



HAL
open science

Formation des zones appauvries en précipitation γ' secondaire aux abords des joints de grains et impact sur les propriétés mécaniques des superalliages base nickel

γ/γ'

Guillaume Burlot

► To cite this version:

Guillaume Burlot. Formation des zones appauvries en précipitation γ' secondaire aux abords des joints de grains et impact sur les propriétés mécaniques des superalliages base nickel γ/γ' . Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2023. Français. NNT : 2023ESMA0009 . tel-04285109

HAL Id: tel-04285109

<https://theses.hal.science/tel-04285109>

Submitted on 14 Nov 2023

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.

THESE

Pour l'obtention du Grade de
DOCTEUR DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE ET
D'AEROTECHNIQUE
(Diplôme National – Arrêté du 25 mai 2016 Modifié par l'Arrêté du 26 Août 2022)

Ecole Doctorale n°651:
MIMME Mathématiques, Informatique, Matériaux, Mécanique, Energétique

Secteur de Recherche
Mécanique des Solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces

Présentée par :

Guillaume BURLLOT

**Formation des zones appauvries en précipitation γ' secondaire
aux abords des joints de grains et impact sur les propriétés
mécaniques des superalliages base nickel γ/γ'**

Directeurs de thèse :
Patrick VILLECHAISE
Jonathan CORMIER

Soutenue le 10 Octobre 2023

JURY

M. Perez	Professeur, INSA Lyon, MATEIS, Lyon	Rapporteur
V. Esin	Professeur, Université de Lorraine, Institut Jean Lamour, Nancy	Rapporteur
C. Keller	Professeur, ENI Tarbes, LGP, Tarbes	Examineur
L. Liliensten	Chargée de Recherche, Chimie ParisTech, IRCP, Paris	Examineur
J. Cormier	Maître de Conférences, ISAE-ENSMA, Institut Pprime, Poitiers	Examineur
P. Villechaise	Directeur de Recherche, ISAE-ENSMA, Institut Pprime, Poitiers	Examineur

Remerciements

Tout d'abord, je souhaite remercier les membres du jury, **M. Clément Keller**, président du jury et examinateur, **Mme Lola Lilensten**, examinatrice, **M. Vladimir Esin** et **M. Michel Perez**, rapporteurs, ainsi que **M. Dominique Eyidi** et **M. Julien De Jaeger**, invités dans ce jury, d'avoir évalué mon travail de thèse. Les discussions ayant suivies la présentation ont été extrêmement intéressantes et enrichissantes, tout comme les perspectives ouvertes par ces discussions. Cela a été un réel plaisir d'échanger avec vous sur les différentes thématiques liées à mon sujet de thèse.

Cette thèse s'est déroulée dans le cadre de la Chaire ANR Safran TOPAZE, regroupant des intervenants de deux laboratoires, l'Institut Pprime et le CEMEF, et de différentes sociétés du groupe Safran. J'aimerais donc remercier toutes les personnes ayant participé aux différentes réunions et/ou avec qui j'ai eu à de nombreuses reprises des conversations très intéressantes. Tout d'abord, je tiens à remercier **Nathalie Bozzolo**, **Marc Bernacki**, **Daniel Pino Muñoz**, **Alexis Nicolay** et **Madeleine Bignon** du CEMEF, **Jean-Michel Franchet**, **Michael Piellard**, **Arjen Roos** de Safran, et **Jérôme Blaizot** d'Aubert & Duval. Je souhaite également adresser des remerciements tout particulier à **Daniel Galy**, ingénieur de recherche à Safran Tech, pour toutes les discussions que nous avons pu avoir, sa gentillesse, sa bienveillance, et l'aide qu'il m'a apporté tout au long de ma thèse sur les analyses EDS. De la même façon, j'aimerais remercier **Julien De Jaeger** pour son investissement dans mes travaux et l'intérêt qu'il a porté à ma thèse dès les premiers mois, d'abord en tant que référent SAE puis Safran Tech, mais aussi de m'avoir permis de passer une semaine à SAE Gennevilliers. Merci également d'avoir lu et corrigé de manière mon manuscrit de thèse. Le cadre de cette chaire a également permis de nombreux échanges avec les doctorants du CEMEF, je tiens donc à remercier **Ilusca**, **Franco**, **Federico**, **Roméo** et **Théo**.

Bien évidemment, ces travaux n'auraient jamais vu le jour si **Patrick** n'avait pas imaginé ce sujet, je t'en remercie énormément car je pense qu'il était parfait pour moi, et avant tout merci de me l'avoir proposé et de m'avoir fait confiance pour le mener à bien tout au long de ces quatre années. Merci également pour tous les conseils, les discussions, avec ou sans lien avec le travail, et d'avoir su trouver du temps pour m'aider et me guider. Et j'ai failli oublier, merci beaucoup pour les cartos EBSD et les essais in-situ qui ont apportés, je pense, un énorme plus à mon travail ! Parfois une rencontre peut changer une vie, c'est probablement le cas de la mienne avec Jonathan à Rouen en 2019. **Jonathan** je t'adresse un immense merci, qui ne sera sûrement jamais assez grand. Merci de m'avoir encadré au quotidien, mais aussi de m'avoir laissé l'autonomie dont j'avais besoin pour m'épanouir. Merci pour toutes les connaissances que tu m'as transmises et d'avoir répondu présent quand j'avais besoin d'aide. Enfin, merci pour toute la confiance que tu m'as accordée et pour tout le soutien que tu m'as apporté, dans ma vie professionnelle comme personnelle. C'est un honneur pour moi de vous avoir eu tous les deux comme directeurs de thèse.

Les différentes collaborations, interne à l'Institut Pprime comme à l'extérieur, ont également été extrêmement importante dans ces travaux. Je tiens donc à remercier tout particulièrement **Dominique Eyidi**, ingénieur de recherche à l'Institut Pprime, qui a réalisé les analyses EDS sous MET, mais également des analyses EDS sous MEB non présentées dans ce manuscrit. Merci également pour tout ce que tu m'as appris, sur le MET et l'EDS notamment, pour ton investissement dans mon travail, et pour ta gentillesse ! J'aimerais remercier également **Marco Panella**, ancien doctorant de la Chaire OPALE, la grande sœur de TOPAZE, qui m'a expliqué longuement le modèle qu'il a développé pendant sa thèse et m'as permis de l'utiliser pour ma thèse, ce qui a été un apport très important dans mes travaux. Le réseau national METSA m'a également permis de faire des analyses en sonde atomique tomographique au GPM de Rouen. Je remercie ainsi **Emmanuel Cadel**, ingénieur de recherche au GPM, pour la préparation des pointes, la réalisation des analyses, pour m'avoir formé au post-traitement des données, et en avoir post-traité lui-même, ainsi que pour son investissement dans mes travaux. Je tiens également à remercier **Ivan Blum**, également IR au GPM, pour son aide sur les manips et les reconstructions 3D. Enfin, j'aimerais remercier **Ederm Menou**, ingénieur à Safran Tech, pour les simulations ThermoCalc qu'il a effectuées pour moi.

L'équipe de recherche ENDO a la chance d'avoir une équipe technique formidable, on ne le rappellera jamais assez. Je tiens donc à remercier **Florence** de m'avoir formé à la microscopie électronique à balayage, pour le support technique tout au long de ma thèse, mais également pour toutes les longues discussions que l'on a eues, en rapport avec le travail ou non. Je tiens également à remercier **Guillaume** pour les formations attaques chimiques et électro-polissage, **Amélie** pour les formations à la microscopie optique, et à la dureté (et au TESCAN, même si je ne l'ai jamais finie) et **David** pour la formation et le support à l'EDS. J'aimerai aussi remercier **Médéric** qui m'a beaucoup aidé pour les traitements thermiques, le polissage, et la découpe des échantillons, mais surtout pour tout le reste, nos discussions en pause, les parties de coinche (même si je n'ai toujours pas battu les M'n'Ms), et cette soirée poker qui m'a permis de souffler et m'a fait un bien fou à quelques jours de la soutenance. J'en viens donc à remercier tous les autres membres de l'équipe technique, avec qui je n'ai malheureusement pas eu l'occasion de travailler, mais que j'ai eu le plaisir de battre au poker (ou qui ont eu la gentillesse de me laisser gagner, je sais pas) : **Florent, Damien, Guillaume, Mikael** et **Romain**. Je remercie aussi **Jacques, Laurent, Loïc** et **Céline** pour les prélèvements de matière et les usinages réalisés à l'atelier de l'équipe, sans lesquels je n'aurais pas pu travailler. J'ai également eu la chance de découvrir l'enseignement lors de ma thèse. Je tiens donc à remercier **Jonathan, Véronique, Loïc, Carole** et **Laurence** de m'avoir fait confiance et de m'avoir permis de donner des TP et d'encadrer des projets. Enfin, je tiens à remercier **Karine, Valérie**, et **Francine**, qui nous soutiennent énormément dans les tâches administratives, mais surtout pour leur gentillesse et leur bienveillance envers les doctorants.

Je passe maintenant aux remerciements des doctorants, post-docs, ATER... bref les personnes avec qui j'ai passé le plus de temps finalement, au laboratoire comme en dehors. Je vais essayer de faire bref, sans oublier personne, mais au moment d'écrire cette partie il ne me reste plus beaucoup de temps, ne m'en voulez pas si j'oublie quelqu'un !

Je vais commencer par ceux que j'appelle affectueusement les vieux, globalement ceux qui étaient là avant mon arrivée. Pour commencer **Nico**, vu que je ne suis jamais dans l'exagération, après les alexandrins, le sonnet :

*En cette terre où le savoir s'épanouit,
Une âme sage, aux trente ans juste sonnés,
Avec un accent chantant, m'a tout révélé,
Initiant ma quête, d'une tête bien remplie.*

*Les attaques chimiques, tableau complexe,
Mage des précipités, du mûrissement,
Du grand livre de la science, patient,
Tu dévoilas chaque page avec adresse.*

*Germination, coalescence, tes leçons,
Comme des éclats de sagesse, des saisons,
Sous ton regard, je devins apprenti sorcier.*

*Jusqu'aux ultimes moments, tu t'es assuré,
Que mon chemin soit pavé de succès,
De l'alchimie du savoir, tu fus la clé.*

bon, ça fera office de remerciements pour tout ce que tu m'as apporté d'un point de vue pro, et je ne te remercierai jamais assez pour ça ! Mais ce n'est qu'une infime partie des remerciements que je te dois. Alors merci d'avoir facilité mon intégration au labo, de m'avoir soutenu quand j'en avais besoin, quand tu étais encore thésard et même après, et pour tout le reste (rester concis !). Dans la catégorie des doctorants qui m'ont énormément aidé pendant ma thèse et qui sont devenus des amis, je remercie aussi infiniment **Clems**, déjà parce que ça aurait été beaucoup moins marrant de passer ces (très) longues journées au labo sans toi, sans ces discussions parfois extrêmement pointues et parfois sans queues ni têtes. Et merci aussi pour tous les coups de mains que tu m'as filé pour l'analyses de données, la microscopie, les manips etc. Je remercie également **Luciana**, évidemment pour les coups de mains sur les manips, mais surtout pour ta gentillesse et ta bienveillance, c'était vraiment un plaisir de te croiser tous les jours au labo. En parlant de gentillesse et de bienveillance, je remercie aussi **Coline**, toujours souriante et de bonne humeur au quotidien ! Merci à **Cyril** aussi, même si au final on ne

s'est pas croisé longtemps avant que tu soutiennes, on s'est bien rattrapé après. Bien joué pour le repérage des PFZ que je n'avais pas vues, et merci beaucoup d'avoir fait le déplacement pour ma soutenance, ça m'a beaucoup touché. On passe maintenant à un personnage haut en couleur et des plus étonnant, un énorme merci à **Lucille** d'avoir égayé mes journées de sa présence, de sa bonne humeur, et de ses blagues de très bon goût. Je remercie également **Sarah**, que j'ai oublié tout à l'heure que je parlais de douceur, gentillesse et bienveillance, et avec qui j'ai également partagé ces longues journées au labo. Un grand merci également à **Sam**, encore une super belle rencontre, même si tu n'étais pas souvent au labo pendant ta thèse, quand tu étais là ça se remarquait, dans le bon sens, et c'est vraiment un plaisir de passer du temps avec toi. Merci aussi à **Alice**, la meilleure partenaire de tournoi de coinche que j'ai eu jusqu'à présent, même si on a perdu (et c'était pas à cause de moi). C'était vraiment cool de passer quelques mois au labo avec toi pendant ton post-doc, merci aussi pour les barbecues, et à dans quelques heures en BE ! Même s'il n'entre dans aucune des catégories introduites en première ligne de ce paragraphe, et qu'il n'est plus doctorant depuis très très longtemps, je souhaite dire un énorme merci à **Sam**, pour tous les coups de mains que tu m'as donné, notamment pour le post-traitement des données EBSD, les questions scientifiques que je me suis posées auxquels tu as répondu, et pour le nombre incalculable de pauses cafés qu'on a passé ensemble (et c'est pas fini) et pour les barbecues (les ribs sont incroyables). Je ne savais pas vraiment où remercier **Azdine**, l'homme en short, je trouve qu'ici c'est pas mal ! Alors merci à toi pour tous tes conseils, toutes ces discussions, parfois sérieuses et souvent non, c'est toujours un plaisir de te croiser à la cafet', je sais tout de suite que ça va être marrant !

Je passe maintenant à mes co-bureaux qui m'ont supporté (dans les deux sens du terme) au quotidien. Certains appellent ce bureau le donjon, d'autres le pense extensible à l'infini, alors que certains ignorent tout simplement son existence, pour ma part je n'aurais voulu être dans aucun autre. Sa localisation parfaite au-dessus du hall expérimental et sa thermique particulière en font l'endroit rêvé pour y faire une thèse. Ou alors serait-ce les personnes qui y travaillent qui le rendent parfait ? Je ne sais pas. En tout cas j'aimerais remercier ceux qui l'ont découvert à peu près au même moment que moi, voir le même jour que moi, et qui s'y sont installé pour trois ans (un peu plus pour certains, c'est vrai). D'abord merci à **Julie**, toujours disponible pour discuter de tout et n'importe quoi, surtout n'importe quoi, j'ai vraiment adoré passer ma thèse avec toi, et ça m'a fait énormément plaisir que tu reviennes pour ma soutenance. Merci aussi à **Flo**, je suis vraiment très heureux d'avoir passé quatre ans dans le même bureau que toi, et merci pour tes anecdotes aussi longues qu'hilarantes. Merci à **Alla**, si un jour tu en as marre de la recherche, tu peux te reconvertir en chanteur (c'est faux, ne fait surtout pas ça). Et finalement merci à **Max**, probablement la plus belle rencontre de cette aventure qu'est la thèse. Comme tu le dis si bien on est très différents, mais on s'est tout de suite super bien entendu, et je ne doute pas que ça va durer. Alors je te remercie pour tout, des parties de fléchettes endiablées aux discussions qui s'éternisent en fin de soirée, d'avoir été là pour moi dans les bons et les mauvais moments, pour ce super voyage cet été et pour pleins d'autres choses ! Ce bureau a également vu l'apparition de nouveaux arrivants au fil du temps, d'abord le petit dernier de TOPAZE, **Manu**, je suis très content d'avoir pu bosser avec toi ces deux dernières années, mais surtout je suis très content de t'avoir rencontré ! D'abord merci pour tous les coups de main que tu m'as donné, sur de l'analyse de données, sur mes présentations, et pour toutes les discussions scientifiques qu'on a eues, et qu'on aura encore pendant un an ! Et merci aussi pour tous les bons moments qu'on passe à côté du boulot. (pas merci pour la coinche par contre). Quelques mois après Manu est arrivée **Mitia**, une note de douceur dans ce bureau alors plein d'aigreur ! Merci beaucoup pour tous ces moments partagés, et de ne pas t'être arrêtée à tes premières impressions. Et pour finir je tiens à remercier les deux petits nouveaux : **Rémi**, tout juste arrivé en thèse, mais déjà ici en stage depuis 6 mois, tu as déjà fait un très bon choix en venant dans ce bureau, en tout cas moi je suis très content que tu sois là. Et **Augustin**, nous n'avons pas encore eu l'occasion de beaucoup converser, mais j'ai hâte de mieux te connaître.

J'ai failli oublié un vieux grincheux ayant décidé de venir s'exiler dans notre donjon pour rédiger. Alors **Quentin** je t'adresse un immense merci, pour toutes ces pauses passés ensemble à râler ou à jouer aux cartes, les barbecues du dimanche midi, les soirées jeux et puis tout le reste ! J'en arrive donc à **Théotime**, les remerciements je sais que toi t'aimes pas ça, alors merci. J'aimerais remercier Abel, pour toutes les discussions extrêmement intéressantes que l'on a eues, notamment récemment. Je tiens également à remercier **Marjolaine**, ça a été un réel plaisir de te côtoyer pendant trois ans, au travail comme en dehors. J'ai vraiment adoré bosser avec toi, et j'espère en avoir encore l'occasion. Et merci de t'être occupée de Chouquette ! Pour finir avec les remerciements personnalisés, je voudrais dire un immense merci à Fabio, lorsque que ton stage a commencé

j'étais un peu dans le dur concernant ma thèse, et participer à ton stage, faire des manip et discuter avec toi pendant des journées entières m'a fait un bien fou. Cela m'a permis de prendre du recul et de repartir de plus belle. Tu m'as énormément apporté pendant ces six mois de stage, tant sur le point de vue scientifique que personnel, et encore plus après pendant ta thèse. Ça m'a fait extrêmement plaisir quand j'ai su que tu serais le prochain doctorant TOPAZE, et merci beaucoup pour toutes les fois où tu m'as aidé à comprendre des choses, où tu as relu mes travaux, et pour toutes nos discussions. Et finalement je tiens à remercier tous les doctorants, post-docs, ingés, stagiaires... avec qui je suis parti en conf, avec qui j'ai juste passé du temps, joué aux cartes, discuté aux pauses cafés, bu des bières, joué au foot etc... je pense en vrac à **Sami, Paul, Giuseppe, Happy, Prasad, Anas, Edgar, Tiphaine, Romain, Mélanie, Etienne, Natan, Alark, Julien, Antonio, Flo, Thomas, Boni, Achraf, Abdou** (tqt c'est pour cette année la LDC), **Phillipe, Quentin, Bix, Hamza, Thomas, Laurane, Benoit, Jérémy, Angéline, Vincent, Rémy, Salva, Shamanth, Mathieu, Alexis, Coentin, Hicham, Laureline, Louise, Anaïs, Lucas, Louane, David ...**

Enfin, pour conclure ces remerciements, j'aimerais remercier pour leur soutien ces dernières années : mon meilleur ami, **Alexis** et mes amis de Normandie, **Romain, Léa, Arnaud, Alexis, Benjamin** et **Antoine** ; mes amis d'école d'ingénieur, **Antoine, Delphine, Thibault** et **Justine** ; mes colocs à Poitiers, **Arnaud, Apolline, Valentine** et **Eléa** ; **Ninon** ; et ma famille, **mon père, ma belle-mère, et mon petit frère.**

À Georges.

PFZ	Precipitate Free Zone (<i>zone appauvrie en précipitation γ'</i>)
w	Largeur de PFZ
K_{PFZ}	Coefficient de croissance de la largeur PFZ
E_{PFZ}	Energie d'activation de la croissance des PFZ
γ	Phase de matrice gamma
γ'	Phase de précipitation gamma prime
γ'_I	Précipité gamma prime primaire
γ'_{II}	Précipité gamma prime secondaire intragranulaire
R_{II}	Rayon équivalent moyen des γ'_{II}
K_{II}	Coefficient de croissance des γ'_{II}
E_{II}	Energie d'activation de la croissance des γ'_{II}
γ'_{int}	Précipité gamma prime secondaire intergranulaire
R_{int}	Rayon équivalent moyen des γ'_{int}
K_{int}	Coefficient de croissance des γ'_{int}
E_{int}	Energie d'activation de la croissance des γ'_{int}
γ'_{III}	Précipité gamma prime tertiaire
R_{III}	Rayon équivalent moyen des γ'_{III}
K_{III}	Coefficient de croissance des γ'_{III}
γ'_{IV}	Précipité gamma prime quaternaire
JdG	Joint de Grains
γ'_{mig}	γ'_{III} formé en amont d'un JdG en migration
$f_{\gamma'}$	Fraction volumique de précipités gamma prime
T_s	Température de solvus de la phase gamma prime
MS	Mise en Solution
R	Revenu
D	Taille de grains
ϵ_p	Déformation plastique
YS	Limite d'élasticité (<i>courbe de traction rationnelle, à T et ϵ données</i>)
UTS	Contrainte maximale atteinte (<i>courbe de traction rationnelle</i>)
A%	Allongement à rupture (<i>courbe de traction rationnelle</i>)
ϵ_{UTS}	Déformation à UTS (<i>courbe de traction rationnelle</i>)

Table des Matières du Manuscrit

Introduction Générale	2
Partie I : Mécanismes de Formation des Zones Appauvries en Précipitation γ' aux Joints de Grains	6
Table des Matières de la Partie I	7
Chapitre I.1 : Mécanismes de Formation des PFZ et Matériaux de l'Etude	8
Chapitre I.2 : Conditions de Formation des PFZ	32
Chapitre I.3 : Traitements Thermiques Proches du Solvus de la Phase γ'	60
Chapitre I.4 : Description des Mécanismes de Formation des PFZ	86
Conclusion de la Partie I	102
Références de la Partie I	104
Index des Illustrations de la Partie I	110
Partie II : Propriétés en Traction de l'AD730TM HC en Présence de Zones Appauvries en Précipitation γ' aux Joints de Grains	114
Table des Matières de la Partie II	115
Chapitre II.1 : Influence des PFZ sur les Propriétés Mécaniques et les Mécanismes de Déformation	116
Chapitre II.2 : Propriétés en Traction Monotone à Température Ambiante	128
Chapitre II.3 : Propriétés en Traction Monotone à 700 °C	158
Conclusion de la Partie II	182
Références de la Partie II	184
Index des Illustrations de la Partie II	187
Conclusions Générales & Perspectives	190
Annexes	194
Table des Annexes	196
Annexe 1 : Méthodes Expérimentales	198
Annexe 2 : Evolutions de Microstructure dans l'AD730 TM	210
Annexe 3 : Evolution de Microstructure dans le René 65	228
Annexe 4 : Evolution de Microstructure dans l'Udimet 720Li	236
Annexe 5 : Evolution de Microstructure dans le Waspaloy PER3	244
Annexe 6 : Etude des Joints de Grains dans l'AD730 TM HC en Sonde Atomique Tomographique	252
Annexe 7 : Propriétés Mécaniques des Superalliages Base Ni γ/γ'	262
Références des Annexes	284
Tables des Illustrations des Annexes	290
Résumés	294

Introduction Générale

Dans ce manuscrit seront présentés les principaux résultats obtenus tout au long de cette thèse. La majorité des travaux a été menée à l'Institut Pprime, dans le département « Physique et Mécanique des Matériaux », et dans l'équipe de recherche « Endommagement et Durabilité » hébergée par l'ISAE-ENSMA. Ces travaux ont été effectués sous la direction de Patrick Villechaise et de Jonathan Cormier. Cette thèse s'inscrit dans le cadre de la Chaire industrielle ANR-Safran TOPAZE financée par Safran Tech et l'ANR, en partenariat avec deux laboratoires, dont l'objectif est l'optimisation des microstructures d'alliages pour disques de turbines aéronautiques, via l'identification des axes d'amélioration des microstructures et le développement de traitements thermomécaniques. Quatre thèses sont hébergées à l'Institut Pprime. Elles s'intéressent aux relations entre les microstructures et les propriétés mécaniques proche usage. Deux d'entre elles portent plus particulièrement sur la caractérisation d'un gradient de taille de grains afin d'optimiser les disques de turbine vis-à-vis des propriétés en fluage et/ou en fatigue. Une troisième est consacrée à l'optimisation de la microstructure d'un disque bi-matériaux, et s'intéresse donc à un gradient chimique. Enfin, la quatrième est présentée dans ce manuscrit. Le second laboratoire partenaire est le Centre de Mise En Forme des matériaux (CEMEF) qui héberge également 4 thèses s'intéressant plus particulièrement aux relations entre la mise en forme des alliages et leur microstructure.

Comme pour les trois autres thèses de la chaire TOPAZE en cours à l'Institut Pprime, les travaux présentés dans ce manuscrit portent sur l'introduction d'un gradient de microstructure. Plus précisément, ces travaux ont vocation à évaluer les impacts de l'introduction de gradients de précipitation γ' au sein des grains. Des zones appauvries en précipitation secondaire au voisinage des joints de grains, qui seront nommées dans la suite de ce manuscrit PFZ, de l'anglais « Precipitate Free Zone », par soucis de simplification, ont été observées lors de précédentes thèses sur les superalliages γ/γ' polycristallins pour disques de turbine, notamment dans le cadre de la Chaire ANR-Safran OPALE dans l'AD730TM [Seret 2019] [Durand 2021] [Mrozowski 2021] et auparavant dans le René 65 [Laurence 2016] et l'Udimet 720Li [Billot 2010]. Ces PFZ sont illustrées en figure 1.

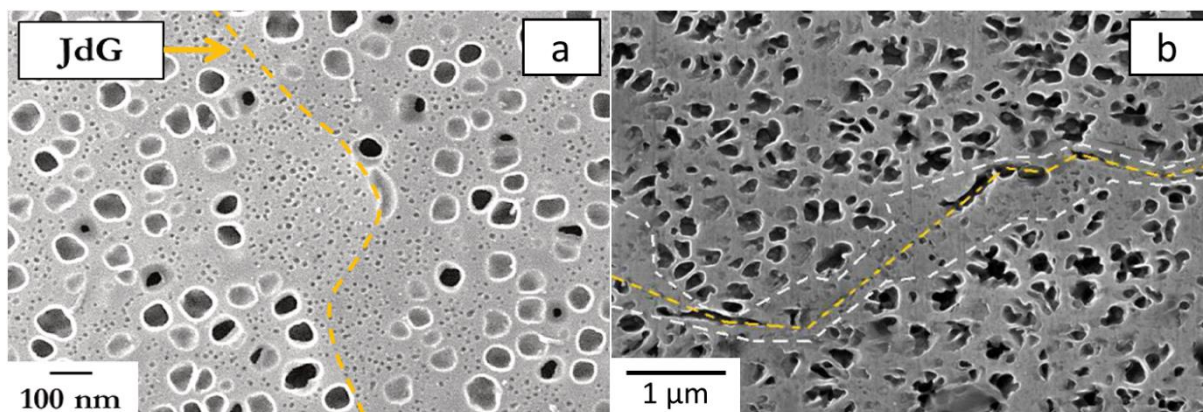


Figure 1 : zones appauvries en précipitation aux joints de grains dans le René 65 (a) et l'Udimet 720Li (b)

Plusieurs mécanismes de formations de telles PFZ ont été décrits dans la littérature pour d'autres alliages durcis par précipitation. Ils seront plus largement détaillés dans le chapitre 1 de la partie I. Cependant ces mécanismes ne peuvent expliquer directement la formation de PFZ dans les superalliages γ/γ' pour disques de turbine. Ainsi, il sera primordial d'expliquer comment se forment les PFZ dans les superalliages base nickel polycristallins. Le premier objectif de cette thèse sera donc de déterminer les conditions propices à la formation de PFZ dans ces alliages et de décrire précisément leurs cinétiques de croissance afin de pouvoir introduire de manière contrôlée des PFZ dans les matériaux/microstructures de l'étude.

Ces alliages sont principalement durcis par précipitation de différentes populations de précipités γ' cohérents de structure intermétallique ordonnée $L1_2 Ni_3(Al,Ti)$. A température ambiante, en l'absence de précipités secondaires, les PFZ ont une structure de précipitation monomodale composée uniquement de précipités tertiaires, donc différente de celle du cœur de grain, qui est bimodale et composée de précipités tertiaires et secondaires. Il est donc possible que les propriétés mécaniques sur la plage de température de fonctionnement des disques soient impactées par la présence de PFZ. L'influence de telles zones sur les propriétés en traction à température ambiante et sur les mécanismes de déformation a été étudiée dans le Nimonic PE16, un alliage à faible fraction de précipitation γ' , montrant que les PFZ ont un effet néfaste sur la limite d'élasticité de cet alliage [Krol et al. 2004b] [Baither et al. 2003] [Krol et al. 2003] [Baither et al. 2004]. À l'inverse, il a été montré que la durée de vie en fatigue d'un alliage Al-Zn-Mg pouvait être légèrement améliorée par l'introduction de PFZ [Park and Nam 1995]. Comme précédemment, ces deux aspects seront discutés plus en détails dans le chapitre 1 de la partie II. Il convient donc de questionner l'effet que peuvent avoir les PFZ sur les propriétés mécaniques d'un disque de turbine en superalliage. Ce second objectif est d'autant plus important d'un point de vue industriel. En effet, l'objectif industriel principal est actuellement de réduire la consommation et les émissions polluantes des turboréacteurs modernes, tout en optimisant leur performance. Pour cela, la solution la plus directe est l'augmentation du rendement de ces moteurs. Une telle augmentation peut être obtenue grâce à une montée en température de fonctionnement. Il est ainsi primordial de s'assurer de la stabilité microstructurale à plus haute température des alliages actuellement utilisés, ou nouvellement développés, notamment concernant les mécanismes de formation des PFZ. De

plus, il sera indispensable d'optimiser les propriétés mécaniques à haute température des pièces soumises à ces températures plus élevées. Une des voies envisagées pour arriver à cette fin est l'introduction de gradients de microstructures dans les disques afin d'ajuster la microstructure aux sollicitations thermomécaniques vus par les pièces. Par exemple, dans le cas d'un gradient de taille de grains, des grains grossiers au niveau de la jante des disques sollicitée en fluage à haute température, et des grains fins au niveau de l'alésage sollicité en fatigue à température plus modérée permettraient d'optimiser la résistance des disques de turbines [Taboada Michel et al. 2016]. La compréhension des mécanismes de formation des PFZ et de leurs effets sur certaines propriétés mécaniques pourrait donc à terme permettre de les exploiter en les intégrant dans des zones où elles seront éventuellement bénéfiques, et en limitant leur formation dans des zones où elles seraient néfastes. Il s'agirait donc ici non pas de l'introduction d'un gradient de précipitation, mais plutôt de l'introduction d'hétérogénéités de précipitation.

C'est ce dernier point qui est à l'origine de la problématique initiale de cette thèse, qui sera traitée dans la seconde partie de ce manuscrit :

« Comment les zones appauvries en précipitation secondaire aux joints de grains affectent-elles les propriétés mécaniques des superalliages base nickel γ/γ' polycristallins ? »

Or, pour répondre à cette problématique il est indispensable de pouvoir introduire des PFZ de manière contrôlée dans des éprouvettes tout en contrôlant la microstructure de précipitation à cœur de grains, ce qui nécessite de répondre en premier lieu à la problématique :

« Comment se forment les PFZ dans les superalliages base nickel γ/γ' polycristallins ? »

Cette dernière problématique, qui représente le cœur de ce travail de thèse, sera traitée dans la partie suivante.

Partie I : Mécanismes de Formation des Zones Appauvries en Précipitation γ' aux Joints de Grains

L'identification et la compréhension des mécanismes menant à la formation et à la croissance de PFZ dans les alliages de l'étude est nécessaire afin de pouvoir introduire de manière contrôlée des PFZ dans des éprouvettes, puis dans des disques. C'est également un enjeu majeur d'un point de vue scientifique. En effet ces zones ont été observées dans plusieurs superalliages pour disques, mais ni les conditions menant à leur formation, ni leur cinétique de croissance, ni les mécanismes responsables de ce phénomène n'ont été étudiés en détail ou identifiés. La problématique précédemment citée s'impose donc naturellement : « *Comment se forment les PFZ dans les superalliages base nickel γ/γ' polycristallins ?* ». Pour y répondre, dans un premier temps, un état de l'art sur les mécanismes de formation des PFZ dans différentes familles d'alliages durcis par précipitation sera dressé, et les alliages de l'étude seront présentés dans le chapitre 1. Ensuite, le chapitre 2 concernera les résultats expérimentaux ayant permis d'identifier les conditions de formation et de croissance des PFZ ainsi que les paramètres pouvant influencer sur ces deux étapes. Le chapitre 3 sera consacré à un plan d'expériences de traitements thermiques utilisé pour mettre au point un modèle phénoménologique permettant dans une certaine mesure de prédire la largeur de PFZ en fonction de l'alliage, et surtout de mieux comprendre les mécanismes à l'origine de la formation des PFZ. Enfin, le chapitre 4 portera sur la description plus fine de ces mécanismes à l'aide d'analyses de composition chimique locale.

Table des Matières de la Partie I

Partie I : Mécanismes de Formation des Zones Appauvries en Précipitation γ' aux Joints de Grains	6
Table des Matières de la Partie I	7
Chapitre I.1 : Mécanismes de Formation des PFZ et Matériaux de l'Etude	8
I.1.1 : Formation des zones appauvries en précipitation	9
I.1.2 : Les superalliages pour disques de turbines	19
I.1.3 : Bilan du chapitre I.1	31
Chapitre I.2 : Conditions de Formation des PFZ	32
I.2.1 : Gamme de traitements thermiques standard gros grains pour l'AD730™	33
I.2.2 : Surveillances et traitements thermomécaniques	39
I.2.3 : Influence de la taille de grains sur la croissance des PFZ	52
I.2.4 : Désorientation entre les grains dont les joints présentent des PFZ	56
I.2.5 : Bilan du chapitre I.2	59
Chapitre I.3 : Traitements Thermiques Proches du Solvus de la Phase γ'	60
I.3.1 : Evolution de la largeur de PFZ	61
I.3.2 : Evolution de la précipitation intergranulaire	66
I.3.3 : Evolution de la précipitation intragranulaire.	71
I.3.4 : Modèle phénoménologique de croissance des PFZ par croissance accélérée des précipités aux joints de grains.	80
I.3.5 : Bilan du chapitre I.3	83
Chapitre I.4 : Description des Mécanismes de Formation des PFZ	86
I.4.1 : Diffusion volumique du cœur de grains vers les joints de grains	87
I.4.2 : Diffusion accélérée dans les joints de grains et migration des joints de grains lors des traitements thermiques.	93
I.4.3 : Analyse en sonde atomique des joints de grains dans l'AD730™ HC après 25 h à 1080 °C.	97
I.4.4 : Bilan du chapitre I.4	101
Conclusion de la Partie I	102
Références de la Partie I	104
Index des Illustrations de la Partie I	110
Figures	110
Tableaux	113

Chapitre I.1 : Mécanismes de Formation des PFZ et Matériaux de l'Etude

Ce chapitre sera dédié à une revue de littérature liée à la formation des PFZ. L'objectif principal est de se faire une idée précise des travaux déjà effectués dans le domaine, de justifier la démarche expérimentale mise en œuvre, et de présenter les éléments nécessaires à la compréhension et l'analyse des résultats expérimentaux obtenus lors de ce travail.

Certains points précis de l'état de l'art et non nécessaires à la compréhension globale de la problématique seront intégrés dans les chapitres dédiés afin de ne pas surcharger ce chapitre.

Dans un premier temps seront abordés les différents mécanismes de formation des PFZ étudiés auparavant dans la littérature. Dans un second temps, les superalliages base nickel de manière générale et les alliages de l'étude seront présentés afin de mieux comprendre en quoi la formation de PFZ peut subvenir dans ces alliages, et dans quelles conditions.

1.1.1 : Formation des zones appauvries en précipitation

Les PFZ ont été étudiées dans de nombreux alliages polycristallins durcis par précipitation. La première section de ce chapitre sera donc consacrée à la description des différents mécanismes de formation des PFZ mis en évidence dans la littérature et des conditions thermomécaniques dans lesquelles ils peuvent intervenir. Cette étude servira de base pour aider à identifier les mécanismes opérant dans ces travaux de thèse.

1.1.1.1 : Non-germination des précipités par manque de lacunes

La première mention de zones appauvries en précipitation aux joints de grains (Precipitate Free Zones ou Precipitate Denuded Zones) trouvée dans la littérature provient des travaux de Rosenbaum et Turnbull dans des solutions solides d'aluminium sursaturées en silice (Al-1 wt. %Si) [Rosenbaum and Turnbull 1958] [Rosenbaum and Turnbull 1959]. Un exemple de ces PFZ est présenté en figure 2. Il a été montré que la présence et la largeur des PFZ aux joints de grains sont alors directement liées à la vitesse de refroidissement après traitement thermique d'homogénéisation et avant vieillissement. Les plus faibles vitesses de refroidissement donnent les PFZ les plus larges. Dans ces alliages, les précipités sont des clusters de Si nécessitant des « sites de nucléation » pour se former. Ces sites de nucléation peuvent être des dislocations ou empilements de dislocations, des joints de grains, ou des clusters de lacunes. Lors de refroidissements lents, les lacunes initialement réparties de manière homogène dans les grains diffusent vers les « puits de lacunes » comme les joints de grains, créant ainsi des régions à gradient de concentration de lacunes. Les précipités se forment lors des vieillissements suivant ces traitements d'homogénéisation sur les sites de nucléation précédemment cités. Les zones aux abords des joints de grains étant appauvries en lacunes, et donc en sites de nucléation, la précipitation ne se produit pas, et des PFZ se forment.

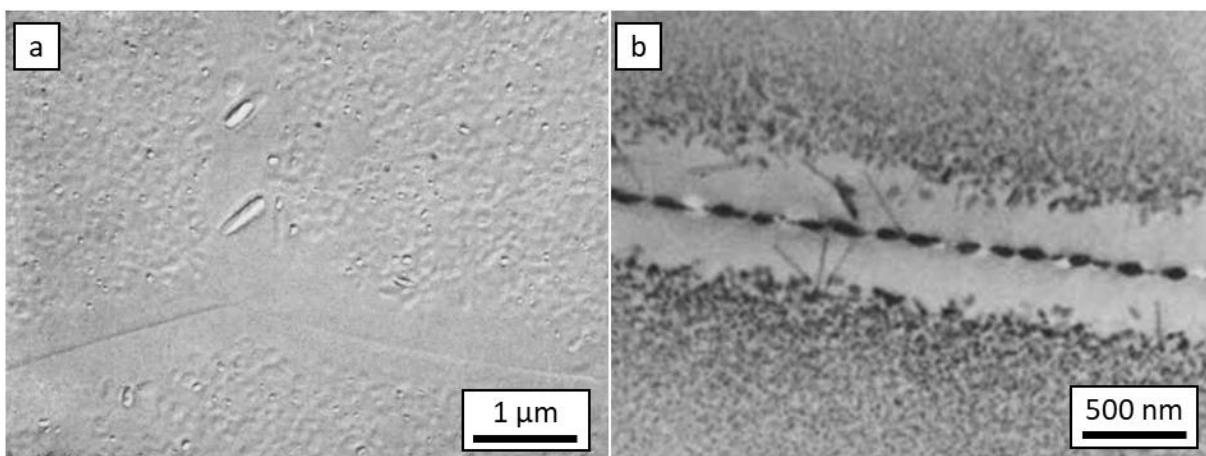


Figure 2 : PFZ aux abords de joints de grains dans un alliage Al-1 wt%Si [Rosenbaum and Turnbull, 1958] (a) et dans un alliage Al-Zn-Mg [Chang and Morral, 1975] (b)

Ce mécanisme a également été décrit par Embury et Nicholson dans des alliages Al-Zn-Mg [Embury and Nicholson 1963] [Embury and Nicholson 1965]. La formation des PFZ dans ces

alliages a été étudiée de nouveau avec extension aux alliages Al-Cu par Unwin, Lorimer et Nicholson [Unwin et al. 1969]. Dans cette étude, il a été montré que **les joints de grains entre grains faiblement désorientés (<2 °) ne sont pas concernés par la formation de PFZ**. Il a également été observé que lors de refroidissements par paliers après homogénéisation, des précipités sont formés aux joints de grains, entraînant la croissance des PFZ lors des vieillissements ultérieurs. Il s'agit donc dans ce cas d'un mécanisme différent, **l'épuisement en soluté**, et non pas par manque de lacunes comme site de nucléation. Ce mécanisme sera traité dans la sous-section I.1.1.5.

Ryum a par la suite aussi étudié ce phénomène et montré qu'il est possible de former des précipités dans les PFZ en γ introduisant des dislocations comme sites de nucléation. Cela est cependant impossible si le mécanisme de formation des PFZ par manque de dislocations est couplé à un épuisement en soluté lié à la formation de précipités aux joints de grains lors de vieillissements préalables à la déformation [Ryum 1968]. Chang et Morral ont de nouveau étudié la formation des PFZ dans les Al-Zn-Mg, et plus particulièrement le couplage entre les mécanismes de formation par manque de lacunes et de croissance par épuisement en soluté. Le modèle proposé est illustré en figure 3 [Chang and Morral 1975]. Ils ont notamment modélisé l'évolution de la largeur de PFZ en fonction du temps de vieillissement après homogénéisation en prenant en compte les contributions des deux mécanismes. Dans leur étude, l'équation 1 dérivée du travail d'Embury et Nicholson décrivant la largeur de PFZ initiale w due au manque de lacunes en fonction de paramètres dépendant de l'alliage et du traitement thermique d'homogénéisation a été proposée :

$$w = 4r_c T_s \left(\frac{RD_v}{\Delta H \dot{T}_s} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (1)$$

Dans cette équation r_c est une constante liée à la concentration critique en lacunes nécessaire à la précipitation, T_s et \dot{T}_s la température d'homogénéisation et la vitesse de refroidissement, R la constante universelle des gaz parfaits, D_v le coefficient de diffusion des lacunes dans l'alliage étudié à T_s et ΔH l'enthalpie d'activation nécessaire à la diffusion des lacunes.

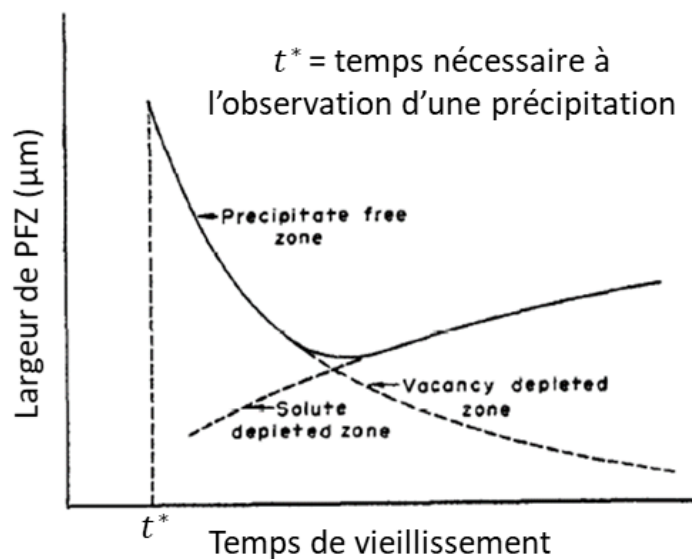


Figure 3 : évolution de la largeur de PFZ w en fonction du temps de vieillissement après homogénéisation due au couplage entre formation des PFZ par manque de lacunes et croissance des PFZ par épuisement en soluté [Chang and Morral, 1975]

Le couplage des mécanismes de formation des PFZ par manque de lacunes et par épuisement en soluté a été étudié plus récemment par Chen et al. dans un alliage Al-Cu-Mg-Mn [Chen et al. 2016]. Comme le montre la figure 4, il a été montré dans ces travaux que la formation des PFZ pendant les traitements d'homogénéisation peut être décrite par 3 étapes distinctes, la première uniquement due au manque de lacunes, la deuxième où aucune PFZ n'est présente, et la troisième uniquement liée à l'épuisement en soluté. Il s'agit donc de deux processus distincts et sans interactions.

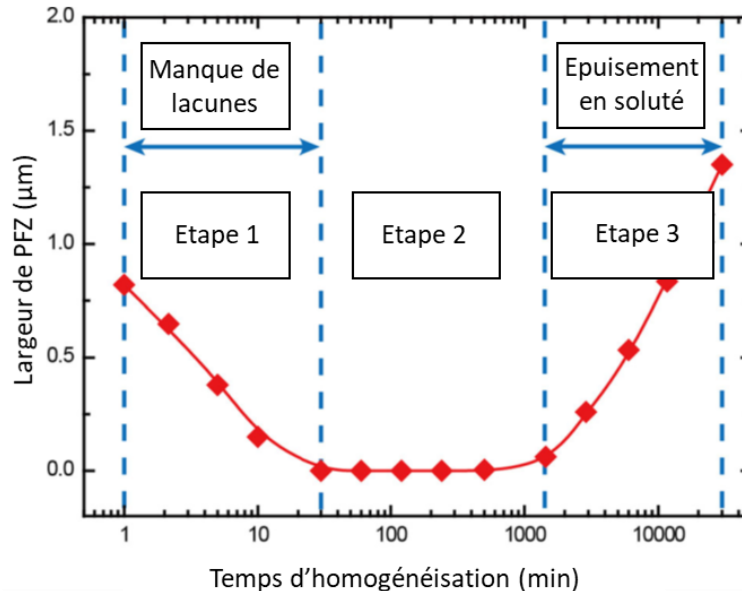


Figure 4 : évolution de la largeur de PFZ lors du traitement thermique d'homogénéisation dans un alliage Al-Cu-Mg-Mn. Adapté de [Chen et al, 2016]

1.1.1.2 : Formation des PFZ lors d'essais de fluage

Le deuxième mécanisme de formation des PFZ présenté dans ce chapitre a été observé et étudié pour la première fois par Squires, Weiner et Phillips dans un alliage Mg-0,5 wt%Zr. Le durcissement par précipitation dans ces alliages est obtenu par la formation de particules ZrH_2 à cœur de grains et aux joints de grains pendant des traitements thermiques sous atmosphère 95% CO_2 + 5% H_2 . Lors d'essais de fluage à 450 et 500 °C respectivement sous 0,77 MPa (111 psi) et 1,34 MPa (200 psi) des PFZ ont été identifiées aux joints de grains perpendiculaires à la direction de sollicitation en traction [Squires et al. 1963]. Ces PFZ sont illustrées en figure 5. Les joints de grains orientés parallèlement à la direction de sollicitation sur les coupes longitudinales montrent au contraire une précipitation plus grossière et dense qu'à cœur de grains. Ce phénomène a été attribué au fluage de type Nabarro-Herring et à la diffusion directionnelle se produisant lors de ce type de fluage [Nabarro 1947] [Herring 1950]. Il a été montré que cette diffusion affecte dans ce cas les atomes de Zr. Ce mécanisme a par la suite été confirmé par Harris et Jones dans ce même alliage [Harris and Jones 1963]. Dans cette même étude, les auteurs suggèrent que ce phénomène pourrait intervenir dans l'alliage de magnésium Magnox AL80 contenant 0,8 wt. % d'aluminium et 0,005 wt. % de béryllium.

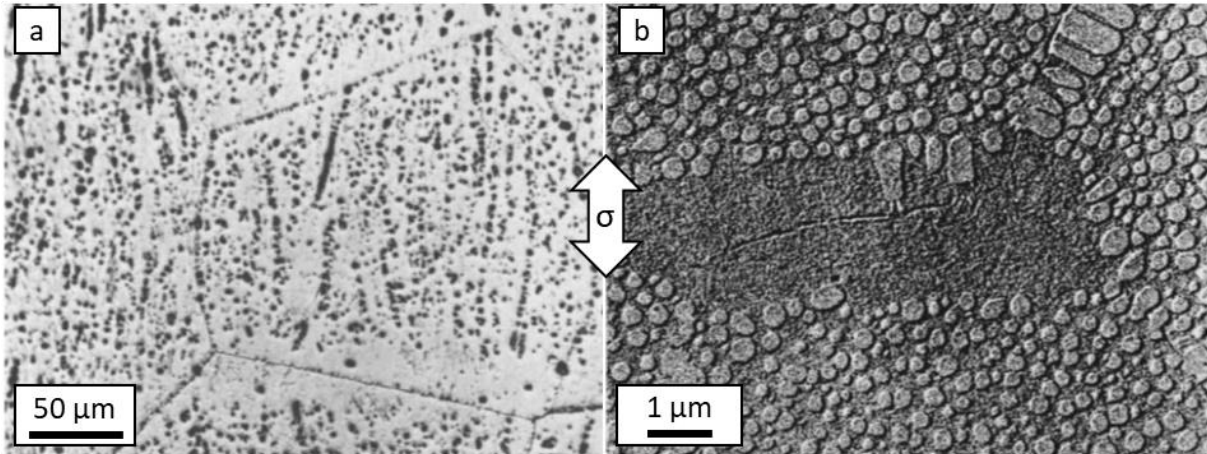


Figure 5 : Zones appauvries en précipitations aux abords de joints de grains dans un alliage Mg-0,5 wt. %Zr [Squires et al, 1963] (a) et dans un superalliage base nickel [Tien and Gamble, 1971] (b)

Ce type de mécanisme a été mis en évidence dans un superalliage base Nickel de laboratoire de composition Ni-16Cr-5Al-4Ta (wt. %) par Tien et Gamble [Tien and Gamble 1971]. Ils ont également montré dans cette étude que dans le cas des superalliage base Ni, la diffusion directionnelle du chrome, et probablement du nickel, est responsable de la formation des PFZ. Un schéma adapté des travaux de Tien et Gamble présente ce mécanisme en figure 6.

