystals." *Applied Science Publisher*.

Burbery, N. J., R. Das, W. G. Ferguson. **2015**. "Modelling with variable atomic structure: dislocation nucleation from symmetric tilt grain boundaries in aluminium." *Computational Materials Science* 101. Elsevier B.V.: 16–28. doi:10.1016/j.commatsci.2015.01.010.

Cadel, E., D. Lemarchand, S. Chambreland, D. Blavette. **2002**. "Atom probe tomography investigation of the microstructure of superalloys N18." *Acta Materialia* 50 (5): 957–66. doi:10.1016/S1359-6454(01)00395-0.

Cahn, J.W., J. Nutting. **1959**. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME* 215: 526.

Cao, W. 2008. "Thermal stability characterization of Ni-base ATI 718Plus® superalloy," 789–

97.

Caron, P., T. Khan, P. Veyssiere. **1988**. *Philosophical Magazine* 57: 859–875.

Carter, C.B., S.M. Holmes. **1976**. "The stacking-fault energy of nickel." *Philosophical Magazine*, 1161–72.

Chandran, M., S. Sondhi. **2011**. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering 19 :1*

Chevenard, P. **1930**. Procédé de traitement thermique des alliages à haute teneur en nickel et en chrome (additions d'aluminium, de cuivre et de silicium). Brevet FR698724, 8(2), issued 1930.

Clément, N., G. Molénat, D. Caillard. **1991**. "An in situ study of cube glide in the Γ′-phase of a superalloy." *Philosophical Magazine A:* (3): 697–708. doi:10.1080/01418619108204868.

Clément, N., P. Coulomb. **1974**. "Energies de défaut d'empilement et mécanismes de déformation dans les alliages nickel-chrome." *Philosophical Magazine*, 663–72.

Cohen, J.B., J. Weertman. **1963**. "A dislocation model for twinning in FCC metals." *Acta Metallurgica*, 996–98.

Condat, M., B. Décamps. **1987**. *Scripta Materialia* 21: 607.

Coujou, A., P. Lours, N.A. Roy, D. Caillard, N. Clément. **1990**. "Determination of the local tensile axis direction in a TEM in situ strained gamma prime single crystal - a finite element approach." *Acta Metallurgica Et Materialia* 38 (5): 825–37.

Courbon, J. **1990**. Thèse de l'Institut National Polytechnique de Grenoble - France.

Couret, A., J. Crestou, S. Farenc, G. Molenat, N. Clement, A. Coujou, D. Caillard,. **1993**. "In situ deformation in TEM.: recent developments." *Microscopy Microanalysis Microstructures* 4 (2–3): 153–70. doi:10.1051/mmm:0199300402-3015300.

Crompton, J.M.G., R.M.Waghorne, G.B.Brook. **1966**. "The estimation of size distribution and density of precipitates from electron micrographs of thin foils." *British Journal of Applied Physics* 17 (10): 1301–5. doi:10.1088/0508-3443/17/10/307.

Crudden, D.J., A. Mottura, N. Warnken, B. Raeisinia, R.C. Reed. **2014**. "Modelling of the influence of alloy composition on flow stress in high-strength nickel-based superalloys." *Acta Materialia* 75. doi:10.1016/j.actamat.2014.04.075.

Cumpsty, N.A. **1997**. "Jet Propulsion: A simple guide to the aerodynamic and thermodynamic design and performance of jet engines." *Cambridge University Press*.

Décamps, B., A.J. Morton, M. Condat. **1991**. *Philosophical Magazine* 64: 641.

Décamps, B., J.M. Pénisson, M. Condat, L. Guétaz, A.J. Morton. **1994**. "High resolution imaging of shearing configurations of γ′ precipitates in Ni-based superalloys." *Metallurgica, Scripta* 30 (11): 1425–30.

Décamps, B., M. Condat, P. Caron, T. Khan. **1984**. *Scripta Materialia* 18: 1171.

Décamps, B., M. Condat. **1986**. *Microsc. Spectrosc. Electron*, 141–48.

Décamps, B., S. Raujol, A. Coujou, F. Pettinari-Sturmel, N. Clément, D. Locq, P. Caron. **2004**. "On the shearing mechanism of γ ′ precipitates by a single (a / 6) < 112 > shockley partial in Ni-based superalloys." *Philosophical Magazine* 84: 91–107.

Devaux, A. **2016**. "AD730^{TM} : Développement du superalliage base nickel AD730^{TM} pour les applications disques de turbines."

Devaux, A., A. Helstroffer, J. Cormier, P. Villechaise, J. Douin, M. Hantcherli, F. Pettinari-

Sturmel. **2014**. “Effect of aging heat-treatment on mechanical properties of AD730^{TM} superalloy.” *Superalloys 2014*, 521–35.

Devaux, A., B. Picqué, M. F. Gervais, E. Georges, T. Poulain, P. Héritier. **2012**. “AD730^{TM} - A new nickel-based superalloy for high temperature engine rotative parts.” *Superalloys 2012*, 911–19.

Devaux, A., L. Berglin, L. Thebaud, R. Delattre, C. Crozet, O. Nodin. **2014**. “Mechanical properties and development of supersolvus heat treated new nickel base superalloy AD730^{TM}” 1004.

Devaux, A., L. Nazé, R. Molins, A. Pineau, A. Organista, J.F. Uginet, and P. Héritier. **2008**. “Gamma double prime precipitation kinetic in Alloy 718.” *Materials Science and Engineering A* 486: 117–22.

Dimiduk, D. M., A. W. Thompson, J. C. Williams. **1993**. “The compositional dependence of antiphase-boundary energies and the mechanism of anomalous flow in Ni3Al alloys.” *Philosophical Magazine A* 67 (3): 675–98. doi:10.1080/01418619308207184.

Dollar, M., I.M. Bernstein. **1988**. *Actes de Superalloys*. Edited by Reichman et Al. *The Metallurgical Society*.

Douin, J. 2008. *Mécanique des milieux continus : introduction à la plasticité des matériaux.*

Douin, J., F. Pettinari-Sturmel, A. Coujou. 2007. “Dissociated dislocations in confined plasticity.” *Acta Materialia* 55 (19): 6453–58. doi:10.1016/j.actamat.2007.08.006.

Douin, J., P. Veyssière. 1991. “On the effect of deviation from stoichiometry on the deformation microstructure of binary Ni_3Al.” *Philosophical Magazine A* 64 (4): 807–17. doi:10.1080/01418619108213950.

Dubiez-Le Goff, S., R. Couturier, L. Guétaz, H. Burlet. **2004**. “Effect of the microstructure on the creep behavior of PM Udimet 720 superalloy - Experiments and Modeling.” *Materials Science and Engineering A* 387–389 : 599–603.

Ducrocq, C., A. Lasalmonie, Y. Honnorat. **1988**. “N18, a new damage tolerant PM superalloy for high temperature turbine discs,” 63–72.

Duval, S., S. Chambreland, P. Caron, D. Blavette. **1994**. “Phase composition and chemical order in the single crystal nickel base superalloy MC2.” *Acta Metallurgica et Materialia* 42 (1): 185–94. doi:10.1016/0956-7151(94)90061-2.

Flageolet, B., M. Jouiad, P. Villechaise, J. Mendez. **2005**. “On the role of γ particles within γ’ precipitates on damage accumulation in the P/M nickel-base superalloy N18.” *Materials Science and Engineering A* 399 (1–2): 199–205. doi:10.1016/j.msea.2005.04.006.

Fujita, H., S. Ueda. **1972**. “Stacking faults and fcc (γ)→ hcp (ε) transformation in 18/8-type stainless steel.” *Acta Metallurgica* 20: 759–67.

Furrer, D.U., H. Fecht. **1999**. “γ’ Formation in Superalloy U720Li.” *Scripta Materialia* 40 (11): 1215–20.

Galindo-Nava, E.I., L.D. Connor, C.M.F. Rae. **2015**. “On the prediction of the yield stress of unimodal and multimodal Γ′ nickel-base superalloys.” *Acta Materialia* 98: 377–90.

Gallagher, P.C.J. **1970**. “The Influence of alloying, temperature, and related effects on the stacking fault energy.”

Glatzel, U., M. Feller-Kniepmeier. **1991**. *Scripta Metallurgica* 23: 1839.

Goodfellow, A.J., E.I. Galindo-Nava, K.A. Christofidou, N.G. Jones, T. Martin, P. A.J. Bagot, C.D. Boyer, M.C. Hardy, H.J. Stone. **2018**. “Gamma prime precipitate evolution during

aging of a model nickel-based superalloy." *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science* 49 (3). Springer US: 718–28. doi:10.1007/s11661-017-4336-y.

Guedou, J.Y., J.C Lautridou, Y. Honnorat. **1992**. "N18, PM superalloy for disks: Development and Applications," 267–76.

Guillaume, M. **1922**. Propulseur par réaction sur l'air. Brevet FR534801, 6(4), issued 1922.

Guo, E.C., F.J. Ma. **1980**. *Superalloys 1980*, 431–38.

Hamadi, S., F. Hamon, J. Delautre, J. Cormier, P. Villechaise, S. Utada, P. Kontis, N. Bozzolo. **2018**. "Consequences of a room-temperature plastic deformation during processing on creep durability of a Ni-Based SX superalloy." *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 1–16. doi:10.1007/s11661-018-4748-3.