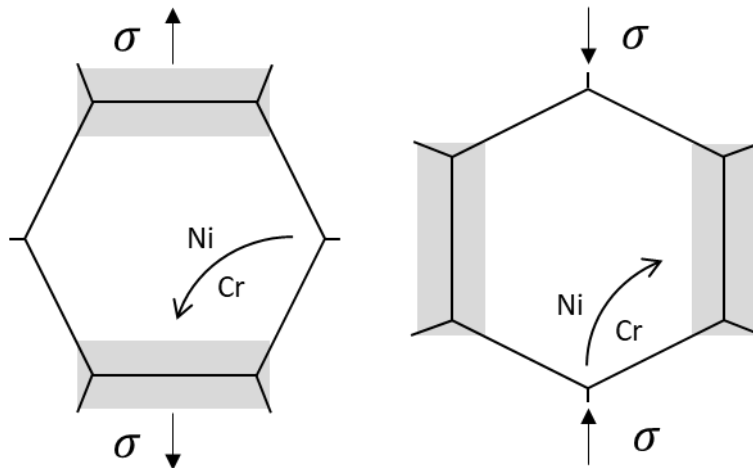


Figure 6 : schéma de la formation de PFZ par diffusion directionnelle du chrome et du nickel lors du fluage de type Nabarro-Herring dans les superalliage base nickel. Adapté de [Tien and Gamble, 1971]

Les mêmes conclusions ont été obtenues par Gibbons dans un autre superalliage base Ni de laboratoire de composition Ni-20Cr-2,5Ti-1,5Ta (wt. %) ainsi que dans le Nimonic 80A [Gibbons 1972].

Ce mécanisme a été fortement remis en question par Wolfenstine, Ruano, Wadsworth et Sherby [Wolfenstine et al. 1993] [Ruano et al. 1996] [Ruano et al. 1998] [Wadsworth et al. 1999] [Wadsworth et al. 2002] et défendu par Burton et Reynolds [Burton and Reynolds 1995]. Seules 6 publications traitant de ce sujet controversé sont citées ici, une très grande partie de ces articles est référencée dans les deux publications de Wadsworth et al. présentant respectivement une revue de littérature et un résumé des travaux effectués. Dans ces travaux, il est montré que le fluage de type Nabarro-Herring ne peut être responsable de la formation des PFZ car dans les conditions de fluage présentées dans la première partie de cette sous-

section, le principal mécanisme de déformation est le glissement des joints de grains, illustré figure 7 a.

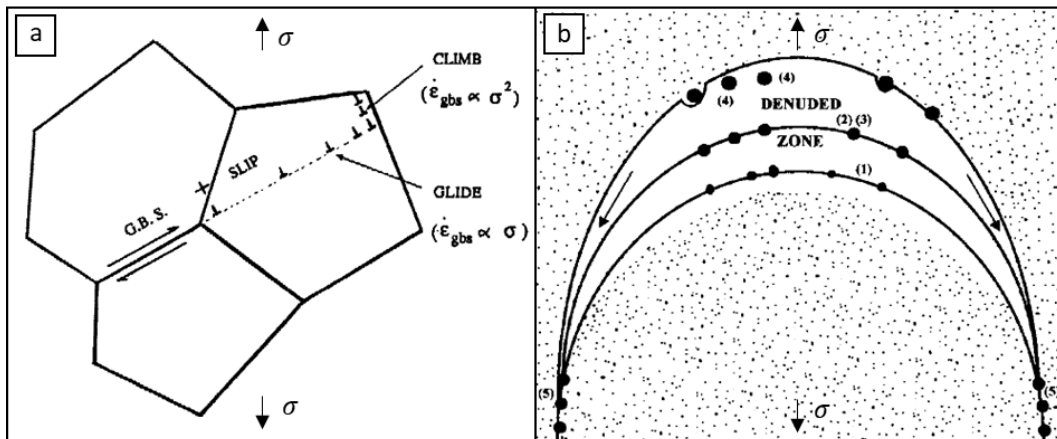


Figure 7 : mécanisme de déformation par glissement des joints de grains assisté par le glissement et la montée des dislocations (a) et mécanisme de formation des PFZ par dissolution des précipités par les joints de grains en migration (b). Schémas adaptés de [Wadsworth et al, 2002]

Un autre mécanisme de formation des PFZ basé sur la **dissolution des particules de seconde phase** par les joints de grains simultanément en **glissement et en migration directionnelle** dirigée par la direction de sollicitation a été proposé. Dans ce mécanisme, schématisé en figure 7b, les particules de seconde phase sont dissoutes par la migration des joints de grains orientés perpendiculairement à la direction de sollicitation. Les particules non dissoutes sont trainées par ces joints et grossissent par **diffusion des atomes de solutés issus des particules dissoutes**. Ces atomes de solutés diffusent également le long des joints de grains vers les joints de grains orientés parallèlement à la direction de sollicitation expliquant la précipitation plus dense et grossière aux abords de ces joints.

1.1.1.3 : Interactions front de migration/précipités lors de la croissance de grains et de la recristallisation

Le quatrième mécanisme identifié pouvant mener à la formation de PFZ est lui aussi lié à la **migration des joints de grains**. La migration des joints peut opérer lors de la recristallisation dynamique intervenant pendant la déformation en forgeage à chaud, lors de la recristallisation post-dynamique qui intervient après la déformation en forgeage à chaud lorsque la température est encore élevée, mais également lors des traitements thermiques post-forgeage par les mécanismes de recristallisation statique et de croissance de grains. Contrairement à la recristallisation, où la force motrice de la migration des joints de grains est l'énergie stockée dans les grains non recristallisés sous forme de dislocations géométriquement nécessaires, la force motrice de la migration des joints de grains lors de la croissance de grains est la capillarité [Seret 2019]. Dans les superalliages base nickel, le front de migration peut entrer en interaction avec les différentes populations de précipités γ' . Lorsque le front rencontre un précipité primaire γ'_1 micrométrique et incohérent avec la matrice γ , ou un carbure primaire (MC), sa progression peut être stoppée et le joint de grains « ancré » : ce phénomène est l'ancrage de Smith-Zener [Smith 1948] [Nes et al. 1985] [Song and Aindow 2008]. Ce phénomène peut également se produire lorsque le front rencontre des

précipités secondaires γ'_{II} cohérents avec la matrice mais ayant un diamètre suffisant pour ancrer le joint de grains [Porter and Ralph 1983]. Lorsque cela se produit, la **diffusion des atomes γ' -gènes dans les joints de grains**, plus rapide que la diffusion en volume dans la matrice, entraîne une **croissance accélérée des précipités** ancrant le joint de grains [Bee et al. 1981]. Cette croissance accélérée pourrait entraîner la création d'une zone appauvrie en titane et aluminium aux abords des joints de grains, favorisant la dissolution des précipités aux abords des joints, et finalement la formation de PFZ.

Si les précipités secondaires γ'_{II} sont trop petits pour ancrer le joint de grains, ils sont dissous par sa migration [Bee et al. 1981] [Kreye et al. 1970] [Porter and Ralph 1981] et les atomes constituant les précipités précédemment dissous déclenchent la nucléation et la croissance de nouveaux précipités derrière le front de migration [Kreye et al. 1970]. Ces précipités peuvent également se reformer directement sur le front et être « trainés » par la migration du joint, entraînant la formation de précipités de formes allongées [Bee et al. 1981] [Porter and Ralph 1981]. Dans les deux cas, il est possible que la **diffusion dans les joints de grains des atomes constitutifs des précipités dissous** entraîne la formation de zones appauvries en éléments γ' -gènes derrière le front de migration, et finalement la formation de PFZ. Ces mécanismes sont décrits de manière plus détaillée et plus exhaustive dans la partie dédiée aux interactions entre fronts de recristallisation et précipités de la thèse d'Anthony Seret [Seret 2019] et dans l'article consacré à l'étude de ces interactions dans l'AD730TM [Seret et al. 2018]. Il a été observé dans ces travaux un état de précipitation particulier à l'arrière du front de recristallisation, comme l'illustre la figure 8.

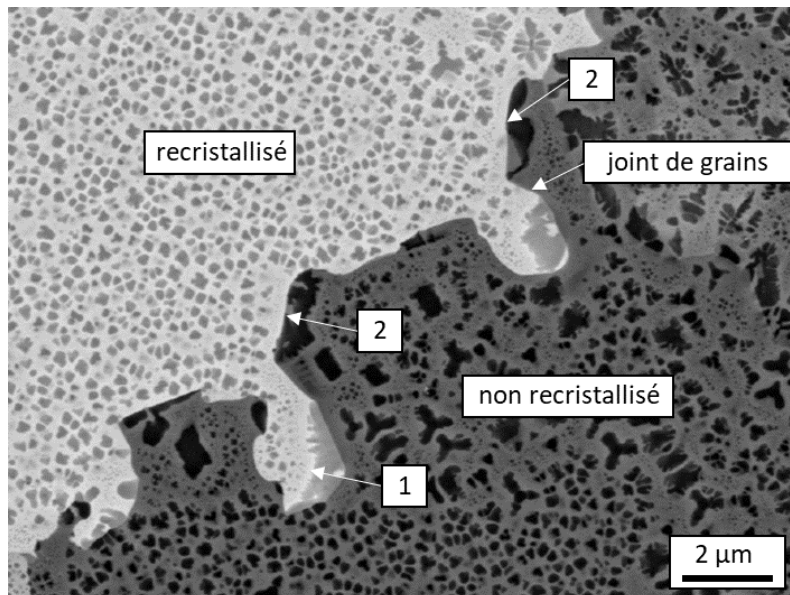


Figure 8 : Microstructure de précipitation proche d'un joint de grains dans l'AD730TM après compression à 1125 °C ($\dot{\epsilon}=10^{-2} s^{-1}$), refroidissement à 20 °C/min jusqu'à 400 °C et trempe à l'eau. Adapté de [Seret, 2019]

En effet, un gradient de taille de précipités est visible par endroit à l'arrière du front (1), ainsi que des zones dépourvues de précipitation secondaires γ'_{II} (2). Ces PFZ sont très fines et réparties de manière hétérogène le long de ce joint de grains, mais il est possible qu'une telle microstructure entraîne la formation de PFZ plus marquées après traitements thermiques, ou que des PFZ plus marquées et réparties de manière plus homogène spatialement puissent se former sous des conditions de forgeage différentes.

I.1.1.4 : Appauvrissement en soluté au voisinage des joints de grains

Mis à part les cas des couplages entre formation des PFZ par manque de lacunes et par épuisement en soluté, la formation de PFZ par épuisement en soluté a été d'abord étudiée dans les alliages d'aluminium durcis par précipitation. Dans un premier temps il a été montré que ce mécanisme était bien dû à un épuisement en soluté, et que le gradient de concentration chimique en soluté dans la PFZ était bien mesurable dans les alliages Al-Zn-Mg [Doig et al. 1973], puis dans les Al-Mg et Al-Cu [Doig and Edington 1973]. Ce phénomène a ensuite été étudié plus en détails dans les alliages Al-Li. Ces alliages sont durcis par la précipitation de la phase métastable δ' Al₃Li à cœur de grains. Lors de traitements thermiques, la phase stable δ AlLi, plus riche en Li que la phase δ' , se forme aux joints de grains entraînant la **formation d'une zone appauvrie en Li, le soluté**, et la **dissolution des précipités δ'** à proximité des joints de grains, et par conséquent, la formation de PFZ [Williams and Edington 1974] [Jensrud and Ryum 1984]. Dans leurs travaux, Jensrud et Ryum ont montré que la croissance des PFZ suivait une loi parabolique :

$$\frac{d_{PFZ}}{2} = 2b(Dt)^{\frac{1}{2}} \quad (2)$$

où d_{PFZ} représente la largeur totale de la PFZ, des deux côtés du joint de grains, D est le coefficient de diffusion en volume du lithium dans la matrice α de l'alliage, t le temps de traitement thermique, et où b est défini par l'équation suivante :

$$\frac{C_{\delta'} - C_{\delta}}{C_0 - C_{\delta'}} = \frac{1}{\pi^2} * b * \exp(b^2) * \operatorname{erf}(b) \quad (3)$$

où les termes $C_{\delta'}$, C_{δ} et C_0 représentent respectivement la concentration chimique en Li dans la phase δ' aux abords de la PFZ, dans la phase δ aux joints de grains et dans la solution solide à l'équilibre. Ces équations sont issues du livre « Diffusion in Metallen » par Wolfgang Seith [Seith 1955]. Le modèle présenté dans ces travaux est illustré figure 9.

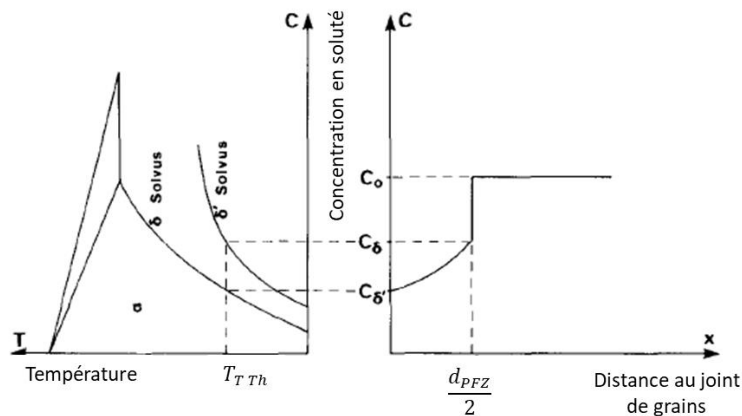


Figure 9 : description du gradient en soluté aux abords des joints de grains responsable de la formation des PFZ dans les alliages Al-Li. Adapté de [Jensrud and Ryum, 1984]

Dans leur publication, Jensrud et Ryum ont également évalué l'énergie d'activation apparente correspondant à la diffusion du lithium dans la cadre de la formation des PFZ à 180 kJ/mol. Cette énergie ne pouvant être reliée directement à celle de la diffusion du lithium dans la matrice de l'alliage, ils ont proposé l'équation 4 permettant de la calculer :

$$Q_D \approx Q_{PFZ} - Q_{\delta'} - Q_{\delta} \quad (4)$$

Où $Q_{\delta'}$ et Q_{δ} sont respectivement les énergies d'activation apparentes du mûrissement d'Ostwald des précipités δ' décrit par une loi de type LSW, et de la croissance des précipités δ aux joints de grains.

La formation des PFZ dans ces alliages a par la suite été de nouveau étudiée par Jha, Sanders et Dayananda, proposant une formulation plus précise et complexe du modèle [Jha et al. 1987] :

$$h = \frac{d_{PFZ}}{2} = \left[\frac{C_{\alpha'} - C_{\alpha}}{(C_{\delta} - C_{\alpha})(C_{\delta} - C_0)} * \frac{(2C_{\delta} - C_{\alpha'} - C_{\alpha})^2}{(2C_0 - C_{\alpha'} - C_{\alpha})} \right]^{\frac{1}{2}} \sqrt{Dt} \quad (5)$$

où $C_{\alpha'}$ et C_{α} représentent respectivement la concentration en Li dans la matrice à l'équilibre avec les précipités δ' et δ .

Dans ces travaux, les auteurs ont également montré une **forte sensibilité de la croissance des PFZ au taux de lithium dans l'alliage**, un plus fort taux de Li accélérant la croissance des PFZ. Une sensibilité à l'ajout d'éléments mineurs a également été observée. Pour un même taux de Li, la croissance des PFZ est plus rapide en présence de Zr.

Le mécanisme de formation des PFZ par épuisement en soluté a également été étudié dans une série de publications par Nembach, Neite, Mangen et Maldonado dans un superalliage base nickel à faible fraction de précipitation γ' (<10 %), le Nimonic PE16. Les superalliages base nickel sont durcis par la précipitation de la phase cohérente $Ni_3(Al,Ti)$ γ' répartie de manière homogène dans la matrice γ . La présence de PFZ aux abords des joints de grains dans cet alliage a d'abord été rapportée par Nembach et Neite [Nembach and Neite 1985] puis par Mangen et Nembach [Mangen and Nembach 1989] dans une étude portant sur l'influence de la taille de grains sur la limite d'élasticité de l'alliage. Il a été montré dans cette étude que les PFZ peuvent impacter les propriétés mécaniques macroscopiques des superalliages base nickel, ce qui a poussé les auteurs à approfondir le sujet. Maldonado et Nembach ont par la suite montré que la formation des PFZ dans cet alliage est due à la **formation de carbures de titane** $(Ti_{0,8}Mo_{0,2})_{23}C_6$ aux joints de grains lors de traitements thermiques. Leur formation provoque la création d'une **zone appauvrie en titane** aux abords des joints de grains, et la **dissolution des précipités γ'** à proximité de ces joints, formant ainsi une PFZ [Maldonado and Nembach 1997]. Afin de modéliser ce phénomène, l'approche proposée par Jha, Sanders et Dayananda a été reprise et simplifiée :

$$w = \left[2D \frac{C_{\gamma\gamma'} - C_c}{C_0 - C_{\gamma\gamma'}} \right]^{\frac{1}{2}} \sqrt{t} \quad (6)$$

où w est la largeur de PFZ d'un côté du joint de grains, D le coefficient de diffusion du titane dans la matrice γ , $C_{\gamma\gamma'}$ est la concentration en titane dans la matrice γ en équilibre avec les précipités γ' , c'est-à-dire à cœur de grains, C_c la concentration en titane dans la matrice à l'extrême proximité des carbures de titane et C_0 la composition chimique en titane à cœur de grains moyennée entre les deux phases γ et γ' , équivalente à la composition chimique en titane dans l'alliage monophasé. Ce modèle est schématisé en figure 10.

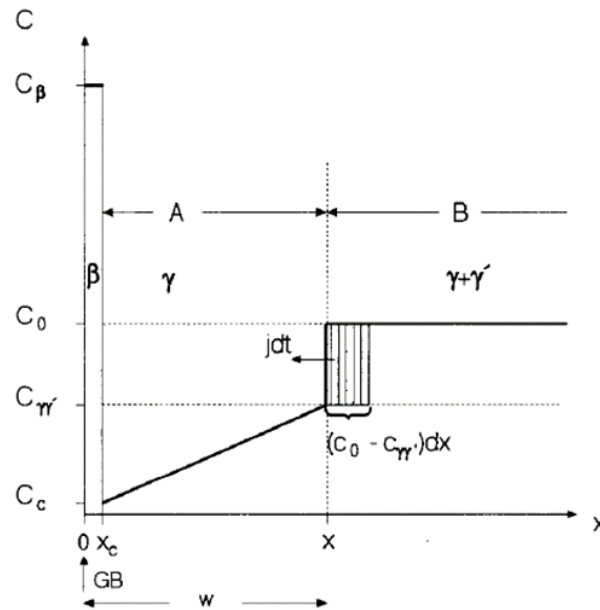


Figure 10 : description du gradient en soluté aux abords des joints de grains responsable de la formation des PFZ dans le Nimonic PE16 [Maldonado and Nembach, 1997], β désignant les carbures et C_β le taux de Ti dans ces carbures

Il a également été montré dans cet article que la largeur de PFZ atteint un maximum après un certain temps de traitement thermique dépendant de la température. La valeur de ce maximum est étroitement liée à la désorientation entre les grains, et donc à l'espace disponible dans les joints de grains pour la croissance et l'accommodation des carbures de titane. Ces travaux ont été suivis de plusieurs publications de Nembach, Krol et Baither, notamment afin d'établir les liens entre PFZ et propriétés mécaniques [Krol et al. 2003] [Krol et al. 2004a] [Krol et al. 2004b], et entre PFZ et mécanismes de déformation [Baither et al. 2003] [Baither et al. 2004]. Dans ces études, le modèle proposé par Maldonado et Nembach a été utilisé et éprouvé. Il a été montré que la largeur de PFZ pouvait être définie par le paramètre w' , rapport de l'aire entre les carbures de titane aux joints de grains et la zone durcie par précipitation à cœur de grains F' et de la longueur de joint de grains étudiée l , comme illustré en figure 11. Cette mesure est plus pertinente vis à vis des mécanismes de déformation mis en jeu, et compte tenu de la taille des carbures et de l'erreur de mesure, cela n'a aucun impact sur la modélisation proposée précédemment.

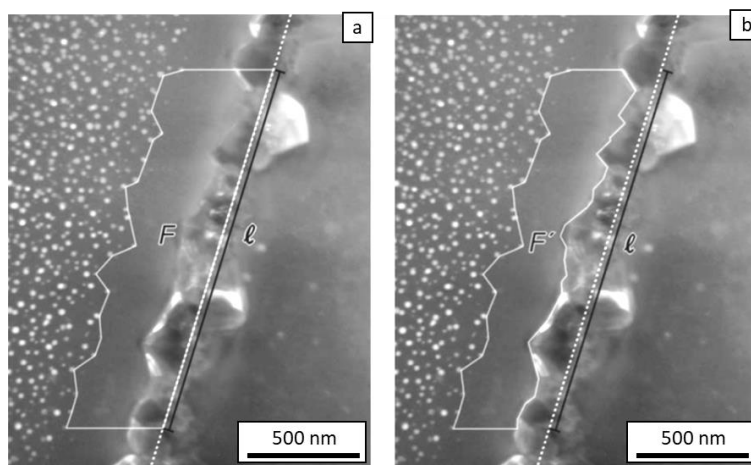


Figure 11 : mesure de la largeur de PFZ w (a) et w' (b) à un joint de grains dans le Nimonic PE16 [Krol et al. 2004a]

Dans la suite de ce manuscrit, les PFZ seront définies comme des zones non-durcies par précipitation, et donc constituées uniquement de la phase γ lors de leur formation. Pour des raisons de simplification, la dénomination w sera gardée pour définir la largeur de PFZ, mais elle réfèrera à la mesure de l'aire entre les précipités aux joints de grains et ceux à cœur de grains divisée par la longueur du joint de grains étudié, et non à la distance entre le joint de grains et la zone durcie par précipitation. La formulation suivante sera donc gardée par la suite :

$$w = \frac{F'}{l} \quad (7)$$

Le mécanisme de formation des PFZ par épuisement en soluté a plus récemment été étudié dans des aciers austénitiques aluminiformeurs (AFA) [Wen et al. 2020] [Peterson and Baker 2021b]. Ces alliages sont constitués d'une matrice austénitique γ et de différentes phases précipitant durant les traitements thermiques et les essais de fluage. Des précipités γ' Ni_3Al et des carbures $(Nb,V)C$ se forment à cœur de grains, tandis que **des précipités B2 NiAl**, des carbures $Cr_{23}C_6$, et des phases de Laves **se forment aux joints de grains** et à cœur de grains [Wen et al. 2020]. Lors du fluage, la croissance des précipités B2 NiAl entraînent un **appauvrissement en aluminium** aux abords des joints de grains, responsable de la **formation des PFZ** selon la formule :

$$x_d = \sqrt{D_{Al} \frac{2(C_{Al}^m - C_{Al}^{B2/PFZ})}{C_{Al}^m - C_{Al}^{m/PFZ}} t} \quad (8)$$

où x_d est la largeur de PFZ, D_{Al} le coefficient de diffusion à la température étudiée de l'aluminium dans la matrice de l'alliage, et C_{Al}^m , $C_{Al}^{B2/PFZ}$ et $C_{Al}^{m/PFZ}$ sont respectivement les concentrations atomiques en aluminium dans la matrice à cœur de grains, à l'interface entre les précipités B2 et la matrice dans la PFZ, et à l'interface entre la PFZ et le cœur de grains durci par précipitation. Cette formulation est inspirée des travaux de Jha, Sanders et Dayananda sur les Al-Li et de l'équipe de Nembach sur le Nimonic PE16 appliquée aux aciers AFA sans en être une adaptation directe. La présence et la croissance de PFZ lors d'essais de fluage a de nouveau été observée puis étudiée par Peterson et Baker [Peterson and Baker 2021a], [Peterson and Baker 2021b]. Dans ces travaux il a été montré que l'appauvrissement en aluminium et en nickel lié à la croissance des précipités B2 NiAl n'est pas seul responsable de la croissance des PFZ, mais que la croissance des phases de Laves aux joints de grains pouvait également contribuer à l'appauvrissement en nickel. De plus, il a été montré dans cette étude que la formation et la croissance des PFZ au début des essais de fluage est hétérogène, lorsque la couverture des joints de grains par des précipités est inférieure à 60 %. Enfin, Peterson et Baker ont montré que **l'espèce limitant la croissance des PFZ** par diffusion volumique **est le nickel** dans le cas de l'alliage de cette étude. Ils ont ainsi proposé la formulation suivante, adaptation directe des travaux de Maldonado et Nembach sur le Nimonic PE16, qui sera la formulation retenue pour le reste de ce manuscrit :

$$w = \left[2D_{Ni}^{\gamma} \frac{C_{PFZ/m} - C_{GB/PFZ}}{C_m - C_{PFZ/m}} \right]^{\frac{1}{2}} \sqrt{t} \quad (9)$$

Ces cinq mécanismes, indépendamment ou de manière couplée, pourraient donc être responsables de la formation des PFZ dans les alliages pour disques de turbine. Cette question sera traitée dans le chapitre I.2. Cependant, afin de pouvoir mieux appréhender la vraisemblance de l'activation de ces différents mécanismes, il est nécessaire de connaître précisément les alliages de cette étude, ce qui est l'objet de la section suivante.

1.1.2 : Les superalliages pour disques de turbines

Cette section présentera brièvement et de manière très générale les superalliages base nickel polycristallins élaborés par voie coulée-forgée. Leurs microstructures, leurs propriétés et leurs utilisations seront passées en revue. Puis le texte se focalisera sur les alliages de l'étude, les superalliages γ/γ' pour disques de turbines et les évolutions de microstructure qu'ils subissent, notamment lors de traitements thermiques et thermomécaniques.

1.1.2.1 : Généralités sur les superalliages

Les superalliages base nickel sont notamment utilisés dans l'industrie aéronautique pour les applications associées aux zones chaudes où de bonnes propriétés mécaniques sont nécessaires. Cela concerne notamment les aubes de turbines hautes pressions de turboréacteurs modernes qui sont sollicitées en fluage et en fatigue thermomécanique (superalliages base nickel monocristallins), ainsi que les disques de turbines de ces mêmes turboréacteurs, sollicités de manière simplifiée en fatigue oligocyclique (LCF) au niveau de l'alésage, et en fluage au niveau de la jante. Toutefois, ils sont également utilisés pour des applications où de bonnes propriétés mécaniques sont nécessaires à hautes températures dans les industries automobile et pétrolière, dans des turbines à gaz terrestres pour la production d'énergie, et pour des applications nucléaires. Ces alliages tirent principalement leurs propriétés à hautes températures du **durcissement par précipitation de la phase γ'** de structure ordonnée $L1_2$ Ni_3Al cohérente avec la matrice austénitique γ durcie par solution solide. Pour des raisons de simplification, les alliages durcis par la phase γ' (Inconel 718, 625, X750 ...) ne seront pas traités ici car ils n'ont pas été étudiés dans cette thèse. La bonne stabilité à hautes températures et sous contraintes des microstructures γ/γ' constitue également un avantage évident pour ces alliages. Les mailles élémentaires de ces deux phases sont présentées schématiquement en figure 12.

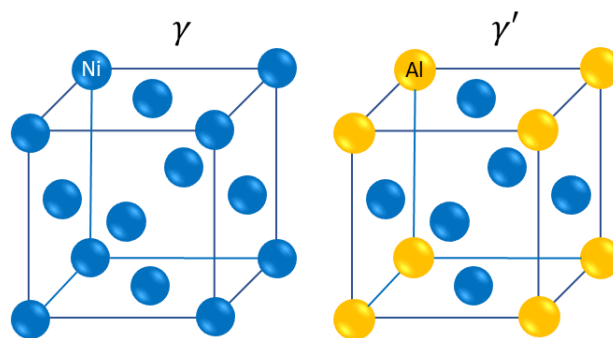


Figure 12 : mailles élémentaires des phases γ et γ'

Le durcissement par précipitation est obtenu par la meilleure limite d'élasticité de la phase γ' par rapport à celle de la phase γ s'opposant au mouvement des dislocations. La différence de paramètres de maille entre γ et γ' , appelée misfit et de formule :

$$\delta = 2 \frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma'} + a_{\gamma}} \quad (10)$$

où a , le paramètre de maille de la phase en indice, joue également un rôle crucial. Ce paramètre peut être négatif comme positif et varie avec la température. Sa valeur est très faible, de l'ordre de quelques pourcents au maximum.

Les superalliages base nickel sont constitués de nombreux éléments d'alliage dont le rôle sera explicité ci-après. Les caractéristiques liées à ces différents éléments sont issus des différents ouvrages et thèses: [Reed 2006], [Nembach and Neite 1985], [Mrozowski 2021], [Billot 2010], [Thébaud 2017], [Laurence 2016], [Panella 2021], [Larrouy 2014], [Le Baillif 2018].

L'**aluminium**, nécessaire à la formation de la phase γ' , et donc γ' -gène, permet le durcissement structural de l'alliage, mais également la tenue à l'oxydation. En effet il favorise la formation d'une couche d'oxydes protectrice et stable d'alumine en surface.

Le **titane**, principal élément substituant l'Al dans la phase γ' permet d'augmenter la fraction volumique de précipitation une fois la quantité maximale d'Al atteinte. De forts rapports Ti/Al permettent d'augmenter l'énergie de paroi d'antiphase (APB) et les propriétés statiques du matériau. Il intervient également dans la formation de carbures et carbo-nitrides primaires de type M(C,N) ainsi que dans la formation de carbures secondaires de type $M_{23}C_6$.

Le **niobium**, également γ' -gène, permet comme le Ti d'augmenter la fraction volumique de précipitation et donc de renforcer le durcissement structural. Il participe également à la formation des carbures et carbonitrides primaires et des carbures secondaires.

Le **tantale**, γ' -gène, participe au durcissement structural, et améliore la résistance à la corrosion et à l'oxydation. Il peut participer à la formation de carbures.

Le **tungstène**, se retrouvant à la fois dans les phases γ et γ' , augmente la tenue mécanique à haute température du matériau, participe au durcissement par solution solide et au durcissement structural. Il peut également participer à la formation de carbures et de borures et favoriser la formation de phases TCP (Topologically Close-Packed).

Le **cobalt**, également à la fois γ et γ' -gène, peut permettre une diminution du solvus de la phase γ' et une augmentation du solidus, élargissant la gamme de température pour laquelle l'alliage est forgeable.

Tous les éléments γ' -gènes, et donc potentiellement constitutifs de la phase γ' , peuvent jouer un rôle dans la formation des PFZ par épuisement en solutés, plus particulièrement ceux impliqués dans la formation de phases intergranulaires, telles que les phases TCP, carbures et borures.

Le **chrome**, γ -gène, participe au durcissement par solution solide de la matrice γ . Il permet également d'améliorer les résistances à l'oxydation et à la corrosion. Il participe à la formation de phases TCP, de carbures secondaires, et de borures.

Le **fer**, γ -gène, permet d'abaisser le coût et de faciliter le recyclage de cette classe d'alliages.

Le **molybdène**, γ -gène, permet le renforcement par solution solide de la matrice et augmente la tenue en température. Il améliore la résistance à la corrosion et à l'oxydation. Il se retrouve également dans les carbures, borures et phases TCP.

Le **carbone** et le **bore**, permettent respectivement la formation des carbures et des borures, ce qui peut être bénéfique ou délétère suivant les propriétés étudiées.

D'autres éléments dont les rôles ne seront pas explicités ici peuvent entrer dans les compositions chimiques des superalliages base Ni, en plus ou moins grandes proportions, par exemple : Zr, Hf, Ru, Re, V, Pt...

I.1.2.2 : Matériaux de l'étude

Dans ce manuscrit seront étudiés quatre superalliages γ/γ' polycristallins pour disque de turbine moderne : l'**Udimet 720Li**, le **René 65**, l'**AD730™**, et sa version haut carbone l'**AD730™ HC** qui sera l'alliage principal de cette thèse. Un cinquième superalliage γ/γ' polycristallin a été étudié, le **Waspaloy**. Cet alliage à plus faible fraction de précipitation est principalement utilisé pour des composants chauds type carters et anneaux labyrinthes. Les compositions chimiques nominales et mesurées dans ce travail par spectroscopie en dispersion d'énergie des rayons X (EDS-X), ainsi que les fractions volumiques à l'ambiante ($f_{\gamma'}$) et les températures de solvus de la phase γ' (T_s) sont présentées dans le tableau 1.

Tableau 1 : compositions chimiques de référence et mesurées, températures de solvus et fraction volumique de précipitation pour les 5 alliages de l'étude

Éléments (wt%)		Ni	Co	Fe	Cr	Ti	Mo	Nb	W	Al	Zr	C	Mg, Mn, Si, Cu	T_s (°C)	$f_{\gamma'}$ (%)
AD730™	EDS	60.6	8.9	4.0	15.7	3.7	2.7	0.9	1.6	1.9	-	-	-	1110	38
	ref	bal	8.5	4	16	3.5	3	1.1	2.7	2.3	0.03	0.02	-		
AD730™ HC	EDS	60.4	9.0	4.0	15.8	3.7	2.8	0.9	1.4	2.0	-	-	-	1110	34
	ref	bal	8.5	4	16	3.5	3	1.1	2.7	2.3	0.03	0.11	-		
René 65	EDS	56.8	13.5	1.0	15.7	4.0	3.6	0.5	3.1	1.9	-	-	-	1110	36
	ref	bal	13	1	16	3.7	4	0.7	4	2.1	0.05	0.03	-		
Udimet 720Li	EDS	58.1	15.2	-	15.9	5.3	2.7	-	0.7	2.1	-	-	-	1150	43
	ref	bal	15	-	16	5	3	-	1.25	2.5	0.03	0.03	-		
Waspaloy	EDS	58.8	13.9	0.5	18.2	3.3	3.8	-	-	1.3	0.05	-	<0.1	1030	25
	ref	bal	13.5	1	19	3	4	-	-	1.3	0.06	0.06	<0.1		

Les compositions chimiques de référence proviennent dans l'ordre de [Panella 2021], [Govaere 2020], [Laurence 2016], [Larrouy 2014] et de la brochure Aubert et Duval du Waspaloy (Nuance PER3). Les températures de solvus de la phase γ' ont été approximées à partir des références correspondantes et de simulations ThermoCalc effectuées par Edern Menou, ingénieur de recherche à Safran Tech. Les fractions volumiques à l'ambiante ont été obtenues à partir de ces mêmes simulation ThermoCalc. Plus d'informations sur la provenance de la matière et sur les alliages sont disponibles dans les annexes dédiées ou dans le chapitre I.2 pour l'AD730™ HC. Pour tous les alliages, la matière utilisée est issue de la voie **coulée-forgée et à grains fins**.

I.1.2.3 : Microstructures et phases constitutives des superalliages γ/γ'

Ces microstructures sont constituées de précipités γ'_I dits précipités primaires, qui sont principalement intergranulaires, bien qu'ils puissent être parfois trouvés à cœur de grains, notamment lorsqu'ils ont été contournés par les joints de grains lors de la recristallisation et/ou de la croissance de grains. Ces précipités sont dissous en cas de mise en solution supersolus. Il est également possible de trouver plusieurs populations de précipités γ' intragranulaires, formés pendant les refroidissements post mises en solution, qu'elles soient supersolus ou subsolus. Ces populations se forment lors de vagues de nucléations successives et à des températures différentes [Singh et al. 2013]. Etant formés à des températures différentes lors du refroidissement, ils précipitent dans des matrices avec différents niveaux de sursaturation en soluté (les éléments γ' -gènes), et présentent donc des compositions chimiques différentes. Lors du refroidissement post mise en solution supersolus, la séquence de précipitation est la même, la seule différence étant la dissolution des précipités primaires γ'_I pendant la mise en solution ayant relâché les éléments contenus dans ces précipités dans la matrice. Les précipités obtenus lors du refroidissement ont donc des températures de nucléation et de solvus, ainsi que des compositions légèrement différentes.

Dans ce manuscrit, la nomenclature utilisée sera très proche de celle décrite par Jackson et Reed [Jackson and Reed 1999]. La dénomination de **précipités primaires γ'_I** sera réservée aux précipités primaires **incohérents avec la matrice**, et non à tous les précipités intergranulaires ou dépassant un certain rayon. Les dénominations de précipités secondaires γ'_{II} , précipités tertiaires γ'_{III} , et précipités quaternaires γ'_{IV} seront utilisés **sans critères de taille et uniquement selon leur séquence d'apparition** durant le refroidissement post mise en solution, ou au refroidissement suivant les différents traitements thermiques effectués. Cependant, la vague de nucléation à laquelle appartient une population de précipités pourra être déterminée à partir de la taille relative des précipités par rapport aux populations de précipités déjà présentes, et non par un critère absolu de taille. Un exemple des différentes populations de précipités potentiellement observables est présenté en figure 13. Des précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} peuvent également se former. Ils sont nommés ainsi car ils sont cohérents avec la matrice γ du grain auquel ils appartiennent, et se forment et évoluent aux mêmes températures que les précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} . Ces différents précipités, sont présentés sur des micrographies en figure 14. Les précipités γ'_{IV} sont illustrés en sous-section I.2.2.1.

Dans certaines conditions, des PFZ peuvent être observées, pour des alliages en version à grains fins comme en version à gros grains. Elles sont alors mesurées selon l'équation 7 comme illustré en figure 15. Pour un seul et même échantillon, une étude statistique a montré qu'il faut **au moins 10 joints de grains** choisis aléatoirement sur la surface de l'échantillon, soit 20 mesures de PFZ, pour avoir une moyenne fiable. Ces joints de grains sont choisis sans distinctions entre les joints présentant des PFZ larges, étroites, ou pas de PFZ du tout. De plus l'effet de coupe n'a pas été pris en compte dans cette étude. Pour l'AD730TM HC au moins **15 joints de grains** sont analysés par échantillons. Pour les autres alliages, au moins 10 joints de grains sont analysés. Les détails de cette étude sont disponibles dans l'annexe dédiée aux méthodes expérimentales.

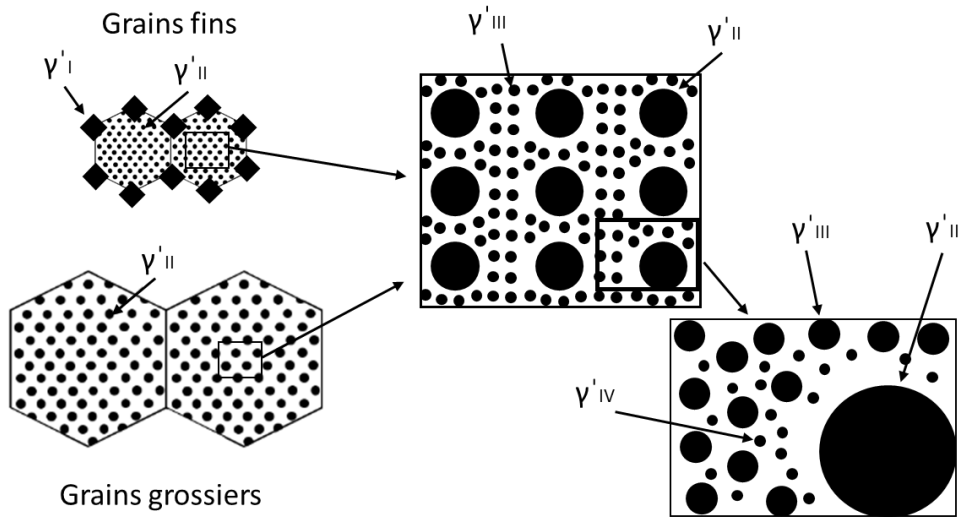


Figure 13 : schéma présentant les différentes populations de précipités observables pour les microstructures à grains fins et à grains grossiers. Inspirée de [Jackson and Reed, 1999]

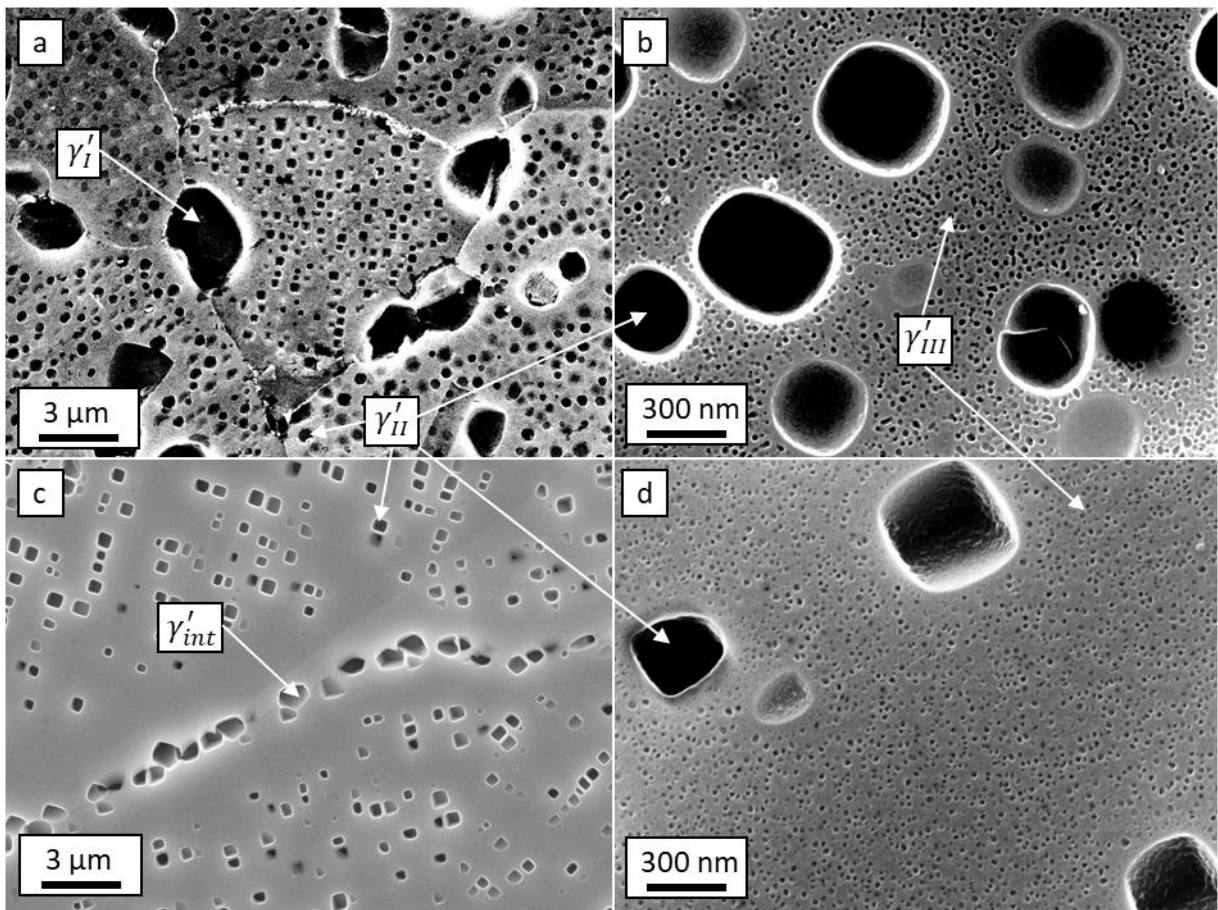


Figure 14 : microstructures de précipitation dans l'Udimet 720Li à grains fins (a) et (b) et dans le René 65 à grains grossiers après 25 h de traitement thermique à 1080 °C (c) et (d)

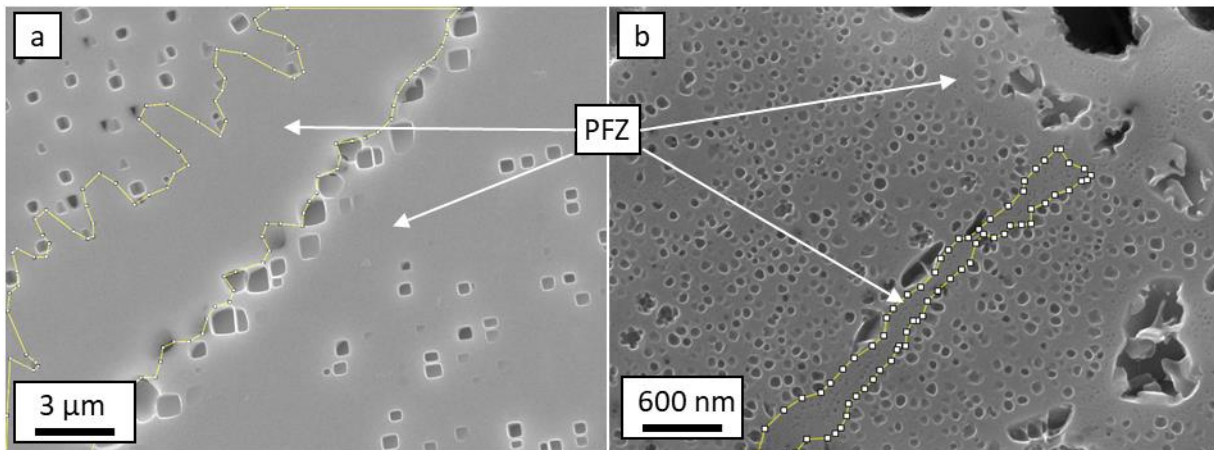


Figure 15 : zones appauvries en précipitation secondaire aux abords de joints de grains (PFZ) dans l'AD730™ à grains grossiers après 25 h à 1080 °C (a) et à grains fins après 4 h à 1080 °C et 8 h à 730 °C (b)

Plusieurs autres types de phases peuvent se former dans les alliages de l'étude. Tout d'abord, des **carbures, nitrides, carbonitrides, et borures primaires**, formés lors de la première solidification de l'alliage et non éliminés lors des étapes de refusions avant forgeage, sont toujours présents dans la matière. Ces particules ont une structure de type MC, ou M(C,N) pour les carbonitrides, et peuvent être intergranulaires comme intragranulaires. L'élément métallique M peut être Ti, Nb, ou (Ti,Nb) suivant l'alliage. Le tableau 2 résume les différents carbures, carbo-nitrides ou nitrides présents dans chacun des 5 alliages à partir des descriptions de microstructures de l'AD730™ et de l'AD730™ HC [Govaere 2020], du René 65 [Charpagne 2016] [Laurence 2016], de l'Udimet 720Li [Larrouy 2014] et du Waspaloy [Chen et al. 2018]. Du Mo peut également être présent en faible quantité dans ces particules dans le Waspaloy et dans le René 65. Dans cet alliage, des traces de W peuvent également être observées. La température de solvus de ces particules est très élevée, jusqu'à 1330°C environ pour les MC dans le René 65 et l'AD730™ HC selon les simulations ThermoCalc effectuées par Safran, et est donc supérieure à celle des précipités γ' primaires.

Tableau 2 : tableau récapitulatif des inclusions primaires observables dans les alliages de l'étude

	NbC	TiC	(Ti,Nb)C	Ti(C,N)	(Ti,Nb)(C,N)	TiN
AD730™	x		X	x		x
AD730™ HC	x		X	x	x	x
René 65			X		x	x
Udimet 720Li		x		x		
Waspaloy		x		x		x

Dans l'AD730™, la présence de carbonitrides composés d'un cœur Ti(C,N) et d'une « gangue » (Ti,Nb)C a été mise en évidence. Le même phénomène a été observé dans la version haut carbone de l'AD730™, les principales différences étant la taille plus petite des M(C,N), la présence de Nb dans le cœur des particules (Ti,Nb)(C,N) et la gangue plus large de ces particules [Govaere 2020]. Cette structure cœur/gangue avait déjà été observée auparavant dans le Waspaloy, avec un cœur TiN et une gangue TiC [Chen et al. 2018]. Des observations similaires ont également été faites sur du René 65, où la présence de plusieurs M(C,N) a été relevée autour de TiN [Charpagne 2016]. La présence de **borures primaires de type M_3B_2** riches en Ti, Nb et Mo a également été rapportée dans l'AD730™ [Govaere 2020].