Hardy, M.C., B. Zirbel, G. Shen, R. Shankar. **2004**. "Developing damage tolerance and creep resistance in a high strength." 83–90.

Helm, D., O. Roder. **2000**. "Influence of long term exposure in air on microstructure, surface stability and mechanical properties of Udimet 720Li." *Superalloys 2000*, 487–93.

Helstroffer, A. **2011**. "Optimisation du traitement thermique de vieillissement d'un superalliage base nickel pour disques de turbines aéronautiques."

Hilliard, J.E. **1962**. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME* 224: 906.

Howie, A., M. J. Whelan. **1962**. "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 A* 267 (1329): 206–30.

Huis In't Veld, A.J., G. Boom, P.M. Bronsveld, J.Th.M De Hosson. **1985**. *Scripta Metallurgica* 19: 1123.

Hüther, W., B. Reppich. **1978**. "Interaction of dislocations with coherent, stress-free, ordered particles." *Zeitschrift Metallkd.*

Jackson, M.P., R.C. Reed. **1999**. "Heat treatment of Udimet 720Li: the effect of microstructure on properties." *Materials Science and Engineering*, 85–97.

Jain, S.K., B.A. Ewing, C.A. Yin. **2000**. "The development of improved performance PM Udimet 720 turbine disks." *Superalloys 2000*, 785–94.

Jarrett, R.N., J.K. Tien. **1982**. "Effects of cobalt on structure, microchemistry and properties of a wrought nickel-base superalloy." *Metallurgical Transactions A* 13A: 1021–32.

Jarrett, R.N., J.P. Collier, J.K. Tien. **1984**. "Effects of cobalt on the hot workability." *Superalloys 1984*, 455–66.

Jena, A.K., M.C. Chaturvedi. **1984**. "The role of alloying elements in the design of nickel-base superalloys." *Journal of Materials Science* 19: 3121–39.

Johnson, W. R., C. R. Barrett, W. D. Nix. **1972**. "The high-temperature creep behavior of nickel-rich Ni-W solid solutions." *Metallurgical Transactions* 3 (4): 963–69. doi:10.1007/BF02647673.

Jouiad, M., E. Marin, R.S. Devarapalli, J. Cormier, F. Ravaux, C.Le Gall, J.M. Franchet. **2016**. "Microstructure and mechanical properties evolutions of alloy 718 during isothermal and thermal cycling over-aging." *Materials and Design* 102. Elsevier Ltd: 284–96.

Karthikeyan, S., R.R. Unocic, P.M. Sarosi, G.B. Viswanathan, D.D. Whitis, M.J. Mills. **2006**. "Modeling microtwinning during creep in Ni-Based superalloys." *Scripta Materialia* 54

(6): 1157–62. doi:10.1016/j.scriptamat.2005.11.049.

Kear, B. H., J.M. Oblak, A.F. Giamei. 1970. “Stacking faults in gamma prime Ni_3(Al, Ti) precipitation hardened nickel-base alloys.” *Metallurgical Transactions* I (September): 2477–86.

Keefe, P.W., S.O. Mancuso, G.E. Maurer. **1992**. *Superalloys 1992*, 487–96.

Kolbe, M. **2001**. “The high temperature decrease of the critical resolved shear stress in nickel-base superalloys.” *Materials Science and Engineering* 321: 383–87.

Kontis, P., Z. Li, David M. Collins, J. Cormier, D. Raabe, B. Gault. **2018**. “The effect of chromium and cobalt segregation at dislocations on nickel-based superalloys.” *Scripta Materialia* 145. Elsevier Ltd: 76–80. doi:10.1016/j.scriptamat.2017.10.005.

Köster, E. H., A. R. Thölen, A. Howie. **1964**. “Stacking fault energies of Ni–Co–Cr alloys.” *Philosophical Magazine*.

Kovarik, L., R.R. Unocic, J. Li, P. Sarosi, C. Shen, Y. Wang, M.J. Mills. **2009**. “Microtwinning and other shearing mechanisms at intermediate temperatures in Ni-based superalloys.” *Progress in Materials Science* 54 (6). Elsevier Ltd: 839–73.

Kozar, R.W., A . Suzuki, W.W. Milligan, J.J. Schirra, M.F. Savage. **2009**. “Strengthening mechanisms in polycrystalline multimodal nickel-base superalloys.” doi:10.1007/s11661-009-9858-5.

Krol, T., D. Baither, E.Nembach. **2004**. “The formation of precipitate free zones along grain boundaries in a superalloy and the ensuing effects on its plastic deformation” 52: 2095–2108. doi:10.1016/j.actamat.2004.01.011.