Des particules dites secondaires peuvent également se former, principalement aux joints de grains lors de vieillissements ou survieillissements de plus ou moins longue durée. Cette formation peut être due au carbone et au bore résiduel présent dans l'alliage, ou à la décomposition de particules primaires. Les **carbures secondaires** ont des structures $M_{23}C_6$, M_7C_3 ou M_6C . Ces carbures peuvent être riches en Ti et Nb, ou en Cr dans l'AD730TM et sa version haut carbone [Thébaud, 2017] [Govaere 2020] [Mrozowski 2021], en Cr et Mo dans le René 65 et l'Udimet 720Li [Laurence 2016] [Larrouy 2014], et en Cr dans le Waspaloy [Chen et al. 2018]. Les **borures secondaires** dans le René 65 sont riches en Cr et Mo [Laurence 2016], ils contiennent également du W dans les deux versions de l'AD730TM [Govaere 2020], [Mrozowski 2021]. Lors de vieillissements très longs, la formation de **phases TCP** a été rapportée dans l'Udimet 720Li (phase σ) [Larrouy 2014] et dans le René 65 (phases σ et μ) [Laurence 2016]. Ces phases à structure complexe sont principalement composées de Ni, Co, Cr et Mo [Wlodek et al. 1992].

1.1.2.4 : Evolutions de microstructures lors des traitements thermiques.

Le premier traitement thermique appliqué à la matière brute de forge est très généralement une mise en solution. Cette mise en solution est dite supersolvus si elle s'effectue à une température supérieure au solvus des précipités primaires γ' _I. Dans ce cas tous les précipités sont dissous, seul les carbures, nitrures et carbonitrures subsistent. Lors de cette étape les joints de grains ne sont plus ancrés par les précipités primaires [Smith 1948] [Nes et al. 1985] et les grains grossissent. Il est alors possible de régler les paramètres de temps et de température de mise en solution afin de contrôler la taille de grains. La vitesse de refroidissement permet quant à elle de contrôler la germination et la croissance des précipités secondaires γ' _{II} et tertiaires γ' _{III}. La mise en solution peut également être effectuée à une température inférieure au solvus. On parle alors de mise en solution subsolvus. Ce type de traitement permet de dissoudre les populations intragranulaires γ' _{II} et γ' _{III} potentiellement formées au refroidissement post forgeage à chaud afin qu'elles précipitent à nouveau de manière homogène lors d'un refroidissement post mise en solution contrôlé. La vitesse de refroidissement post mise en solution est un élément clé pour la microstructure de précipitation intragranulaire finale [Furrer and Fecht 1999]. En effet, lors de cette descente en température, la matrice γ est sursaturée en éléments γ' -gènes et la phase γ' précipite dans les grains, et éventuellement aux joints de grains, selon un processus de germination/croissance classique [Radis et al. 2009]. Plus la vitesse de refroidissement est lente, plus les précipités nouvellement formés vont passer de temps à une température où ils peuvent croître par diffusion volumique. La distribution, la répartition spatiale et la morphologie des précipités évoluent également en fonction du temps passé dans la gamme de températures où ils peuvent croître, et donc de la vitesse de refroidissement, comme illustré en figure 16. Cela est valable lors de tout traitement thermique dans cette gamme de température [Grosdidier et al. 1998] [Furrer and Fecht 1999] [Reed 2006].

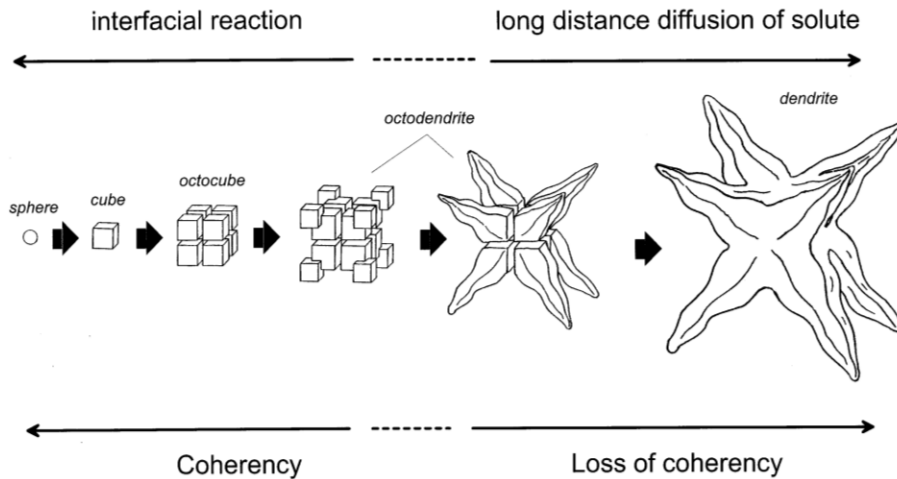


Figure 16 : schéma de l'évolution de morphologie des précipités lors de leur croissance [Grosdidier et al, 1998]

Si la vitesse de refroidissement est suffisamment faible, la formation des précipités lors du refroidissement peut intervenir par vagues de nucléations successives, correspondant aux différentes populations de précipités intragranulaires [Grosdidier et al. 1998] [Radis et al. 2009] [Singh et al. 2013].

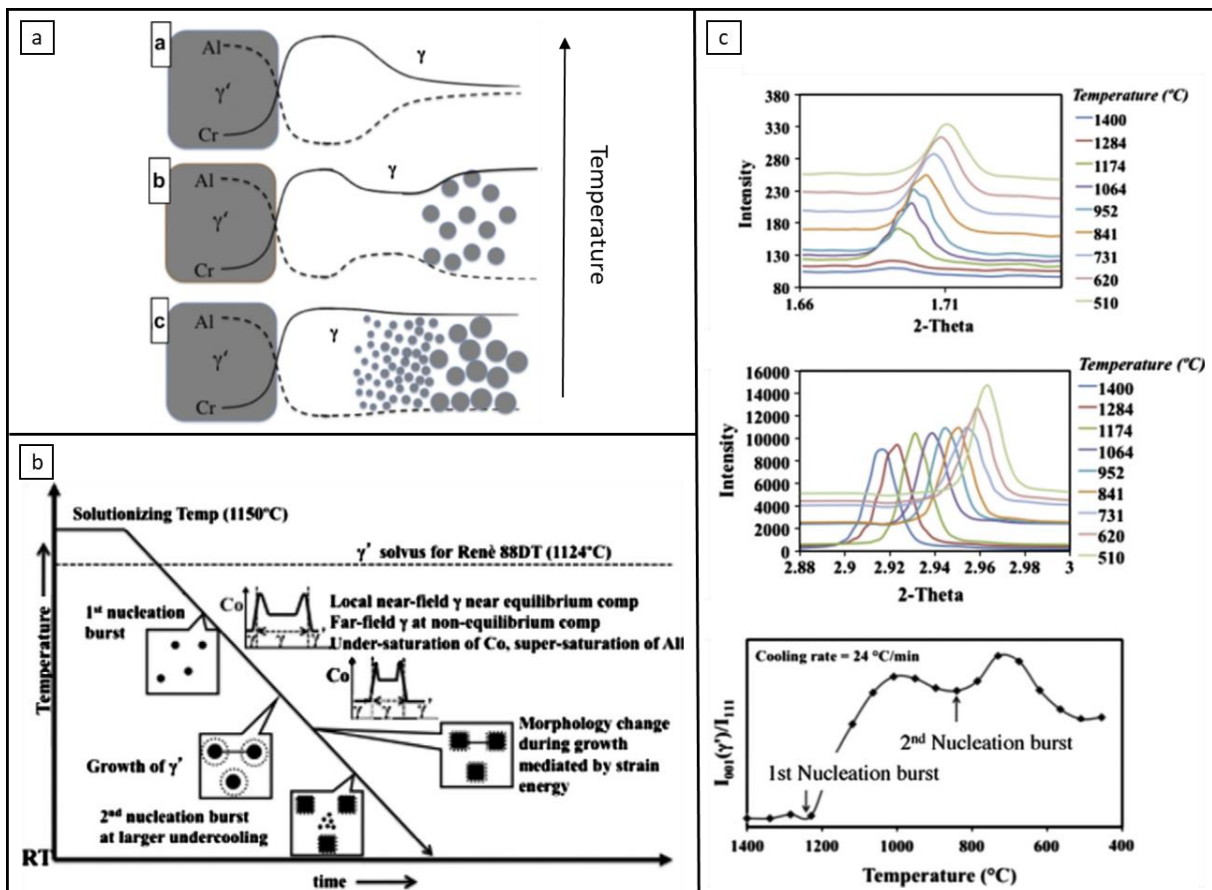


Figure 17 : schémas de la localisation des différentes populations de précipités γ' en fonction de la sursaturation de la matrice (a), de l'évolution des différentes populations de précipités en fonction du temps et de la température lors du refroidissement (b), et mise en évidence de la présence de plusieurs vagues de nucléation par diffraction des rayons X à haute énergie (c) avec en haut l'intensité de diffraction de la direction $\langle 001 \rangle$ de la phase γ' , au milieu celle de la direction $\langle 111 \rangle$ des phases γ et γ' et en bas le rapport de ces deux intensités en fonction de la température. Adapté de [Singh et al, 2013]

Après la première vague de nucléation, correspondant à la **précipitation des γ'_{II}** , les précipités grossissent, et la matrice γ est de nouveau stable. Lorsque la température diminue de nouveau, le niveau de sursaturation de la matrice augmente jusqu'à la précipitation d'une nouvelle population de précipités dans les zones à plus forte concentration en éléments γ' -gènes, principalement au centre des couloirs de matrice entre les précipités secondaires et entre les précipités secondaires et les joints de grains. Cette population nouvellement formée est la **précipitation tertiaire γ'_{III}** . Ce mécanisme, illustré figure 17, peut se reproduire à nouveau entraînant la formation des **précipités quaternaires γ'_{IV}** .

Les traitements thermiques de mise en solution sont très souvent suivis de vieillissements ou revenus permettant de faire croître les précipités tertiaires γ'_{III} mais également de former des carbures et borures secondaires. Les gammes de traitements thermiques complètes pour l'AD730™ sont présentées en figure 18.

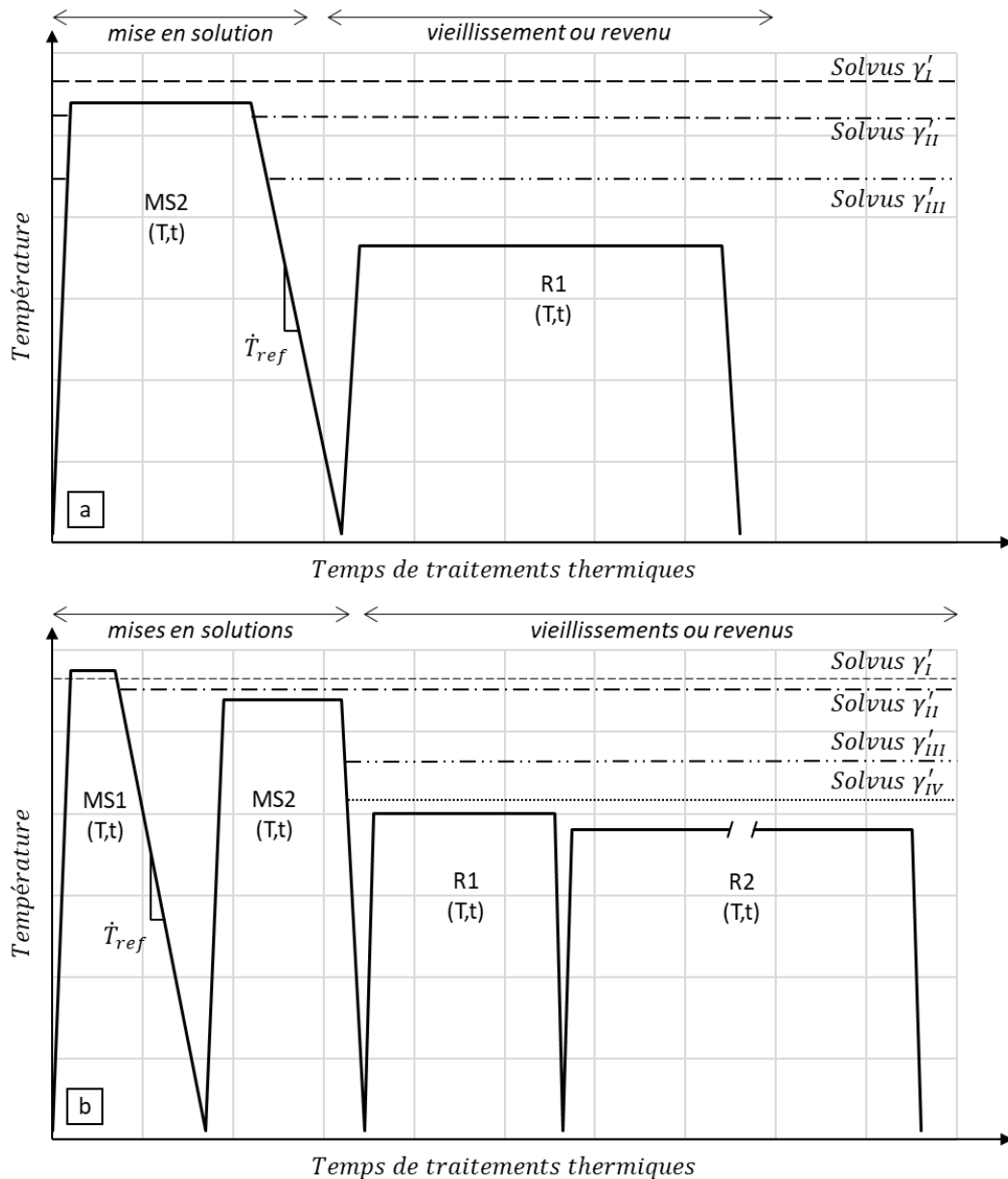


Figure 18 : schémas des gammes de traitements thermiques standard de l'AD730™ pour obtenir des microstructures (a) à grains fins [Thébaud, 2017][Mrozowski, 2021] et (b) à grains grossiers [Thébaud, 2017][Locq et al, 2019][Mrozowski, 2021]

Dans le cas des microstructures à grains grossiers dans l'AD730TM, la mise en solution supersolvus est suivie d'une seconde mise en solution, cette fois-ci subsolvus, permettant de faire croître et de rendre cuboïdaux les précipités secondaires γ'_{II} avant les vieillissements [Thébaud 2017] [Mrozowski 2021] [Panella 2021].

Comme mentionné précédemment, les **vieillissements** à plus basses températures permettent de faire **précipiter des carbures et borures secondaires**, mais également de **faire croître les précipités tertiaires γ'_{III}** . Les précipités formés au refroidissement post mise en solution n'ayant pas eu le temps d'atteindre l'équilibre thermodynamique, le système biphasé γ/γ' n'est pas à l'équilibre lors des vieillissements. L'énergie totale du système est donc supérieure à celle obtenue à l'état stable du système. Cette énergie totale est la somme de l'énergie d'interface entre les précipités et la matrice et de l'énergie élastique liée à la distorsion élastique du réseau cristallin dans la matrice autour des précipités. Lors des vieillissements, la taille et la morphologie des précipités va évoluer afin de réduire cette énergie et tendre vers l'équilibre thermodynamique [Doi et al. 1984] [Mrozowski 2021]. Le principal mécanisme permettant de réduire cette énergie est le « **mûrissement d'Ostwald** » [Ostwald 1897]. Ce processus décrit pour une distribution monomodale de précipités dans une solution solide et basé sur l'effet Gibbs-Thomson repose sur la croissance des plus gros précipités par diffusion volumique des atomes de soluté relâchés dans la solution solide lors de la dissolution des plus petits précipités. Ce mécanisme conduit à une chute du nombre total de précipités et à l'augmentation de leur taille moyenne [Greenwood 1956]. La diffusion volumique étant un mécanisme thermiquement activé, le coefficient de diffusion D_s^{SS} d'un élément soluté dans la solution solide peut s'exprimer par une loi d'Arrhenius :

$$D_s^{SS} = D_0 e^{\frac{-E_D}{RT}} \quad (11)$$

où D_0 est le facteur de fréquence pré-exponentielle, E_D l'énergie d'activation de la diffusion volumique d'un élément soluté « s » dans une solution solide « ss », T la température en Kelvin et R la constante universelle des gaz parfaits.

La théorie LSW (Lifshitz-Slyosov-Wagner) est couramment utilisée pour décrire le mûrissement d'Ostwald des précipités γ' dans les superalliages base nickel [Lifshitz and Slyozov 1961] [Wagner 1961]. Cette loi est basée sur quatre hypothèses :

- les deux phases considérées doivent être des composés parfaits ;
- les précipités doivent être sphériques et fixes dans la matrice ;
- il ne doit pas y avoir d'interactions entre précipités, leur fraction doit donc tendre vers 0 et la distance inter-précipités doit être infiniment grande devant leur taille ;
- la diffusion volumique des éléments solutés dans la solution solide doit se faire en régime permanent et être le mécanisme limitant la croissance des précipités.

Bien que deux de ces hypothèses puissent ne pas être valides dans le cas des superalliages base nickel, notamment concernant la morphologie et la fraction volumique des précipités, cette loi a été vérifiée à de nombreuses reprises pour plusieurs superalliages base nickel γ/γ' polycristallins. Parmi eux, le Nimonic PE16 [Nembach and Neite 1985] [Mrotzek and Nembach 2008], l'Udimet 720Li [Billot 2010], l'AD730TM [Mrozowski 2021], et le René 65 [Laurence 2016].

Cette loi permet d'exprimer le rayon équivalent moyen des précipités R en fonction du temps et de leur rayon équivalent moyen initial R_0 selon une loi cubique :

$$R^3 - R_0^3 = K_{LSW}t \quad (12)$$

où le coefficient de croissance K_{LSW} peut s'exprimer en fonction de la température T :

$$K_{LSW} = \frac{8\gamma D_s^3 C_{eq\infty} \Omega^2}{9RT} \quad (13)$$

où γ est l'énergie d'interface, D_s^3 le coefficient de diffusion de l'élément soluté limitant la réaction dans la matrice, $C_{eq\infty}$ la concentration en cet élément à l'équilibre pour une particule de rayon infini, et Ω le volume molaire de soluté [Baldan 2002] [Laurence 2016] [Mrozowski 2021].

Ce terme peut également s'exprimer de manière plus phénoménologique en utilisant l'expression proposé par Nembach et Neite pour faire apparaître une énergie d'activation apparente [Nembach and Neite 1985]:

$$K_{LSW} = \frac{K_{LSW,0}}{T} e^{-\frac{E_{LSW}}{RT}} \quad (14)$$

Dans ce manuscrit, cette expression sera simplifiée afin d'avoir une forme homogène à celle utilisée pour calculer les énergies d'activation apparentes du mécanisme de croissance des PFZ par épuisement en soluté :

$$K_{LSW} = K_{LSW,0} e^{-\frac{E_{LSW}}{RT}} \quad (15)$$

Dans chaque cas étudié dans ce manuscrit, il a été montré que la différence entre les valeurs d'énergies d'activations apparentes obtenues par les équations 14 et 15, que ce soit pour la croissance des PFZ ou celles des précipités, est toujours négligeable devant les valeurs d'énergies d'activations apparentes en elles-mêmes.

Beaucoup de variantes de la loi LSW existent suivant les cas étudiés [Baldan 2002]. Des déviations à cette loi ont également été observées dans le René 65 [Laurence 2016] et l'Udimet 720Li [Billot 2010]. Cette déviation est caractérisée par un ralentissement de la croissance des précipités lors de vieillissements très longs, ou survieillissements, (1000 h à 900 °C dans le cas du René 65). Cela s'explique par le changement de force motrice de la croissance des précipités. A partir d'un certain temps à une température donnée, la force motrice principale conduisant à la croissance des précipités n'est plus la réduction de l'énergie interfaciale mais la réduction de l'énergie élastique liée à la distorsion élastique de la matrice autour des précipités. De plus, l'interaction entre les champs de déformations élastiques des différents précipités voisins devient de plus en plus importante à mesure que les précipités grossissent ce qui n'est pas pris en compte dans la loi LSW, la distance interprécipités étant considérée infinie [Baldan 2002] [Billot 2010] [Mrozowski 2021]. Les déviations à la loi LSW sont dépendantes du signe du misfit δ , et donc de la température. Un misfit négatif entraîne un ralentissement de la croissance, alors qu'un misfit positif provoque une accélération de la croissance des précipités [Enomoto and Harada 1989]. Le misfit joue également un rôle important sur la morphologie des précipités, un misfit extrêmement faible, par exemple, favorisera une morphologie sphérique des précipités qui sera conservée pendant les vieillissements, malgré leur croissance [Ricks et al. 1983] [Doi et al. 1984].

Dans le cas de l'AD730TM à grains grossiers, plusieurs déviations à la loi LSW ont été observées au cours d'un vieillissement de plus de 400 h à 750 °C, l'évolution de la précipitation tertiaire γ'_{III} ne pouvant être décrite uniquement par le mûrissement d'Ostwald et une loi LSW

[Mrozowski 2021]. En effet, des mécanismes de **coalescence de précipités** tout au long du vieillissement ont été observés. De plus, une **croissance des précipités par diffusion volumique** des atomes de solutés présents dans la matrice, sans dissolution de précipités de plus faibles tailles, a été mise en évidence au début et à la fin du vieillissement étudié. La croissance des précipités tertiaires dans l'AD730TM, au début du traitement thermique et jusqu'à 50 h, est donc principalement contrôlée par la croissance des précipités faisant suite à leur germination lors de refroidissements précédents associée à une augmentation de la fraction volumique de précipitation, et par le mûrissement d'Ostwald. Ces phénomènes sont donc à prendre en compte lors des vieillissements standards de cet alliage. Entre 50 et 186 h, les mécanismes de croissance, coalescence et le mûrissement d'Ostwald cohabitent. Enfin, au-delà de 186 h, la coalescence semble être le mécanisme de grossissement dominant.

1.1.3 : Bilan du chapitre 1.1

Dans la suite de ce manuscrit, l'AD730TM, sa version enrichie en carbone, l'AD730TM HC, le René 65, l'Udimet 720Li et le Waspaloy seront étudiés. Compte tenu des mécanismes de germination – croissance dans ces alliages, le mécanisme de formation des PFZ par manque de lacune ne sera pas mis en jeu, et donc non considéré. En revanche, les mécanismes de formation et de croissance des PFZ en fluage, par interaction entre le front de migration des joints de grains et les précipités lors de la croissance de grains, et par épuisement en soluté ont déjà été observés et étudiés dans les superalliages base nickel γ/γ' polycristallins. Il est donc possible qu'un ou plusieurs de ces mécanismes soient responsables de la formation et de la croissance des zones appauvries en précipitation secondaire aux abords des joints de grains dans les alliages de l'étude.

Compte tenu des microstructures des alliages de l'étude, des éléments précédemment présentés concernant les évolutions de microstructure lors des traitements thermiques, et des caractéristiques du mécanisme de formation des PFZ par épuisement en soluté, les carbures, borures et précipités γ' se formant aux joints de grains pourraient avoir une influence directe sur la formation des PFZ dans les alliages de l'étude.

Enfin, il a été montré par Maldonado et Nembach que la taille de grains influençait directement la largeur de PFZ, et que les PFZ se formaient préférentiellement aux joints entre grains fortement désorientés [Maldonado and Nembach 1997]. Unwin, Lorimer et Nicholson ont également montré que les joints de grains entre grains faiblement désorientés ne sont pas concernés par la formation des PFZ [Unwin et al. 1969]. Il apparaît donc probable que ces paramètres puissent également affecter la formation des PFZ dans les alliages pour disques.

Il est donc indispensable, afin de pouvoir construire un plan d'expérience solide permettant de modéliser la formation des PFZ et d'en introduire de manière contrôlée dans des éprouvettes, de déterminer les conditions propices à leur formation ainsi que les paramètres pouvant influencer leur croissance.

Chapitre I.2 : Conditions de Formation des PFZ

Dans ce chapitre seront abordés les différents traitements thermiques et thermomécaniques ayant été effectués afin d'établir les conditions propices à la formation des PFZ ainsi que les évolutions de microstructures associées.

Dans un premier temps, la gamme de traitements thermiques standard pour obtenir une microstructure à grains grossiers dans l'AD730TM, appliquée à sa version haut carbone, a été analysée en détail afin d'identifier l'étape lors de laquelle se forment les PFZ.

Cette première étape ayant permis d'identifier que les PFZ se forment lors de traitements thermiques proche du solvus de la phase γ' , plusieurs surveillissements et traitements thermomécaniques postérieurs à cette étape ont été étudiés.

La formation des PFZ dans les superalliages base Nickel est étroitement liée aux joints de grains, et donc à la longueur totale de joints de grains. Ainsi, l'influence de la taille de grains sur la croissance des PFZ a été brièvement étudiée.

Enfin, une étude statistique a été menée afin de mettre en lien la largeur de PFZ avec la désorientation entre grains et l'orientation des grains par rapports aux joints de grains attenants.

1.2.1 : Gamme de traitements thermiques standard gros grains pour l'AD730TM

La gamme de traitements thermiques standard post-forgeage de l'AD730TM appliquée à sa version haut carbone (AD730TM HC) pour obtenir des grains grossiers sera le cœur de cette section. Des PFZ ayant été observées dans l'AD730TM, le René 65 et l'Udimet 720Li, la première étape de ce travail a été de réaliser cette gamme afin de vérifier si des PFZ sont formées à la fin de cette gamme, et si oui, quelles sont la (ou les) étape(s) à l'origine de cette formation. Les évolutions de microstructures liées à chacune des étapes seront également décrites dans cette section. Cette démarche a également été réalisée pour l'AD730TM, et les résultats peuvent être consultés dans l'annexe dédiée. Les microstructures à grains fins ne seront pas mentionnées dans ce manuscrit. Cependant, des PFZ ont été observées pour les deux versions de l'AD730TM, le René 65 et l'Udimet 720Li et semblent se former dans les mêmes conditions que dans les versions à grains grossiers. Il a été décidé de ne s'intéresser qu'aux versions à grains grossiers afin de simplifier les mesures de largeur de PFZ et de taille de précipités. En effet, les PFZ observées dans les versions à grains fins sont distribuées de manière hétérogène sur la surface des échantillons et ne concernent que très peu de joints de grains, là où elles sont quasi-systématiques et réparties de manière homogène dans les versions à grains grossiers.

1.2.1.1 : Description de la gamme

La matière utilisée pour cette étude a été extraite sous forme de barreaux de 13 mm de diamètre et 65 mm de long à mi-rayon d'une barre issue de la voie coulée-forgée. La microstructure de précipitation de cette matière avant traitements thermiques est extrêmement hétérogène, composée de précipités γ'_I primaires intergranulaires, et de deux populations de précipités intragranulaires, des précipités secondaires γ'_{II} et tertiaires γ'_{III} de tailles différentes et issues de deux vagues successives de nucléations à des températures différentes. La taille de grains moyenne, macles comprises, est d'environ 10 μm . Des carbonitrides riches en Titane et en Niobium micrométriques sont également présents à la fois à cœur de grains et aux joints de grains [Govaere 2020].

La gamme de traitements thermiques de l'AD730TM gros grains [Locq et al. 2019] est d'abord constituée d'une **mise en solution supersolvus** d'une heure à 1120 °C, qui sera nommée par la suite MS1. Cet alliage étant très proche de l'AD730TM, le solvus de référence de la phase γ' choisi pour cet alliage sera celui de l'AD730TM, c'est à dire 1110 °C [Mrozowski 2021] [Panella 2021]. De plus, le solvus calculé à l'aide de ThermoCalc d'après les compositions mesurées en EDS de cet alliage est de 1106 °C. Lors de ce traitement thermique supersolvus, toutes les populations de précipités sont dissoutes, les joints de grains ne sont plus épinglés, et les grains peuvent donc grossir. Il est ainsi obtenu une **microstructure dite à grains grossiers**, ou à gros grains, où la taille de grains moyenne sans prendre en compte les macles atteint $152 \pm 26 \mu\text{m}$. Cette mise en solution est suivie d'un refroidissement dans de la laine de roche (vitesse de refroidissement $\approx 50 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$) lors de laquelle les premières populations de précipités se forment. Comme illustré figure 19, deux populations peuvent être identifiées : des **précipités secondaires intergranulaires**, qui seront nommés par la suite γ'_{int} , et des

précipités secondaires intragranulaires, qui seront nommés γ'_{II} . Aucun précipité tertiaire γ'_{III} n'est observé après cette étape, il est cependant possible qu'ils soient présents mais non observables de par leur taille trop faible. Les carbures, nitrures et carbonitrures riches en titane et en niobium ne sont pas dissous par cette mise en solution et sont toujours présents. Aucune autre phase n'a été observée après cette étape.

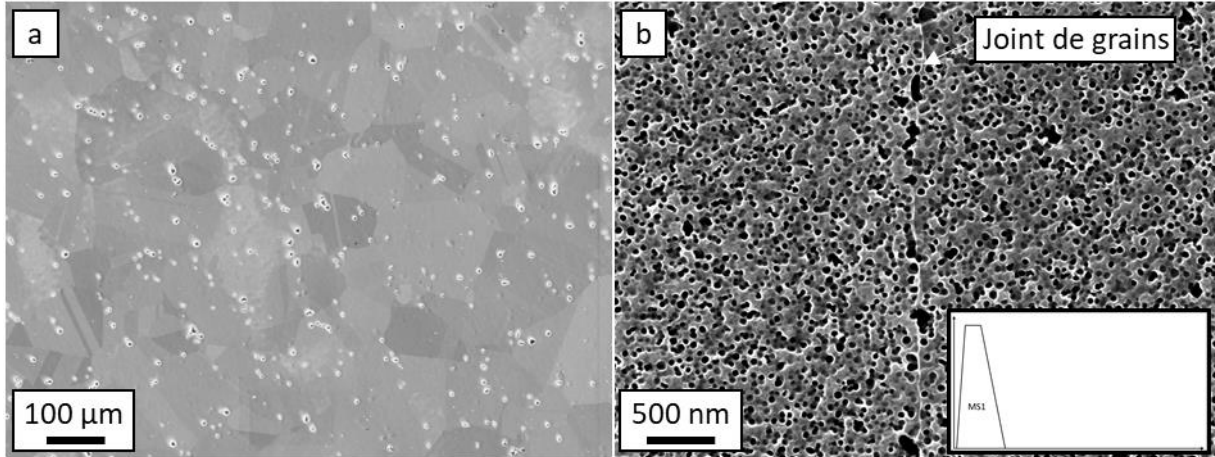


Figure 19 : microstructure de l'AD730™ HC après mise en solution supersolvus à faible grandissement (a) et à fort grandissement (b) en électrons secondaires

La deuxième étape de cette gamme est une **mise en solution subsolvus** de 4 h à 1080 °C (MS2) effectuée sur des pastilles de diamètre 13 mm et d'épaisseur 2 mm découpées dans les barreaux utilisés pour la mise en solution supersolvus. Lors de ce traitement thermique, comme illustré en figure 20, les deux populations de précipités secondaires grossissent et **des PFZ se forment de manière homogène aux abords des joints de grains**. Aucune population de précipités ne semble dissoute, ce n'est donc pas à strictement parler une mise en solution. Le même constat a été fait pour les quatre autres alliages de l'étude en version gros grains à une température de traitement thermique inférieure de 30 °C au solvus. A cette température, il y a également très probablement migration des joints de grains, d'autant plus qu'ils ne sont plus épinglés par des précipités primaires micrométriques mais simplement par des précipités secondaires de quelques dizaines de nanomètres et par une population éparsée de carbures, nitrures et carbonitrures primaires. Cependant la taille de grains mesurée après cette étape est de $130 \pm 23 \mu\text{m}$, il n'y a donc pas d'augmentation statistique de la taille de grains à cette température. À la suite de ce traitement thermique, les échantillons sont refroidis à l'air (vitesse de refroidissement $\approx 700 \text{ °C/min}$) et une nouvelle population très fine de **précipités tertiaires γ'_{III}** se forme lors de ce refroidissement. Il est également possible de distinguer sur certains clichés une quatrième population de précipités intragranulaires, que l'on pourrait qualifier de précipités quaternaires γ'_{IV} situés dans les couloirs de matrice entre les secondaires et les tertiaires. Aucune formation de carbures ou borures n'a été détectée à cette température.

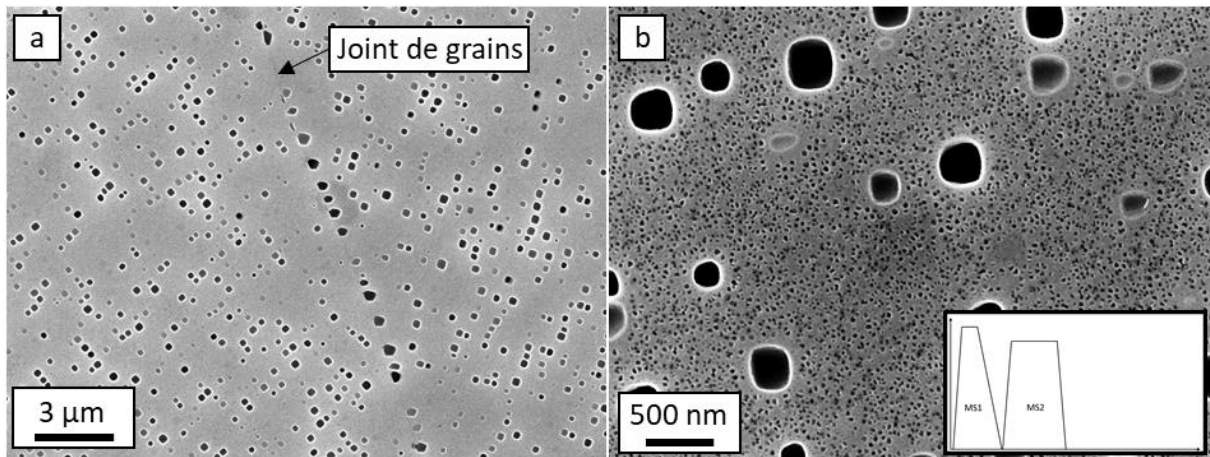


Figure 20 : microstructure de précipitation dans l'AD730™ HC après la seconde mise en solution MS2 aux abords d'un joint de grains (a) et à cœur de grains (b)

La gamme de traitement thermique se poursuit ensuite par un **premier revenu** (ou vieillissement) de 4 h à 800 °C (R1). Lors de ce vieillissement, la microstructure aux joints de grains est modifiée. Des **carbures secondaires** riches en **titane** et en **niobium** précipitent sous forme de plaquettes et des **carbures** riches en **chrome** apparaissent sous forme de liserés plus ou moins longs et interrompus. Des **borures** riches en chrome, molybdène et tungstène se forment également avec des morphologies de type sphérique, cubique ou en plaquette. De plus, comme le montre la figure 21, **la précipitation tertiaire semble grossir**, alors que les populations de précipités secondaires intragranulaires et intergranulaires ne semblent pas affectées.

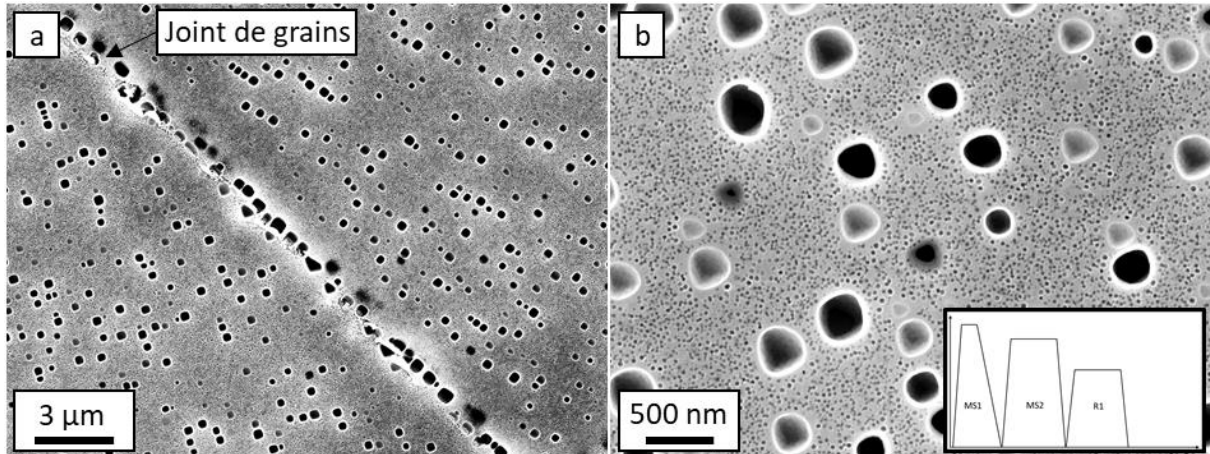


Figure 21 : microstructure de précipitation dans l'AD730™ HC après le premier vieillissement R1 aux abords d'un joint de grains (a) et à cœur de grains (b)

La dernière étape de la gamme de traitement thermique est un **second revenu**, ou vieillissement (R2), de 16 h à 760 °C. Lors de ce traitement thermique, la microstructure est très peu affectée, comme l'illustre la figure 22. Seuls **les précipités tertiaires semblent croître**, tout comme les carbures et borures secondaires aux joints de grains.

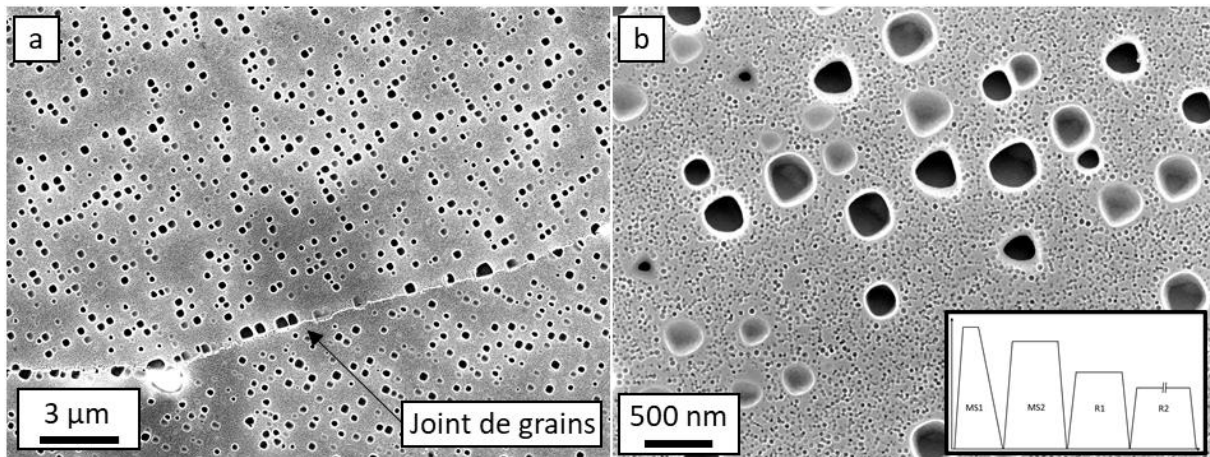


Figure 22 : microstructure de précipitation dans l'AD730™ HC après le second vieillissement R2 aux abords d'un joint de grains (a) et à cœur de grains (b)

Cette description des évolutions de microstructure dans l'AD730™ HC lors de la gamme de traitement thermique standard gros grains est simplement visuelle. Une approche statistique avec quantification des tailles des différentes populations de précipités ainsi que de la largeur de PFZ a été mise en place.

1.2.1.2 : Formation des PFZ

Dans un premier temps, comme présenté sur la figure 23, la largeur de PFZ a été mesurée sur au moins 15 joints de grains et pour au moins 4 temps différents de chaque étape de la gamme de traitements thermiques standard, à l'exception de MS1 où elle a été considérée nulle. Les traitements ont été effectués à partir de 4 barreaux différents, qui ont été ensuite coupés en pastilles. Chaque point dans le graphique correspond à une pastille différente. La figure 24 présente les microstructures pour la première et la dernière pastille de chaque étape de la gamme.

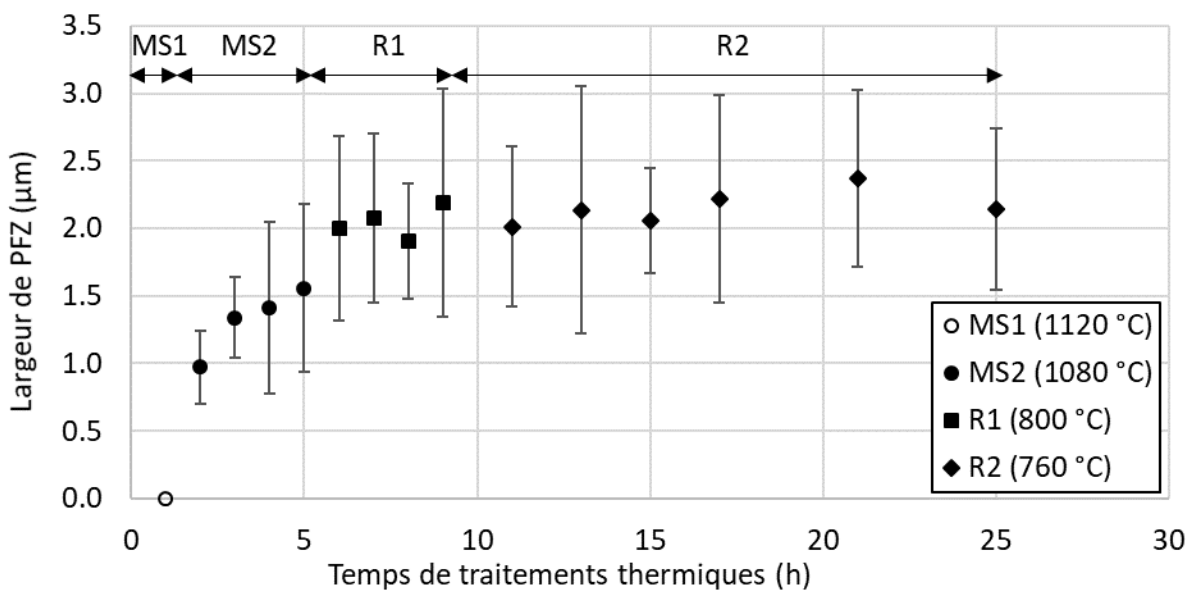


Figure 23 : évolution de la largeur de PFZ lors de la gamme de traitements thermiques GG de l'AD730™ HC

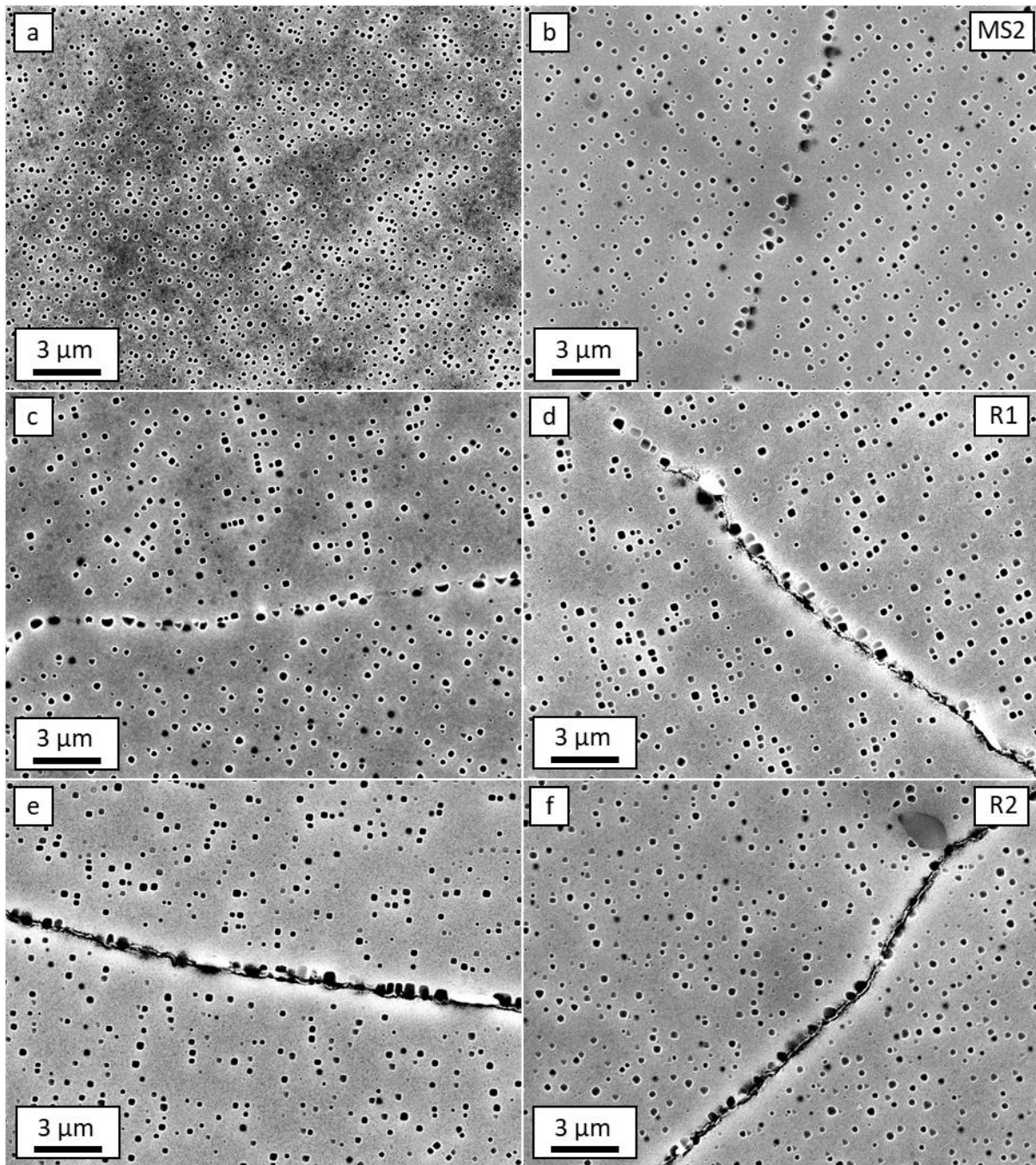


Figure 24 : microstructures de précipitation aux abords des joints de grains dans l'AD730™ HC après MS1 et 1 h (a) et 4 h (b) à 1080 °C (MS2), 1 h (c) et 4 h (d) à 800 °C (R1) et 2 h (e) et 16 h (f) à 760 °C (R2)

Il semble assez clair au vu de ces résultats que **les PFZ se forment majoritairement lors de la mise en solution subsolvus de 4 h à 1080 °C**, qui sera plus justement nommée par la suite « traitement thermique proche solvus », les précipités secondaires n'étant pas remis en solution lors de ce traitement thermique. **La formation et la croissance des PFZ semblent également étroitement liée à celles des précipités secondaires intergranulaires**. Il faut tout de même noter qu'il y a un saut entre la dernière valeur de largeur de PFZ du traitement thermique proche solvus MS2 et la première valeur du premier revenu à 800 °C R1 (voir Fig. 23, t = 5 h). Cependant cette valeur n'augmente pas lors de ce revenu, il est donc probable que ce saut soit lié à une différence de microstructure entre les deux barreaux. Les données correspondant à ce traitement thermique ont été tracées à nouveau figure 25 afin de vérifier

si la croissance des PFZ dans cet alliage suit une évolution parabolique descriptive du mécanisme d'épuisement en soluté. **Les données suivent bel et bien une loi parabolique de type $w = C\sqrt{t}$.**

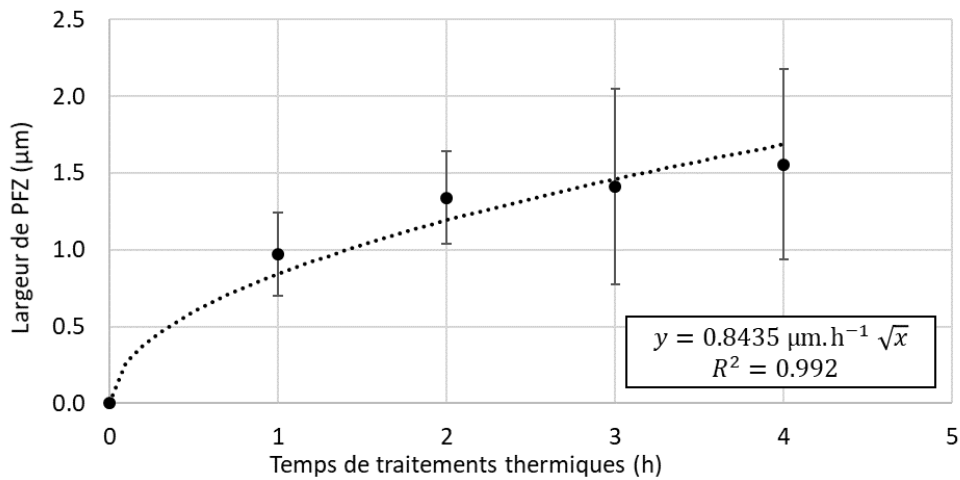


Figure 25 : évolution de la largeur de PFZ dans l'AD730™ HC lors du traitement thermique proche solvus MS2 de 4 h à 1080 °C

I.2.1.3 : Evolution de la précipitation intragranulaire

L'évolution du rayon équivalent moyen des deux populations de précipités intragranulaires, les secondaires γ'_{II} et les tertiaires γ'_{III} a également été analysée à la fin de chaque étape de la gamme de traitement thermique. Comme l'indique la figure 26, la croissance des précipités secondaires est limitée au traitement thermique proche solvus. Lors de ce traitement thermique, l'évolution de la précipitation semble suivre une loi LSW descriptive du mûrissement d'Ostwald. Cette observation sera traitée plus en détail dans la section I.3.2. Des microstructures représentatives sont disponibles dans la section précédente figure 24.