Krueger, D.D., R.D. Kissinger, R.G. Menzies. **1992**. “Development and introduction of a damage tolerant high,” 277–86.

Lasalmonie, A., J.L. Strudel. **1986**. “Influence of grain size on the mechanical behaviour of some high strength materials.” 21: 1837–52.

Laurence, A. **2016**. “Impact du sur-vieillissement métallurgique sur le comportement et la durabilité du nouveau superalliage pour disque de turbine René 65.” Thèse de Doctorat - Ecole Nationale Supérieur de Mécanique et Aérotechnique - France.

Laurence, A., J. Cormier, P.Villechaise, T.Billot, J-M. Franchet, F. Pettinari-Sturmel, M.Hantcherli, F. Mompiou, A. Wessman. **2014**. “Impact of the solution cooling rate and of thermal aging on the creep properties of the new cast & wrought René 65 Ni-Based superalloy.” *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, 333–48. doi:10.1002/9781119016854.ch27.

Lautridou, J.C., J.Y. Guedou. **1994**. “Heat treatment upgrading on PM superalloy N18 for high temperature applications.” *Materials for Advanced Power Engineering*.

Leapman, R.D., J.A. Hunt. **1991**. “Comparison of detection limits for EELS and EDXS.” *Microscopy Microanalysis Microstructures*, 231–44.

LeStrat, D. **1989**. “Etude microstructurale et mécanique d’un superalliage base nickel. Contribution de l’endommagement par fluage.” Thèse de Doctorat - l’École Nationale Supérieure des Mines de Paris - France.

Lin, T., M. Wen. **1989**. *Acta Metallurgica* 37: 3099.

Link, T., M. Feller-Kniepmeier. **1992**. *Metallurgical Transactions* 23A: 99–105.

Locq, D., M. Marty, P. Caron. **2000**. “Optimisation of the mechanical properties of a new PM superalloy for disk applications.” *Superalloys 2000*, 395–403

Locq, D. **2014**. “Etude du superalliage C&W A&D AD730^{TM}.”

Locq, D. **2015**. “Etude du superalliage C&W A&D AD730^{TM} - Résultats complémentaires avril 2015.”

Locq, D., P. Caron, S. Raujol, F. Pettinari-Sturmel, A. Coujou, N. Clément. **2004**. “On the role of tertiary Γ′ precipitates in the creep behaviour at 700°C of a PM disk superalloy.” *Superalloys*, 179–87.

Mannan, S., S. Patel, J. DeBarbadillo. **2000**. “Long term stability of Inconel alloys 718, 706, 909, and Waspaloy at 593°C and 704°C.” *Superalloys 2000*, 449–58.

Mao, J., K. Chang, W. Yang, D.U. Furrer, K. Ray, and S.P. Vaze. **2002**. “Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy Rene88DT” 332: 318–29.

Martin, J.L., L.P. Kubin. **1978**. “Discussion on the limitation of ‘in-situ’ deformation experiments in a high voltage electron microscope.” *Ultramicroscopy* 3: 215–26. doi:10.1017/CBO9781107415324.004.

Marty, M., A. Walder, C. Diot. **1987**. “Influence of solid solution strengthening elements on the properties of PM nickel base alloys. PM Aerospace Materials.”

Masoumi, F., M. Jahazi, D. Shahriari, J. Cormier. **2016**. “Coarsening and dissolution of γ′ precipitates during solution treatment of AD730^{TM} Ni-based superalloy Mechanisms and kinetics models” 658: 981–95.

Maurer, G.E., L.A. Jackman, J.A. Domingue. **1980**. “Role of cobalt in Waspaloy.” *Superalloys 1980*.

Merrick, H.F. **1973**. “Precipitation within γ’ particles in nickel-base superalloys.” *Metallurgical Transactions* 4 (3): 885–87. doi:10.1007/BF02643103.

Miao, J., T.M. Pollock, J.W. Jones. **2012**. “Microstructural extremes and the transition from fatigue crack initiation to small crack growth in a polycrystalline nickel-base superalloy.” *Acta Materialia* 60 (6–7). doi:10.1016/j.actamat.2012.01.049.

Miller, M. K., R. Jayaram, L. S. Lin, A. D. Cetel. **1994**. “APFIM characterization of single-crystal PWA 1480 nickel-base superalloy.” *Applied Surface Science* 76–77 (C): 172–76. doi:10.1016/0169-4332(94)90339-5.

Miller, M. K., S. S. Babu, J. M. Vitek. **2007**. “Stability of γ′ precipitates in a PWA1480 alloy.” *Intermetallics* 15 (5–6): 757–66. doi:10.1016/j.intermet.2006.10.030.