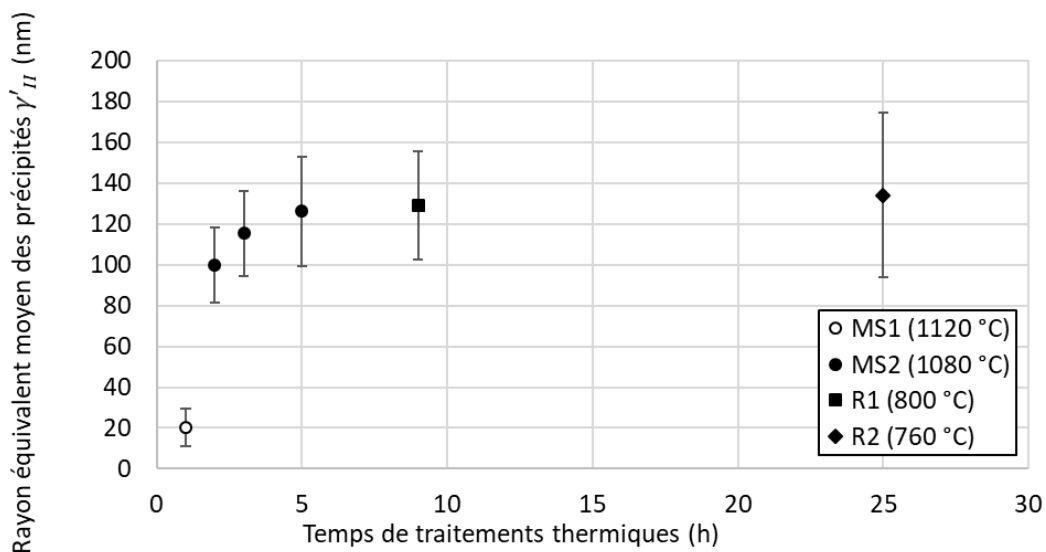


Figure 26 : évolution du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intragranulaires lors de la gamme de traitements thermiques standard dans l'AD730™ HC

Le rayon équivalent moyen des précipités tertiaires γ'_{III} n'évolue pas lors du traitement thermique proche solvus, ce qui prouve que ces précipités ne sont pas présents à cette température, et qu'ils se forment lors des refroidissements suivant ce traitement. En revanche, ces précipités grossissent, mais très peu, lors du vieillissement R1 de 4h à 800 °C. L'évolution de ces précipités à 800 °C sera traitée dans la section suivante. Lors du vieillissement R2 à 760 °C, la croissance des précipités présentée en figure 27 est plus visible, leur rayon équivalent moyen passe de 10 nm à 14 nm. Il pourrait également ici s'agir d'un mécanisme de mûrissement d'Ostwald couplé à de la coalescence, comme montré par Nicolas Mrozowski dans sa thèse [Mrozowski 2021]. Les microstructures correspondantes aux états métallurgiques mentionnés dans ce paragraphe et dans le graphique sont disponibles dans la sous-section 1.2.1.1 en figures 20, 21, et 22.

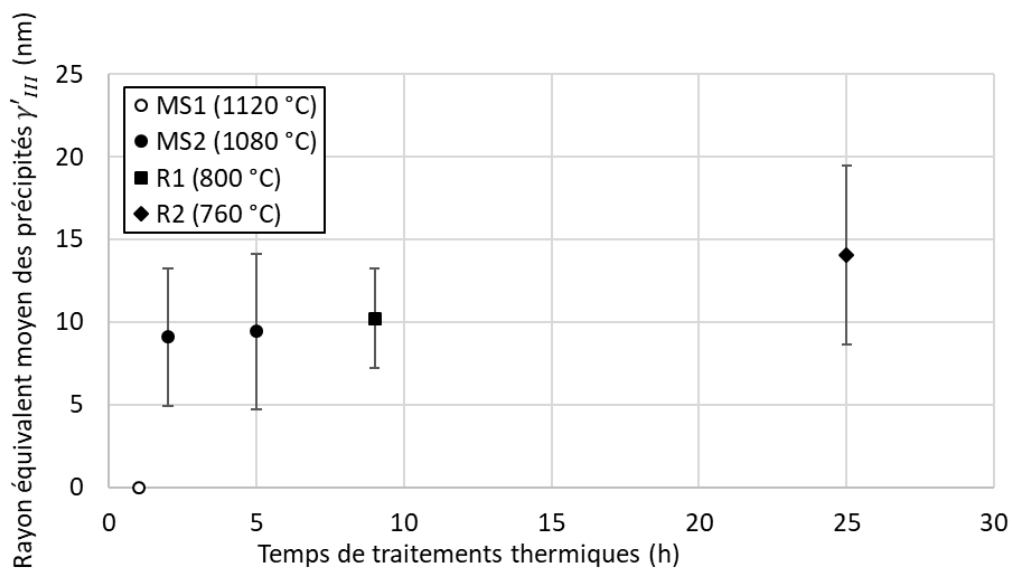


Figure 27 : évolution du rayon équivalent moyen des précipités tertiaires lors de la gamme de traitements thermiques standard dans l'AD730™ HC

1.2.2 : Surveillissements et traitements thermomécaniques

Lors de vieillissements de longue durée des évolutions de microstructures telles que la croissance des précipités tertiaires γ'_{III} , la formation et la croissance de carbures et borures intergranulaires, et la formation de phases TCP peuvent intervenir. Afin d'évaluer l'influence de tels phénomènes sur la formation et la croissance des PFZ, des surveillissements jusqu'à 1000 h à 800 °C ont été effectués pour les deux versions de l'AD730™, le René 65 et l'Udimet 720Li, directement après la mise en solution supersolvus et après la gamme de traitements thermiques complète. Les résultats concernant l'AD730™, le René 65 et l'Udimet 720Li étant très similaires à ceux obtenus sur l'AD730™ HC, seul cet alliage sera traité dans cette section.

La formation de PFZ en fluage pouvant également intervenir lors du fluage, des traitements thermomécaniques similaires au traitement thermique proche solvus MS2 et au revenu R1 ont été effectués, respectivement après la mise en solution supersolvus MS1 et le traitement thermique MS2.

I.2.2.1 : Surveillissements à basses températures

L'étude détaillée de la gamme de traitements thermiques standard gros grains de l'AD730TM a permis d'identifier que la formation et la croissance des PFZ intervient principalement lors du traitement thermique proche solvus de 4 h à 1080 °C. Cependant, un saut dans la largeur de PFZ a été observé lors de la première heure du vieillissement R1 à 800 °C. Afin d'être sûr que ce saut est dû à une différence de microstructure entre les échantillons et non à un phénomène métallurgique et d'évaluer la croissance des PFZ lors de traitements thermiques longs à plus basses températures, un vieillissement à 800 °C jusqu'à 1000 h a été effectué après réalisation de la gamme de traitements thermiques complète. Ce vieillissement a été effectué sur 9 pastilles d'AD730TM HC différentes issues d'un même barreau ayant subi préalablement la gamme de traitement thermique complète. Ces pastilles ont été retirées du four après 2, 10, 25, 50, 100, 200, 300, 500 et 1000 h. La largeur moyenne de PFZ ainsi que les rayons moyens des différentes populations de précipités ont été mesurés pour chaque pastilles.

Comme le montre les résultats présentés en figures 28 et 29 et les microstructures de la figure 30, **la largeur de PFZ et le rayon équivalent moyen de précipités secondaires γ'_{II} ne semblent pas affectés par ce vieillissement**. Il est cependant à noter que la valeur moyenne de la largeur de PFZ semble augmenter à partir de 100 h de vieillissement, mais cette augmentation est associée à une forte augmentation de l'écart-type sur les mesures. En prenant en compte cet écart-type, il semble plus probable que la valeur de largeur de PFZ soit constante.

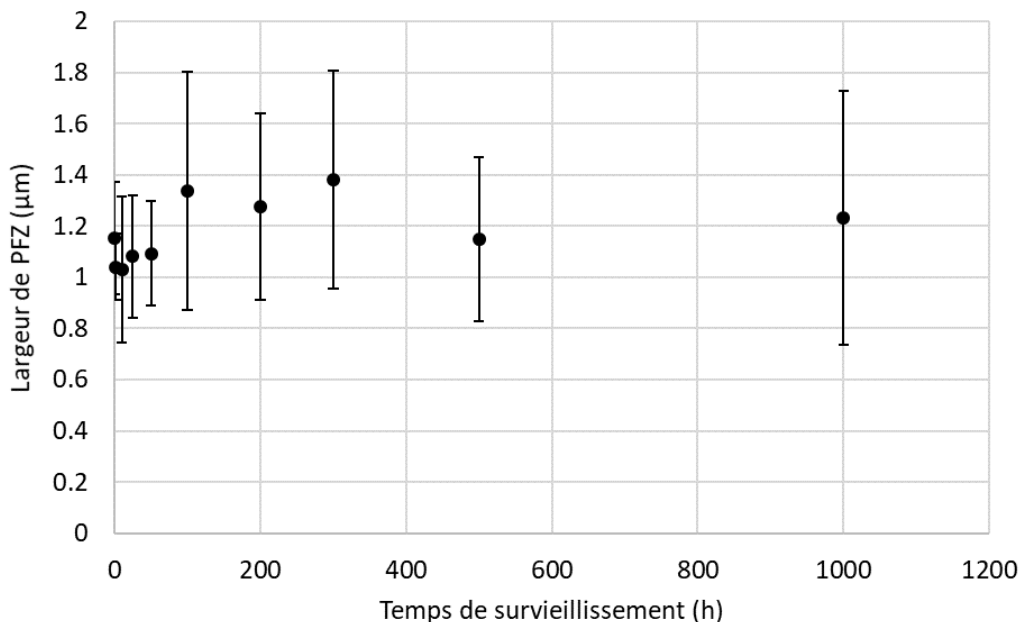


Figure 28 : évolution de la largeur de PFZ dans l'AD730TM HC durant un vieillissement de 1000 h à 800 °C

L'augmentation de la dispersion des valeurs pourrait être due à la croissance des carbures et borures, mais également à la forte croissance des précipités tertiaires γ'_{III} rendant difficile leur différenciation avec les précipités secondaires γ'_{II} nécessaire à la mesure de largeur des PFZ.

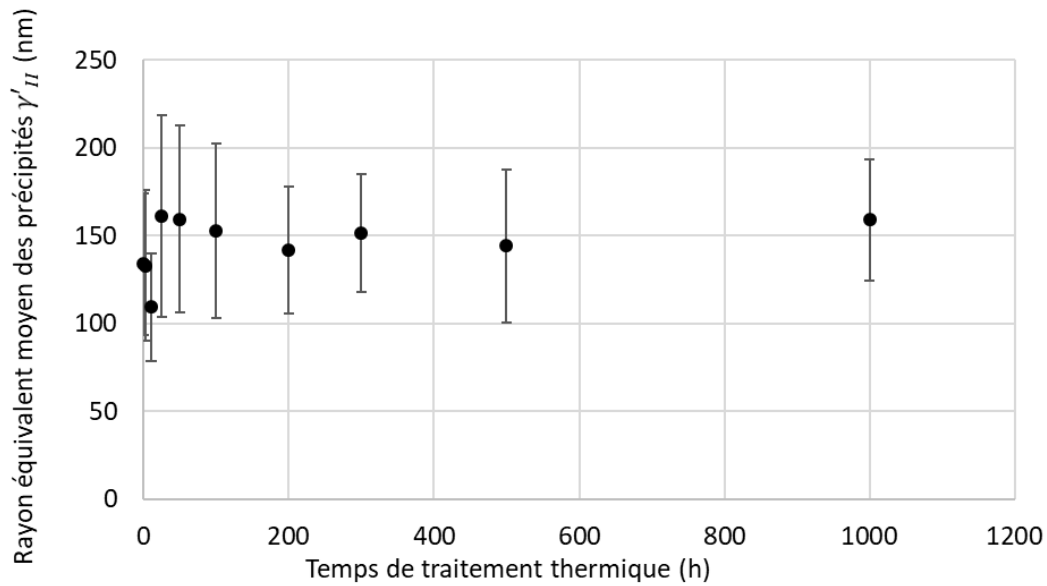


Figure 29 : évolution du rayon équivalent moyen des précipités secondaire intragranulaires γ'_{II} dans l'AD730™ HC durant un vieillissement de 1000 h à 800 °C

De plus, un saut de la valeur du rayon équivalent moyen de précipités secondaires intervient à 25 h, il pourrait encore une fois être lié au fort écart-type sur ces séries de mesures, mais également au changement de morphologie des précipités, devenant plus sphériques, lié au changement de désaccord paramétrique de maille, devenant plus faible, entre 1080 °C et 800 °C [Durand 2021]. Ce phénomène est particulièrement visible en figure 32. Cela entraîne une diffusion volumique et surfacique des atomes de solutés en solution solide dans la matrice aux abords des précipités. Si tel est le cas, ce phénomène devrait également être matérialisé par une augmentation simultanée de la fraction surfacique de précipités secondaires [Mrozowski 2021].

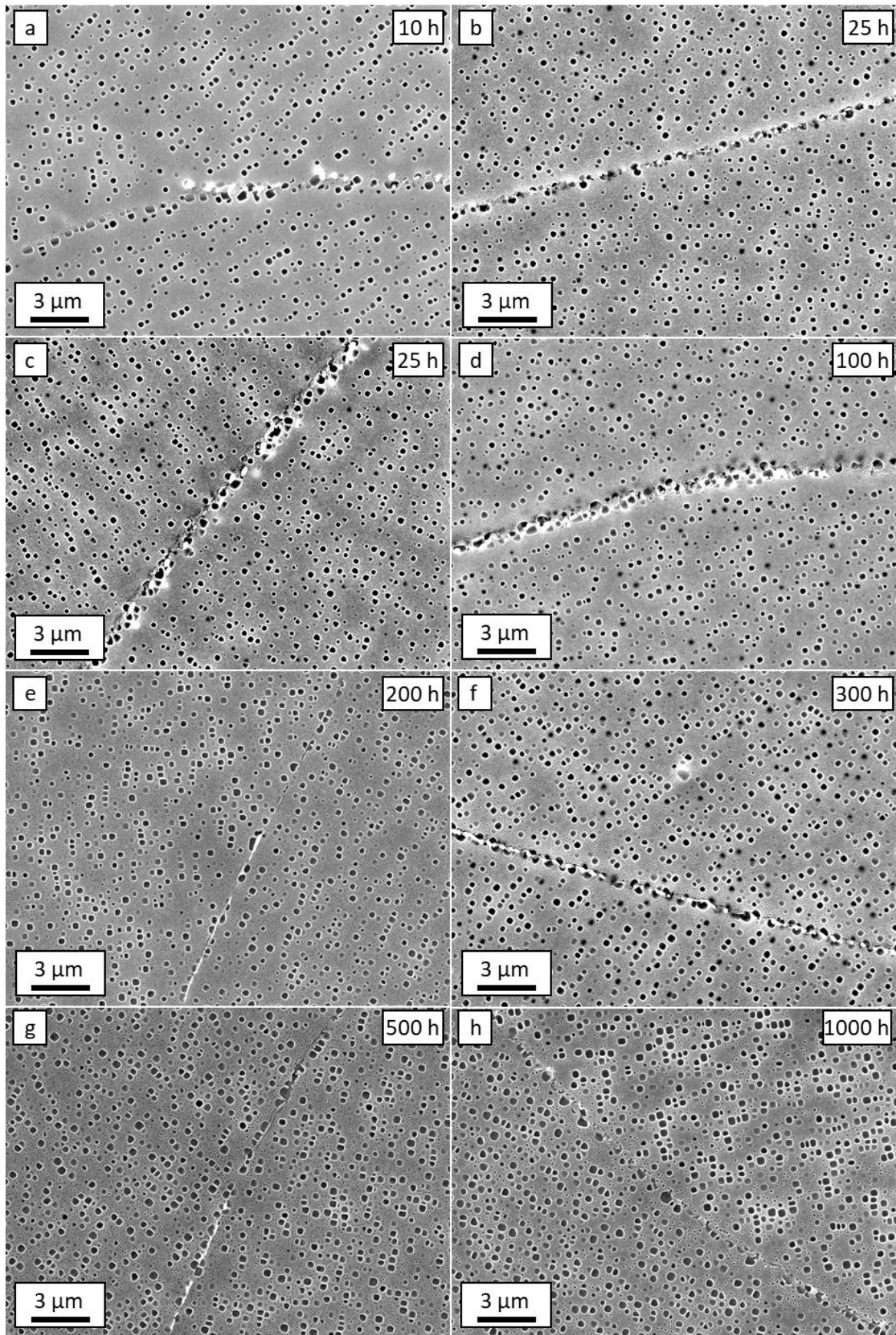


Figure 30 : microstructure aux joints de grains dans l'AD730TM HC après 10 h (a), 25 h (b), 50 h (c), 100 h (d), 200 h (e), 300 h (f), 500 h (g) et 1000 h (h) de surveillance à 800 °C

La croissance des précipités tertiaires γ'_{III} a également été étudiée. Comme le montrent les microstructures présentées figure 32, cette croissance est beaucoup plus visuelle que lors des vieillissements de la gamme de traitements thermiques standard, et ne semble pas saturer avant 1000 h à 800 °C. Les valeurs de rayons équivalents moyens correspondant à ces microstructures ont été tracées figure 31.

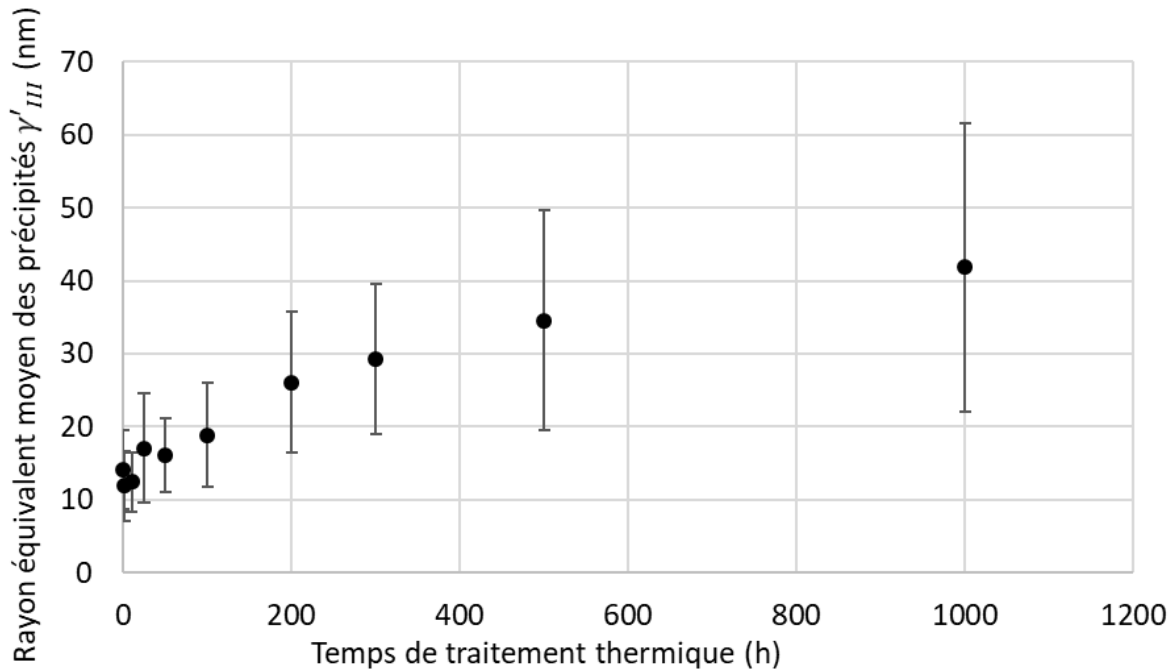


Figure 31 : évolution du rayon équivalent moyen des précipités tertiaires γ'_{III} dans l'AD730TM HC lors d'un survieillessement de 1000 h à 800 °C

La croissance de ces précipités γ'_{III} semble suivre **une loi de type LSW** proche de ce qui a été observé à des températures similaires dans l'AD730TM [Mrozowski 2021] et le René 65 [Laurence 2016]. Cela a été vérifié en traçant ces mêmes données sous la forme $R_{III}^3 - R_{III0}^3 = K_{III} t$ sur la figure 33. Le mécanisme à l'œuvre ici est donc bien le mûrissement d'Ostwald. Cependant, de nombreux cas de **coalescence de précipités tertiaires γ'_{III}** ont été observés tout au long du survieillessement, certains sont indiqués par des flèches en figure 34. Cela indique que la croissance des précipités, même si très bien décrite macroscopiquement par une loi LSW descriptive du mûrissement d'Ostwald, n'est pas uniquement due à ce mûrissement, mais à une combinaison plus complexe de mûrissement d'Ostwald et de coalescence déjà décrite dans l'AD730TM dans la sous-section I.1.2.4 [Mrozowski 2021]. **Aucune coalescence n'a été observée entre précipités tertiaires et secondaires.**

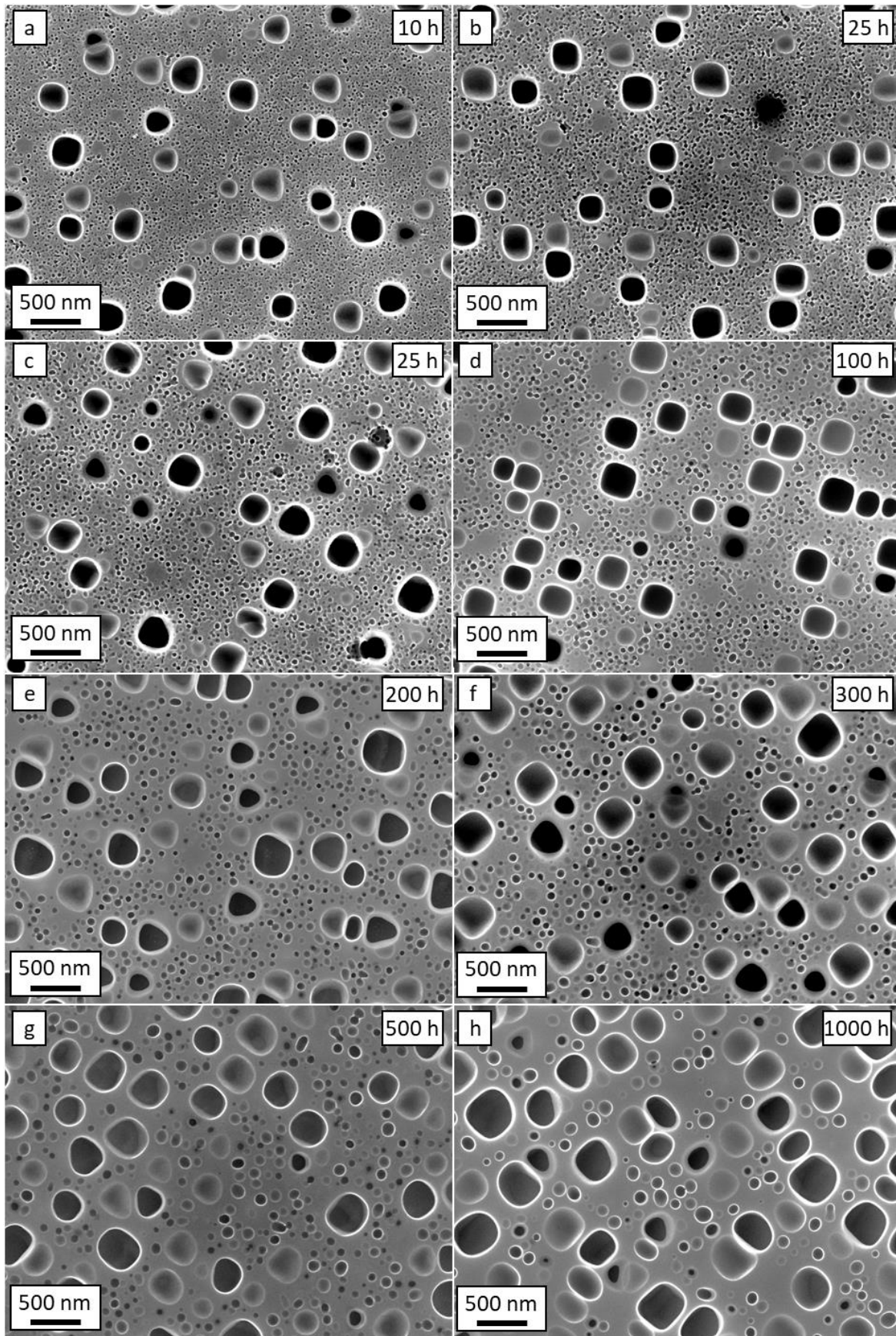


Figure 32 : microstructure à cœur de grains dans l'AD730TM HC après 10 h (a), 25 h (b), 50 h (c), 100 h (d), 200 h (e), 300 h (f), 500 h (g) et 1000 h (h) de vieillissement à 800 °C

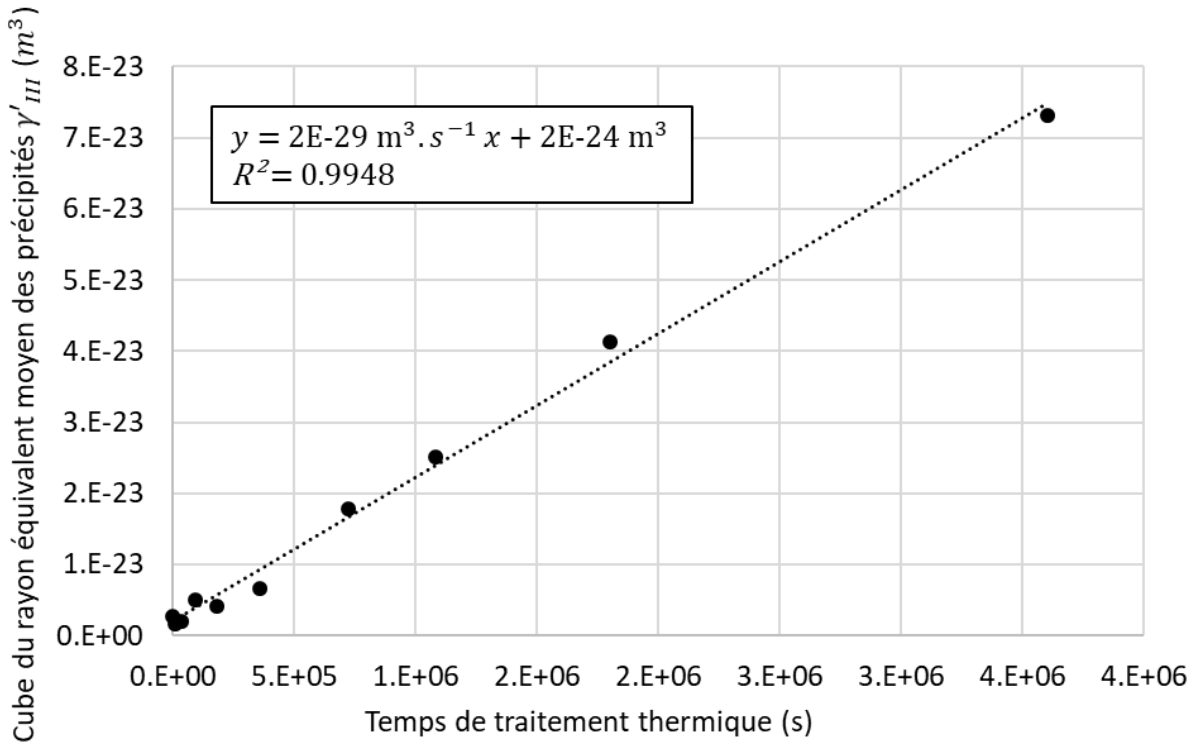


Figure 33 : évolution du cube du rayon équivalent moyen des précipités tertiaires γ''' dans l'AD730TM HC lors d'un suivi à 800 °C

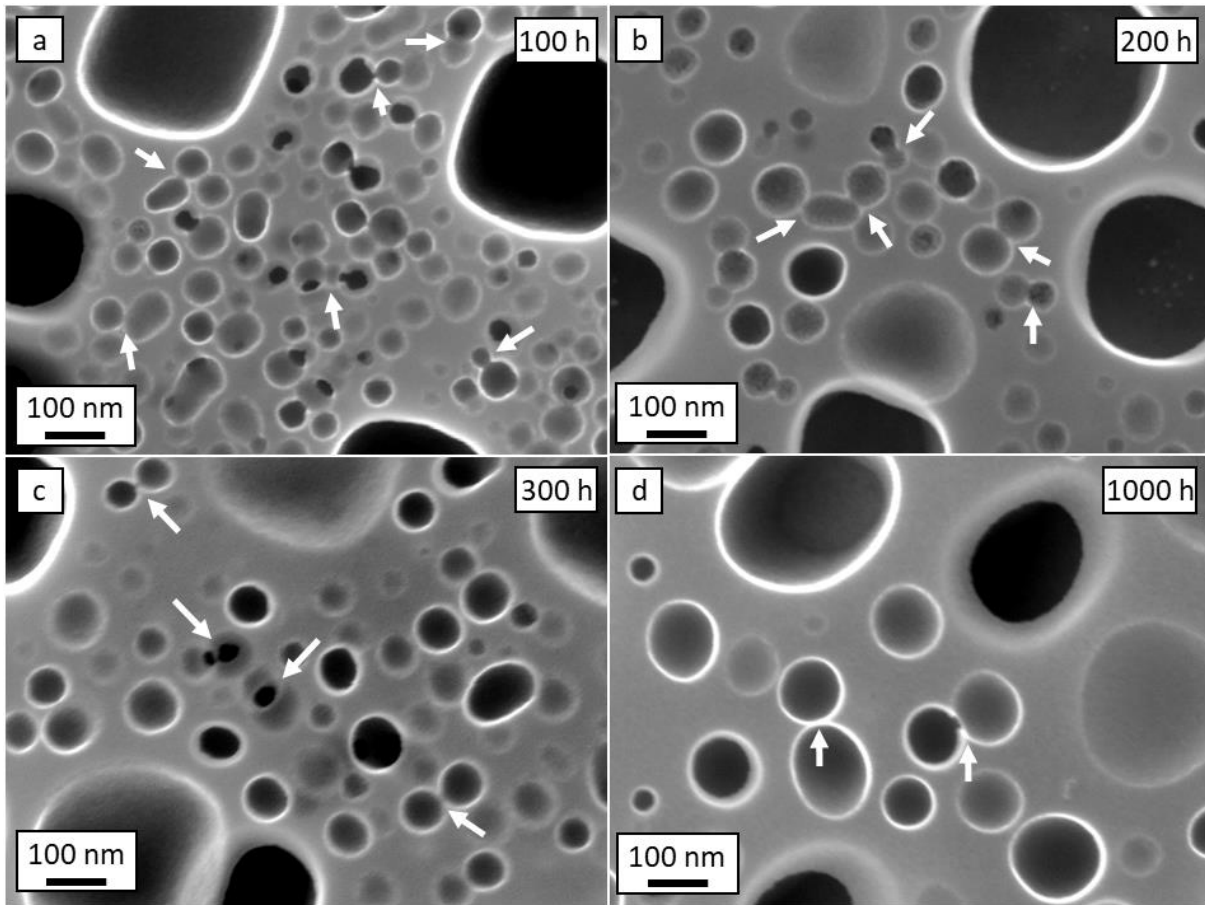


Figure 34 : coalescence de précipités tertiaires γ''' après 100h (a), 200 h (b), 300 h (c) et 1000 h (d) à 800 °C

Les observations réalisées à fort grandissement révèlent des contrastes dans les couloirs de matrice après 1000 h de survieissement comme le montre la figure 35. Ces contrastes pourraient correspondre à une population de **précipités quaternaires γ'_{IV}** . Comme illustré en figure 36, une étude portant sur des survieissements dans le N18 non présentée dans ce manuscrit a également permis de mettre en évidence la présence de tels précipités après 500 h à 850 °C.

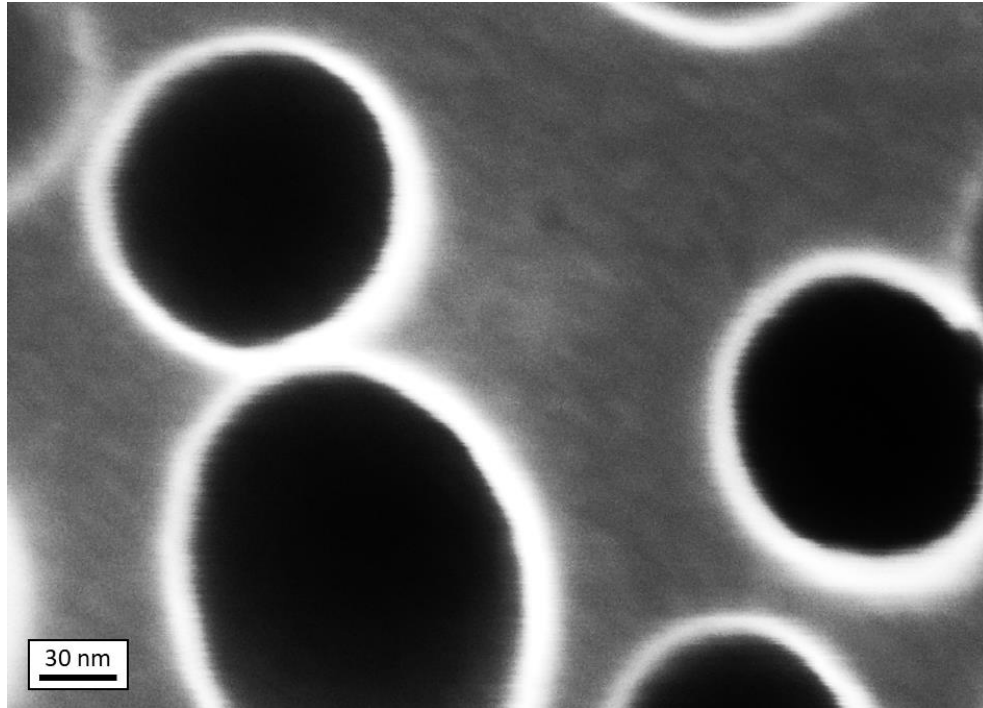


Figure 35 : microstructure entre les précipités tertiaires γ'_{III} à cœur de grains à très fort grandissement dans l'AD730TM HC après 1000 h de survieissement à 800 °C

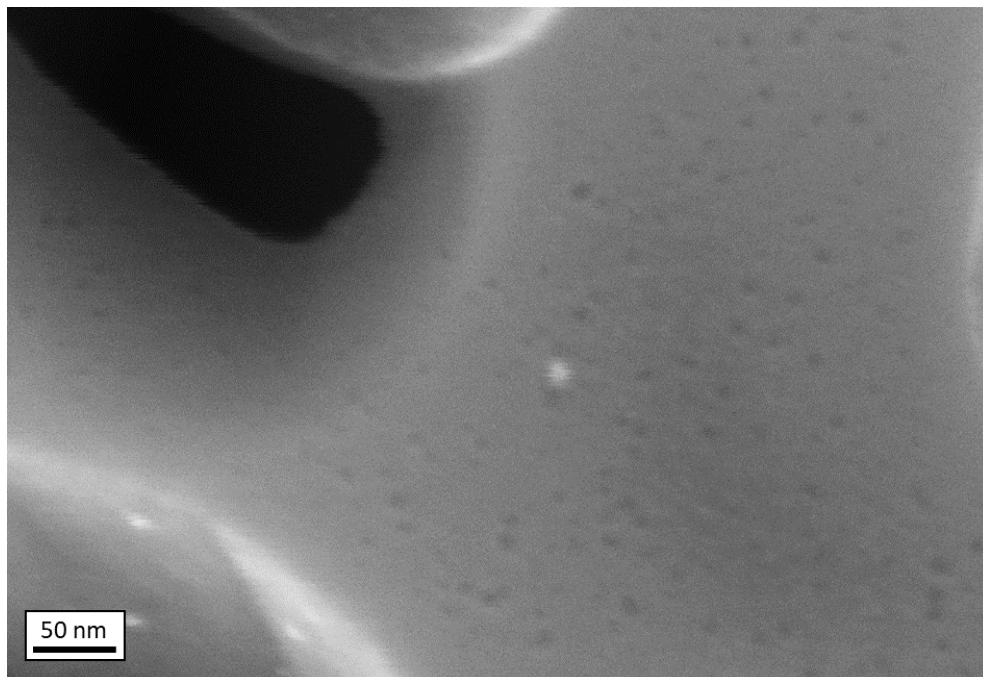


Figure 36 : microstructure entre les précipités tertiaires et secondaires à cœur de grains à très fort grandissement dans le N18 après 500 h de survieissement à 850 °C

Une étude de l'évolution de la fraction surfacique de précipités lors de ce traitement thermique a également été menée. Les données présentées en figure 37 montrent un pic à 25 h puis une fraction de précipités tertiaires d'environ 10 % stable jusqu'à 300 h à 800 °C. Cela peut s'expliquer par le mécanisme de **croissance des plus petits précipités tertiaires** au début du survieillissement, puis par le mûrissement d'Ostwald et la coalescence devenant les mécanismes principaux de croissance de cette population de précipités [Mrozowski 2021]. Il devient très difficile d'isoler automatiquement les précipités tertiaires des secondaires au-delà de ce temps de 300 h à 800 °C. C'est pourquoi la fraction surfacique n'a pas été mesurée pour 500 et 1000 h. La fraction de précipités secondaires semble augmenter jusqu'à 25 h, chuter jusqu'à 200 h puis augmenter à nouveau de 200 h à 1000 h à 800 °C. De la même façon, concernant cette dernière augmentation, il pourrait s'agir de précipités tertiaires de fort rayon de plus en plus nombreux pris en compte dans l'analyse automatique des précipités secondaires et faisant augmenter la valeur de fraction surfacique mesurée. L'augmentation de fraction jusqu'à 25 h vient confirmer l'hypothèse proposée au début de cette sous-section à propos de l'augmentation simultanée du rayon équivalent moyen et de la fraction surfacique de précipités secondaires due au changement de morphologie des précipités. La chute de fraction surfacique faisant suite à ce pic est également caractérisée par un fort écart-type sur les séries de mesures pouvant être lié à l'effet de coupe sur les particules en cours de changement de morphologie [Mrozowski 2021]. Certaines particules sont toujours cuboïdales, leur morphologie stable à 1080 °C, et d'autres tendent vers une forme sphérique, ou cubique à arêtes arrondies, le misfit tendant vers 0 aux alentours de 700-800 °C [Durand 2021]. La dispersion des mesures pourrait donc également être mise en cause. Globalement, la fraction surfacique de précipités secondaires à 800 °C est d'environ 20 %. Ces résultats sont en accord avec les simulations ThermoCalc pour cet alliage qui prévoient 33 % de fraction volumique totale de précipités à 800 °C. Les 3 % manquant peuvent s'expliquer par l'approximation fraction surfacique = fraction volumique, par la faible précision des mesures de fraction surfacique par analyse d'images due à l'effet de coupe, mais également par la possible présence d'une quatrième population de précipités. Les précipités intergranulaires γ'_{int} ne sont pas non plus pris en compte dans l'analyse, mais leur fraction surfacique est probablement négligeable.

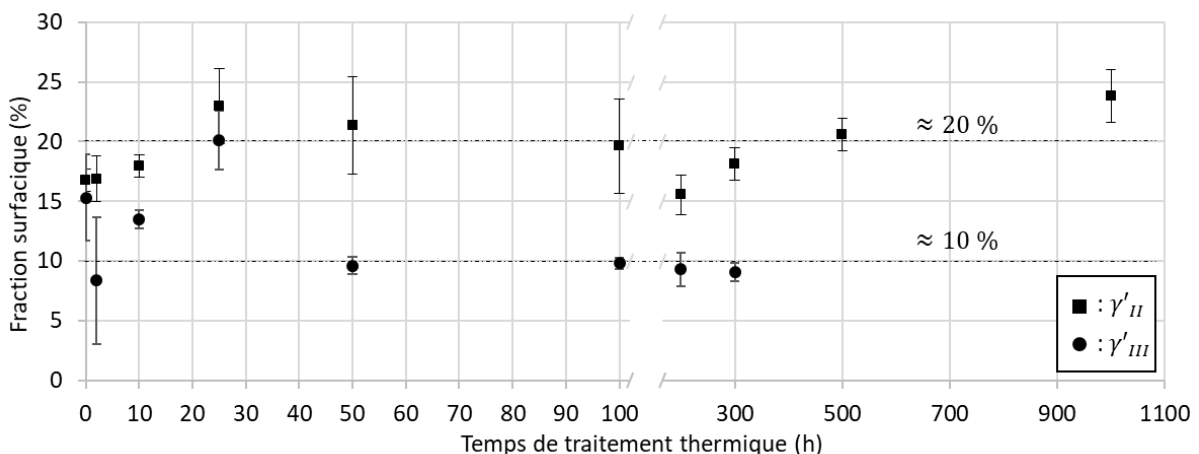


Figure 37 : évolution de la fraction surfacique de précipités intragranulaires dans l'AD730™ HC pendant un survieillissement de 1000 h à 800 °C

L'étude de ce survieillissement a également servi de support à l'étude de **l'influence de la présence des carbures et borures aux joints de grains**. Au total 172 joints de grains ont

été analysés, avec une largeur moyenne de PFZ de $1,16 \mu\text{m}$ entre l'état R1, lorsque se forment les carbures et borures, et l'état survieilli 1000 h à $800 \text{ }^\circ\text{C}$. 108 de ces joints de grains présentent des carbures, et la largeur de PFZ moyenne aux abords de ces joints vaut $1,14 \mu\text{m}$, contre $1,17 \mu\text{m}$ pour les joints de grains sans carbures, soit 2 % de différence. Il est donc clair que **la formation de ces particules n'affecte pas la largeur de PFZ**.

Un second survieillisement de 196 h à $800 \text{ }^\circ\text{C}$ a été effectué directement après une mise en solution supersolvus afin d'évaluer si la formation des carbures et borures seule, sans formation des précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} , cubiques pouvait conduire à la formation de PFZ. Comme le montre la figure 38, aucune évolution de microstructure n'a lieu pendant ce traitement thermique, en dehors d'une croissance très limitée des précipités secondaires par coalescence et de la formation des carbures et borures. Aucune PFZ n'a été détectée. Contrairement au cas du Nimonic PE16 [Maldonado and Nembach 1997] [Krol et al. 2004a], la formation des carbures et borures aux joints de grains n'a donc aucune influence sur la formation et la croissance des PFZ. Cependant, il reste très probable que le mécanisme menant à la formation des PFZ soit tout de même le mécanisme d'épuisement en soluté induit par la formation et la croissance des précipités secondaires intergranulaires.

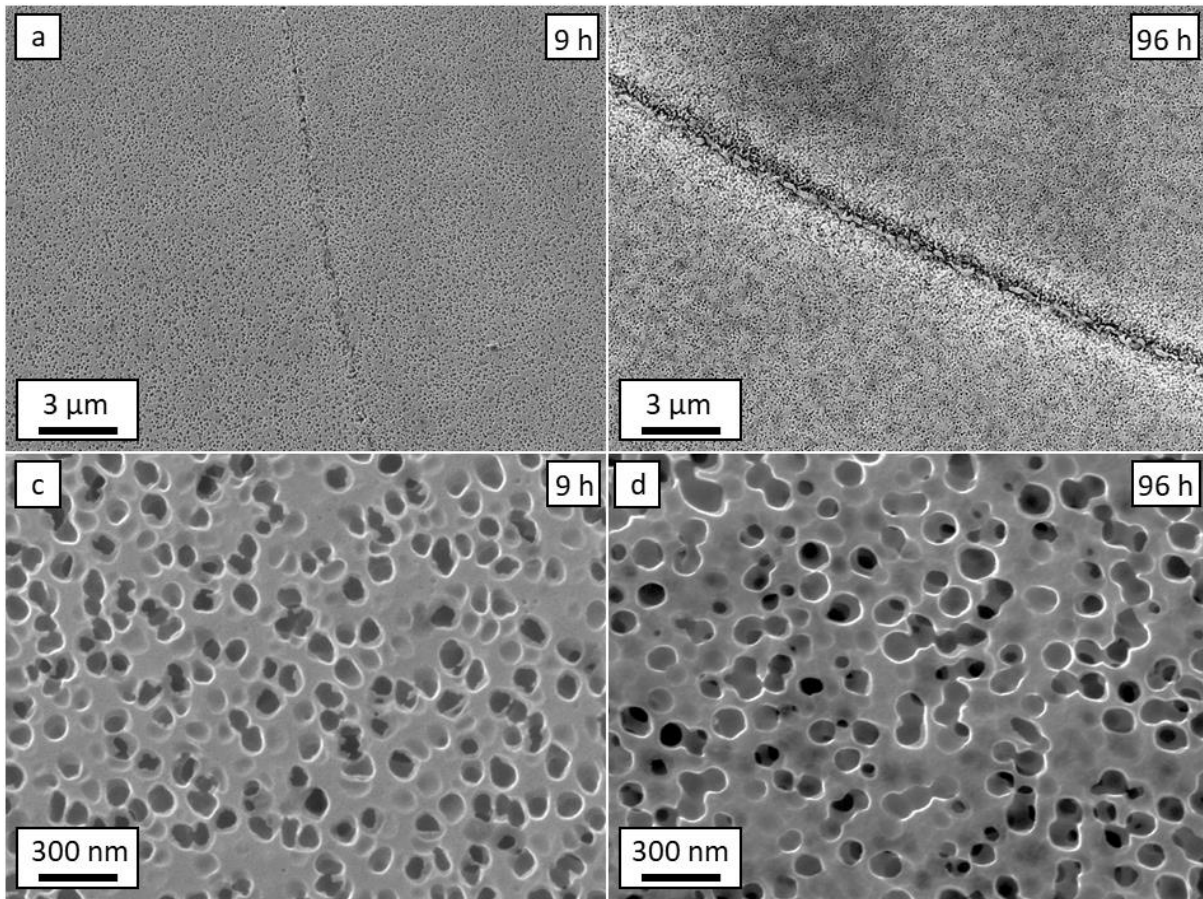


Figure 38 : microstructures aux joints de grains après 9 h (a) et 196 h (b) et à cœur de grains après 9 h (c) et 196 h (d) de l'AD730™ HC lors d'un survieillisement à $800 \text{ }^\circ\text{C}$ effectué après la mise en solution MS1

I.2.2.2 : Evolutions de microstructures lors d'essai de fluage à basses contraintes.

La formation des PFZ a également été étudiée lors de quatre « traitements thermomécaniques » afin d'évaluer l'influence de la contrainte appliquée sur la formation des PFZ, et afin de se positionner par rapport aux mécanismes de formation de PFZ lors du fluage, déjà observé dans des superalliages base Nickel [Tien and Gamble 1971] [Gibbons 1972]. De plus, il a été montré dans les sections précédentes que les PFZ se forment principalement lors de la seconde mise en solution MS2. Il a donc été décidé d'étudier l'influence de l'ajout d'une contrainte lors de cette étape, et lors de la suivante, le vieillissement R1 à 800 °C. Ainsi quatre barreaux de diamètre 7 mm et de longueur 50 mm ont subi la mise en solution supersolvus MS1, suivie de la mise en solution subsolvus MS2 pour deux de ces barreaux. Des éprouvettes de type M6, présentées en annexes, ont ensuite été usinées et polies et des essais de fluage interrompus ont été effectués sur ces éprouvettes. Ils sont présentés dans le tableau 3. Les déformations plastiques mesurées sur éprouvettes après essais étant extrêmement faibles et compte tenu de l'incertitude de mesure, elles n'ont pas été prises en compte dans la mesure des largeurs de PFZ. Des coupes longitudinales ont été réalisées sur ces éprouvettes, puis elles ont été analysées de la même façon que les pastilles.

Dans un premier temps, les valeurs de largeur de PFZ obtenues ont été comparées aux valeurs de largeur de PFZ équivalente en statique. Les résultats sont résumés dans le tableau 3.

Tableau 3 : tableau récapitulatif des traitements thermomécaniques et des largeurs de PFZ correspondantes

T Th préalable	T (°C)	t stab° (h)	σ (MPa)	t flu (h)	ϵ_p (%)	w (μm)	SD (μm)
MS1	1080	0	0	8.5	/	2.46*	0.79*
MS1		4.5	12	4	-0.1 \pm 0.1	2.52	0.83
MS1			20		-0.6 \pm 0.1	2.54	0.57
MS2	800	0	0	4	/	2.19	0.84
MS2		4.5	200	4	0.5 \pm 0.1	1.89	0.64
MS2			300		0.5 \pm 0.1	1.72	0.47

Les points de comparaison en statique pour 1080 et 800 °C ont été respectivement calculés d'après l'équation identifiée dans la section I.2.1.2 et la mesure de largeur de PFZ à la fin du R1 présentée dans cette même section. **Les valeurs de largeur de PFZ mesurées après fluage à 1080 °C sont clairement similaires à celle obtenues en statique.** Il n'y a donc pas d'effet de l'application d'une contrainte à 1080 °C sur la formation des PFZ. Cependant les contraintes appliquées restent très faibles. Il en serait peut-être autrement pour des contraintes plus élevées, impliquant une influence éventuelle de la plasticité. De la même façon **les valeurs mesurées après fluage à 800 °C sont similaires et plus faibles qu'en statique.** Il est donc peu probable que la contrainte appliquée influence la formation des PFZ. Le fait que les valeurs après fluage soient plus faibles qu'en statique pourrait s'expliquer par des différences de microstructures initiales dans les barreaux utilisés ou par des températures réelles légèrement différentes lors des traitements thermiques préalables.

L'influence de l'orientation des joints de grains par rapport à la direction de sollicitation sur la formation des PFZ a également été étudiées. Les résultats sont résumés dans le tableau 4.

Tableau 4 : comparaison des largeurs de PFZ en fonction de l'orientation des joints de grains par rapport à la direction de sollicitation lors des 4 traitements thermomécaniques

1080 °C	12 MPa			20 MPa		
	⊥	//	~	⊥	//	~
w (μm)	2.15	3.07	2.32	2.50	2.43	2.72
SD (μm)	0.45	1.07	0.52	0.47	0.55	0.65
800 °C	200 MPa			300 MPa		
	⊥	//	~	⊥	//	~
w (μm)	2.06	1.66	1.94	1.79	1.63	1.73
SD (μm)	0.90	0.30	0.53	0.62	0.31	0.43

Les joints de grains ont été classés en trois catégories, les joints de grains perpendiculaires à la direction de sollicitation en deux dimensions (⊥), les joints de grains parallèles à cette direction (//), et les joints de grains n'étant ni parallèles, ni perpendiculaires (~). 10 joints de grains ont été analysés pour chaque échantillon et chaque famille. A 1080 °C sous 12 MPa, les joints de grains parallèles à la direction de sollicitation présentent en moyenne des PFZ plus larges, ce qui va à l'encontre du mécanisme de formation par transport de matière lors du fluage de type Herring-Nabarro. Ce phénomène n'a toutefois pas été observé sous 20 MPa, où les joints perpendiculaires et parallèles à la direction de sollicitation présentent la même largeur de PFZ. Aucune tendance claire n'émerge donc. Aucune modification de la microstructure par rapport au traitement thermique statique n'a été observée, seules quelques particules aux joints de grains ont été détectées. Il est possible que ces dernières se soient formées lors du refroidissement qui est plus lent que lors d'un traitement thermique statique. Les microstructures après fluage sont illustrées en figure 39 c) et d). A 800 °C et sous 200 MPa, les joints parallèles à l'axe de sollicitation présentent des PFZ moins larges que les joints perpendiculaires et quelconques, ce qui est en accord avec le mécanisme précédemment cité. Cependant, sous 300 MPa, aucune différence entre les trois familles de joints de grains n'a été observée, ce qui laisse à penser qu'il s'agit là-aussi de simples déviations statistiques.

Les microstructures après fluage sont cependant différentes des microstructures équivalentes après traitements thermiques, comme le montrent les figures 39 a) et b). En effet, la morphologie des précipités secondaires et tertiaires a été modifiée. Les secondaires sont devenus des cubes à arêtes beaucoup plus saillantes, et pour certaines orientations comme celle du grain gauche de la figure 39 b), il y a évidence d'une activité plastique locale avec des contrastes pouvant être associés aux passages de dislocations. Comme le montre la figure 40, la morphologie des tertiaires a également été modifiée : alors qu'ils étaient sphériques avant essai, ils ont des morphologies allant de sphériques à octodendritiques après fluage. Cela pourrait être dû à la contrainte appliquée accélérant les cinétiques de diffusion. La présence de précipités quaternaires γ'_{IV} a également été remarquée après les deux essais à 800 °C. Ces précipités sont plus gros qu'après le survieillessement de 1000 h à 800 °C, indiquant une croissance accélérée lors du fluage. Ils se situent principalement dans les couloirs de matrice entre précipités secondaires γ'_{II} et tertiaires γ'_{III} mais également parfois entre les tertiaires. Cependant, la vitesse de refroidissement en fin d'essai (≈ 6 °C/min) est plus faible qu'après un traitement thermique (≈ 700 °C/min), laissant le temps à la microstructure d'évoluer, et plus particulièrement aux précipités tertiaires et quaternaires de croître et changer de morphologies. Ces quatre essais ne sont pas suffisant pour répondre de manière

définitive quant aux mécanismes de formation des PFZ sous contraintes dans les superalliages base nickel. Cependant **ces premiers résultats semblent indiquer que, dans les conditions testées, les mécanismes de formation par transfert de matière et par glissement et migration des joints de grains en fluage n'interviennent pas.** Il pourrait en être autrement pour des essais plus longs.

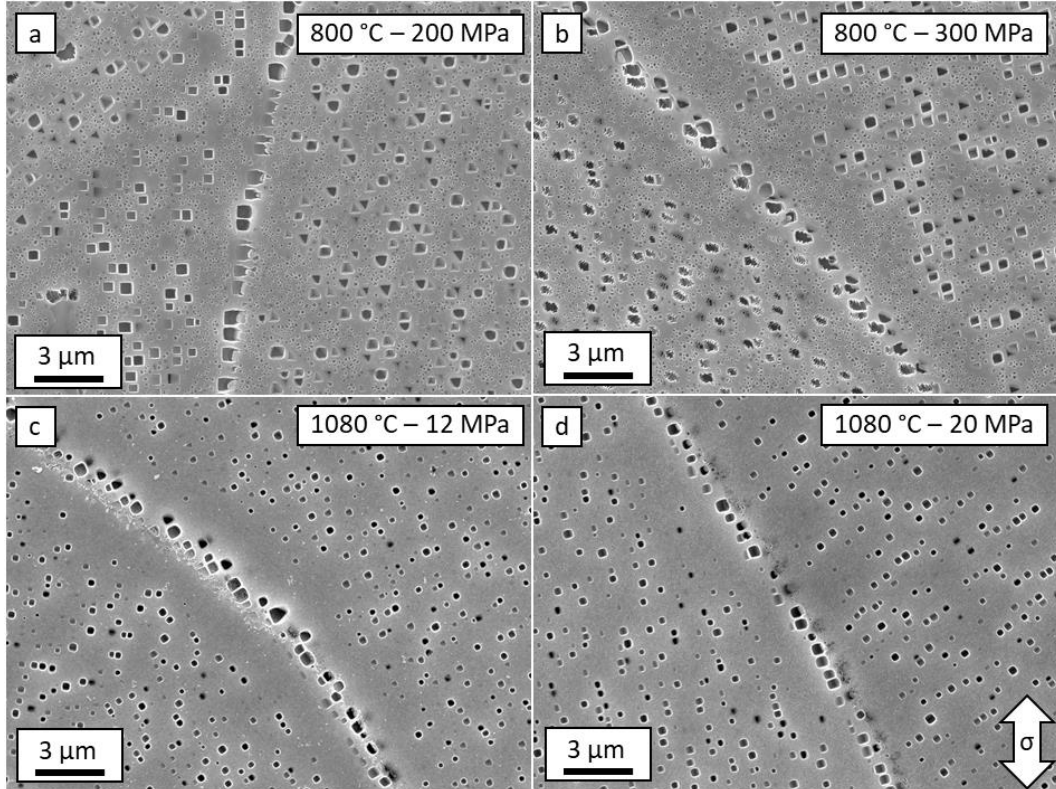


Figure 39 : microstructures de l'AD730™ HC aux abords des joints de grains après fluage pendant 4 h à 800 °C sous 200 MPa (a) et 300 MPa (b) et à 1080 °C sous 12 MPa (c) et 20 MPa (d)

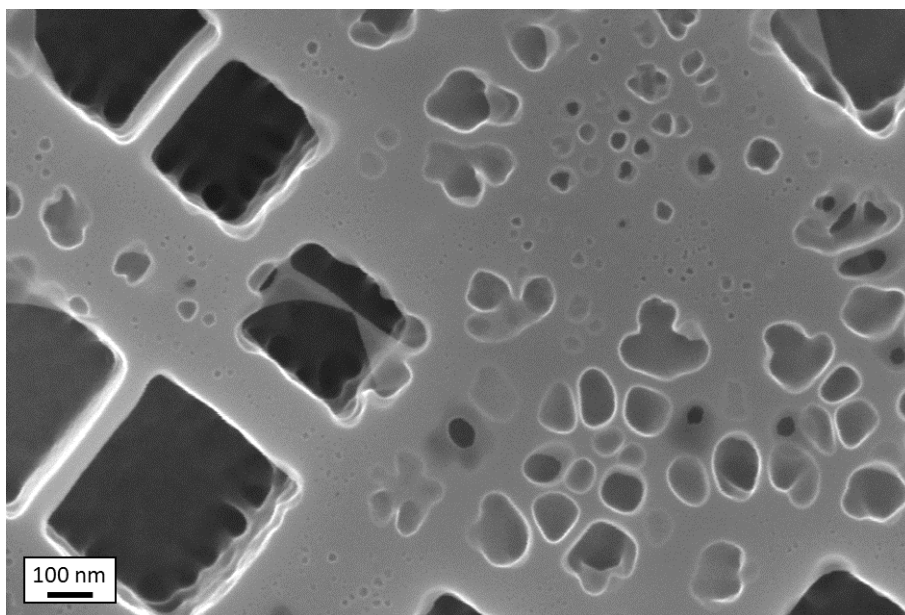


Figure 40 : microstructure de l'AD730™ HC à cœur de grains après 4h de fluage à 800 °C sous 300 MPa

1.2.3 : Influence de la taille de grains sur la croissance des PFZ

Il a été montré dans le Nimonic PE16 [Maldonado and Nembach 1997] [Krol et al. 2004a] que la taille de grains pouvait avoir un impact direct sur la formation et la croissance des PFZ. En effet, dans le cas du mécanisme de formation des PFZ par épuisement en soluté, la dissolution des précipités aux abords des joints de grains est due à la formation d'une nouvelle phase aux joints de grains, et donc à la surface totale de joints de grains disponibles. Une étude a donc été menée sur les 5 alliages de l'étude et plus particulièrement sur l'AD730TM HC, afin de déterminer l'impact de la taille de grains sur la croissance des PFZ, tout en restant dans le cas de microstructures à grains grossiers.

La première partie de cette étude consiste en une comparaison des valeurs de coefficients de croissance des PFZ lors du plan d'expérience de traitements thermiques proche solvus présenté plus en détails dans le chapitre I.2. Ce plan d'expérience est composé pour chacun des cinq alliages de 5 traitements thermiques de 1 h à 25 h à des températures inférieures au solvus de 30, 50 et 70 °C après une mise en solution supersolvus d'une heure. Les tailles de grains après mise en solution ont été mesurées après avoir retiré les joints de macles à l'aide de cartographies EBSD présentées figure 41.

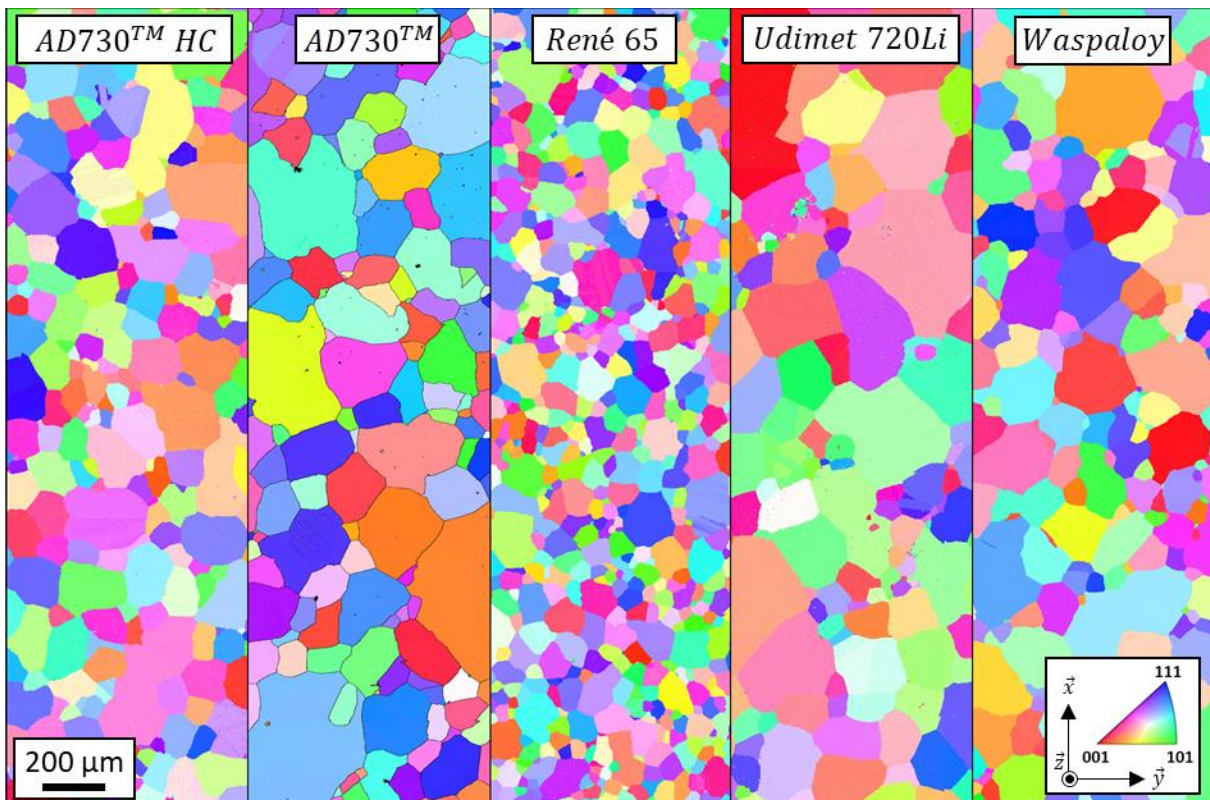


Figure 41 : cartographies EBSD présentant les microstructures à l'échelle des grains pour les 5 alliages de l'étude en version gros grains. La figure de pôle inverse est codée par rapport à la normale à la surface des échantillons

Les tailles de grains moyennes mesurées, présentées dans le tableau 5, vont de 97 μm pour le René 65, à 226 μm pour l'Udimet 720Li. **Aucune tendance claire n'a été observée concernant les coefficients de croissance des PFZ. Il semble donc peu probable que la taille de grains ait un impact significatif sur la croissance des PFZ tant que les microstructures restent « à grains grossiers ».** Une différence assez nette de comportement est tout de même à noter pour le

Waspaloy avec des coefficients de croissance des PFZ nettement inférieurs, malgré une taille de grains intermédiaire entre les deux versions d'AD730TM et l'Udimet 720Li. Cela s'explique par la plus faible température absolue des traitements thermiques proche solvus, le solvus de la phase γ' étant plus bas dans cet alliage. Les mécanismes de diffusion, supposés responsables de la formation et de la croissance des PFZ, étant très sensibles à la température, une température plus basse implique une diffusion plus lente, et donc une formation et une croissance plus lente des PFZ.

Tableau 5 : coefficients de croissance des PFZ en fonction de la taille de grains moyenne et de la température de traitement thermique pour les 5 alliages de l'étude

Alliage	T_s (°C)	D_{moy} (μm)	T_{MS} (°C)	K_{PFZ} ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)		
				$T_s - T_{TTh}$ (K)		
				30	50	70
AD730 TM HC	1110	152	1120	1.91E-16	5.17E-17	2.11E-17
AD730 TM	1110	158	1120	1.33E-16	3.66E-17	1.40E-17
René 65	1110	97	1120	1.30E-16	3.47E-17	1.05E-17
Udimet 720Li	1150	226	1160	1.81E-16	4.82E-17	2.12E-17
Waspaloy	1030	187	1080	2.31E-17	6.22E-18	3.69E-18

La largeur de PFZ après 4 h de traitement thermique à 1080 °C a également été comparée pour trois échantillons d'AD730TM HC présentant des tailles de grains moyennes différentes. Comme le montre la figure 42, aucune tendance n'a été observée, concernant la largeur moyenne de PFZ (w), la largeur maximale (Max), ou la dispersion des valeurs représentée par l'écart-type (σ).

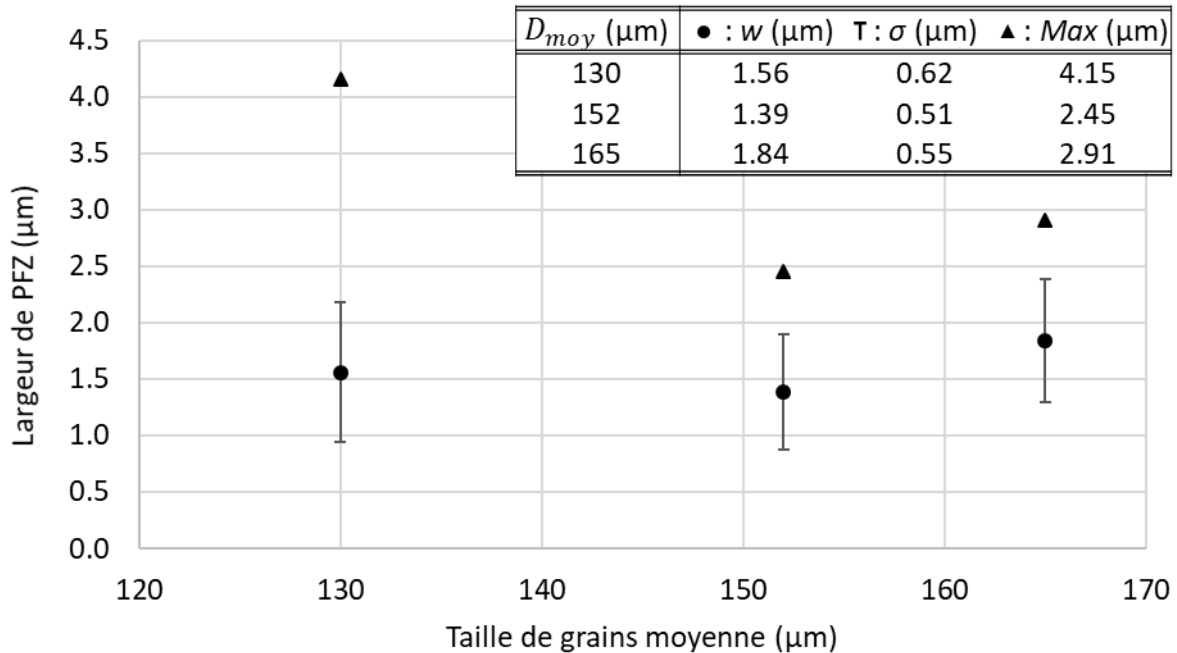


Figure 42 : évolution de la largeur de PFZ en fonction de la taille de grains moyenne dans l'AD730TM HC

Les paramètres de mise en solution supersolvus influant directement sur la taille de grains moyenne [Panella 2021], une étude de la sensibilité de la largeur de PFZ au temps et à la température de mise en solution supersolvus a également été menée. Les PFZ ne se forment pas lors du refroidissement post mise en solution, mais lors de traitements thermiques proches solvus, les largeurs de PFZ ont été mesurées après 4 h à 1080 °C. Comme présentée en figure 43, la valeur moyenne de la largeur de PFZ et la dispersion des valeurs ne semblent pas impactées par les variations de temps et de température de mise en solution. En revanche, la valeur maximale de largeur de PFZ semble augmenter avec la température de mise en solution. Cela pourrait être dû à une taille de grains plus élevée. La valeur de taille de grains moyenne est déjà connue pour l'échantillon mis en solution 1 h à 1120 °C et vaut 165 μm , celle pour l'échantillon présentant la plus haute largeur de PFZ maximale, c'est-à-dire l'échantillon mis en solution 1 h à 1135 °C, a été mesurée et vaut 178 μm . En prenant en compte les résultats précédents concernant les autres alliages et la variation de taille de grains pour une même mise en solution, il semble peu probable que cette augmentation soit liée à une si faible variation de taille de grains. **Des travaux plus poussés seront nécessaires pour invalider définitivement l'hypothèse d'une augmentation de la valeur maximale de largeur de PFZ liée à l'augmentation de la taille de grains.**

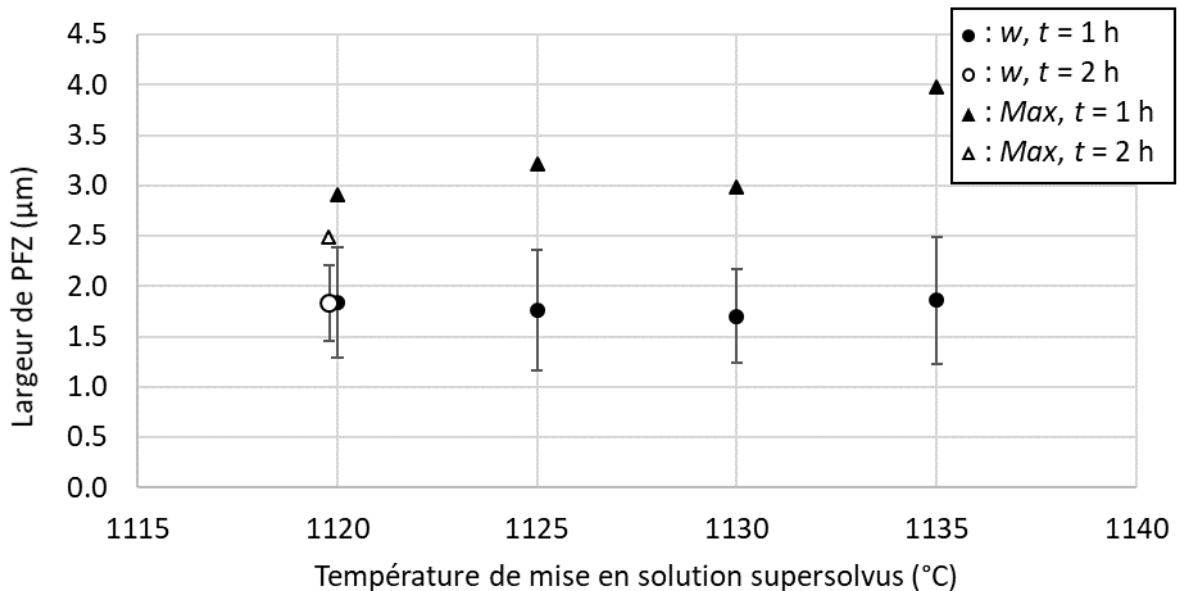


Figure 43 : évolution de la largeur de PFZ en fonction de la température de mise en solution supersolvus dans l'AD730™ HC

Il a également été remarqué concernant l'échantillon mis en solution 1 h à 1135 °C et ayant subi ensuite un traitement thermique proche solvus de 4 h à 1080 °C que des particules se forment aux joints de grains lors de ce dernier traitement thermique. Elles sont illustrées en figure 44.

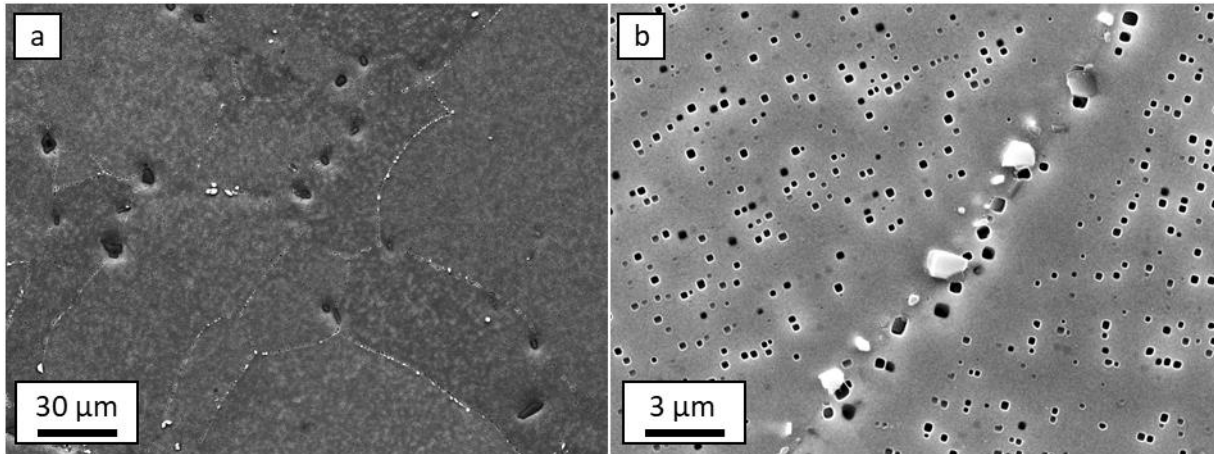


Figure 44 : microstructure de l'AD730™ HC après 1 h à 1135 °C et 4 h à 1080 °C à faible grandissement (a) et fort grandissement (b)

Ces particules ont été identifiées grâce à des cartographies EDS présentées en figure 45 comme des carbures riches en titane et en niobium. Du molybdène ressort également au niveau de ces particules sur les cartographies, mais il est possible, comme présenté dans le spectre associé, que cela corresponde à une superposition avec une raie du niobium.

La formation de ces particules pourrait être due à une plus grande longueur de diffusion des atomes de Nb et Ti à 1135 °C qu'aux autres températures de mise en solution modifiant la chimie locale dans les joints de grains ou à leurs abords. Le faible temps de mise en solution ne permettant pas aux carbures de se former, ils ne se forment que lors du traitement thermique suivant à 1080 °C. Cela pourrait également être en partie dû à une décomposition des (Ti,Nb)(C,N) primaires à cette température relâchant du titane et du niobium dans la matrice. Ces atomes pourraient alors diffuser dans les joints de grains et permettre la formation des carbures secondaires riches en Ti et Nb lors du traitement thermique suivant.

La formation de ces carbures ne concernant pas tous les joints de grains, la valeur de largeur de PFZ n'est pas affectée. Cependant, contrairement aux carbures et borures riches en Cr, Mo et W formés lors des vieillissements qui sont inertes vis-à-vis des mécanismes de diffusion menant à la croissance des PFZ, les carbures ici formés contiennent du Ti et du Nb, qui sont les deux espèces principalement responsables de la formation des PFZ par diffusion (voir chapitre I.4). Cela pourrait donc expliquer la plus forte valeur maximale de largeur de PFZ pour cette condition de mise en solution, **la formation de carbures riches en Ti et Nb accélérant le mécanisme d'épuisement en soluté aux abords des joints de grains.**

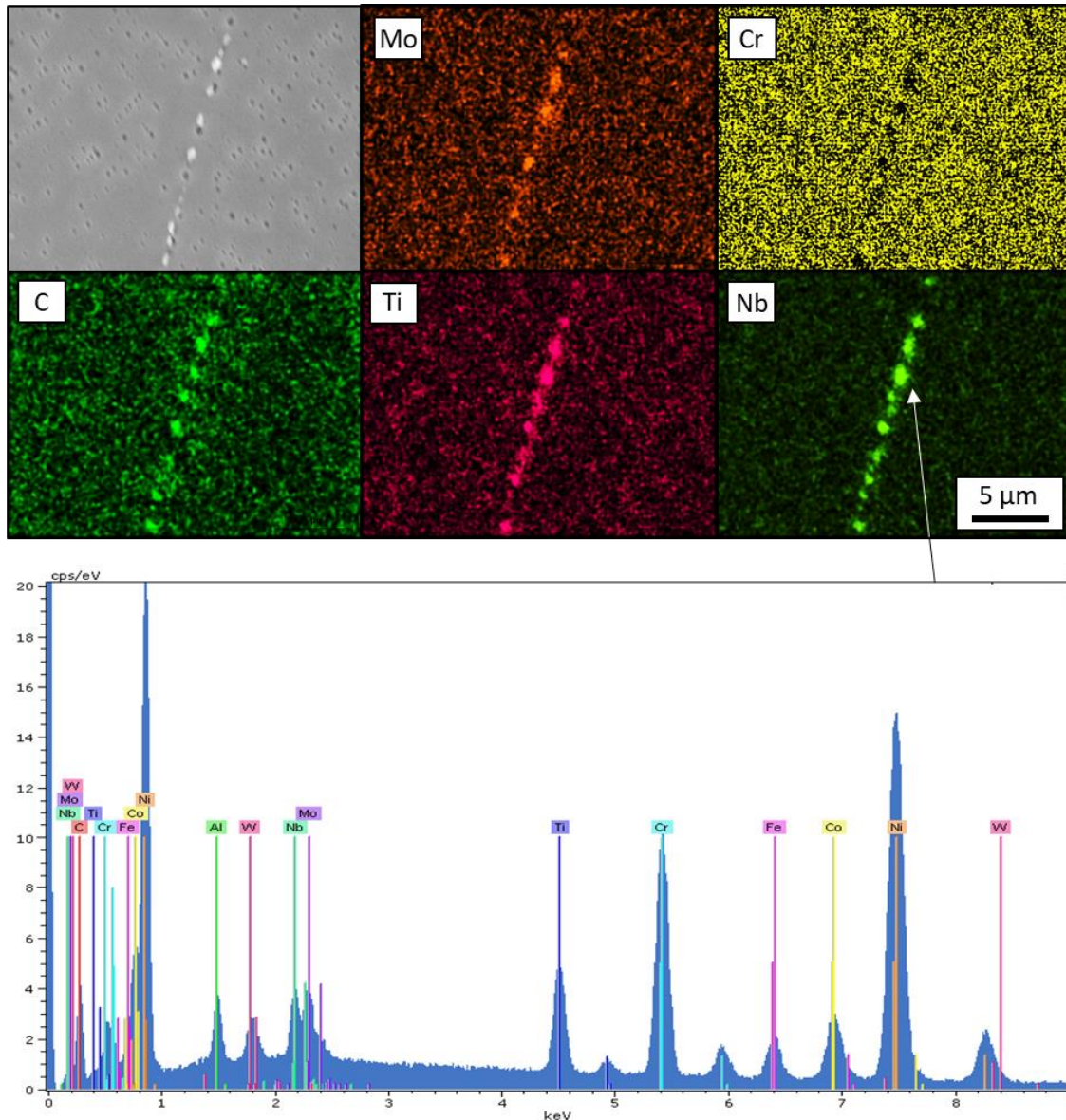


Figure 45 : cliché MEB en électrons secondaires, cartographies EDS et spectre associé à une des particule au joint de grains dans l'AD730TM HC après 1h de mise en solution à 1135 °C et 4 h à 1080 °C

1.2.4 : Désorientation entre les grains dont les joints présentent des PFZ

Afin d'évaluer les éventuels impacts de la cristallographie sur la formation des PFZ, 65 joints de grains présentant des PFZ, soit 130 PFZ, ont été analysés sur un échantillon d'AD730TM HC après une mise en solution supersolvus d'une heure à 1120 °C et un traitement thermique proche solvus de 25 h à 1080 °C. L'orientation cristallographique des grains attenants a été déterminée par EBSD. A l'aide des données cristallographiques obtenues, deux paramètres ont été calculés : la désorientation entre grains voisins séparés par un joint de grains présentant des PFZ (θ), et la désorientation entre la normale au joint de grains et les directions de type $\langle 100 \rangle$ (α). Pour ce second paramètre, les joints de grains ont été supposés plans et perpendiculaires à la surface de l'échantillon, et la désorientation a été calculée pour les 3 directions de type $\langle 100 \rangle$. L'angle α correspond à la désorientation de la direction de type

$\langle 100 \rangle$ de moindre désorientation par rapport à la normale au joint de grains. Un exemple est présenté en figure 46.

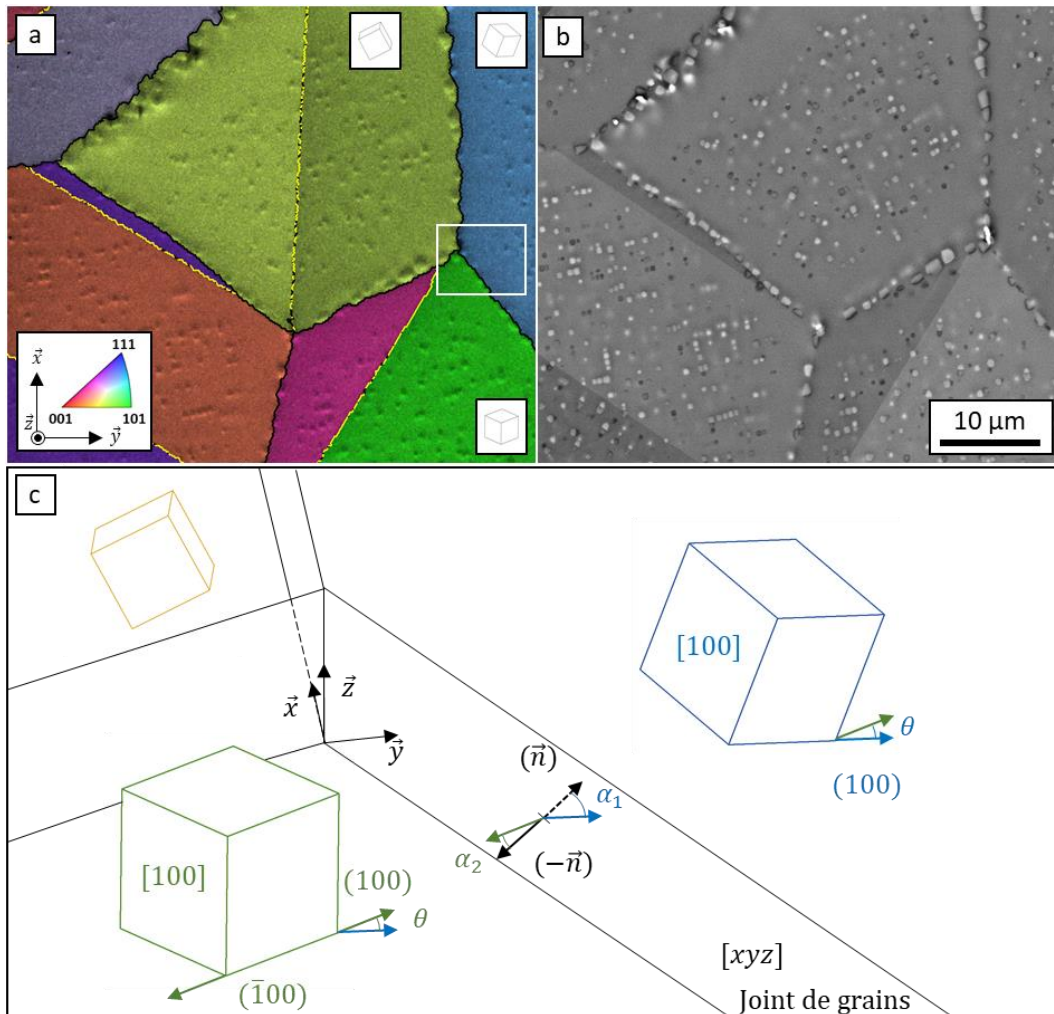


Figure 46 : cartographie EBSD (IQ+IPF) codé selon l'axe \vec{y} (a), cliché MEB en électrons retrodiffusés (b) d'une zone contenant 4 joints de macles et 7 joints de grains dans l'AD730TM HC après MS1 et 25 h à 1080 °C et schéma explicatif du calcul des angles α et θ (c)

Le premier résultat ayant pu être tiré de cette étude est la **non formation de PFZ aux joints de macle**. Cette observation avait déjà été faite lors des précédentes analyses présentées dans ce manuscrit, mais aucune donnée cristallographique ne soutenait ce propos. 50 joints de macle ont été analysés et seul un de ces joints présente des PFZ. Ce joint est présenté en figure 46, ainsi que 3 joints de macles ne présentant pas de PFZ. Ce joint particulier est extrêmement proche d'un joint de grains, et donc situé dans la PFZ associée à ce joint de grains. Il est donc probable que la PFZ soit dans ce cas uniquement due au gradient de concentration en soluté induit par les précipités secondaires formés au joint de grains, et non au joint de macle en lui-même. Cette configuration montre également que la présence d'un joint de macle à proximité immédiate d'un joint de grains n'altère pas le mécanisme de formation des PFZ. Le fait que les PFZ ne se développent pas aux joints de macle pourrait être dû à la forte cohérence de ces joints, et donc au faible espace disponible au niveau du joint ne permettant pas la précipitation de précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} et limitant la diffusion intergranulaire.

Les différentes largeurs de PFZ ont été tracées sur la figure 47 en fonction de la désorientation entre grains voisins. Aucune tendance n'a été observée. Cependant, les plus hautes valeurs de largeur de PFZ semblent concentrées aux joints de grains de forte désorientation. 73 % des valeurs supérieures à la valeur moyenne des largeurs de PFZ (3,41 μm) concernent des joints de désorientation supérieure à 40 °, là où ces joints de grains ne représentent que 57 % des joints de grains. Cette valeur monte à 83 % pour les joints de grains présentant des largeurs PFZ supérieur à 5 μm . Il est également intéressant de noter que les largeurs de PFZ de part et d'autres d'un même joint de grains peuvent être très différentes malgré une désorientation intergranulaire identique. Cela laisse à penser que **la largeur de PFZ n'est pas influencée par cette désorientation**, mais pourrait l'être par l'orientation des joints de grains par rapport à l'orientation du grain à laquelle la PFZ appartient.

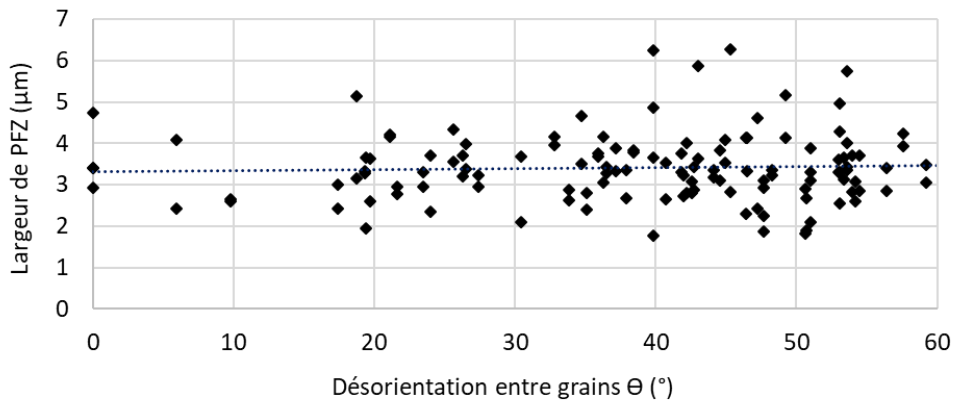


Figure 47 : largeur de PFZ en fonction de la désorientation entre grains Θ dans l'AD730TM HC mis en solution 1 h à 1120 °C puis traité thermiquement 4 h à 1080 °C

En l'absence de données sur la morphologie et l'orientation des joints de grains dans la profondeur de l'échantillon, cette étude a été menée à l'aide des mêmes données que la précédente en prenant l'hypothèse que les joints de grains sont plans et perpendiculaires à la surface de l'échantillon. Les résultats présentés en figure 48 ne montrent aucune tendance. Cependant ces résultats sont à nuancer, il faudrait effectuer des coupes sériées et reconstruire l'agrégat polycristallin et caractériser les joints de grains en trois dimensions afin de pouvoir affirmer que **la désorientation α entre les joints de grains et les grains n'a aucune influence sur la largeur de PFZ**.

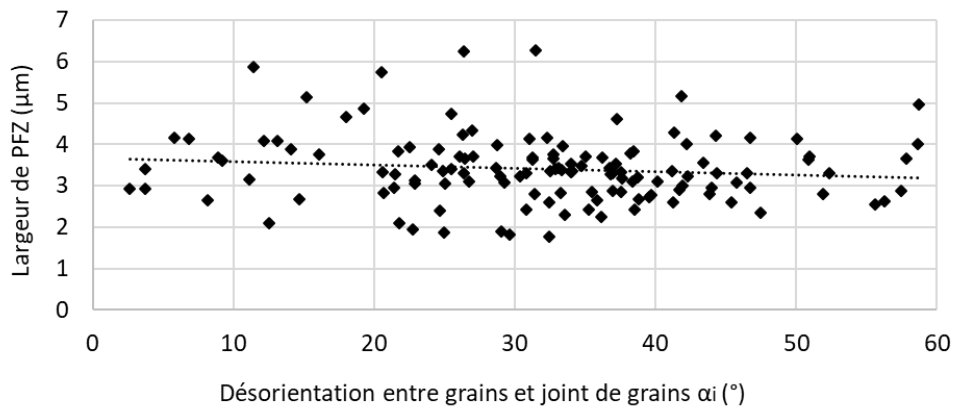


Figure 48 : largeur de PFZ en fonction de la désorientation entre grains et joints de grains α dans l'AD730TM HC mis en solution 1 h à 1120 °C puis traité thermiquement 4 h à 1080 °C

1.2.5 : Bilan du chapitre 1.2

Les différents travaux présentés dans ce chapitre avaient pour but de déterminer les conditions de formation des PFZ et les différents paramètres pouvant influencer leur croissance. Il s'agissait aussi de positionner le cas des superalliages base nickel γ/γ' polycristallins par rapport aux différents mécanismes de formation des PFZ déjà étudiés dans la littérature et présentés dans le chapitre 1.1.

L'étude de la gamme de traitements thermiques standard permettant d'obtenir une microstructure à grains grossiers dans l'AD730TM a permis de mettre en évidence que la formation et la croissance des PFZ sont essentiellement associées à la seconde étape de cette gamme. Le mécanisme physique évoqué est alors l'épuisement en soluté, probablement due à la croissance de précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} .

Il a été montré que la formation de particules non métalliques aux joints de grains telles que les carbures et borures secondaires riches en Cr, Mo et W n'a pas d'impact sur la largeur de PFZ, tout comme l'application d'une contrainte lors des traitements thermiques. De plus, la taille de grains et leur orientation cristallographique, par rapport aux grains voisins et aux joints de grains, ne semblent pas impacter la formation ni la croissance des PFZ. Ces travaux ont également montré que les joints de macles ne sont pas sujet à la formation de PFZ. Des travaux plus approfondis concernant notamment les microstructures à grains fins et l'orientation et la nature des joints de grains en trois dimensions seraient nécessaires afin de pouvoir affirmer avec certitude que ces paramètres n'influent pas sur la croissance des PFZ.

Les PFZ se formant lors de traitements thermiques proche du solvus de la phase γ' par épuisement en soluté induit par la formation de précipités secondaires intergranulaires, il est important d'étudier l'influence du temps et de la température de ces traitements thermiques sur la croissance des PFZ afin de mieux comprendre ce mécanisme et de pouvoir le modéliser.

Chapitre I.3 : Traitements Thermiques Proches du Solvus de la Phase γ'

Les études présentées dans le chapitre précédent ayant montrées que les PFZ se forment et évoluent principalement lors de traitements thermiques proches du solvus de la phase γ' et par le mécanisme d'épuisement en soluté, un plan d'expériences de 15 traitements thermiques proche du solvus de la phase γ' pour chaque matériau de l'étude a été mis au point. Les objectifs principaux sont de décrire plus précisément le mécanisme de formation des PFZ lors de tels traitements thermiques et de créer un modèle phénoménologique reliant les paramètres de traitement thermique à la largeur de PFZ. A terme, ce modèle pourra être utilisé afin d'introduire des PFZ de manière contrôlée dans des éprouvettes, mais également pour prédire la largeur de PFZ pour des temps et températures de traitements thermiques compris dans les plages étudiées.

Pour construire ce modèle, la largeur de PFZ a été étudiée pour chaque combinaison de paramètres à partir de clichés MEB sur échantillons attaqués à l'eau régale. Les précipitations secondaires intergranulaires γ'_{int} et intragranulaires γ'_{II} ont été étudiées de la même façon. Pour ces trois études, seuls les résultats concernant l'AD730TM HC seront détaillés. Les résultats détaillés concernant les 4 autres alliages sont disponibles en annexes.

Les interactions entre les croissances des deux populations de précipités secondaires et leurs potentiels rôles dans la formation des PFZ ont également été questionnés, en prenant en compte les comportements des 5 alliages de l'étude.

Enfin, une étude de l'influence de la composition chimique des alliages sur les cinétiques de croissances des PFZ a été menée afin d'essayer de déterminer les éléments chimiques contrôlant la croissance des PFZ.

I.3.1 : Evolution de la largeur de PFZ

Il a été montré dans le chapitre précédent que les PFZ se forment par épuisement en soluté induit par la formation de précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} lors de traitements thermiques proches du solvus de la phase γ' . Afin d'étudier plus en détail ce phénomène, un plan d'expériences constitué de 15 traitements thermiques post MS1, correspondant à 3 températures et 5 temps de traitements thermiques, a été mis au point. Pour l'AD730TM HC il s'agit de traitements de 1, 4, 9, 16 et 25 h à 1040, 1060 et 1080 °C, soit 70 °C, 50 °C et 30 °C en dessous du solvus de la phase γ' . Des traitements thermiques similaires en terme de ΔT_{solvus} ont été effectués sur les autres alliages de l'étude.

Les résultats pour l'AD730TM HC présentés en figure 49 montrent une **évolution parabolique de la largeur de PFZ** à une température donnée **en fonction du temps** de traitement thermique, en bon accord avec la littérature sur les alliages d'aluminium [Jensrud and Ryum 1984] [Jha et al. 1987], le Nimonic PE16 [Maldonado and Nembach 1997], et les AFA [Wen et al., 2020] [Peterson and Baker, 2021].