Milligan, W.W., S.D. Antolovich. **1991**. “The mechanisms and temperature-dependence of superlattice stacking-fault formation in the single-crystal superalloy PWA 1480.” *Metallurgical Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science* 22 (10): 2309–18. doi:10.1007/bf02664997.

Mori, T., H. Fujita. **1980**. “Dislocations reactions during deformation twinning in Cu11% Al single crystal.” *Acta Metallurgica* 28: 771–76.

Mukherji, D., F. Jiao, W. Chen, R. P. Wahi. **1991**. “Stacking fault formation in Γ′ phase during monotonic deformation of IN738LC at elevated temperatures.” *Acta Metallurgica Et Materialia* 39 (7): 1515–24. doi:10.1016/0956-7151(91)90237-U.

Nabarro, F.R.N., H.L. De Villiers. **1995**. *The Physics of Creep ; Creep and Creep-Resistant Alloys*. Taylor and Francis, London.

Nembach, E. **1971**. *Zeitschrift Metallkd* 62: 291.

Nembach, E. **1996**. “Particle strengthening of metals and alloys.”

Oblak, J.M., J.E. Doherty, A.F. Giamei, B. H. Kear. **1974**. “Precipitation of γ in the γ′ of nickel-

base superalloys." *Metallurgical Transactions* 5 (5): 1252–55. doi:10.1007/BF02644342.

Paintendre, B., Y. Bienvenu, C. Ducrocq, J.C. Lautridou, J.H. Davidson, O. Faral. **1986**. "The influence of gamma-prime forming elements on the properties of a nickel base superalloy produced by powder metallurgy." In *High Temperature Alloys for Gas Turbines and Other Applications*, 2:867–76. Liège.

Pelloux, R.M., N.J. Grant. **1960**. "Solid solution and second phase strengthening of nickel alloys at high and low temperatures." In *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 218:232–37.

Pettinari, F. **1999**. "Mécanismes élémentaires de la déformation de phase gamma d'une nouvelle génération de superalliages base nickel. Rôle du Rhenium et du Ruthenium." Thèse de Doctorat - Université Paul Sabatier de Toulouse - France.

Pettinari, F., A. Couret, D. Caillard, G. Molénat, N. Clément, A. Coujou. **2001**. "Quantitative measurements in in situ straining experiments in transmission electron microscopy." *Journal of Microscopy* 203 (1): 47–56. doi:10.1046/j.1365-2818.2001.00916.x.

Pettinari, F., J. Douin, G. Saada, P. Caron, A. Coujou, N. Clement. **2001**. "Stacking fault energy in short-range ordered gamma-phases of Ni-based superalloys." *Materials Science & Engineering A* 3: 1–9.

Pettinari, F., J. Douin, G. Saada, P. Caron, A. Coujou, N. Clément. **2002**. "Stacking fault energy in short-range ordered γ-phases of Ni-based superalloys." *Materials Science and Engineering A* 325 (1–2): 511–19. doi:10.1016/S0921-5093(01)01765-8.

Pope, D.P., S.S. Ezz. **1984**. "Mechanical properties of Ni_3Al and nickel-base alloys with high volume fraction of γ'." *International Metals Reviews* 29 (1): 136–167.

Poulain, T. **2011**. "Liens entre microstructure, traitements thermiques et caractéristiques mécaniques pour un nouveau superalliage base nickel."

Raisson, G., J.H. Davidson. **1990**. "N18, a new generation PM superalloy for critical turbine components." 1405–16.

Raujol, S. **2004**. "Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disques de turbine." Thèse de Doctorat - Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse - France.

Raujol, S., F. Pettinari-sturmel, J. Douin, N. Clément, A. Coujou, D. Locq, P. Caron. **2010**. "A new TEM method for the caracterization of the tertiary γ' nano-precipitates in a PM disk superalloy. Influence of ageing." *Philosophical Magazine*.

Raujol, S., M. Benyoucef, D. Locq, P. Caron, F. Pettinari-Sturmel, N. Clément, A. Coujou. **2005**. "Decorrelated movements of Shockley partial dislocations in the γ phase channels of nickel-based superalloys at intermediate temperature." *Philosophical Magazine& Philosophical Magazine Letters*, 1–19.

Raynor, D., J.M. Silcock. **1970**. "Strengthening mechanisms in γ′ precipitating alloys" 4: 121–30.

Read, W.T. **1957**. *Les dislocations dans les cristaux*.

Reed, R.C. **2006**. *The Superalloys, Foundamentals and Applications*. *Journal of Chemical Information and Modeling*. Vol. 53. doi:10.1017/CBO9781107415324.004.