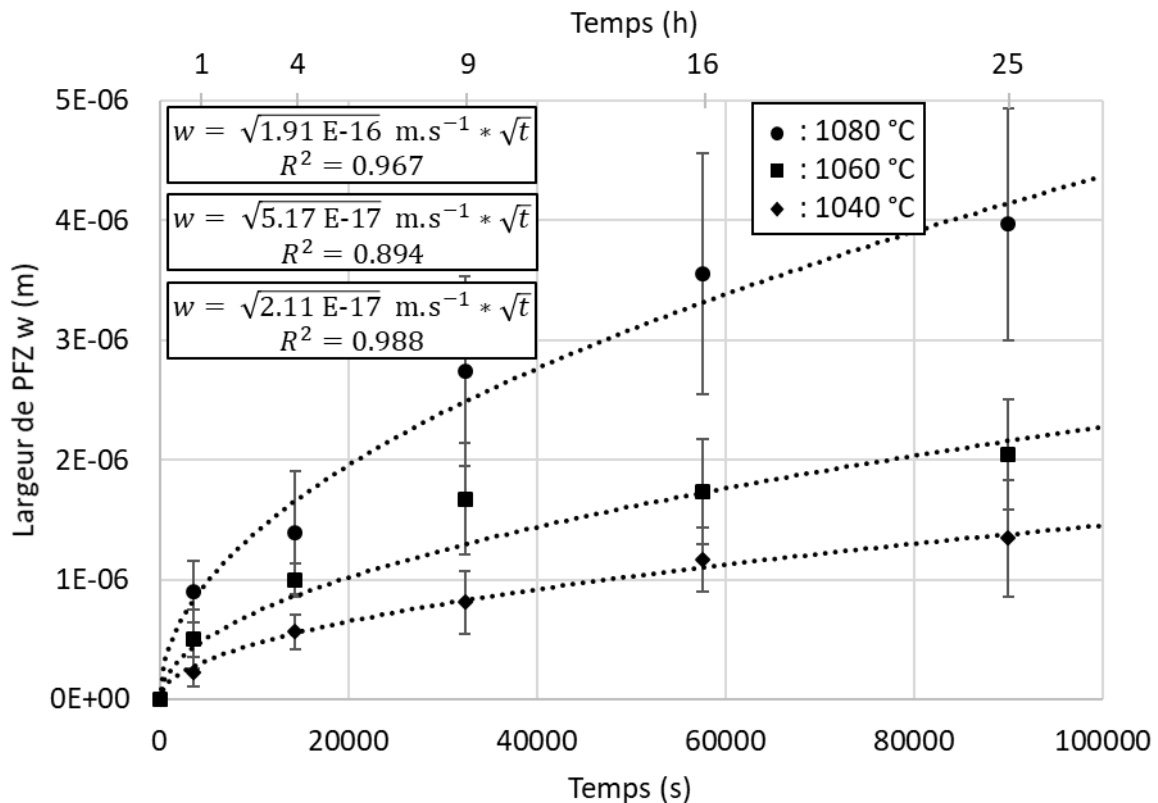


Figure 49 : évolution de la largeur de PFZ dans l'AD730TM HC lors de traitements thermiques proche solvus après mise en solution supersolvus

Comme le montre les courbes de tendance, l'évolution de la largeur de PFZ est très bien décrite par des équations de la forme $w = \sqrt{K_{PFZ}} * \sqrt{t}$ semblable à l'équation 9 descriptive du mécanisme d'épuisement en soluté. Pour la suite de ce chapitre, la forme équivalente suivante sera préférée :

$$w^2 = K_{PFZ} t \quad (16)$$

Les microstructures proches des joints de grains après 4 et 25 h sont présentées en figure 50.

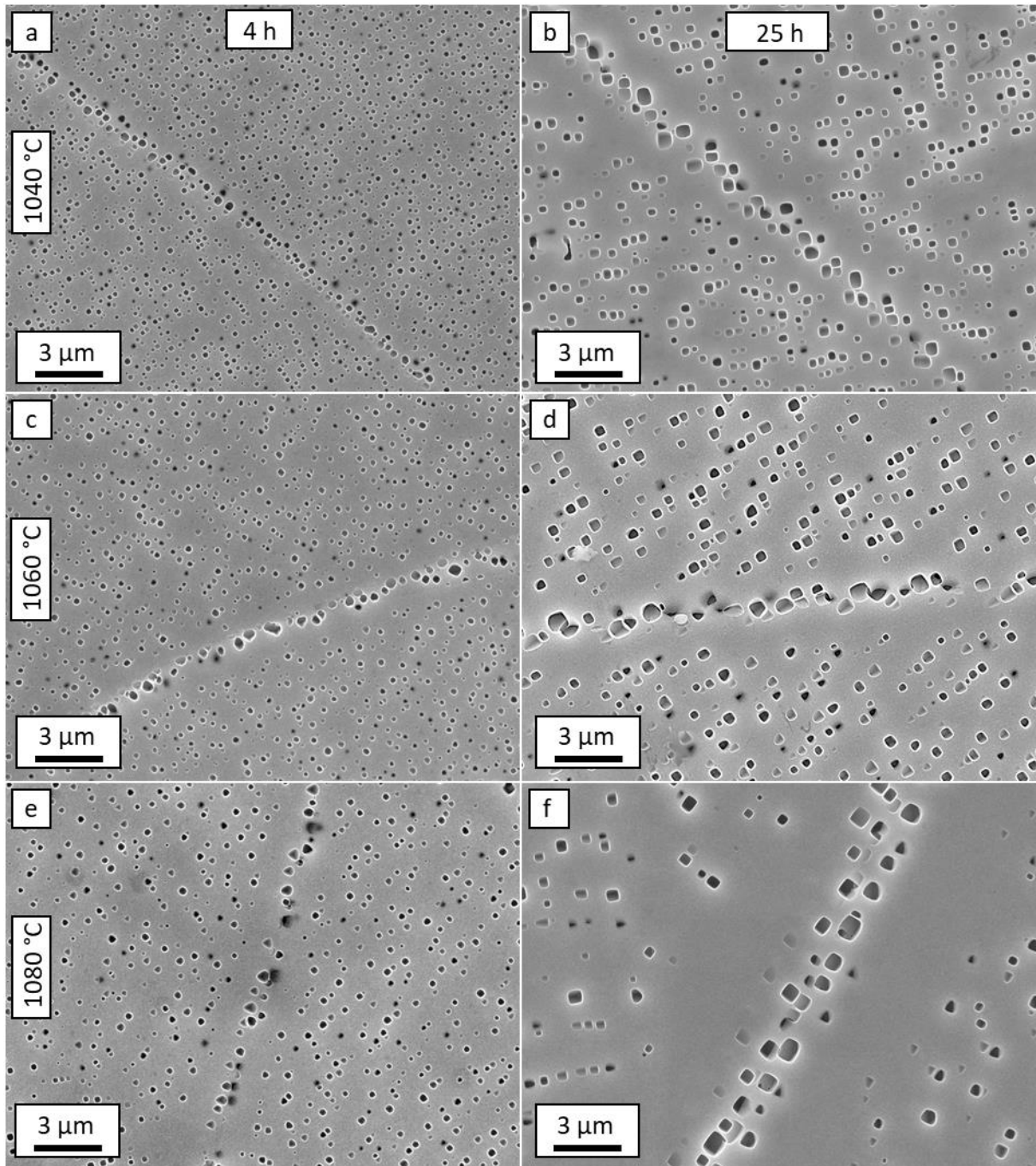


Figure 50 : microstructures aux abords des joints de grains dans l'AD730™ HC après 4 h (a) et 25 h (b) à 1040 °C, 4 h (c) et 25 h (d) à 1060 °C et 4 h (e) et 25 h (f) à 1080 °C

Il est également assez clair d'après les données de la figure 49 et les microstructures de la figure 50 que **la croissance des PFZ est plus rapide lorsque la température augmente**. Cela se traduit par une augmentation du coefficient de croissance des PFZ. Le mécanisme d'épuisement en soluté étant thermiquement activé, l'évolution du coefficient de croissance apparent des PFZ K_{PFZ} en fonction de la température peut également être modélisé par une loi d'Arrhenius :

$$K_{PFZ} = K_{PFZ,0} e^{\frac{-E_{PFZ}}{RT}} \quad (17)$$

où $K_{PFZ,0}$ est le facteur pré-exponentiel, E_{PFZ} l'énergie d'activation apparente de la croissance des PFZ, R la constante universelle des gaz parfaits, et T la température en K. En utilisant les propriétés du logarithme il est possible d'écrire :

$$\ln(K_{PFZ}) = \ln(K_{PFZ,0}) - \frac{E_{PFZ}}{RT} \quad (18)^1$$

et de tracer l'évolution de $\ln(K_{PFZ})$ en fonction de l'inverse de la température (figure 51).

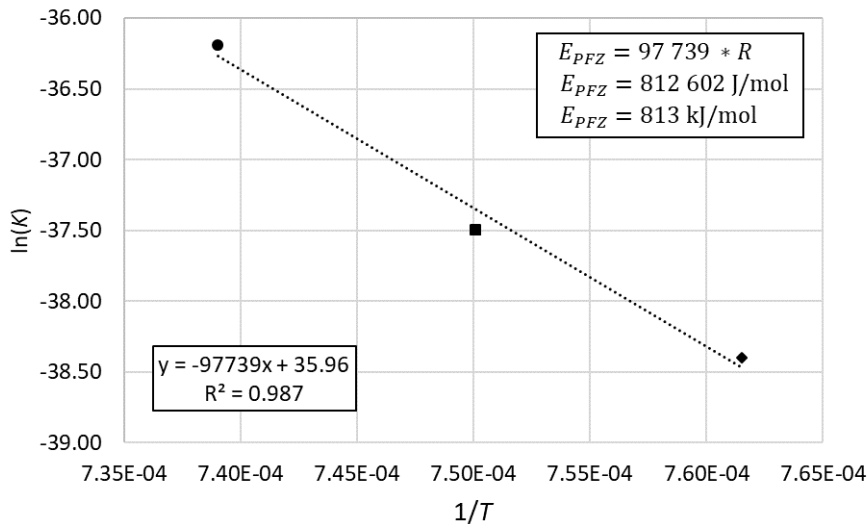


Figure 51 : représentation de la loi d'Arrhenius descriptive de l'évolution du coefficient de croissance des PFZ en fonction de la température dans l'AD730™ HC

Comme le montre la courbe de tendance, les résultats sont en accord avec une loi d'Arrhenius. Il est ainsi possible de déterminer l'énergie d'activation apparente de la croissance des PFZ dans l'AD730™ HC dans la gamme de température étudiée. Elle vaut **813 kJ/mol**, ce qui est **une valeur très élevée pour un mécanisme de diffusion**. A titre de comparaison, l'énergie d'activation de la dissolution des précipités primaires γ'_I dans l'AD730™ entre 1080 et 1100 °C a été évalué à 273 kJ/mol [Masoumi et al. 2016], et celles du mûrissement d'Ostwald des précipités secondaires γ'_{II} dans le René 65 et des précipités tertiaires γ'_{III} dans le N18 à 349 et 335 kJ/mol respectivement [Laurence 2016] [Flageolet 2005]. En revanche, cela pourrait correspondre à un mécanisme complexe associant plusieurs mécanismes de diffusion, en compétition ou simultanés, ce qui conduirait à une énergie d'activation apparente élevée. Il s'agit de considérer par exemple **l'interaction entre les croissances des deux populations de précipités secondaires γ'_{II} et γ'_{int}** . En effet sur la figure 50, la croissance des précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} semble plus rapide que celle de leurs homologues intragranulaires γ'_{II} . Dans ce cas, le mécanisme d'épuisement en soluté provoqué par cette croissance plus rapide des γ'_{int} crée un gradient de concentration en éléments γ' -gènes aux abords des joints de grains. Ce gradient modifie la composition chimique locale de la matrice et entraîne la dissolution des précipités secondaires γ'_{II} situés dans ce gradient. Cette dissolution relâche dans la matrice des éléments γ' -gènes qui peuvent diffuser et alimenter la croissance des précipités intergranulaires γ'_{int} . L'élément limitant la réaction serait alors l'élément γ' -gène diffusant le moins vite dans la matrice γ de l'AD730™ HC à 1080 °C. Les données disponibles dans la littérature concernant différents alliages conduiraient à ce que le

¹ Rigoureusement, il est impossible de prendre le logarithme d'une valeur dimensionnelle. Cette représentation a été utilisée ici afin d'identifier simplement les valeurs de $K_{PFZ,0}$ et E_{PFZ} .

niobium soit l'espèce limitant la réaction [Sohrabi et Mirzadeh, 2019] [Masoumi *et al.*, 2016] [Campbell *et al.*, 2002]. Cet aspect de la description des mécanismes de croissance des PFZ sera rediscuté plus amplement dans le chapitre suivant.

La même démarche a été effectuée pour les autres alliages de l'étude et les résultats détaillés pour chacun d'entre eux sont disponibles en annexe. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 6.

Tableau 6 : tableau récapitulatif des coefficients de croissance des PFZ en fonction de la température de traitement thermique proche solvus et de l'alliage

Alliage	T_s (°C)	Température (°C)	K_{PFZ} (m ² /s)	E_{PFZ} (kJ/mol)	$K_{PFZ,0}$ (m ² /s)
AD730™ HC	1110	1040	2.11E-17	813	4.14E+15
		1060	5.17E-17		
		1080	1.91E-16		
AD730™	1110	1040	1.40E-17	831	1.48E+16
		1060	3.66E-17		
		1080	1.33E-16		
René 65	1110	1040	1.05E-17	927	7.75E+19
		1060	3.47E-17		
		1080	1.30E-16		
Udimet 720Li	1150	1080	2.12E-17	839	4.86E+15
		1100	4.82E-17		
		1120	1.81E-16		
Waspaloy	1030	960	3.69E-18	598	6.75E+07
		980	6.22E-18		
		1000	2.31E-17		

Globalement, **toutes les valeurs d'énergie d'activation apparente sont très élevées.** L'AD730™ et l'AD730™ HC ne diffèrent que par le taux de carbone dans la composition globale de l'alliage, et donc par la quantité de carbures primaires formés, les faibles différences observées pourraient être attribuées à ces deux paramètres. Cependant, les différences sont beaucoup trop faibles par rapport à la dispersion possible des mesures pour conclure quant à l'influence du carbone.

Le René 65 présente une énergie d'activation plus élevée de plus de 100 kJ/mol par rapport à l'AD730™ malgré une composition chimique et une microstructure très proche. Cela pourrait tout de même s'expliquer par les différences de composition chimique entre ces alliages, notamment sur les éléments γ' -gènes, présentées dans le tableau 7.

Tableau 7 : tableau comparatif des compositions chimiques en éléments γ' -gènes de l'AD730TM et du René 65

Eléments	Ni	Ti	Nb	Al
C_{AD730} (wt. %)	60.6	3.7	0.9	1.9
$C_{René\ 65}$ (wt. %)	56.8	4.0	0.5	1.9
$C_{AD730} - C_{René\ 65}$ (wt. %)	3.8	-0.3	0.4	0.0
$\frac{C_{AD730} - C_{René\ 65}}{C_{AD730}}$ (%)	6	-7	44	0

Les différences concernant les concentrations en titane et en nickel sont très faibles. Il est donc peu probable qu'elles soient responsables de la forte énergie d'activation apparente observée pour le René 65. La différence sur le taux de niobium est très faible, mais rapportée au faible taux de Nb nominal dans l'AD730TM, cela représente 44 % de différence. De plus le Nb est supposé être l'espèce limitante de la réaction. **Il est donc possible que cette faible différence absolue impacte grandement le comportement de l'alliage** quant à la formation des PFZ, ou tout du moins qu'elle contribue à l'augmentation de l'énergie d'activation apparente de ce mécanisme.

Enfin, les valeurs d'énergie d'activation apparente et de coefficient de croissance des PFZ pour l'AD730TM et l'Udimet 720Li sont très proches. L'Udimet 720Li ne contenant pas de Nb, l'espèce limitant la réaction de croissance des PFZ serait probablement le titane. La diffusion volumique du titane ayant une énergie d'activation supérieure au niobium d'environ 70 kJ/mol [Masoumi et al. 2016], cela devrait augmenter la valeur d'énergie d'activation apparente de la croissance des PFZ dans l'Udimet 720Li. Cette augmentation pourrait être contrebalancée par la plus forte fraction volumique de précipités de cet alliage. **Une plus forte fraction volumique de précipités aurait donc pour effet d'abaisser l'énergie d'activation apparente de la croissance des PFZ.**

Cependant, l'énergie d'activation calculée pour le Waspaloy est plus basse d'un peu plus de 200 kJ/mol. De plus, à même différence de température sous le solvus de la phase γ' , les coefficients de croissance des PFZ sont d'un ordre de grandeur plus faible pour cet alliage. Comme expliqué auparavant, cela peut tout d'abord s'expliquer par la plus faible température absolue des traitements thermiques. La diffusion volumique des éléments γ' -gènes, principal mécanisme responsable de la formation des PFZ par épuisement en soluté, est donc beaucoup plus lente. Cela explique les différences de coefficient de croissance, mais pas d'énergie d'activation. Une première explication pourrait être une dépendance à la température des coefficients de croissance plus complexe qu'une simple loi d'Arrhenius. En effet, ces lois semblent valables en prenant en compte de faibles amplitudes de température, mais il pourrait en être autrement pour des amplitudes plus élevées. De plus, à 960 et 980 °C, de nombreux carbures se forment aux joints de grains, ce qui n'est pas le cas lors des traitements thermiques sur les autres alliages (Annexe 5). Cela pourrait perturber la croissance des PFZ. Enfin, la fraction volumique de précipités γ' à température ambiante et à l'équilibre thermodynamique dans le Waspaloy est plus faible d'environ 10 points par rapport aux AD730TM et au René 65, et de quasiment 20 points par rapport à l'Udimet 720Li. La formation des PFZ étant étroitement liée aux évolutions de précipitation γ' , la valeur de fraction

volumique pourrait influencer les cinétiques de croissance des PFZ. Cependant, cet argument est à nuancer car l'Udimet 720Li présentent des résultats très similaires à l'AD730™ malgré une fraction volumique de précipitation γ' plus élevée de 5 points.

Ce modèle phénoménologique basé sur les équations 16 et 17 sera celui utilisé afin de prédire et contrôler la largeur de PFZ. Afin d'éprouver ce modèle, un traitement thermique proche solvus de 100 h à 1080 °C a été effectué sur l'AD730™ HC. Le modèle prévoit une largeur moyenne de PFZ de 8,14 μm , contre une valeur moyenne mesurée de $7,11 \pm 1,51 \mu\text{m}$. Malgré une valeur prédite par le modèle comprise dans l'intervalle de confiance à 68 %, un ralentissement de la croissance des PFZ est probablement à l'œuvre entre 25 et 100h de traitements thermiques à 1080 °C. Comme illustré en figure 52, cela pourrait être dû à la **subdivision des précipités secondaires intergranulaires γ'_{int}** (processus de splitting) lorsque ceux-ci deviennent trop allongés.

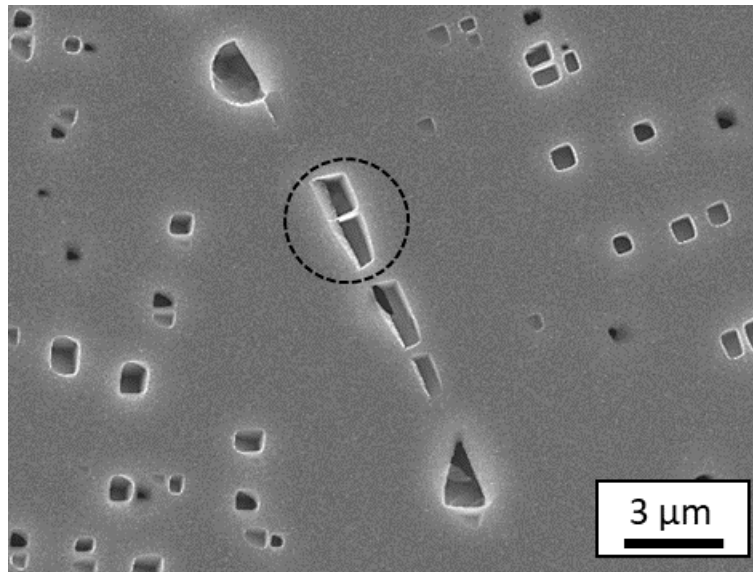


Figure 52 : précipités intergranulaires issus de la subdivision d'un précipité dans l'AD730™ HC après 100 h à 1080 °C

Cet élément vient renforcer l'hypothèse selon laquelle la croissance des PFZ est étroitement liée à celles des précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} . Il est donc important d'étudier l'évolution de ces précipités lors des traitements thermiques proche solvus.

1.3.2 : Evolution de la précipitation intergranulaire

Le rayon équivalent moyen des précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} a été mesuré pour chaque condition de traitement thermique proche solvus. Les microstructures sont présentées en figure 50. Comme illustré en figure 53, **le rayon équivalent moyen des précipités semble suivre une loi cubique en fonction du temps.**

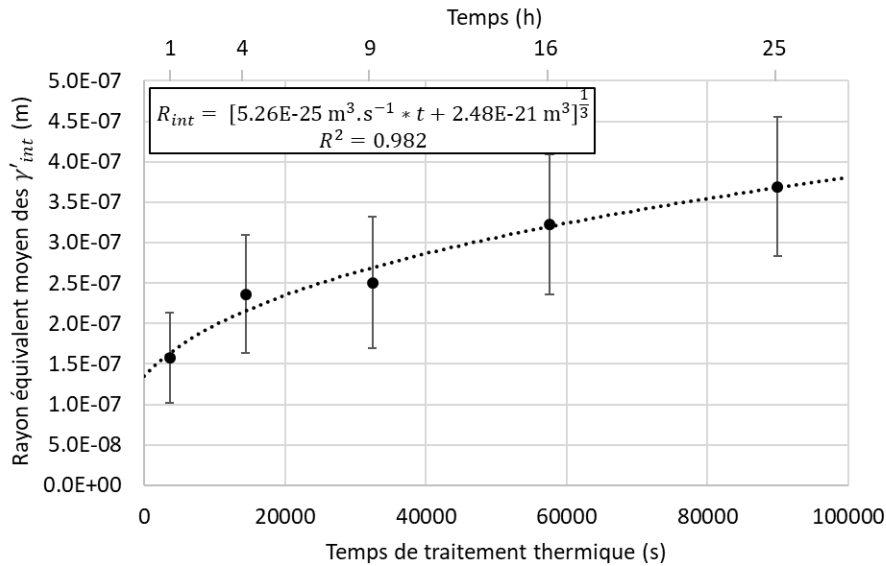


Figure 53 : évolution du rayon moyen équivalent des précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} en fonction du temps de traitement thermique à 1080 °C dans l'AD730TM HC

L'évolution du rayon équivalent moyen des précipités a donc été modélisée par une loi de type LSW pour les trois températures de traitement thermique proche solvus :

$$R_{int}^3 - R_{int,0}^3 = K_{int} t \quad (19)$$

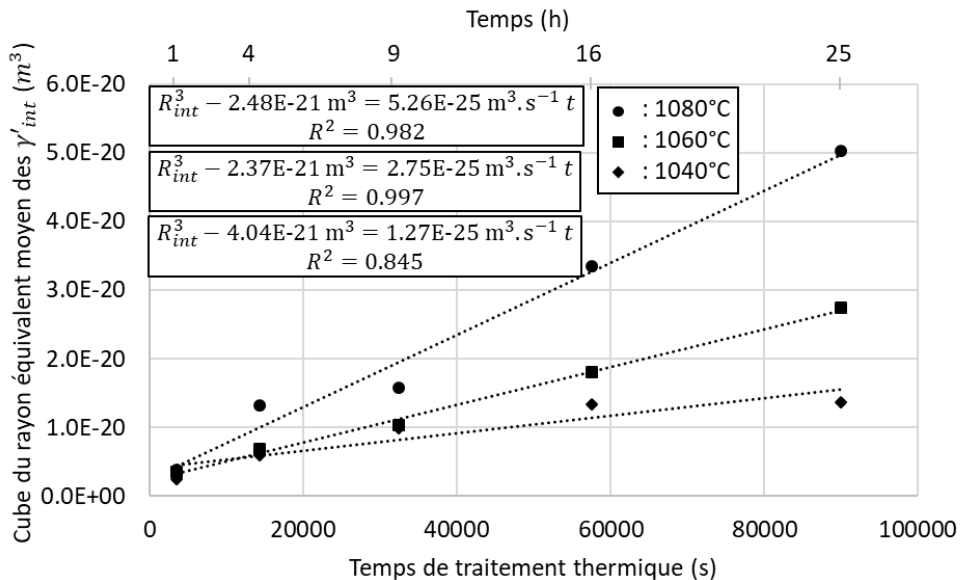


Figure 54 : évolution du cube du rayon équivalent moyen des précipités γ'_{int} lors des traitements thermiques proche solvus dans l'AD730TM HC

Les résultats présentés en figure 54 montrent une bonne adéquation avec des **lois de type LSW** malgré des hypothèses non vérifiées. Il est ainsi possible d'identifier des coefficients de croissance K_{int} , dont la valeur augmente avec la température, et de calculer l'énergie d'activation apparente de la croissance de ces précipités de la même façon que pour la croissance des PFZ dans la section précédente à partir de l'équation 15 :

$$K_{int} = K_{int,0} e^{\frac{-E_{int}}{RT}} \quad (20)$$

La loi d'Arrhenius ainsi obtenue est représentée en figure 55, et a permis de calculer l'énergie d'activation apparente de la croissance des précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} .

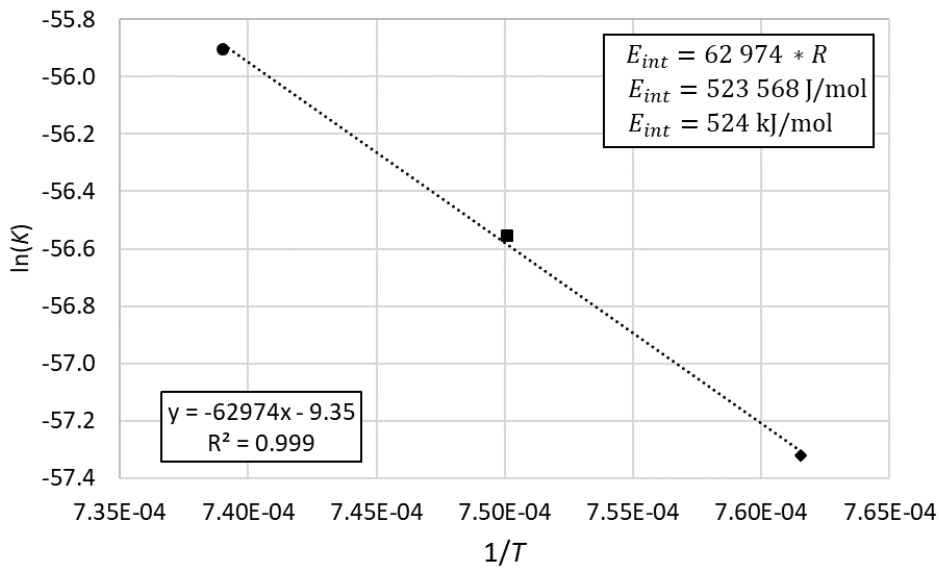


Figure 55 : représentation de la loi d'Arrhenius descriptive de la croissance des précipités intergranulaires γ'_{int} en fonction de la température dans l'AD730TM HC

Les résultats présentent une très bonne adéquation avec la loi d'Arrhenius ce qui laisse penser que le mécanisme étudié est bien thermiquement activé. L'énergie d'activation apparente calculée, **524 kJ/mol**, est une nouvelle fois très élevée pour un seul mécanisme de diffusion. Plusieurs mécanismes sont probablement actifs, menant à terme à cette croissance des précipités γ'_{int} .

Tout d'abord la croissance de ces précipités peut être alimentée par un mécanisme de diffusion volumique proche du **mûrissement d'Ostwald** affectant ces précipités entre eux mais également les précipités intragranulaires γ'_{II} à proximité des joints de grains. La **diffusion dans les joints de grains**, ainsi que la **diffusion accélérée dans les joints de grains en migration**, plus rapide que la diffusion volumique de par la nature des joints de grains, participe potentiellement également à la croissance de ces précipités. Enfin, **l'effet Gibbs-Thomson** affecte directement la morphologie des précipités aux joints de grains, une des « surfaces » des précipités étant en contact avec le joint de grains. Cela affecte donc potentiellement leur croissance. Cependant, les joints de macles ne présentant pas de précipités plus gros qu'à cœur de grains, il est possible de négliger cette contribution par rapport à celles des deux mécanismes précédents. La contribution de l'effet Gibbs-Thomson sera donc comprise dans la contribution globale des mécanismes aux joints de grains. En supposant que les effets de ces mécanismes s'additionnent et qu'ils mènent indépendamment à des croissances de précipités cubiques en fonction du temps, il est ainsi possible d'écrire :

$$R_{int}^3 - R_{int,0}^3 = (K_{MO} + K_{JdG})t \quad (21)$$

avec K_{MO} , K_{JdG} les contributions respectives à la croissance des précipités du mûrissement d'Ostwald et des mécanismes associés aux joints de grains.

Cet exercice a été répété pour les quatre autres alliages de l'étude et les résultats sont compilés dans le tableau 8.

Tableau 8 : tableau récapitulatif des coefficients de croissance des γ'_{int} en fonction de la température de traitement thermique proche solvus et de l'alliage

Alliage	Température (°C)	K_{int} (m ³ /s)	E_{int} (kJ/mol)	$K_{int,0}$ (m ³ /s)
AD730™ HC	1040	1.27E-25	524	8.7E-05
	1060	2.75E-25		
	1080	5.26E-25		
AD730™	1040	7.71E-26	562	1.6E-03
	1060	1.30E-25		
	1080	3.54E-25		
René 65	1040	9.42E-26	472	4.9E-07
	1060	1.25E-25		
	1080	3.39E-25		
Udimet 720Li	1080	1.87E-25	818	9.4E+06
	1100	1.11E-24		
	1120	1.50E-24		
Waspaloy	960	4.06E-27	503	8.1E-06
	980	7.50E-27		
	1000	1.90E-26		

Comme pour la croissance des PFZ, le comportement de l'AD730™ est très proche de celui de sa version haut carbone, la différence de 38 kJ/mol pourrait s'expliquer par le plus fort taux de carbone dans la version HC. Contrairement au cas de la croissance des PFZ, l'énergie d'activation apparente de la croissance des γ'_{int} pour le René 65 est inférieure à celle de l'AD730™ de 90 kJ/mol. Cette différence pourrait encore une fois être attribuée à la différence de taux Nb. Enfin, l'Udimet 720Li présente une énergie d'activation apparente particulièrement élevée et supérieure de 256 kJ/mol à celle de l'AD730™. Cela pourrait être lié à la plus grande fraction volumique de précipitation dans cet alliage et/ou à l'absence de Nb dans la composition chimique globale, mais cette explication irait à l'encontre de celle faite pour le René 65. Les résultats concernant le Waspaloy sont compliqués à traiter dans ce cas. En effet, la microstructure aux joints de grains et la morphologie des précipités, ainsi que les différences de composition et de fraction volumique de précipitation empêchent la décorrélation des différents paramètres.

Le nombre de précipités aux joints de grains ainsi que la surface occupée par ces précipités ont également été mesurés et analysés dans l'AD730™ HC. La surface de précipités aux joints de grains a été calculée en multipliant l'aire moyenne des précipités présents aux joints de grains par leur nombre total pour chaque échantillon, puis en divisant cette valeur par la longueur totale de joints de grains analysée. Les résultats sont présentés en figure 56.

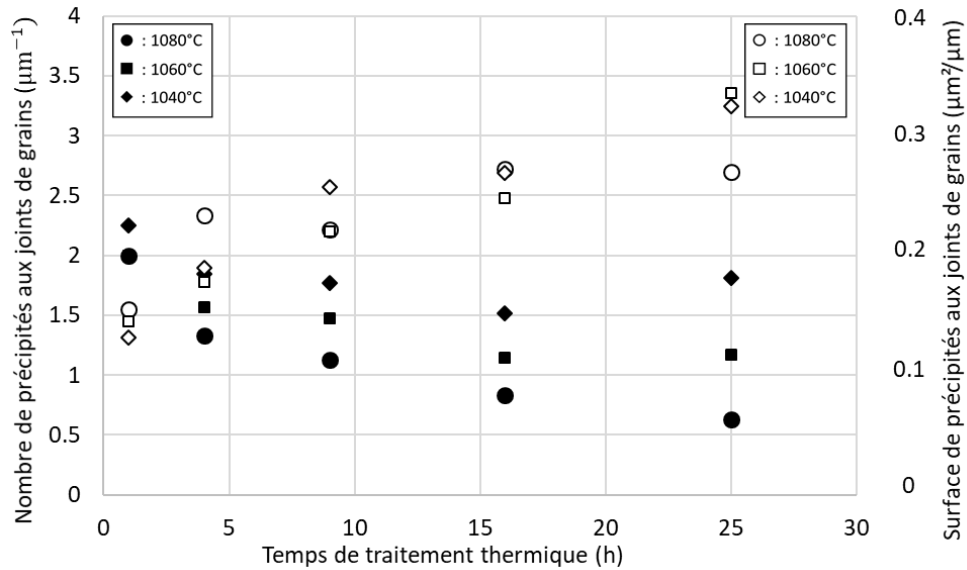


Figure 56 : évolution du nombre de précipités (●) et de la surface de précipités aux joints de grains (○) lors de traitements thermiques proche solvus dans l'AD730™ HC

La diminution du nombre de précipités aux joints de grains avec le temps pendant les traitements thermiques proche solvus montre qu'il y a probablement **coalescence entre précipités γ'_{int}** lors de ces traitements. De légères réaugmentations du nombre de précipités sont à noter après 25 h à 1040 et 1060 °C. Ce point serait cohérent avec une **subdivision des précipités** après un certain temps à ces températures, ce qui avait été proposé dans la section précédente. Ce phénomène se produit probablement plus tard à 1080 °C, entre 25 et 100 h. Malgré cette chute du nombre de précipités, la croissance des précipités entraîne une augmentation de la surface de précipités lors des traitements thermiques proche solvus. La réaugmentation du nombre de précipités après 25 h à 1040 et 1060 °C se traduit par une accélération de la couverture des joints de grains par les précipités, qui n'est pas présente à 1080 °C. Cela pourrait être associé au fait que **les précipités issus de la subdivision grossissent plus vite qu'un seul précipité de surface projetée équivalente**. Cela semble en effet logique en considérant que la surface de précipité en trois dimensions disponible pour « capter » les éléments issus de la diffusion volumique est augmentée. Il est également possible grâce à ces données de calculer une « fraction surfacique » de précipités γ'_{int} en multipliant la surface de précipités par μm par le périmètre moyen des grains, puis en divisant le résultat par l'aire moyenne des grains. En prenant une taille de grains moyenne de 152 μm (Tableau 5), cette fraction surfacique, directement proportionnelle à la surface de précipités aux joints de grains, atteint un maximum de **0,9 %** après 25 h à 1060 °C.

La largeur de PFZ étant plus élevée après 25 h à 1080° C qu'à 1060 °C (3,97 μm et 2,05 μm), alors que la fraction surfacique de précipités γ'_{int} est plus faible (0,7 % et 0,9 %), la largeur de PFZ n'est pas directement liée à la « quantité de matière γ' » aux joints de grains, mais plutôt à l'interaction entre précipités intergranulaires γ'_{int} et intragranulaires γ'_{II} .

I.3.3 : Evolution de la précipitation intragranulaire

D'après les résultats présentés dans les sections précédentes, il semble nécessaire de prendre en compte l'évolution de la précipitation intragranulaire afin de comprendre les mécanismes menant à la croissance des PFZ. Toutes les observations ayant été faites à température ambiante, une interprétation des évolutions microstructurales ayant lieu entre la température de traitement thermique et la température ambiante, c'est-à-dire lors du refroidissement, est nécessaire. Ici, deux populations de précipités intragranulaires sont observées. Les précipités tertiaires γ'_{III} sphériques, formés lors du refroidissement final vers l'ambiante, ont un rayon équivalent moyen d'une dizaine de nanomètre. Les précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} , quant à eux présents aux températures de traitements thermiques étudiées, sont cubiques et ont un rayon dépassant les 100 nm.

I.3.3.1 : Evolution des précipités tertiaires γ'_{III}

Dans un premier temps, afin de s'assurer que les précipités tertiaires γ'_{III} sont dissous aux températures de traitements thermiques étudiées, deux refroidissements différents ont été effectués après 4 h à 1080 °C. Le premier à l'air sur pastille, soit environ 700 °C/min, correspond au refroidissement effectué après chaque traitement thermique ; le second dans le four à 5 °C/min. Les microstructures associées sont présentées en figure 57.

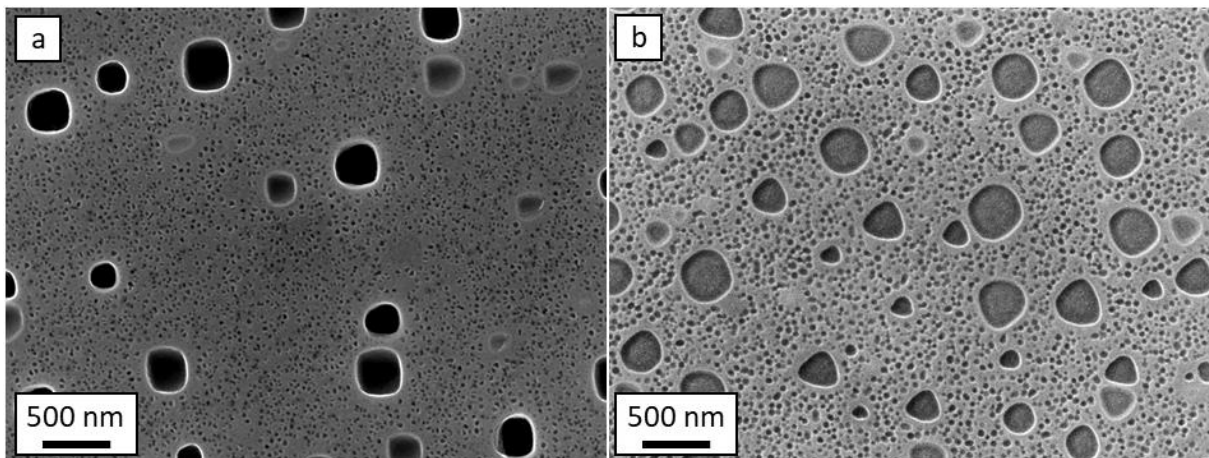


Figure 57 : précipitation à cœur de grains dans l'AD730TM HC mis en solution supersolvus puis vieilli 4 h à 1080 °C et refroidi à l'air, soit environ 700 °C/min (a) et à 5 °C/min dans le four (b)

Les rayons équivalents moyens des précipités mesurés sont respectivement de 9 ± 4 nm et 20 ± 6 nm, ce qui montre une **forte dépendance de la taille des précipités tertiaires γ'_{III} à la vitesse de refroidissement**. Ces précipités sont donc probablement **formés à plus basse température lors du refroidissement**. Un refroidissement lent augmente le temps passé dans la gamme de température où ces précipités peuvent croître, menant à un rayon équivalent moyen supérieur. Les tailles de précipités tertiaires ont également été mesurées après chaque traitement thermique à 1080 °C. Les résultats sont présentés en figure 58.

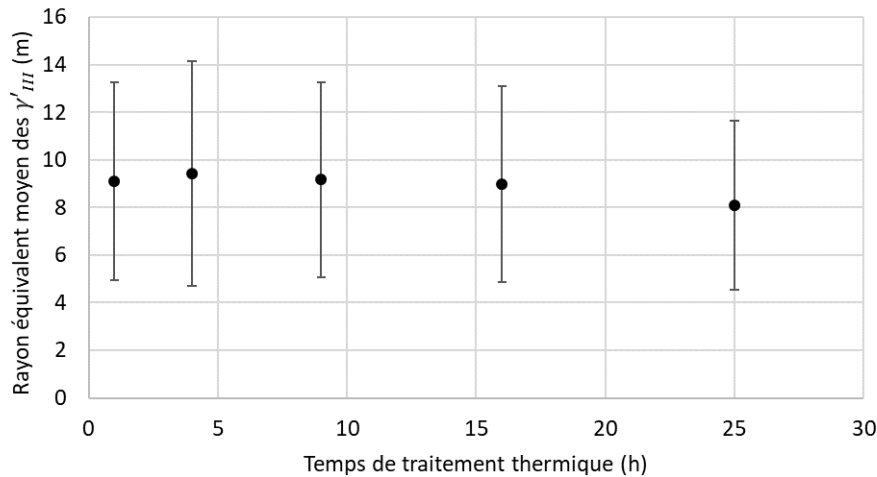


Figure 58 : évolution du rayon moyen des précipités tertiaires γ'_{III} à 1080 °C dans l'AD730™ HC

Le rayon équivalent moyen des précipités varie très peu entre 1 h et 25 h à 1080 °C. Si ces précipités tertiaires γ'_{III} étaient déjà présents à 1080 °C, une croissance ou un mûrissement d'Ostwald, caractérisé par une augmentation du rayon équivalent moyen, serait observé. Les faibles variations observées, tendant plutôt à la baisse, peuvent s'expliquer par l'appauvrissement croissant des couloirs de matrice en éléments γ' -gènes dû à la croissance des précipités secondaires γ'_{II} .

L'évolution des précipités tertiaires à 1060 °C et 1040 °C n'a pas été analysée quantitativement, mais une étude qualitative a été menée. Comme le montrent les microstructures présentées en figure 59, il n'y a que très peu de différences visuelles entre les précipités tertiaires γ'_{III} formés après 4 h et 25 h à 1060 °C, 1040 °C et 1080 °C. Cependant, ces précipités semblent de plus en plus petits lorsque la température diminue. Il semble peu probable et difficilement explicable que cela soit directement dû à la température de traitement thermique. Ces différences pourraient donc être attribuées à la variation de qualité d'attaque chimique entre ces différents traitements thermiques, mais potentiellement aussi aux différences de fraction surfacique de précipités secondaires γ'_{II} affectant directement la composition de la matrice γ aux températures de traitements thermiques. Une fraction surfacique de γ'_{II} plus forte implique une plus grande quantité d'éléments γ' -gènes dans les précipités, et moins dans la matrice, et donc une sursaturation plus faible de la matrice en ces éléments, menant à terme à des précipités tertiaires γ'_{III} formés au refroidissement plus petits.

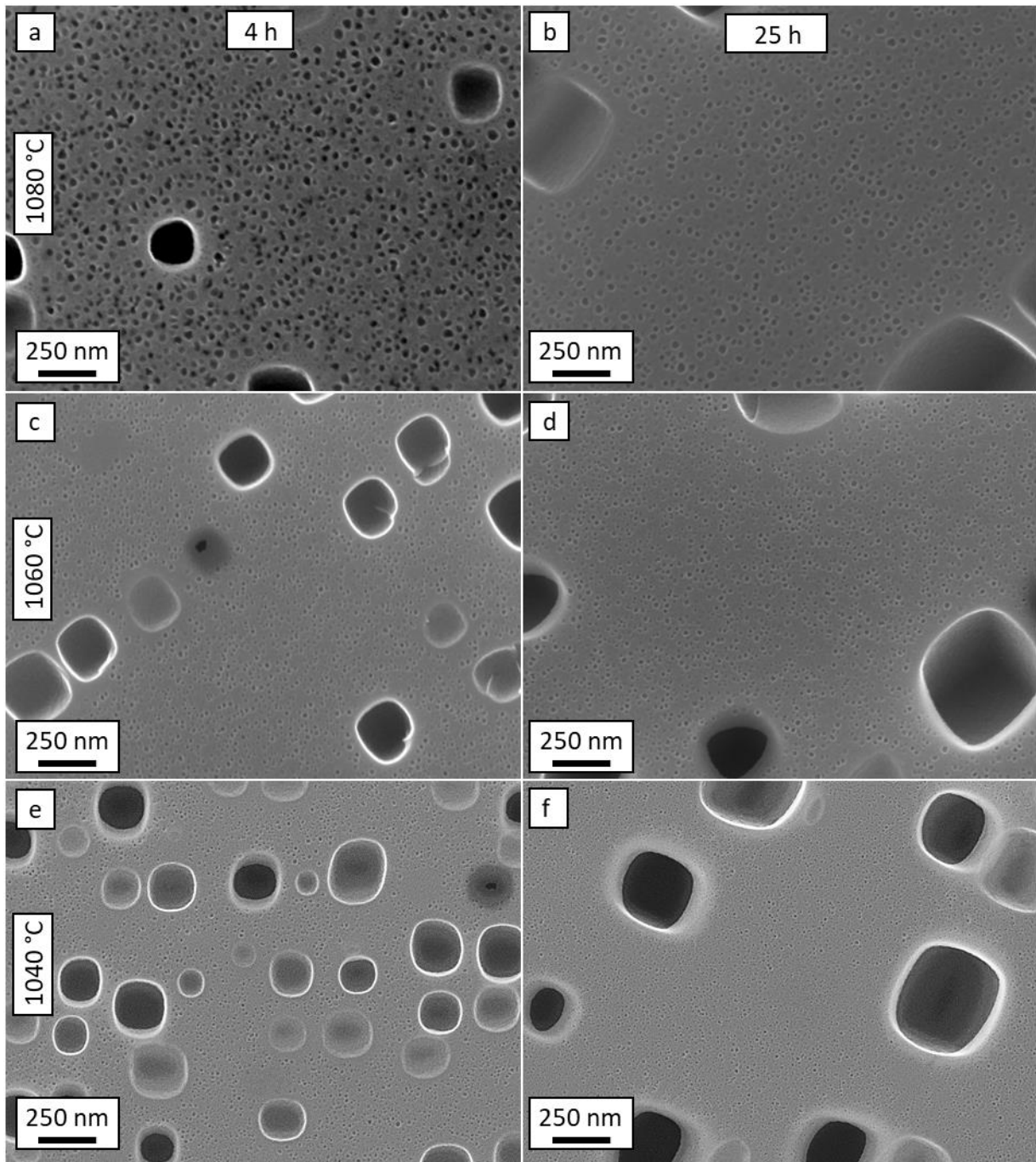


Figure 59 : précipitation à coeur de grains dans l'AD730™ HC après traitement thermique à 1080 °C pendant 4 h (a) et 25 h (b), à 1060 °C pendant 4 h (c) et 25 h (d), et 1040 °C pendant 4 h et et 25 h (f)

I.3.3.2 : Evolution des précipités secondaires intragranulaires γ'_{II}

Contrairement aux précipités tertiaires γ'_{III} , il a été montré dans le chapitre I.2 que les précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} sont présents et que leur taille augmente à 1080 °C. Ces précipités sont donc présents à 1060 °C et 1040 °C. L'évolution de leur rayon équivalent moyen lors des traitements thermiques proches solvus présentés dans la section I.3.1 a été étudiée. Les résultats pour le traitement thermique à 1080 °C sont présentés en figure 60.

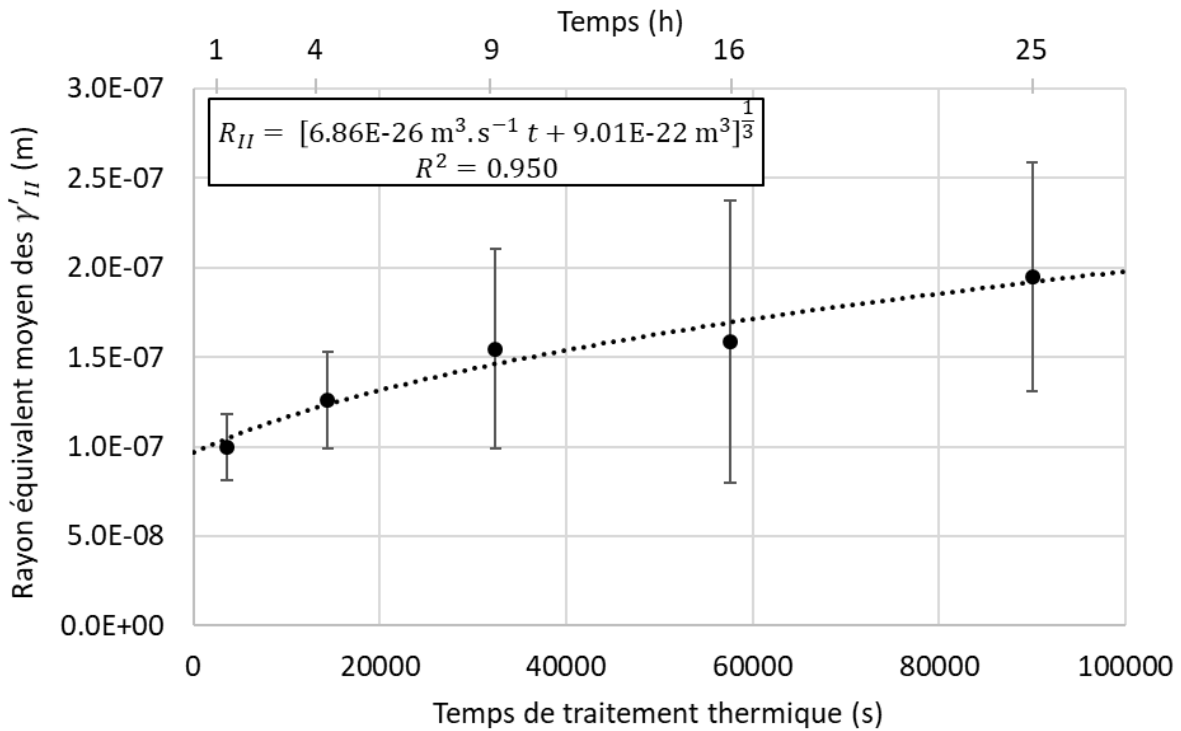


Figure 60 : évolution du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} dans l'AD730TM HC à 1080 °C

L'évolution du rayon équivalent moyen semble suivre une loi cubique en fonction du temps. Malgré les hypothèses non vérifiées, notamment dans ce cas la cubicité des précipités, cette évolution est très bien par décrite par une **loi LSW descriptive du mûrissement d'Ostwald**. Aucune coalescence entre précipités secondaires γ'_{II} n'a été observée. Il est donc possible de décrire leur évolution avec une loi LSW :

$$R_{II}^3 - R_{II,0}^3 = K_{II} t \quad (22)$$

Les microstructures présentées en figure 61 montrent également une **augmentation de la taille des précipités avec la température de traitement thermique**. L'état initial étant le même pour les 3 températures de traitement thermique, cela traduit une augmentation du coefficient de croissance de précipités K_{II} avec la température.

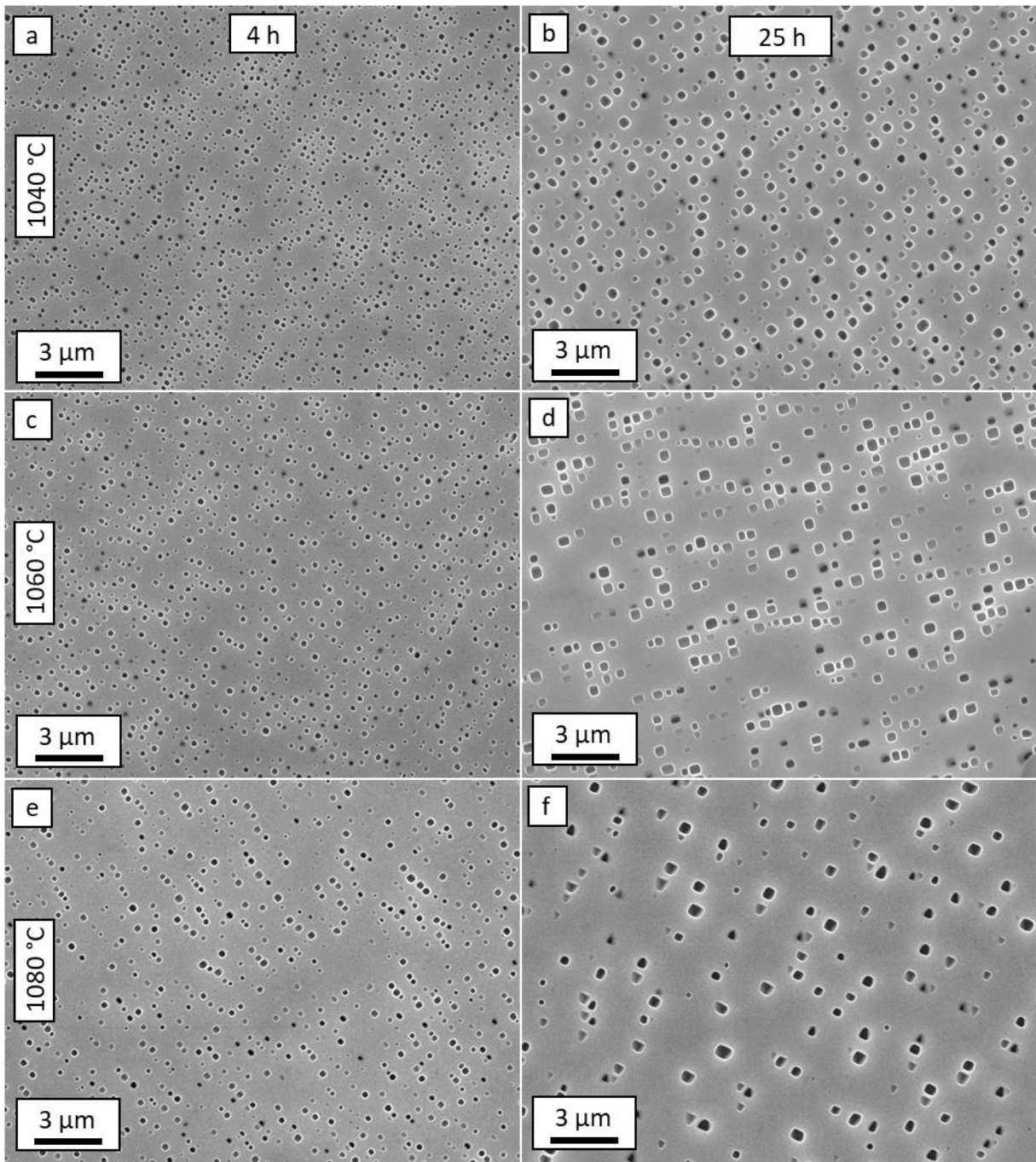


Figure 61 : microstructures à cœur de grains dans l'AD730™ HC après des traitements thermiques proche solvus à 1040 °C pendant 4 h (a) et 25 h (b), 1060 °C pendant 4 h (c) et 25 h (d), et 1080 °C pendant 4 h (e) et 25 h (f)

Cette analyse visuelle est confirmée par les résultats présentés dans la figure 62. Aux trois températures étudiées, les rayons équivalents moyens suivent bien une évolution de type LSW descriptive du mûrissement d'Ostwald. Les valeurs de coefficient de croissance obtenus sont d'un ordre de grandeur inférieur à ceux des précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} . Ce différentiel de croissance pourrait être responsable du transport de « matière γ' » du cœur de grains vers les joints de grains, et à terme de la croissance des PFZ. De plus l'accélération de la croissance des précipités avec la température semble moins marquée pour ces précipités à cœur de grains que pour ceux présents aux joints de grains.

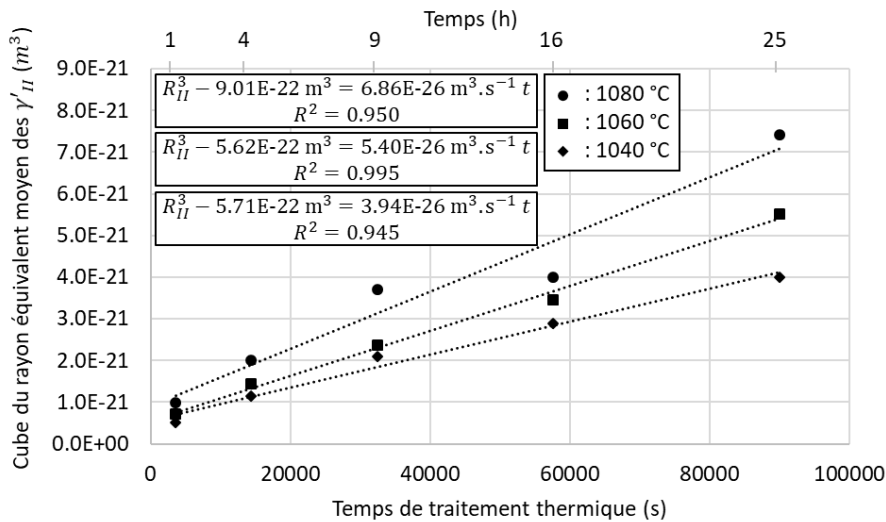


Figure 62 : évolution du cube des rayons équivalents moyens des précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} lors des traitements thermiques proche solvus dans l'AD730TM HC

Le mécanisme de mûrissement d'Ostwald des précipités étant thermiquement activé, en utilisant l'équation 15, il est possible d'écrire :

$$K_{II} = K_{II,0} e^{-\frac{E_{II}}{RT}} \quad (23)$$

et ainsi de calculer une énergie d'activation apparente du processus. La représentation de cette loi d'Arrhenius est présentée en figure 63.

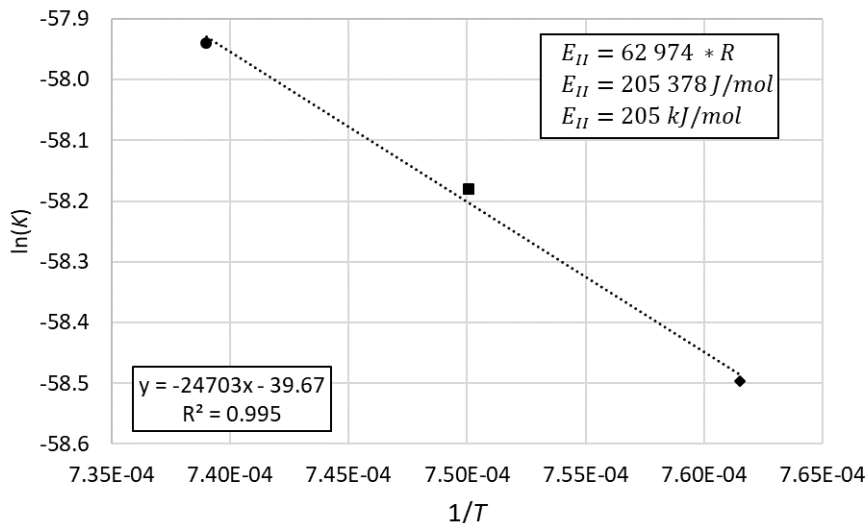


Figure 63 : représentation de la loi d'Arrhenius descriptive de la croissance des précipités intragranulaires γ'_{II} en fonction de la température dans l'AD730TM HC

Le mûrissement d'Ostwald étant supposé le seul mécanisme à l'œuvre provoquant le grossissement des précipités γ'_{II} , l'énergie d'activation apparente calculée est directement celle de la diffusion de l'espèce chimique limitant la réaction. Dans ce cas elle vaut **205 kJ/mol**, ce qui correspond à l'énergie d'activation de la diffusion du Nb dans le nickel entre 927 et 1227 °C, 203 kJ/mol [Patil and Kale 1996], et à l'énergie d'activation apparente de la dissolution des précipités primaires γ'_I au début de leur dissolution dans l'AD730TM entre 1080 °C et 1110 °C, 204 kJ/mol [Masoumi et al. 2016]. Cette valeur est également assez

éloignée des énergies d'activation de la diffusion du titane et de l'aluminium, respectivement égales à 275 et 269 kJ/mol [Masoumi et al. 2016]. Il semble donc que le Nb soit l'espèce limitante du mûrissement d'Ostwald des précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} . La croissance des PFZ étant supposée due aux interactions entre les croissances des populations de précipités secondaires à cœur de grains et aux joints de grains, ce résultat pourrait expliquer la sensibilité de la croissance des PFZ au taux de Nb dans la composition chimique globale des alliages de l'étude.

Tableau 9 : tableau récapitulatif des coefficients de croissance des γ'_{II} intragranulaires en fonction de la température de traitement thermique proche solvus et de l'alliage

Alliage	Température (°C)	K_{II} (m ³ /s)	E_{II} (kJ/mol)	$K_{II,0}$ (m ³ /s)
AD730 TM HC	1040	3.94E-26	205	5.89E-18
	1060	5.40E-26		
	1080	6.86E-26		
AD730 TM	1040	4.45E-26	237	1.14E-16
	1060	5.73E-26		
	1080	8.46E-26		
René 65	1040	3.27E-26	283	6.26E-15
	1060	5.06E-26		
	1080	7.03E-26		
Udimet 720Li	1080	1.18E-25	375	2.94E-11
	1100	9.96E-26		
	1120	3.09E-25		
Waspaloy	960	2.45E-27	372	1.40E-11
	980	4.55E-27		
	1000	7.64E-27		

Ce travail a été effectué pour tous les alliages de l'étude. Les résultats sont compilés dans le tableau 9. De la même manière que pour la croissance des PFZ et des γ'_{int} , les deux versions d'AD730TM sont très proches. La version standard présente une énergie d'activation apparente plus élevée de 32 kJ/mol, qui pourrait être lié au taux de carbone dans l'alliage. L'énergie d'activation dans cet alliage est de 237 kJ/mol, ce qui s'éloigne de l'énergie d'activation de la diffusion du Nb. Cependant elle reste plus proche de celle du Nb que de celle des autres éléments γ' -gènes, et compte tenu des erreurs de mesure, le Nb peut être considéré comme l'espèce limitante de la réaction. Le comportement du René 65 est proche de celui des deux nuances d'AD730TM. Cependant l'énergie d'activation apparente calculée de **283 kJ/mol** est plus forte, et pourrait correspondre à celle de la **diffusion du Ti**. Il est donc possible que l'espèce chimique limitant la réaction dans cet alliage soit le titane. La quantité de Nb dans la composition chimique globale de l'alliage étant plus faible, et le Nb ségrégeant principalement dans les (Ti,Nb)C, il est possible que cet atome soit très peu présent dans les précipités. Cependant, cette valeur est plus faible que celles observées par Laurence (349 kJ/mol entre 750 et 900 °C [Laurence 2016]) et Wessman (348 kJ/mol entre 760 et 1038 °C [Wessman 2016]) dans le René 65 en version à grains fins, contenant donc des précipités primaires γ'_I . Cela pourrait s'expliquer par la différence de plage de températures

étudiées. En effet, dans ce travail les températures étudiées sont plus élevées, et la plage est moins étendue. La différence d'énergie d'activation observée pourrait également être due à la dissolution des précipités primaires lors de la mise en solution supersolvus, relâchant des éléments γ' -gènes modifiant ainsi la composition chimique des cœurs de grains. Il est également intéressant de noter que les valeurs d'énergie d'activation apparente sont beaucoup plus fortes pour l'Udimet 720Li et le Waspaloy, les deux alliages ne contenant pas de Nb. De plus, compte tenu des fortes énergies d'activation apparentes calculées, le mûrissement d'Ostwald des précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} pourrait ne pas être le seul mécanisme menant à leur croissance dans ces alliages. Cela pourrait également traduire une transition de mécanisme de croissance, ou tout du moins un changement de régime de mûrissement. Une variation de la valeur du misfit pourrait également être responsable de ce phénomène.

L'évolution des fractions surfaciques de précipités a également été étudiée lors des traitements thermiques proches du solvus de la phase γ' . Les résultats pour l'AD730TM HC sont présentés en figure 64, et pour tous les alliages dans le tableau 10.

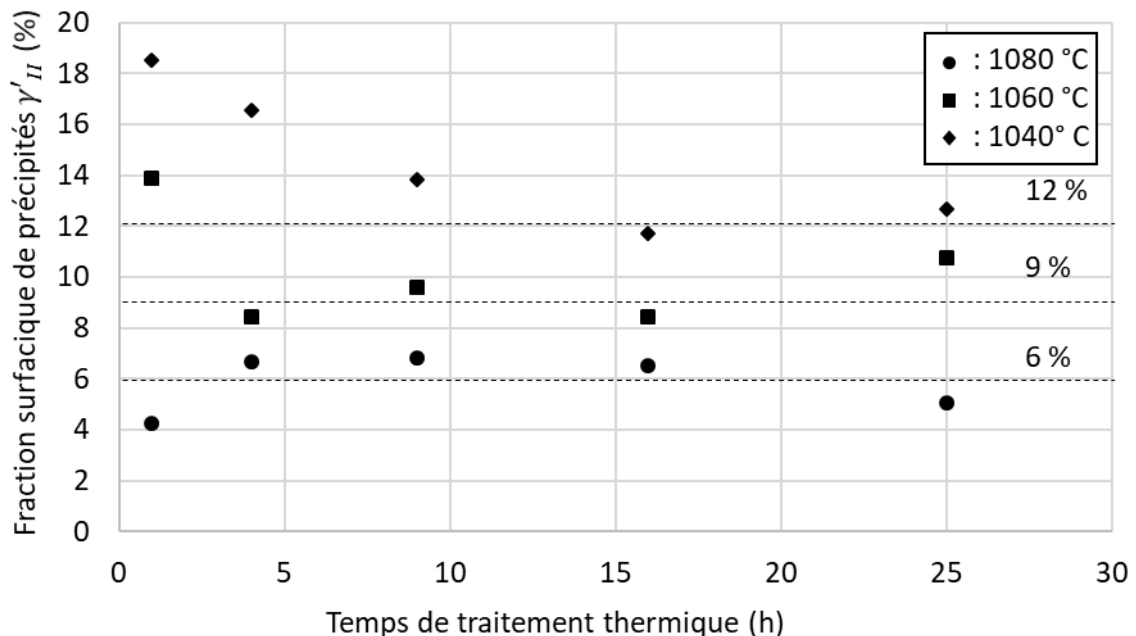


Figure 64 : évolution de la fraction surfacique de précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} dans l'AD730TM HC lors de traitements thermiques proche du solvus de la phase γ'

La première observation à noter concernant ces données est la **stabilité de la fraction surfacique de précipités à partir d'un certain temps à une température donnée**. Ce résultat montre qu'il n'y a **pas de dissolution** de ces précipités dans la gamme de température étudiée, et que leur grossissement se fait à fraction constante. Cela conforte l'hypothèse du mûrissement d'Ostwald de ces précipités. La fraction paraît stable dès 1 h à 1080 °C, 4 h à 1060 °C et 16 h à 1040 °C. Il est logique que cette stabilité soit atteinte plus tard à plus basse température. En effet, le passage de l'état hors équilibre obtenu lors du refroidissement post mise en solution à l'état stable aux températures de traitements thermiques se fait par diffusion, et est donc d'autant plus rapide que la température est élevée. Ce constat a été fait pour les autres alliages de l'étude également. Les fractions surfaciques mesurées, présentées dans le tableau 10, sont systématiquement plus faibles que les fractions volumiques calculées

à l'aide du logiciel ThermoCalc. Cet écart peut s'expliquer par la mesure de fraction par analyse d'images qui n'est pas précise et peut varier en fonction de l'orientation cristalline des grains étudiés, mais également par l'effet de coupe qui peut fausser l'approximation faite entre fraction surfacique et fraction volumique.

Tableau 10 : évolution de la fraction surfacique mesurée et de la fraction volumique calculée à l'aide du logiciel ThermoCalc des précipités secondaires en fonction de l'alliage et de la température de traitement thermique

ΔT_s (°C)	AD730 TM HC		AD730 TM		René 65		Udimet 720Li		Waspaloy	
	f_{exp} (%)	f_{TC} (%)	f_{exp} (%)	f_{TC} (%)	f_{exp} (%)	f_{TC} (%)	f_{exp} (%)	f_{TC} (%)	f_{exp} (%)	f_{TC} (%)
30	6	7	6	10	7	7	9	12	5	5
50	9	11	10	14	9	11	10	17	5	8
70	12	14	12	17	14	14	20	21	7	10

1.3.4 : Modèle phénoménologique de croissance des PFZ par croissance accélérée des précipités aux joints de grains.

Les travaux présentés dans les sections précédentes de ce chapitre ont permis de montrer que **les PFZ se forment par épuisement en soluté dû à la formation de précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} aux joints de grains**. Ces précipités grossissent par un mécanisme proche du mûrissement d'Ostwald affectant ces précipités entre eux, mais également grâce à la dissolution des précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} aux abords des joints de grains par mûrissement d'Ostwald. La diffusion dans les joints de grains et l'effet Gibbs-Thomson participent probablement aussi à la croissance des précipités aux joints de grains. Enfin, un processus de coalescence a lieu entre ces précipités. La somme de ces mécanismes mène à une croissance plus rapide des précipités aux joints de grains que celle opérant à cœur de grains, entraînant la formation d'une zone appauvrie en éléments γ' -gènes aux abords des joints de grains. Les précipités intragranulaires situés dans cette zone appauvrie sont dissouts et viennent également alimenter la croissance des précipités intergranulaires γ'_{int} par diffusion volumique. La formation des PFZ est donc due à l'interaction entre les mécanismes de grossissement des précipités γ'_{int} et γ'_{II} . **Le niobium est probablement l'espèce limitant les différentes réactions dans les alliages contenant cet élément**, alors que dans les alliages n'en contenant pas, le titane serait l'espèce limitante des réactions. Il semble également probable que des variations de plus grandes ampleurs que celles étudiées sur les taux de nickel et d'aluminium dans la composition globale puissent affecter les cinétiques de croissance des différentes populations de précipités, et donc des PFZ. Ce mécanisme est schématisé en figure 65. Les données correspondant aux différents coefficient de croissance et énergies d'activation apparentes pour les différents alliages sont compilées dans le tableau 11.

Tableau 11 : tableau récapitulatif des coefficients de croissance et de énergies d'activations lors des traitements thermiques proches du solvus de la phase γ' dans les 5 alliages de l'étude

Alliage	Température (°C)	K_{PFZ} (m ² /s)	E_{PFZ} (kJ/mol)	K_{II} (m ³ /s)	E_{II} (kJ/mol)	K_{int} (m ³ /s)	E_{int} (kJ/mol)	E_D (kJ/mol)
AD730™ HC	1040	2.11E-17		3.94E-26		1.27E-25		289
	1060	5.17E-17	813	5.40E-26	205	2.75E-25	524	
	1080	1.91E-16		6.86E-26		5.26E-25		
AD730™	1040	1.40E-17		4.45E-26		7.71E-26		269
	1060	3.66E-17	831	5.73E-26	237	1.30E-25	562	
	1080	1.33E-16		8.46E-26		3.54E-25		
René 65	1040	1.05E-17		3.27E-26		9.42E-26		455
	1060	3.47E-17	927	5.06E-26	283	1.25E-25	472	
	1080	1.30E-16		7.03E-26		3.39E-25		
Udimet 720Li	1080	2.12E-17		1.18E-25		1.87E-25		21
	1100	4.82E-17	839	9.96E-26	375	1.11E-24	818	
	1120	1.81E-16		3.09E-25		1.50E-24		
Waspaloy	960	3.69E-18		2.45E-27		4.06E-27		95
	980	6.22E-18	598	4.55E-27	372	7.50E-27	503	
	1000	2.31E-17		7.64E-27		1.90E-26		

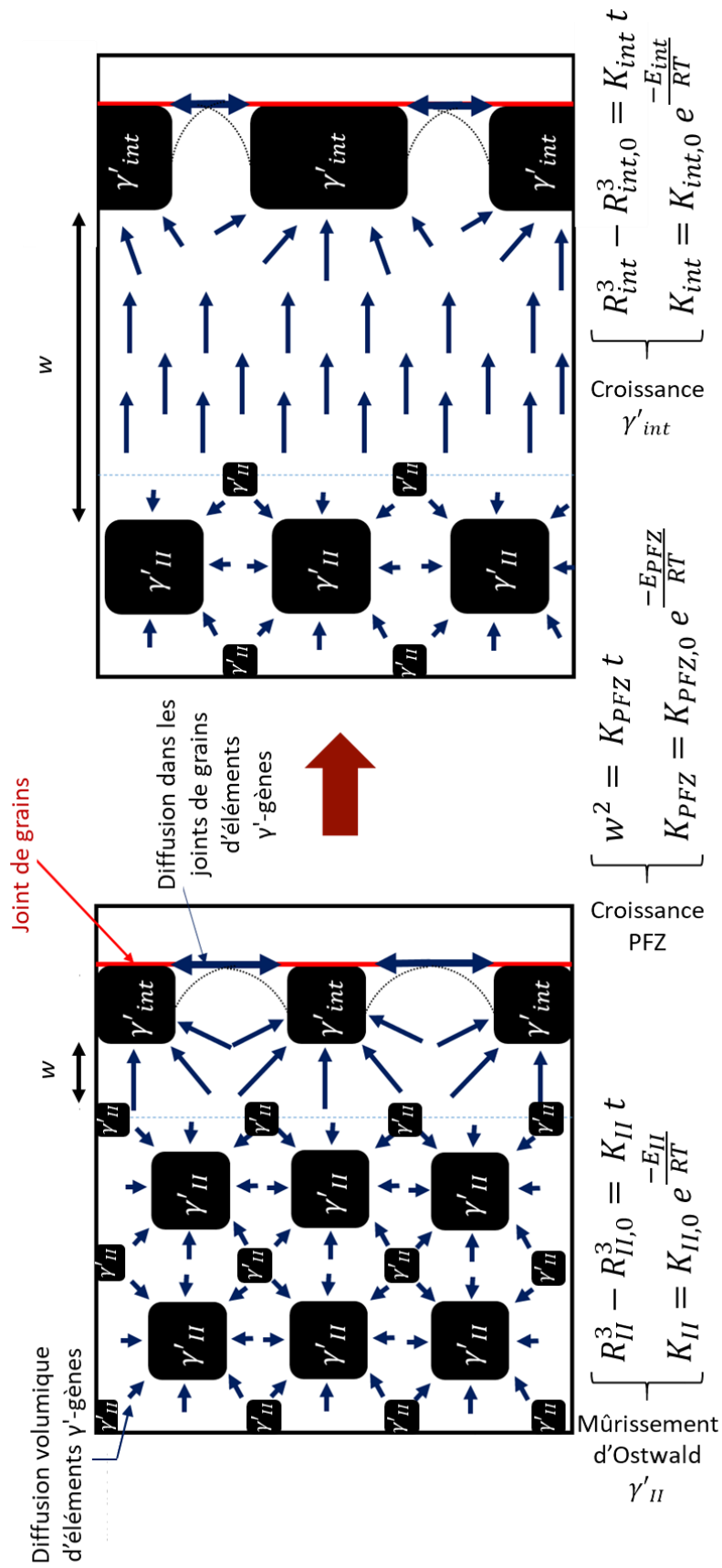


Figure 65 : schéma de formation et croissance des PFZ par croissance accélérée des précipités aux joints de grains

Tout d'abord, **les alliages ne contenant pas de Nb, l'Udimet 720Li et le Waspaloy présentent un comportement différent des autres alliages de l'étude.** L'énergie d'activation apparente de la croissance des précipités γ'_{int} est quasiment directement égale à celle de la croissance des PFZ. De plus, l'énergie d'activation apparente correspondant à la croissance des précipités γ'_{II} est plus élevée que pour les autres alliages et trop haute pour correspondre directement à une énergie d'activation de la diffusion d'un élément.

Le René 65, l'AD730™ et l'AD730™ HC présentent un comportement et des résultats similaires. La formulation de Jensrud et Ryum (équation 4) présentée dans la sous-section I.1.1.4 permettant de calculer l'énergie d'activation de la diffusion volumique de l'espèce limitant la croissance des PFZ a été utilisée afin d'identifier cette espèce dans ces trois alliages [Jensrud and Ryum 1984]. Les microstructures étudiées n'étant pas les mêmes quand dans ces travaux, cette formulation a dû être modifiée.

Les coefficients de croissance des précipités intergranulaires γ'_{int} , K_{int} , sont composés à la fois des contributions du mûrissement d'Ostwald et des mécanismes liés aux joints de grains. L'énergie d'activation apparente E_{int} calculée à partir de ces coefficients prend donc en compte le mûrissement d'Ostwald. Ce mûrissement est le seul mécanisme menant à une augmentation du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} , les coefficients de croissance K_{II} prennent donc en compte uniquement une composante liée au mûrissement d'Ostwald. En supposant que les mûrissements d'Ostwald aux abords des joints de grains et à cœur de grains suivent les mêmes cinétiques, il convient de ne pas le prendre en compte deux fois dans la formulation de Jensrud et Ryum. Il est donc possible d'écrire en utilisant directement l'équation 4 :

$$E_D = E_{PFZ} - E_{II} - E_{int} \quad (24)$$

puis en prenant en compte l'équation 21 :

$$E_D = E_{PFZ} - E_{MO} - E_{(MO+JdG)} \quad (25)$$

et en ne prenant en compte qu'une fois le mûrissement d'Ostwald :

$$E_D = E_{PFZ} - E_{(MO+JdG)} \quad (26)$$

la forme finale est donc :

$$E_D = E_{PFZ} - E_{int} \quad (27)$$

Les valeurs ainsi calculées, présentées dans le tableau 11, **semblent vraisemblables pour les deux versions d'AD730™**, et proches de l'énergie d'activation de la diffusion volumique du titane dans l'AD730™ [Masoumi et al. 2016]. Dans le cas de ces alliages, le niobium, espèce γ' -gène diffusant le moins vite dans l'AD730™, serait donc l'espèce limitant la croissance des précipités secondaires, à la fois intergranulaires et intragranulaires, mais le titane serait l'espèce limitant la croissance des PFZ.

Cependant, la valeur d'énergie d'activation de la diffusion volumique de l'espèce limitant la croissance des PFZ obtenue pour le René 65 ne correspond à aucun des éléments γ' -gènes et est trop élevée pour correspondre à la définition de E_D . A l'inverse, les valeurs calculées pour l'Udimet 720Li et le Waspaloy sont trop basses pour être cohérentes. **Cela remet donc en question la validité de la modification apportée à la formulation de Jensrud et Ryum**, et le statut d'espèce limitante de la croissance des PFZ du titane.

1.3.5 : Bilan du chapitre 1.3

Dans ce chapitre l'évolution de la largeur de PFZ, ainsi que les évolutions des différentes populations de précipités γ' , aux joints de grains et à cœur de grains, ont été étudiées lors de traitements thermiques proches du solvus de la phase γ' .

Premièrement, il a été montré pour les cinq alliages de l'étude que la largeur de PFZ évolue paraboliquement en fonction du temps selon un mécanisme d'épuisement en soluté, qui dans le cas présent sont les éléments γ' -gènes. La croissance des PFZ accélère lorsque la température augmente et la sensibilité des coefficients de croissance des PFZ à la température peut s'exprimer à l'aide d'une loi d'Arrhenius. Les énergies d'activation apparentes ainsi calculées sont trop élevées pour être représentatives d'un seul mécanisme de diffusion. La croissance des PFZ est donc due à plusieurs mécanismes simultanés et potentiellement en compétition. La composition chimique globale des alliages semble influencer la croissance des PFZ, plus particulièrement les éléments γ' -gènes. En première approximation, l'espèce chimique limitant la réaction de croissance des PFZ est l'espèce diffusant le moins vite dans cette gamme de température. Pour les alliages de l'étude, il s'agit du Nb dans les alliages en contenant et du Ti dans les autres. La fraction volumique de précipitation, directement liée aux taux de Ti, Nb et Al, pourrait également impacter la croissance des PFZ.

L'augmentation du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} est uniquement dû au mûrissement d'Ostwald. L'évolution de leur taille peut donc être modélisée par une loi LSW, et l'évolution du coefficient de croissance de ces précipités avec la température par une loi d'Arrhenius. Les énergies d'activation apparentes calculées suggèrent que la diffusion volumique du Nb limite la croissance des précipités par mûrissement d'Ostwald dans l'AD730TM et l'AD730TM HC. Dans le René 65, l'espèce limitante pourrait être le Ti. Le comportement de l'Udimet 720Li et du Waspaloy, les deux alliages de l'étude ne contenant pas de Nb, est différent. Les énergies d'activation apparentes calculées ne correspondent pas à la diffusion volumique d'un élément γ' -gène. Il est donc possible que plusieurs mécanismes soient à l'œuvre, ou qu'une transition de régime de mûrissement d'Ostwald se produise dans la gamme de température étudiée.

Enfin, la croissance des précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} peut être modélisée par une loi cubique en fonction du temps. Les coefficients de croissance suivent bien une loi d'Arrhenius, indiquant que la croissance des précipités est thermiquement activée, et donc liée à la diffusion volumique, probablement d'éléments γ' -gènes. Les énergies d'activation apparentes, particulièrement élevées, suggèrent également la participation de plusieurs mécanismes à la croissance de ces précipités. Ces mécanismes pourraient être le mûrissement d'Ostwald, la coalescence et la diffusion volumique d'éléments γ' -gènes issus de la dissolution des précipités intragranulaires situés dans la zone appauvrie en solutés, ces trois processus pouvant être exprimés indépendamment par des lois cubiques. L'effet Gibbs-Thomson et la diffusion accélérée dans les joints de grains pourraient également participer à la croissance de ces précipités. Ces mécanismes n'entraînent pas une croissance de type cubique des précipités, mais il est possible que leurs contributions soient faibles devant celles des trois premiers mécanismes, permettant une modélisation macroscopique cubique en fonction du temps. De la même façon que pour les précipités à cœur de grains, le comportement des alliages ne contenant pas de Nb est différent de ceux en contenant, les énergies d'activation

apparentes calculées étant quasiment directement égales à celles de la croissance des PFZ, là où elles sont inférieures de plusieurs centaines de kJ/mol pour les alliages contenant du Nb.

Finalement, un modèle phénoménologique décrivant les évolutions des microstructures de précipitation dans les superalliages base nickel γ/γ' polycristallins a été proposé et sera utilisé pour introduire des PFZ dans des éprouvettes tout en contrôlant leur largeur, la taille des précipités aux joints de grains, et à cœur de grains de manière indépendante.

Cependant, ce modèle ne prend pas en compte les compositions chimiques locales, dans la matrice et dans les précipités. De plus, il a été supposé dans ce chapitre que certaines espèces chimiques influent sur la croissance des PFZ ou des précipités, sans pouvoir le prouver de manière expérimentale. De la même façon, plusieurs mécanismes ont été supposés responsables des différentes évolutions macroscopiques étudiées, sans preuves définitives de leur présence. Le chapitre suivant sera donc dédié à des analyses de chimie locale afin d'évaluer plus clairement la pertinence des hypothèses émises ici.

Chapitre I.4 : Description des Mécanismes de Formation des PFZ

Le modèle de croissance des PFZ précédemment présenté prend en compte uniquement des paramètres de traitements thermiques et des paramètres dépendant de l'alliage étudié. Or il apparaît que ces paramètres sont intimement liés à la composition chimique globale de l'alliage et que les mécanismes de formation des PFZ en présence sont dépendants de la diffusion de certaines espèces chimiques du cœur de grains vers les joints de grains. Il est donc indispensable d'étudier ces mécanismes à une échelle plus fine afin de créer un modèle liant la diffusion de ces éléments à la croissance des PFZ. Une étude basée sur la formulation proposée dans les travaux de Peterson et Baker [Peterson and Baker 2021b] a été menée afin d'identifier les espèces responsables de la croissance des PFZ et de décrire au mieux les mécanismes mis en jeu. Pour cela des analyses de compositions locales en EDS-X sous MET ont été utilisées.

Les études précédemment présentées dans ce manuscrit ont également montrées une potentielle participation de la migration des joints de grains et de la diffusion accélérée d'éléments γ' -gènes dans les joints de grains. Afin de statuer sur la présence et l'éventuelle influence de ces mécanismes sur la croissance des PFZ, des études ont été menées couplant des analyses d'images obtenues en microscopie électronique à balayage et des analyses EDS-X sous MET réalisées à l'Institut Pprime à l'Université de Poitiers par Dominique Eyidi sur des lames prélevées au FIB. Enfin, des joints de grains ont été analysés en sonde atomique tomographique au Groupe de Physique des Matériaux (GPM) à l'Université de Rouen par Emmanuel Cadel dans le cadre d'un appel à projet de la fondation METSA.

1.4.1 : Diffusion volumique du cœur de grains vers les joints de grains

Le mécanisme de formation des PFZ identifié dans les superalliages de l'étude lors des précédents chapitres est l'épuisement en soluté. Ce mécanisme est caractérisé par la formation d'une phase aux joints de grains contenant des éléments chimiques également présents dans la phase durcissante à cœur de grains [Jensrud and Ryum 1984] [Jha et al. 1987] [Maldonado and Nembach 1997] [Peterson and Baker 2021b]. Dans le cas des alliages de l'étude, des précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} se forment aux joints de grains entraînant la formation de zones appauvries en éléments constitutifs de ces précipités, les éléments γ' -gènes, aux abords des joints de grains. Les précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} présents dans le gradient de composition chimique sont dissouts, entraînant la formation de PFZ selon l'équation 9 rappelée ci-dessous dans le cas de la formation de PFZ dans un AFA, où le nickel est l'espèce chimique limitant la réaction de croissance des PFZ [Peterson and Baker 2021b]:

$$w = \left[2D_{Ni}^{\gamma} \frac{C_{PFZ/m} - C_{GB/PFZ}}{C_m - C_{PFZ/m}} \right]^{\frac{1}{2}} \sqrt{t} \quad (9)$$

L'objectif de cette section est l'étude des gradients induits par la formation des précipités γ'_{int} , et l'identification des espèces chimiques responsables de la formation des PFZ.

Des premières analyses en EDS-X sous MEB à filament tungstène et sous MEB-FEG ont été menées, mais la résolution spatiale insuffisante n'a pas permis d'analyser les précipités et la matrice indépendamment. Afin d'obtenir une meilleure résolution spatiale, des analyses EDS-X sous MET ont été menées. Pour cela, un joint de grains représentatif à la fois de la moyenne de la largeur de PFZ et de la précipitation secondaire a été soigneusement choisi sur l'échantillon d'AD730TM HC ayant subi le traitement thermique proche solvus de 25 h à 1080 °C. Ce joint de grains est présenté en figure 66 a. Une fois la zone d'intérêt sélectionnée, une couche de platine a été déposée perpendiculairement au joint sur une distance de 5 μ m de chaque côté du joint, puis la matière de part et d'autre de ce dépôt a été enlevée par un faisceau d'ions gallium (FIB). La matière située d'un côté de la plaque ainsi créée a été éliminée de la même façon et un nano-manipulateur a été collé à la plaque à l'aide d'une soudure au platine. Finalement, la matière de l'autre côté de la plaque a été éliminée et la plaque a été soudée sur une grille de cuivre. La plaque a ensuite été amincie par un faisceau d'ions gallium jusqu'à obtenir une lame mince de 76 nm d'épaisseur, suffisamment fine pour être transparente aux électrons. La figure 66 présente les différentes étapes de ce processus couramment nommé « lift-out ». Cette extraction a été réalisée par Hadi Bahsoun, ingénieur de recherche à l'Institut Pprime / Université de Poitiers en charge du FIB utilisé.

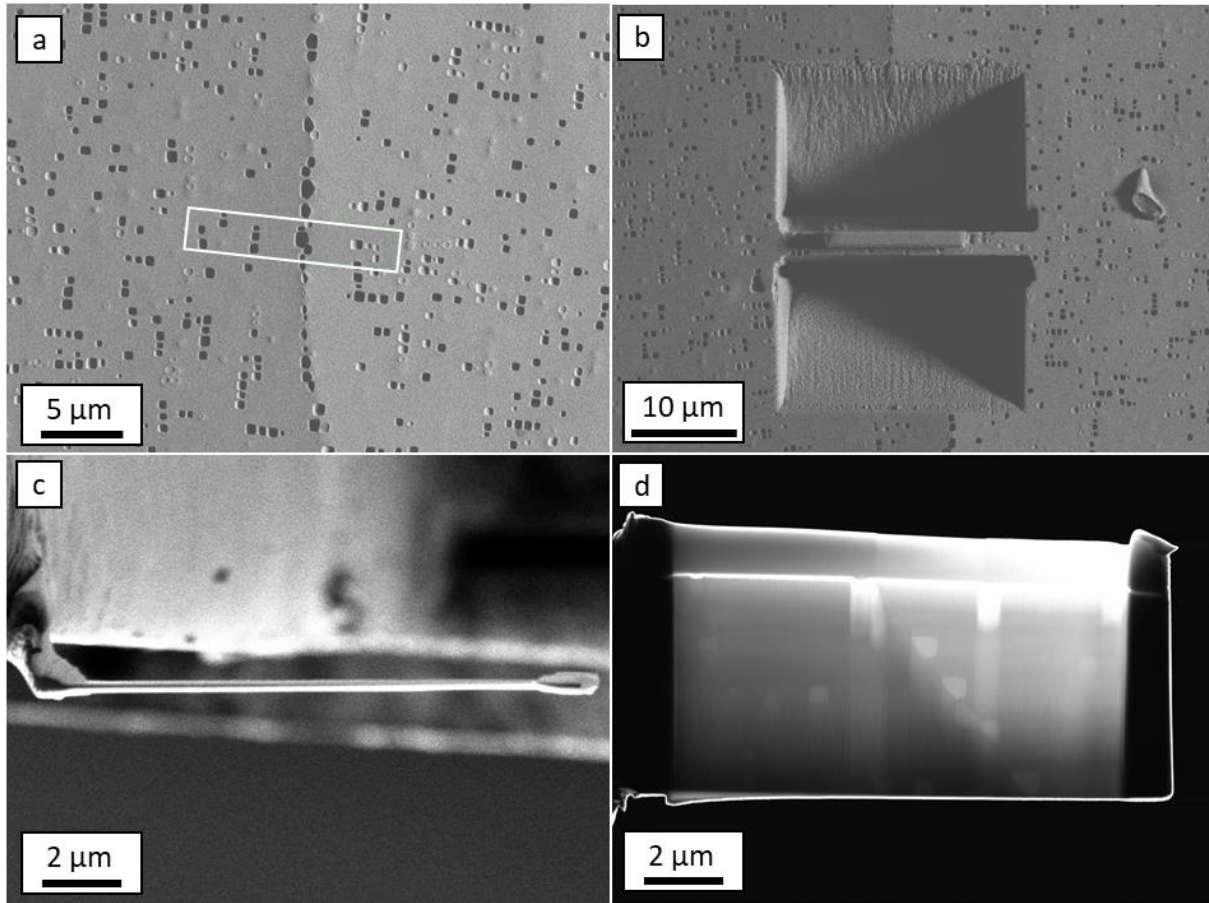


Figure 66 : sélection d'un joint de grains d'intérêt sur un échantillon d'AD730™ HC après 25 h à 1080 °C (a). Première étape d'enlèvement de matière par faisceau d'ions gallium (b). Lamme mince obtenue après amincissement vue de côté (c) et observée en High-Angle Annular Dark-Field (d)

Cette lame mince a été analysée en EDS-X sous MET par Dominique Eyidi, ingénieur de recherche à l'Institut Pprime en charge du MET utilisé. Le profil et les différents pointés analysés sont représentés sur la figure 67. Concernant les analyses de compositions des précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} , seul le précipité repéré par une flèche sur la figure était analysable, les autres étant superposés à de la matrice dans l'épaisseur de la lame.

Le tableau 12 présente les compositions chimiques mesurées pour les précipités secondaires, ainsi que l'incertitude de mesure.

Tableau 12 : compositions chimiques des précipités secondaires dans l'AD730™ HC après 25 h à 1080 °C

C (at%)	Al	Ti	Cr	Fe	Co	Ni	Nb	Mo	W
γ'_{II}	8.6 ± 0.8	11.6 ± 1.3	3.0 ± 0.3	1.3 ± 0.1	3.1 ± 0.3	71.5 ± 7.8	0.1 ± 0.01	0.2 ± 0.3	0.6 ± 0.1
γ'_{int}	10.0 ± 0.7	11.1 ± 0.1	2.9 ± 0.7	0.9 ± 0.2	3.2 ± 0.4	70.4 ± 7.2	0.8 ± 0.1	0.2 ± 0.1	0.6 ± 0.1

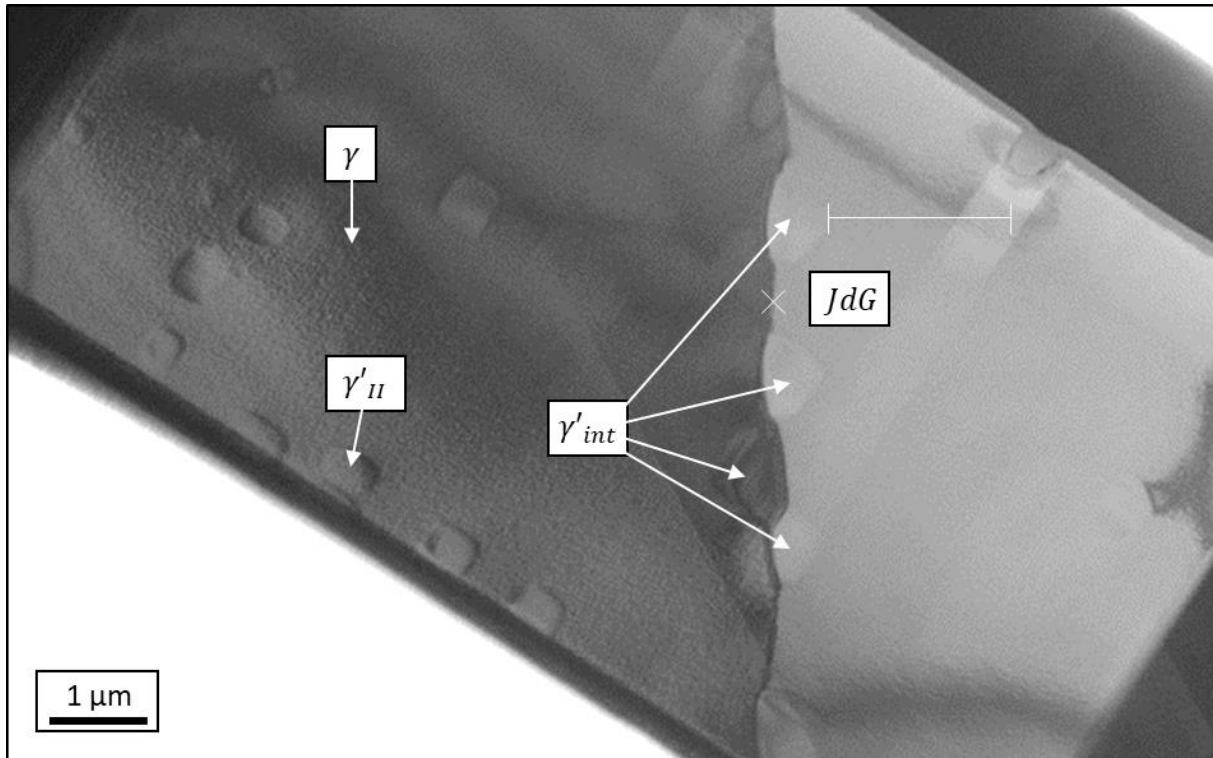


Figure 67 : microstructure de l'AD730™ HC après 25 h à 1080 °C au MET en HAADF

Les précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} et intragranulaires γ'_{II} ont des compositions chimiques légèrement différentes. Concernant les éléments γ' -gènes, les précipités au joint de grains présentent des taux de Ni et de Ti légèrement inférieurs à ceux des précipités intragranulaires. A l'inverse, les taux d'Al et Nb sont légèrement plus forts dans ces précipités. **L'écart relatif entre les taux de Nb est le plus marquée.** Les précipités γ'_{int} sont huit fois plus riches en Nb que les γ'_{II} . En ne prenant pas en compte le Nb présent en solution solide dans la matrice γ , et en supposant que la croissance des γ'_{int} est uniquement due à la diffusion volumique des atomes issus de la dissolution des γ'_{II} , la dissolution de 8 moles de précipités γ'_{II} est nécessaire à la formation d'une mole de précipités γ'_{int} . Ce rapport est d'environ 1 pour les autres éléments γ' -gènes. Cela explique probablement la forte sensibilité au taux de Nb dans l'alliage des mécanismes de croissance des PFZ et des précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} . Le Nb étant également l'espèce diffusant le moins vite dans la matrice de l'AD730™ dans cette gamme de températures, il est donc probable que cet élément soit l'espèce limitante des réactions de croissance des PFZ et des précipités aux joints de grains.

Un profil de composition a également été effectué à travers la PFZ à droite du joint de grains présenté sur la figure 67. Les résultats concernant les principaux éléments γ' -gènes sont illustrés dans la figure 68. Des **gradients de concentration en Ni, Nb, Ti et Al dans la matrice** ont été observés de l'interface entre le précipité γ'_{int} et la matrice γ dans la PFZ jusqu'à une distance d'environ 850 nm du précipité. Cette allure de courbe pourrait être due à la poire d'interactions des électrons avec la matière, dans l'épaisseur de la lame et en surface. Il est possible qu'une proportion de plus en plus faible du précipité soit analysée avec la matrice, entraînant cette chute en élément γ' -gène. Il est donc impossible de mesurer de cette manière la composition chimique à l'extrême proximité du précipité au joint de grains. Ces taux atteignent une valeur minimale à environ 560 nm de l'interface γ'_{int}/γ et semblent ensuite remonter en s'éloignant du joint de grains, comme attendu dans le cadre du mécanisme

d'épuisement en soluté. Cette valeur minimale, qui sera notée C_{PFZ} , sera utilisée à la place de la valeur de composition à l'extrême proximité du précipité $C_{GB/PFZ}$ dans l'équation 9.

$$w = \left[2D_{Nb}^{\gamma} \frac{C_{PFZ/m} - C_{PFZ}}{C_m - C_{PFZ/m}} \right]^{\frac{1}{2}} \sqrt{t} \quad (28)$$

Les valeurs de composition chimiques mesurées pour l'Al ne sont jamais inférieures à la valeur de composition de la matrice à cœur de grains C_m , représentée par une droite dans les graphiques de la figure 68. Il n'y a donc pas d'appauvrissement en Al. En revanche **des zones appauvries en Ti, Ni et Nb sont clairement identifiables**. Ces trois éléments sont donc potentiellement responsables de la croissance des PFZ par épuisement en soluté.