Reppich, B. **1982a**. "Some New aspects concerning particle hardening mechanisms in γ′ precipitating nickel-based alloys – I. Theoretical concept." *Acta Metallurgica* 30: 87–94.

Reppich, B., P. Schepp, G. Wehner. **1982b**. "Some new aspects concerning particle hardening

mechanisms in γ′ precipitating nickel-based alloys – II. Experiments." *Acta Metallurgica* 30 (Section 2): 94–104.

Reppich, B., G. Schumann. **1988**. "Electron Microscopy of γ' Particles in Nickel-Based Superalloys." *Materials Science and Engineering A*, 101: 171–82.

Royer, A, P.Bastie, M. Veron. **1999**. "Temperature dependence of the structural order in the γ' phase of nickel base superalloy." *Scripta Materialia* 40 (8): 955–61. doi:10.1016/S1359-6462(99)00049-4.

Sarosi, P.M., G.B. Viswanathan, M.J. Mills. **2006**. "Direct observation of an extended complex stacking fault in the gamma prime phase of a Ni-base superalloy" 55: 727–30.

Scheunemann-Frerker, G., H. Gabrisch, M. Feller-Kniepmeier. **1992**. *Philosophical Magazine A* 65: 1353.

Schlesier, C., E. Nembach. **1989**. "Precise transmission electron microscopy determination of the size and the volume fraction of precipitates, as exemplified by Nimonic PE16." *Materials Science and Engineering A* 119 (C): 199–210. doi:10.1016/0921-5093(89)90539-X.

Sczerzenie, F.E., G.E Maurer. **1984**. "Development of Udimet 720 for high strength disk applications." *Superalloys 1984*, 573–80.

Sims, C. T. **1984**. "A history of superalloy metallurgy for superalloy metallurgists." *Superalloys 1984*, 399–419.

Sims, C.T., N.S. Stoloff, W.C. Hagel. **1987**. *Superalloys II, High Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power*. Edited by Wiley-Blackwell.

Smith, T.M., R.R. Unocic, H. Deutchman, M.J. Mills. **2016**. "Creep deformation mechanism mapping in nickel base disk superalloys." *Materials at High Temperatures Base Disk Superalloys* 3409.

Song, S.G., G.T. Gray. **1995**. "Influence of temperature and strain-rate on slip and twinning behavior of Zr." *Philosophical Magazine*.

Spearot, D.E., K.I. Jacob, D.L. McDowell. **2005**. "Nucleation of dislocations from [0 0 1] bicrystal interfaces in aluminum." *Acta Materialia* 53 (13): 3579–89. doi:10.1016/j.actamat.2005.04.012.

Spearot, D.E., K.I. Jacob, D.L. McDowell. **2007**. "Dislocation nucleation from bicrystal interfaces with dissociated structure." *International Journal of Plasticity* 23 (1): 143–60. doi:10.1016/j.ijplas.2006.03.008.

Spilmont, J.G., **1999**. "Etude de la sensibilité à la fragilisation par l'hydrogène de l'alliage 718 en milieu primaire de réacteur à eau pressurisée." Thèse de Doctorat - l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris - France.

Stevens, R.A., P.E.J. Flewitt. **1979**. "The effects of γ′ precipitate coarsening during isothermal aging and creep of the nickel-base superalloy IN-738." *Materials Science and Engineering* 37 (3): 237–47. doi:10.1016/0025-5416(79)90157-5.

Strudel, J.L. **1978**. "Influence of stacking-fault energies on the mechanical properties of industrial alloys." *Microsc. Spectrosc. Electron*.

Thébaud, L., **2017**. "Études des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau superalliage base nickel AD730^{TM}." Thèse de Doctorat - Ecole Nationale Supérieur de Mécanique et Aérotechnique - France

Thébaud, L., P. Villechaise, C. Crozet, A. Devaux, D. Béchet, J.M. Franchet, A.L.Rouffié,

M.Mills, J. Cormier. **2018**. “Is there an optimal grain size for creep resistance in Ni-based disk superalloys?” *Materials Science and Engineering A* 716. Elsevier B.V.: 274–83. doi:10.1016/j.msea.2017.12.104.

Tian, W.H., T. Sano, M. Nemoto. **1986**. “Hardening of ordered γ′-Ni3(Al, Ti) by precipitation of disordered γ.” *Scripta Metallurgica* 20 (6): 933–36. doi:10.1016/0036-9748(86)90469-2.

Tiley, J., G.B. Viswanathan, J.Y. Hwang, A.Shiveley, R. Banerjee. **2010**. “Evaluation of gamma prime volume fractions and lattice misfits in a nickel base superalloy using the external standard X-Ray diffraction method.” *Materials Science & Engineering A* 528 (1). Elsevier B.V.: 32–36. doi:10.1016/j.msea.2010.07.036.

Titchmarsh, J M. **1989**. “Comparison of high spatial resolution in EDX and EELS analysis.” *Ultramicroscopy* 28: 347–51.

Torster, F., G. Baumeister, J. Albrecht, G. Lütjering, D. Helm, M.A. Daeubler. **1997**. “Influence of grain size and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of the nickel-base superalloy U720LI.” *Materials Science and Engineering: A* 234–236: 189–92. doi:10.1016/S0921-5093(97)00161-5.

Unocic, R.R., G.B. Viswanathan, P.M. Sarosi, S. Karthikeyan, J. Li, M.J. Mills. **2008**. “Mechanisms of creep deformation in polycrystalline Ni-base disk superalloys.” *Materials Science and Engineering A* 483–484: 25–32.

Vamsi, K.V., S. Karthikeyan. **2012**. “Effect of off-stoichiometry and ternary additions on planar fault energies in Ni_3Al.” *Superalloys 2012*, 521–29.

Venables, J.A. 1964. “Twinning in fcc metals.” In *Proceedings of a Metallurgical Society Conference*, 77–116.

Veyssière, P. **1989**. “MRS Symposium Proceedings.” In *high temperature ordered intermetallic Alloys III*, 175–88.

Viswanathan, G.B., P.M. Sarosi, D.H. Whitis, M.J. Mills. **2004**. “Deformation mechanisms at intermediate creep temperatures in the Ni-base superalloy Rene88 DT.” *Materials Science and Engineering A*, 173–78.

Viswanathan, G.B., P.M. Sarosi, M.F. Henry, D.D. Whitis, W. W. Milligan, M. J. Mills. **2005**. “Investigation of creep deformation mechanisms at intermediate temperatures in René 88 DT.” *Acta Materialia* 53 (10): 3041–57.

Weertman, J.**1970**. *Théorie Elémentaire Des Dislocations*.

Wessman, A., A. Laurence, J. Cormier, P. Villechaise, T. Billot, J.M. Franchet. **2016**. “Thermal stability of cast and wrought alloy Rene 65,” 793–800.

Westwood, A.D., J.R. Michael, M.R. Notis. **2011**. *Journal of Microscopy* 167: 287–307.

Wlodek, S.T., M. Kelly, D.A. Alden. **1992**. “The structure of N18.” *Superalloys 1992*, 467–76.

Wlodek, S.T., M. Kelly, D.A. Alden. **1996**. “The structure of René 88DT.” *Superalloys 1996*, 129–36.

Wosik, J., B. Dubiel, A. Kruk, H-J. Penkalla, F. Schubert, A. Czyrska-Filemonowicz. **2001**. *Materials Charactérisation* 46: 119.

Wyman, R.D., D.T. Fullwood, R.H. Wagoner, E.R. Homer. *2017*. “Variability of non-schmid effects in grain boundary dislocation nucleation criteria.” *Acta Materialia* 124. Elsevier Ltd: 588–97. doi:10.1016/j.actamat.2016.11.005.

Xie, X. S., G. L. Chen, P. J. McHugh, J. K. Tien. **1982**. “Including stacking fault energy into

the resisting stress model for creep of particle strengthened alloys." *Scripta Metallurgica* 16 (5): 483–88. doi:10.1016/0036-9748(82)90254-X.

Yang, Z., Y. Xiao, C. Shi. **1988**. "The role of cobalt in the high temperature creep of γ'-strengthened nickel-based superalloys." *Materials Science and Engineering A* 101: 65–73.

Yardley, V., I. Povstugar, P. Choi, D. Raabe, A. B. Parsa, A. Kostka, C.Somsen, A. Dlouhy, K.Neuking, E.P. George, G. Eggeler. **2016**. "On local phase equilibria and the appearance of nanoparticles in the microstructure of single-crystal" 7 (14): 1–12. doi:10.1002/adem.201600237.

Yuan, Y., Y.F. Gu, Z.H. Zhong, Z. Shi, T. Osada, T. Yokokawa, H. Harada. **2013**. "γ precipitation in the primary γ' of a new Ni-Co-base disc superalloy." *Materials Science and Engineering A* 579: 35–40. doi:10.1016/j.msea.2013.05.011.

Yuan, Y., Y.F. Gu, C. Cui, T. Osada, Z.H Zhong, T. Tetsui. **2011**. "Influence of Co content on stacking fault energy in Ni – Co base disk superalloys," 2833–37.

Yuan, Y., Y.F. Gu, Z.H. Zhong, A. T.Osada, C.Cui, T. Tetsui, T. Yokokawa, H. Harada. **2012**. "Creep mechanisms of a new Ni-Co-base disc superalloy at an intermediate temperature." *Journal Of Microscopy* 248: 34–41.

Zacherl, C., S. Shang, D. Kim, Y. Wang, Z. Liu. **2012**. "Effects of alloying elements on elastic, stacking fault , and diffusion properties of fcc Ni from first-principles : Implications for tailoring the creep rate of Ni-base superalloys," 455–61.

Zhang, R.F., J. Wang, I.J. Beyerlein, T.C. Germann. **2011**. "Dislocation nucleation mechanisms from fcc/bcc incoherent interfaces." *Scripta Materialia* 65 (11). Acta Materialia Inc.: 1022–25. doi:10.1016/j.scriptamat.2011.09.008.

Zhang, Y.H, Q.Z. Chen, D.M.Knowles. **2001**. "Mechanism of dislocation shearing of gamma prime in fine precipitate strengthened superalloy." *Materials Science and Technology* 17: 1551–55.

L'étude menée au cours de ce travail de thèse consiste à analyser les micromécanismes qui contrôlent la déformation en fluage à 700°C, dans le superalliage AD730^{TM} développé par Aubert & Duval pour la fabrication des disques de turbines des futurs turboréacteurs pour application civile. Les différents éléments de la microstructure (taille, distribution et composition chimique de la matrice et des précipités) ont été caractérisés par Microscopie Electronique en Transmission (MET) en mode conventionnel et par des techniques d'analyse chimique (spectroscopies EDX et EELS). Les micromécanismes de déformation ont été identifiés au MET après des essais de fluage à 700°C sous 500 MPa, 600 MPa et 850 MPa pour différents états microstructuraux. L'étude des microstructures a permis de mettre en évidence que les traitements thermiques pouvaient modifier la composition chimique locale des différentes phases : variation de la teneur en Cr dans la matrice γ, germination de phase γ dans les précipités γ' primaires et variation de la teneur en Ti dans les précipités γ' secondaires. Ces fluctuations chimiques modifient les énergies de faute d'ordre et d'empilement qui contrôlent la propagation des dislocations. Ces paramètres ont pu être quantifiés et nous ont permis d'interpréter le comportement macroscopique. Quels que soient la contrainte appliquée et l'état microstructural, les mécanismes de déformation intragranulaires observés correspondent aux mécanismes classiquement cités dans les superalliages polycristallins. Ces résultats ont pu être validés grâce à l'évaluation des niveaux de contrainte associés à ces mécanismes. L'augmentation de la vitesse de déformation en fluage à 700°C dans le cas de la microstructure à grains fins (en comparaison avec la microstructure à gros grains), a pu être attribuée aux précipités γ' primaires où se développe et d'où est émise la plasticité. L'augmentation de la vitesse de déformation lors des essais sous 850 MPa a pu être associée au rôle des joints de grains qui initient l'émission de plusieurs systèmes de glissement. En conclusion, ce travail a ainsi permis d'identifier un certain nombre de paramètres à l'échelle microscopique qui contrôlent le comportement en fluage à 700°C dans ce superalliage.

The study carried out during this thesis consists in analyzing the micromechanisms that control the creep deformation at 700 ° C, in the AD730^{TM} superalloy developed by Aubert & Duval for the manufacture of turbine disks of the future turbojet engines for civil applications. The microstructure of the superalloy (size, distribution and chemical composition of the matrix and precipitates) has been characterized by conventional transmission electron microscopy (TEM) and by chemical analysis techniques (EDX and EELS spectroscopies). Deformation micromechanisms were identified at TEM after creep tests at 700°C at 500 MPa, 600 MPa and 850 MPa for different microstructural states. The study of the microstructures showed that thermal treatments can modify the local chemical composition of the different phases: variation of the Cr content in the matrix γ, germination of γ phase in the primary precipitates and variation of the Ti content in the secondary precipitates.
These chemical fluctuations modify the antiphase boundary energy and the stacking fault energy that control the dislocation propagation. The quantification of these parameters allowed us to interpret the macroscopic behavior of the superalloy. Whatever the applied stress and the microstructural state, the observed intragranular deformation mechanisms correspond to conventional mechanisms reported in the literature for polycrystalline superalloys. Our results were validated by evaluating the stress levels associated with these mechanisms. The increase in the creep deformation rate at 700°C in the case of the fine-grained microstructure (in comparison with the coarse-grained microstructure), could be attributed to the primary precipitates where plasticity grows and is emitted. The increase of the creep strain rate at 850 MPa could be associated with the role of the grain boundaries which initiates the emission of several slip systems. In conclusion, this work allowed us to identify the parameters at microscopic scale that control the creep behavior at 700°C in the analyzed superalloy.