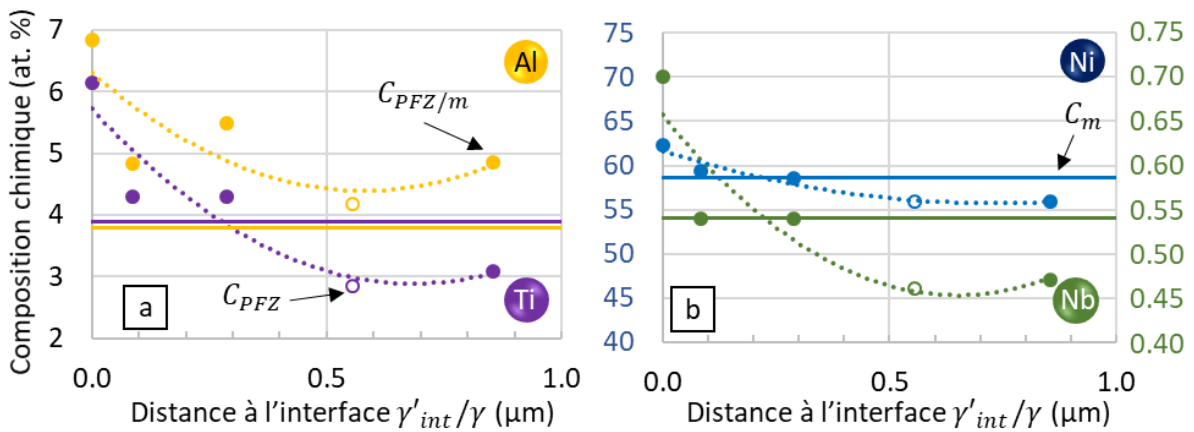


Figure 68 : évolution des taux de Ti et Al (a) et Ni et Nb (b) dans la PFZ en fonction de la distance aux précipités intergranulaires γ'_{int} perpendiculairement à un joint de grains dans l'AD730TM HC vieilli 25 h à 1080 °C

La même analyse a été menée pour les autres éléments constitutifs de la matrice γ . Aucune variation n'a été observée pour le tungstène. Les variations en Cr, Co, Fe et Mo sont représentées dans la figure 69.

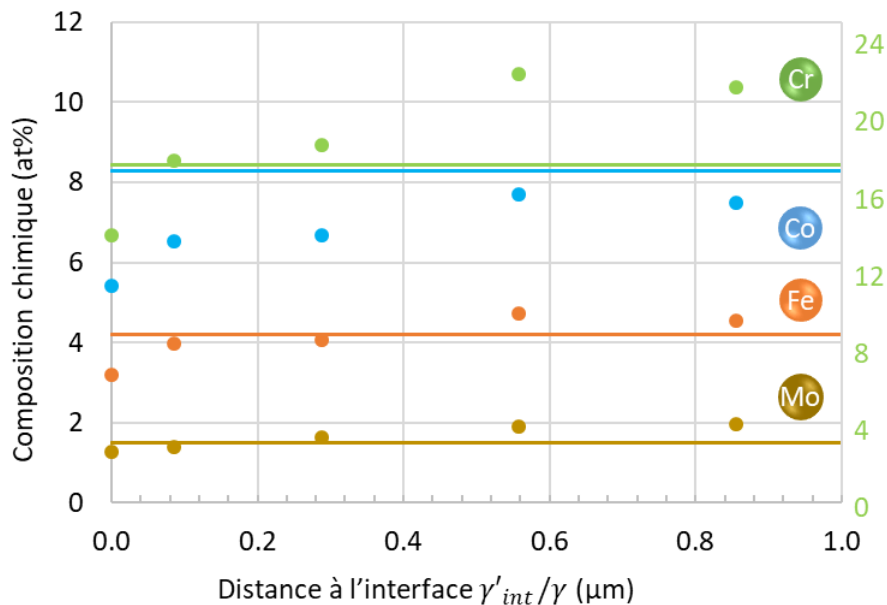


Figure 69 : évolution des taux de Cr, Co, Fe et Mo dans la PFZ en fonction de la distance aux précipités intergranulaires γ'_{int} perpendiculairement à un joint de grains dans l'AD730TM HC vieilli 25 h à 1080 °C

Il est à noter que le taux de Co dans la PFZ, présent de manière équivalente dans les phases γ et γ' , est légèrement inférieur au taux dans la matrice γ à cœur et semble augmenter en s'éloignant du joint de grains. Cet élément a donc dans ce cas un comportement similaire à celui des éléments γ' -gènes. Les taux de Cr, de Fe et de Mo sont d'abord inférieurs aux taux à cœur de grains, puis dépassent ces taux, avant de légèrement baisser pour tendre vers les taux à cœur de grains. **Cet enrichissement en éléments γ -gènes est induit par l'appauvrissement en γ' -gènes** et permet de garder une quantité de matière équivalente.

D'après les résultats précédents et les modèles proposés pour d'autres alliages, il est possible de proposer un modèle adapté au cas de l'AD730TM HC. Ce modèle est schématisé sur la figure 70.

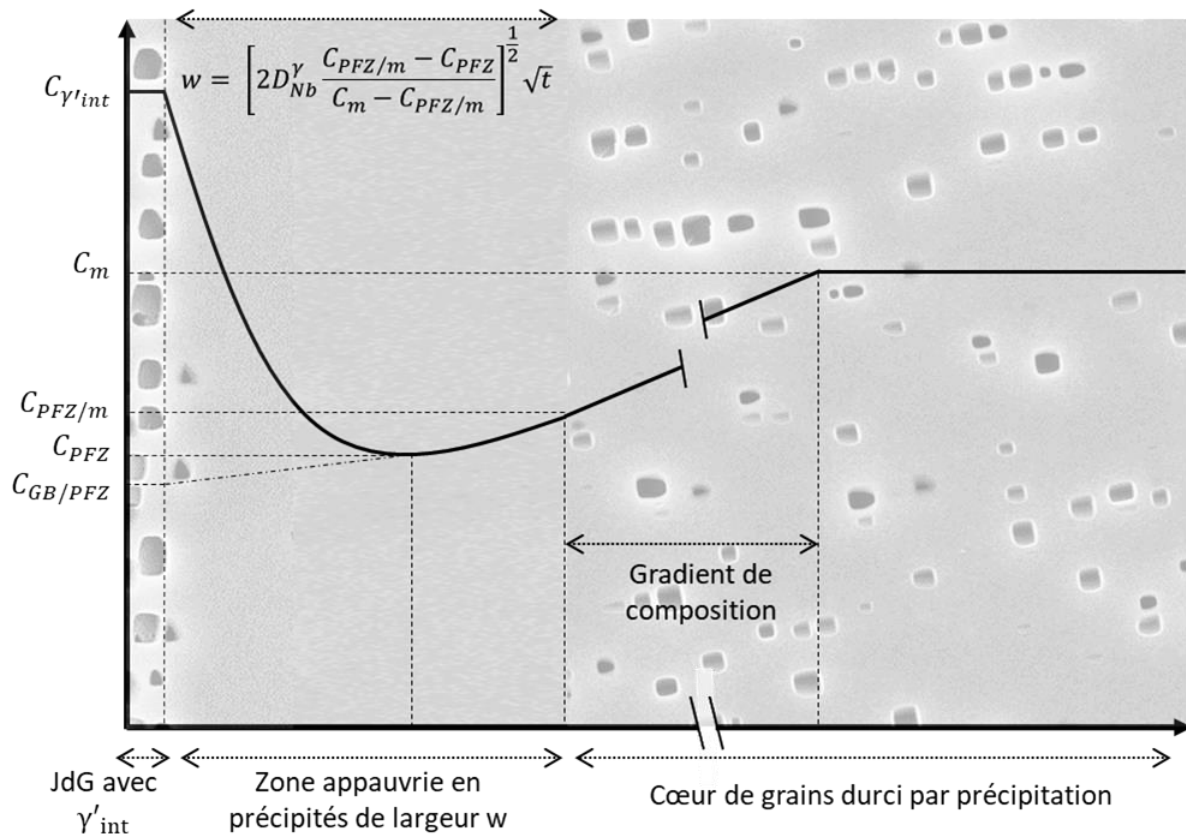


Figure 70 : schématisation du modèle de croissance des PFZ par épuisement en Niobium dans l'AD730TM HC

Afin d'éprouver ce modèle, les différents paramètres de compositions chimiques de l'équation 28 ont été identifiés pour le Ni, le Ti, et le Nb. Les coefficients de diffusions correspondants ont été calculés d'après les travaux de Sohrabi et Mirzadeh pour le titane et le niobium et d'après Rothman et al. pour le nickel [Sohrabi and Mirzadeh 2019] [Rothman et al. 1980]. Ces paramètres sont présentés dans le tableau 13.

Tableau 13 : paramètres identifiés et calculés de l'équation 28

C (at%)	Ti	Ni	Nb
C_m	3.86	58.67	0.54
$C_{PFZ/m}$	3.09	55.95	0.47
C_{PFZ}	2.84	55.82	0.46
$D_s^{\gamma} (.10^{-16} \text{ m}^2/\text{s})$	1.12	3.49	0.51

Ces paramètres ont permis d'établir des courbes théoriques de croissance des PFZ par épuisement en soluté avec le Nb, le Ti et le Ni comme espèce limitant le mécanisme de croissance des PFZ. Ces courbes ont été tracées en figure 71 aux côtés des données expérimentales et de la courbe obtenue avec le modèle phénoménologique défini dans le chapitre précédent.

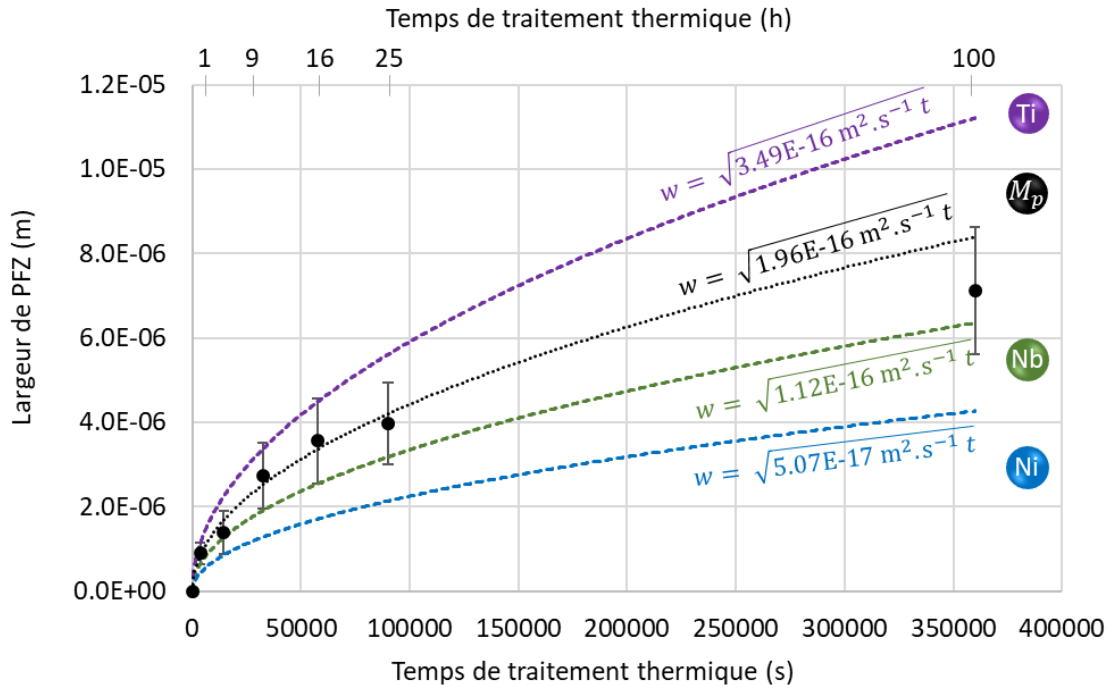


Figure 71 : évolution de la largeur de PFZ dans l'AD730™ HC lors d'un traitement thermique proche solvus à 1080 °C obtenue expérimentalement, par le modèle phénoménologique et par le modèle d'épuisement en soluté

L'évolution de la largeur de PFZ est présentée sur ce graphique jusqu'à 100 h de traitement thermique. La courbe théorique obtenue par le modèle d'épuisement en nickel prévoit des largeurs de PFZ nettement trop faibles. Le nickel ne peut donc pas être l'espèce limitante responsable de la croissance des PFZ. Les courbes obtenues avec le Ti et le Nb comme espèce limitante encadrent les résultats expérimentaux jusqu'à 25 h de traitement thermique. Cependant après 25 h les valeurs prédites par la courbe théorique du titane sont trop élevées pour décrire l'évolution réelle de la largeur de PFZ. Finalement, **la courbe théorique descriptive du mécanisme de croissance des PFZ par épuisement en Nb décrit le mieux les valeurs expérimentales**, jusqu'à 25 h mais également jusqu'à 100 h de traitement thermique, malgré des valeurs légèrement faibles.

Ainsi, **la diffusion accélérée dans les joints de grains, la coalescence des précipités aux joints de grains et l'effet Gibbs-Thomson pourraient accélérer la croissance de ces précipités, et accentuer l'appauvrissement en éléments γ' -gènes, et donc la croissance des PFZ.** Cela pourrait expliquer les valeurs expérimentales de largeur de PFZ légèrement supérieures à celles prédites par le modèle de croissance des PFZ par épuisement en Nb. Ce résultat est cohérent avec les précédentes hypothèses concernant l'influence du Nb. Il est ainsi raisonnable de penser que la diffusion volumique du niobium est responsable à la fois de la croissance des précipités γ'_{int} , du mûrissement d'Ostwald des γ'_{II} et finalement de la croissance des PFZ.

I.4.2 : Diffusion accélérée dans les joints de grains et migration des joints de grains lors des traitements thermiques.

Afin de statuer sur le processus de diffusion accélérée dans les joints de grains et de la migration des joints de grains à des températures proches du solvus de la phase γ' dans l'AD730TM HC, ces phénomènes ont été étudiés à la fois en microscopie électronique à balayage (puis par analyse d'images), par EBSD, en EDS-X sous MET ainsi qu'en sonde atomique tomographique.

Un pointé EDS-X a été effectué entre les précipités intergranulaires γ'_{int} sur la lame mince présentée dans la section précédente. Les valeurs de compositions chimiques mesurées, présentées dans le tableau 14, ont été comparées à celles obtenues dans la matrice γ .

Tableau 14 : compositions chimiques au joint de grains, dans la PFZ et dans la matrice de l'AD730TM HC après 25 h à 1080 °C

C (at. %)	Al	Ti	Cr	Fe	Co	Ni	Nb	Mo	W
C_{JdG}	6.0	5.14	15.5	3.6	6.1	60.64	0.65	1.5	0.9
C_{PFZ}	4.2	2.84	21.4	4.7	7.7	55.82	0.46	1.9	0.9
$C_{PFZ/m}$	4.9	3.09	20.7	4.6	7.5	55.95	0.47	2.0	0.9
C_m	3.8	3.86	16.9	4.2	8.3	58.67	0.54	1.5	2.2

Les taux de Al, Ti, Ni et Nb mesurés au joint de grains sont supérieurs à ceux mesurés à la fois dans la PFZ, à l'interface PFZ/matrice et dans la matrice à cœur de grains, traduisant une ségrégation de ces éléments aux joints de grains. Rapporté aux taux mesurés dans la PFZ (S_{PFZ}), la différence relative en Ti est la plus forte, 81 %, contre 43 % pour l'Al, 41 % pour le Nb, et 9 % pour le Ni. Des appauvrissements sont observés pour tous les autres éléments sauf le W. Les tendances sont semblables lorsque ces taux sont rapportés à ceux mesurés à l'interface PFZ/cœur de grains ($S_{PFZ/m}$) et dans la matrice à cœur de grains (S_m). Toutes les valeurs sont compilées dans le tableau 15.

Tableau 15 : différences de compositions relatives entre le joint de grains et la matrice dans la PFZ, à l'interface PFZ/cœur de grains, et à cœur de grains dans l'AD730TM HC après 25 h à 1080 °C

$\frac{C_{JdG}-C_x}{C_x}$ (%)	Al	Ti	Cr	Fe	Co	Ni	Nb	Mo	W
S_{PFZ}	43	81	-28	-23	-21	9	41	-21	0
$S_{PFZ/m}$	22	66	-25	-22	-19	8	38	-25	0
S_m	58	33	-8	-14	-27	3	20	0	-59

La ségrégation en Ti peut s'expliquer par le fait que les précipités γ'_{int} sont moins riches en Ti que les γ'_{II} . Le Ti relâché par la dissolution des γ'_{II} n'est donc pas en totalité consommé par la croissance des γ'_{int} , l'excédent peut ainsi ségréger aux joints de grains, ou à l'extrême proximité de ceux-ci. La précision des analyses EDS-X sous MET ne permet néanmoins pas de statuer quant à la localisation exacte de la ségrégation. Cependant, cette explication n'est pas valable pour l'aluminium et le niobium, dont les proportions sont plus fortes dans les γ'_{int} . Il

est donc possible que la ségrégation en Ti soit due à la fois au mécanisme précédemment expliqué, mais également à la diffusion de Ti et Nb dans les joint de grains. Ces atomes pourraient provenir de la décomposition lente des (Ti,Nb)(C,N) à cette température. En revanche, la ségrégation en Al observée ne peut s'expliquer par ces mécanismes. Une possible explication à cette ségrégation pourrait être la diffusion accélérée d'éléments γ' -gènes dans les joints de grains en migration induite par l'ancrage de Zener-Smith des joints par les précipités γ'_{int} décrite dans la sous-section I.1.1.3 [Smith 1948] [Bee et al. 1981] [Seret 2019].

Ce mécanisme pré-suppose donc une migration des joints de grains à 1080 °C, ce qui n'a pas été pris en compte jusqu'ici, la taille de grains étant supposée fixe à cette température. Dans un premier temps, toutes les images MEB de joints de grains prises dans le cadre de l'étude des traitements thermiques proches du solvus de la phase γ' ont été analysées de nouveau afin de détecter d'éventuelles signes de migration des joints de grains. Des **morphologies de précipités allongés aux joints de grains** ont été observés pour les 5 alliages de l'étude, et sont présentées en figure 72. La forme allongée de ces précipités est révélatrice de la reprécipitation discontinue à l'arrière du front de migration des précipités d'abord dissouts par l'avancée du front, les joints de grains en migration « trainant » des éléments γ' -gènes avec eux [Bee et al. 1981] [Porter and Ralph 1981]. Ce même mécanisme est également à l'origine de la formation des précipités γ' « fans » observés dans de nombreux superalliages base Ni polycristallins lors de refroidissements post mise en solution supersolvus (ou très proche du solvus) très lents [Furrer and Fecht 1999]. Concernant le Waspaloy, ces précipités ont été observés uniquement après 1 h à 1000 °C, mais une morphologie de joint de grains particulière a été observée jusqu'à 16 h à 1000 °C (figure 72 d, * tableau 16). Les précipités ne sont pas directement collés au joint de grains mais situés jusqu'à quelques dizaines de nanomètres de celui-ci. Il est donc possible que ces précipités se soient formés de manière discontinue en aval du front, aient grossis par les différents mécanismes présentés précédemment tout en ancrant le joint de grains, avant que ce dernier ne se libère de cet ancrage et puisse migrer à nouveau. Cette différence de comportement s'explique par une fraction volumique de précipitation nettement plus faible dans cet alliage [Porter and Ralph 1981], [Seret 2019].

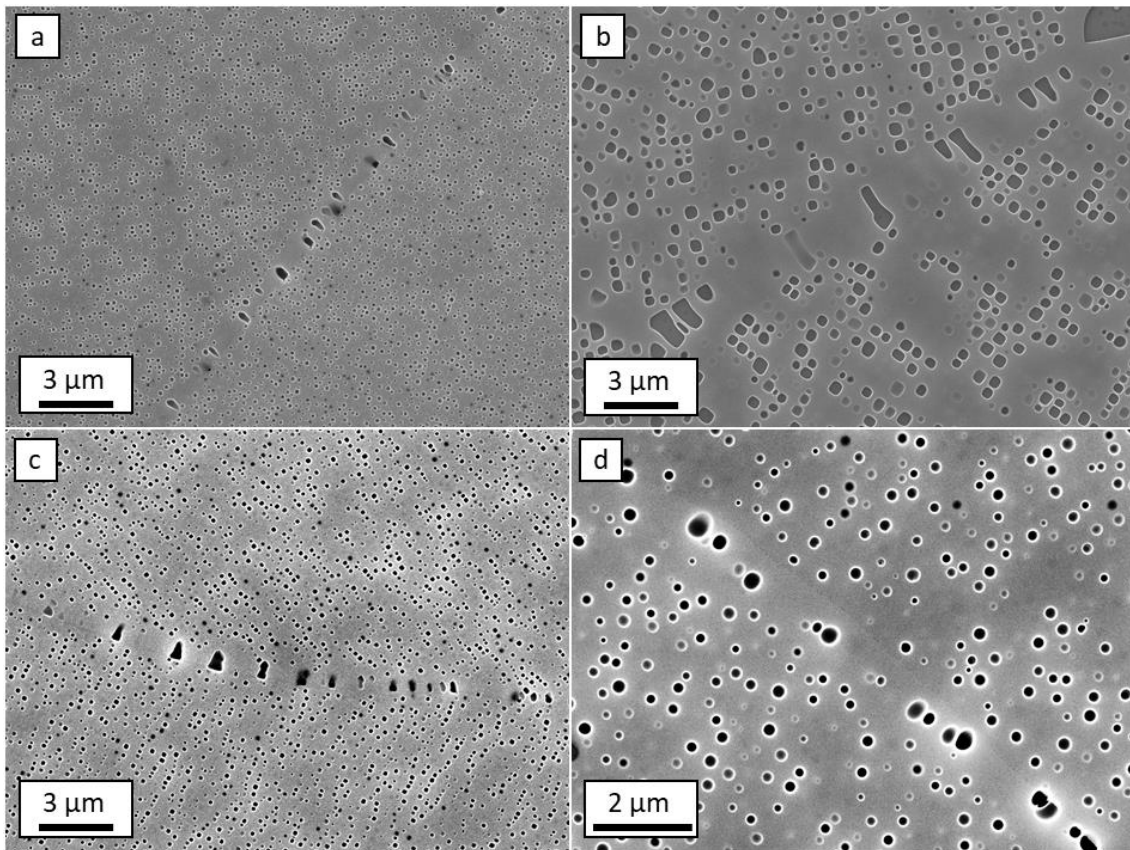


Figure 72 : joints de grains montrant des signes de migration après 1 h à 1040 °C dans l'AD730™ HC (a), 16 h à 1080 °C dans l'Udimet 720Li (b), 1 h à 1080 °C dans le René 65 et 16 h à 1000 °C dans le Waspaloy (d)

Comme le montre les résultats du tableau 16, ces phénomènes ne se produisent que lors de la première heure de traitement thermique lorsque la température est de 30 °C inférieure au solvus de la phase γ' . Le temps de traitement thermique maximal pour lequel de telles morphologies sont observées augmente lorsque la température baisse.

Tableau 16 : temps de traitement thermique (en heures) maximaux associés à la migration des joints de grains a été observées en fonction de l'alliage et de la température

ΔT_s (°C)	AD730™ HC	AD730™	René 65	Udimet 720Li	Waspaloy
70	9	25	16	25	/
50	1	4	4	16	/
30	1	1	1	1	1 (16*)

Cependant **ces migrations sont de très faibles amplitudes**, elles n'ont donc probablement pas d'impact sur la taille de grains moyenne. Afin de s'en assurer, des cartographies EBSD ont été effectuées pour l'AD730™ HC sur l'état post mise en solution supersolvus d'1 h à 1120 °C, après 4 h à 1080 °C, et après 25 h à 1080 °C. Les tailles de grains moyennes mesurées sont respectivement de $152 \pm 52 \mu\text{m}$, $130 \pm 47 \mu\text{m}$ et $165 \pm 56 \mu\text{m}$, ce qui valide le fait que ces migrations sont très faibles et n'ont **pas d'impact significatif sur la taille de grains moyenne**.

D'autres signes de migration des joints de grains, à une échelle beaucoup plus fine, ont été observés sur les échantillons d'AD730™ HC à partir d'1 h à 1080 °C. **Des précipités plus petits que les précipités tertiaires γ'_{III} ont été observés d'un seul côté des joints de grains**

entre les précipités tertiaires γ'_{III} et les joints de grains : un de ces joints de grains est présenté en figure 73. A 1080 °C, seuls les précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} et intragranulaires γ'_{II} subsistent. Les précipités visibles sur la figure 73c se sont donc formés lors du refroidissement post traitement thermique. La taille et la composition de ces précipités sont donc représentatives du niveau de sursaturation de la matrice γ à 1080 °C. Les précipités tertiaires γ'_{III} « loin » du joint de grains sont beaucoup plus gros que les précipités juste à l'arrière du joint. Il est donc possible que le joint de grains se soit déplacé selon les flèches de la figure 73c. Le joint de grains agirait donc comme un « siphon » à éléments γ' -gènes et les précipités tertiaires à l'arrière du front de migration se formeraient dans une matrice extrêmement appauvrie en éléments γ' -gènes, menant à une taille beaucoup plus faible que les autres γ'_{III} . Ces précipités supposés tertiaires sont fortement affectés par la migration des joints de grains, et seront donc nommés par la suite γ'_{mig} afin de ne pas être confondus avec les γ'_{III} classiques ou avec les γ'_{IV} . Cet effet de pompage des éléments γ' -gènes est également présent de manière beaucoup plus modérée en amont du front, expliquant que les γ'_{III} formés dans le grain du bas sont légèrement plus petits que ceux formés dans le grain du haut.

Ces précipités étant trop petits pour être analysés de manière indépendante de la matrice en EDS-X sous MET, des analyses en sonde atomique tomographique ont été menées au Groupe de Physique des Matériaux de l'Université de Rouen dans le cadre de la campagne d'appel à projets du premier semestre 2022 de la fondation METSA.

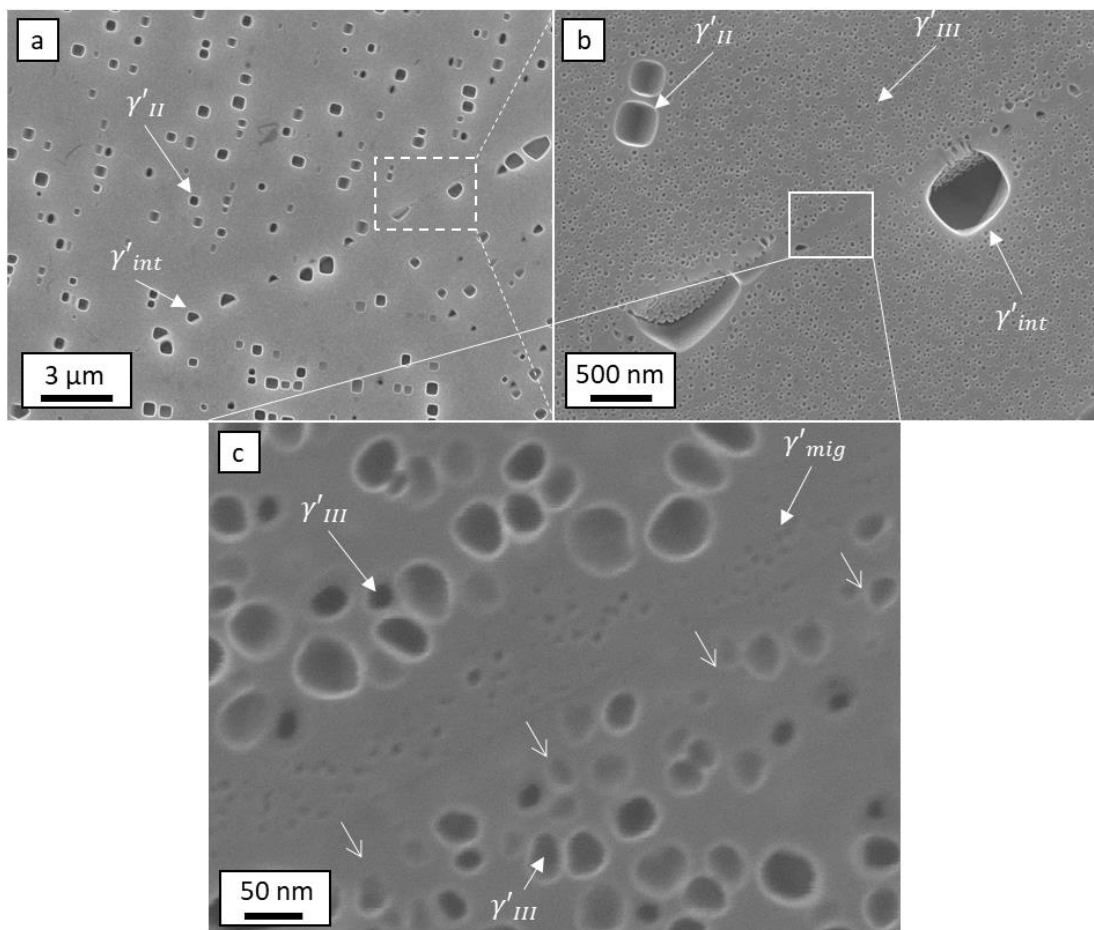


Figure 73 : microstructure aux abords d'un joint de grains dans l'AD730™ HC après 16 h à 1080 °C au MEB-FEG à grandissement x5 000 (a), x25 000 (b) et x200 000 (c)

I.4.3 : Analyse en sonde atomique des joints de grains dans l'AD730TM HC après 25 h à 1080 °C.

Afin d'avoir des informations à une échelle plus fine concernant la chimie des joints de grains et des précipités tertiaires aux abords des joints de grains, des pointes ont été réalisées à partir d'un bloc d'AD730TM HC de dimensions 2x1x1 cm mis en solution supersolvus 1 h à 1120 °C. Deux plaques de dimensions 2x1 cm et d'épaisseur 1 mm ont été coupées dans ce bloc et vieillées 25 h à 1080 °C. Ces plaques ont ensuite été polies mécaniquement au papier SiC de grade #320 jusqu'à atteindre une épaisseur d'environ 200 μm , puis polies miroir. Les étapes précédentes ont été réalisées à l'Institut Pprime. Des bâtonnets de côté 200 μm et de longueur 1 cm ont ensuite été découpés au GPM à l'aide d'une micro-tronçonneuse et amincis par électrochimie afin d'obtenir des pointes cylindriques. Les extrémités de ces pointes ont ensuite été observées par EBSD et coupées au plus près d'un joint de grains à l'aide d'un MEB-FEG équipé d'un système FIB à ions gallium. Les pointes ainsi obtenues ont ensuite été amincies par usinage annulaire dans un MEB-FEG équipé d'un système plasma FIB. Cet usinage a été contrôlé grâce à de l'EBSD en transmission, ou TKD (Transmission Kikuchi Diffraction) afin d'amener l'extrémité des pointes à moins de 100 nm des joints de grains. Ces étapes très délicates ont été réalisées par Emmanuel Cadet, ingénieur de recherche au GPM.

Ce processus est schématisé sur la figure 74 ci-dessous.

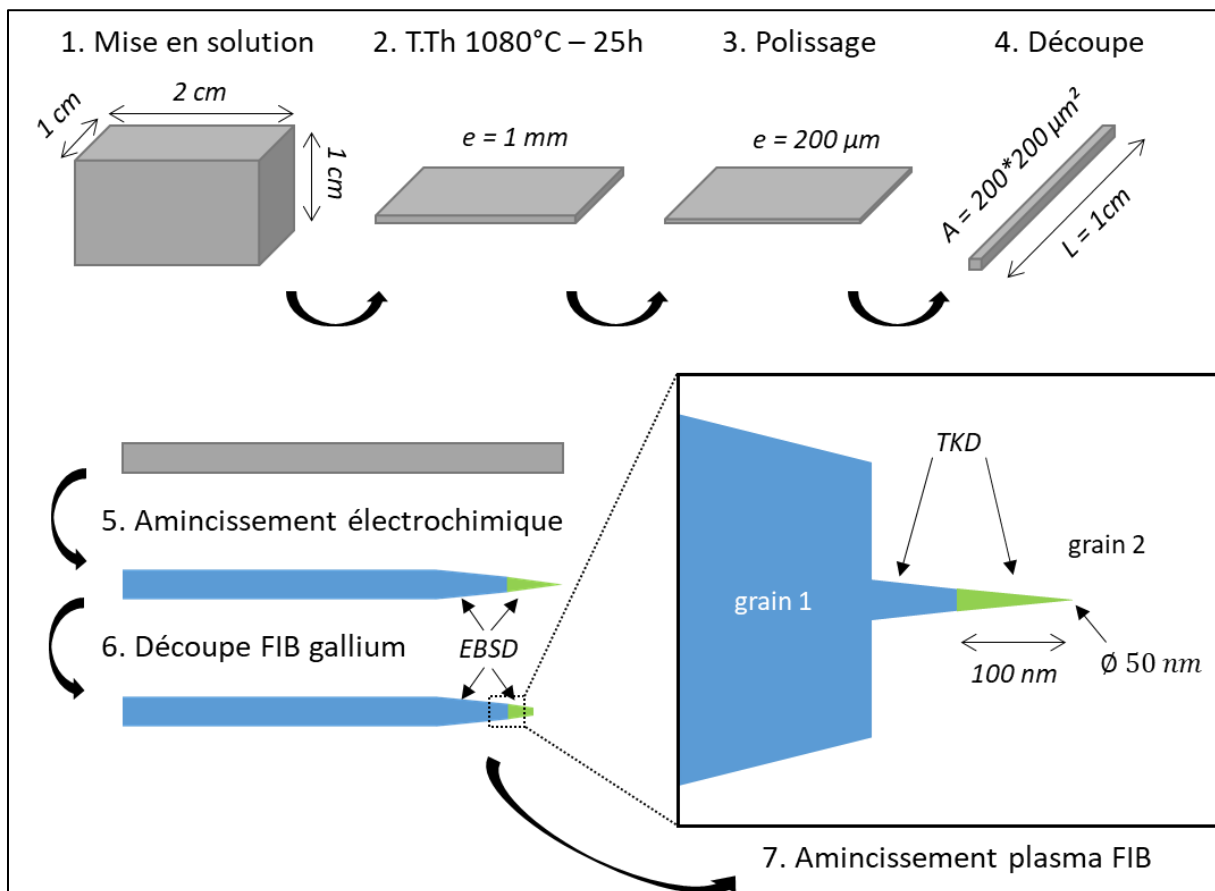


Figure 74 : schématisation du processus de préparation des pointes pour analyser un joint de grains en Sonde Atomique Tomographique

Les pointes ainsi obtenues ont été analysées en sonde atomique tomographique par Emmanuel Cadel avec l'aide d'Ivan Blum, également ingénieur de recherche au GPM. Seul les résultats obtenus sur une pointe contenant un joint de grains semblable à celui de la figure 73 sont présentés dans le corps de ce manuscrit. Plus d'informations sur la méthode de post traitement des données sont disponibles dans l'annexe dédiée, ainsi que des résultats concernant d'autres pointes analysées.

Comme le montre la figure 75, une des pointes analysées présente une microstructure très similaire au joint de grains précédemment analysé avec, en partant de la base de la pointe, des précipités γ'_{III} d'assez grande taille, puis des γ'_{mig} de plus petites tailles à gauche du joint de grains, matérialisé par une ségrégation en C. Enfin, des γ'_{III} de plus petite taille qu'à la base de la pointe, mais plus gros que les γ'_{mig} sont présents de l'autre côté du joint de grains.

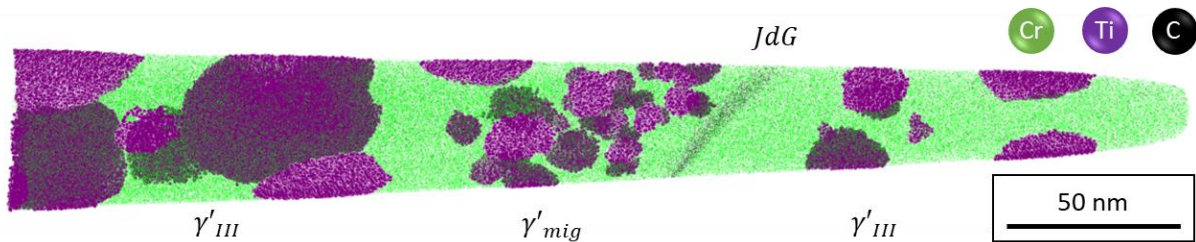


Figure 75 : reconstruction d'une pointe d'AD730™ HC analysée en SAT présentant un joint de grains en migration avec une grille de 2 nm après un traitement thermique de 25 h à 1080 °C

Cette microstructure est identique à celle observée précédemment en figure 73. Les observations et explications de la sous-section précédente sont donc considérées valables également pour cette pointe. Les précipités ont été identifiés en discrétisant la pointe en cellules cubiques de 2 nm de côté et en appliquant un filtre permettant d'identifier les clusters d'au moins 100 atomes contenant plus de 11 at. % d'aluminium. Les compositions chimiques de chaque précipité ont été mesurées individuellement. Le tableau 17 présente les compositions chimiques moyennes et les écart-types pour chaque population de précipités.

Tableau 17 : compositions chimiques des différents groupes de précipités tertiaires dans la pointe analysée

At. %	Al	Ti	Cr	Fe	Co	Ni	Mo	Nb	W
γ'_{III} (à gauche du JdG)									
Fraction	15.06	10.71	3.41	1.02	3.18	62.91	1.12	1.28	1.04
Ecart-type	0.72	0.66	1.09	0.09	0.33	2.38	0.13	0.23	0.13
γ'_{mig}									
Fraction	15.79	9.01	4.73	1.25	3.38	61.59	1.43	1.34	1.26
Ecart-type	0.48	1.03	0.87	0.19	0.31	2.20	0.24	0.27	0.19
γ'_{III} (à droite du JdG)									
Fraction	15.63	10.20	3.85	1.04	3.21	61.53	1.46	1.35	1.48
Ecart-type	0.50	0.82	0.59	0.08	0.24	1.88	0.22	0.14	0.22

Les précipités γ'_{mig} et γ'_{III} présentent des compositions chimiques très similaires compte-tenu des écart-types au sein de chaque population. Cependant, un léger appauvrissement en Ti ainsi qu'un léger enrichissement en Cr peuvent être notés dans les γ'_{mig} . Cet appauvrissement des γ'_{mig} pourrait être dû à la diffusion de Ti dans le joint de grains lors de sa migration, laissant derrière lui une matrice appauvrie en Ti, provoquant la formation de précipités eux aussi appauvris en Ti.

La seule composition des précipités tertiaires γ'_{III} n'est pas suffisante pour juger de la composition de la matrice à 1080 °C. Un profil de composition prenant en compte tous les atomes de la pointe a donc été tracé perpendiculairement au joint de grains et est présenté en figure 76. Premièrement, ce profil de composition chimique montre des **appauvrissements marqués en Al et Ni au niveau du joint de grains**. De très légers appauvrissements en Ti et Nb pourraient également être présents à proximité immédiate du joint de grains à droite, mais pas directement au joint de grains. Finalement, des **enrichissements en Cr, Mo et C** sont visibles au niveau du joint de grains. Cela pourrait correspondre aux prémices de la formation des carbures secondaires riches en Cr et Mo mentionnée dans la section I.2.3. En première approche, ces analyses semblent indiquer que **la diffusion accélérée d'éléments γ' -gènes n'intervient pas dans le processus de formation des PFZ**. Cependant, en considérant les résultats du paragraphe et de la section précédente, et le fait qu'une seule pointe présentant cette configuration a été analysée, il convient de ne pas tirer de conclusions définitives concernant ce mécanisme.

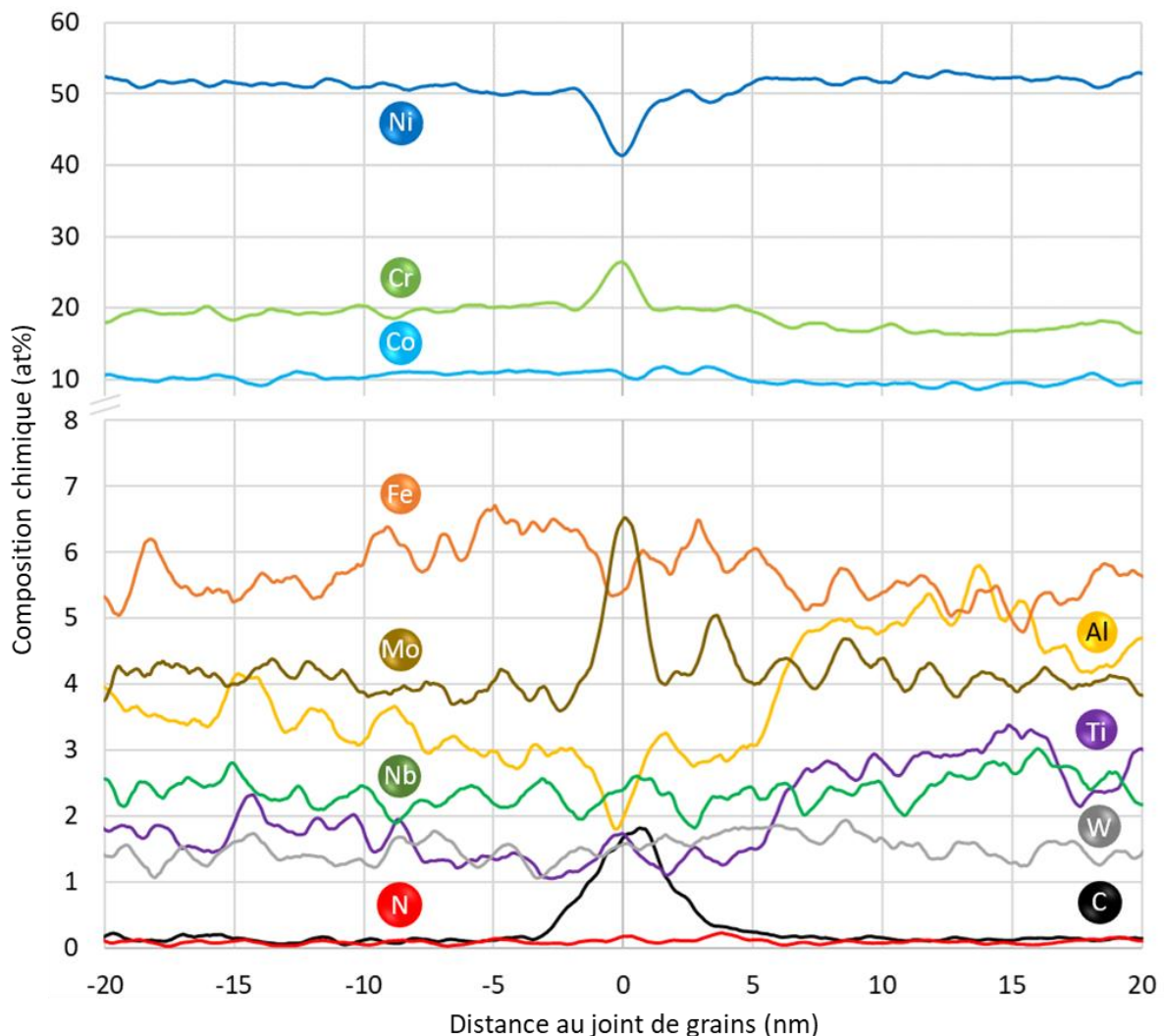


Figure 76 : évolution de la composition chimique le long de la pointe perpendiculairement au joint de grains

La même analyse a été menée en utilisant des cellules de seulement 1 nm de côtés et un filtre permettant d'isoler les clusters de plus de 50 atomes contenant plus de 7,7 at. % d'Al. Comme le montre la figure 77b, cette seconde analyse a permis de mettre en évidence la

présence de précipités plus petits que les précipités tertiaires γ'_{III} et γ'_{mig} . Cela pourrait donc valider l'existence et la présence d'une quatrième population de **précipités quaternaires γ'_{IV}** , comme évoquée dans la section I.2.2. Cependant, il est également possible que trop peu d'atomes soit présents dans les cellules et que ces clusters ne soient en réalité non pas des précipités mais simplement des artefacts statistiques.

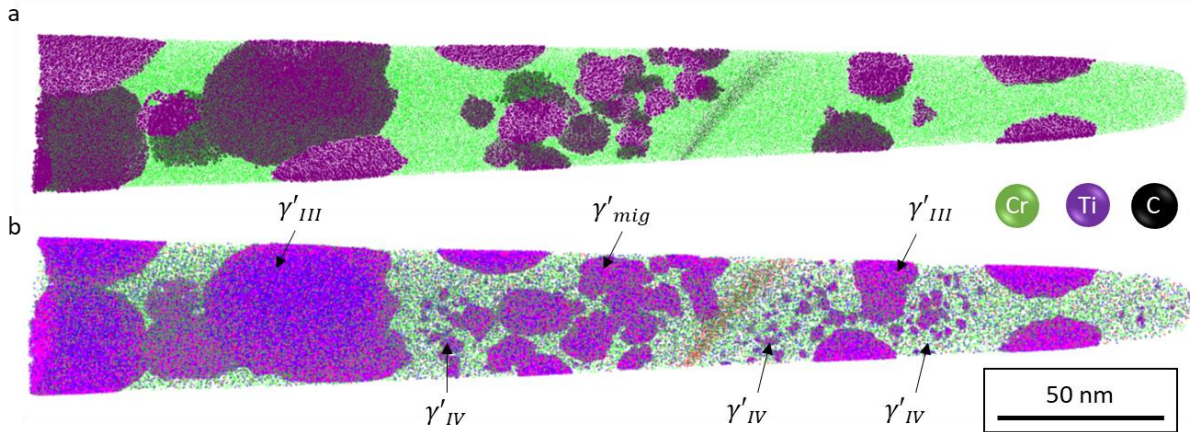


Figure 77 : reconstruction d'une pointe d'AD730™ HC après un traitement thermique de 25 h à 1080 °C analysée en SAT présentant un joint de grains en migration avec une grille de 2 nm et une identification des clusters de plus de 100 atomes contenant au moins 11 at% d'Al (a) et avec une grille de 1 nm et une identification des clusters de plus de 50 atomes contenant au moins 7.7 at. % d'Al (b)

La composition chimique de chaque précipité individuellement n'a pas été mesurée. Le tableau 18 présente les compositions chimiques moyennes et les paramètres 2σ pour les deux populations de précipités étudiées. Les γ'_{mig} ayant une composition chimique très proches des γ'_{III} , ils ont été assimilés à ces derniers.

Tableau 18 : compositions chimiques des différentes populations de précipités dans la pointe.

At. %	Al	Ti	Cr	Fe	Co	Ni	Mo	Nb	W	Nb. At.
γ'_{III}										
Fraction	13.10	11.54	2.49	1.02	3.49	64.56	1.20	1.31	1.07	2 237 721
2σ	0.09	0.09	0.04	0.03	0.05	0.13	0.03	0.03	0.03	
γ'_{IV}										
Fraction	15.39	7.37	8.49	3.01	5.57	54.93	2.38	1.38	1.38	8 827
2σ	1.54	1.11	1.19	0.73	0.98	2.12	0.65	0.50	0.50	

Tout d'abord, les précipités quaternaires γ'_{IV} semblent **enrichis en Al et appauvris en Ti** par rapport aux précipités tertiaires γ'_{III} . Il semblerait également que les γ'_{IV} soient enrichis en tous les éléments γ -gènes. Cela pourrait être dû à une plus faible sursaturation de la matrice γ lors de leur formation, ce qui semble cohérent. Cependant, cela pourrait également être attribué à la prise en compte de matrice aux interfaces précipité/matrice lors de la mesure, due au faible niveau d'Al utilisé pour le filtre.

1.4.4 : Bilan du chapitre 1.4

Dans ce chapitre, les mécanismes de formation des PFZ par épuisement en soluté et les éventuelles influences de la diffusion accélérée des éléments γ' -gènes dans les joints de grains statiques et en migration lors de traitements thermiques proches du solvus de la phase γ' ont été étudiés grâce à des techniques de caractérisation de la chimie locale ainsi que par analyse de la morphologie des précipités aux joints de grains.

Premièrement, les analyses de composition des précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} et intergranulaires γ'_{int} ont permis de montrer qu'il s'agit bien de deux populations de précipités différentes. Ces précipités ont des tailles et des morphologies différentes, mais également des compositions chimiques légèrement différentes.

La formation de ces précipités de composition différente, notamment par le taux de niobium plus fort dans les γ'_{int} , entraîne la création d'une zone appauvrie en éléments γ' -gène aux abords des joints de grains, menant à la dissolution de précipités intragranulaires γ'_{II} et à la formation des PFZ par diffusion volumique. Ce mécanisme d'épuisement en soluté peut être décrit par l'équation 28, adaptée des travaux de Jha et al, Maldonado et Nembach, et Peterson et Baker [Jha et al. 1987] [Maldonado and Nembach 1997] [Peterson and Baker 2021b]. Ce modèle basé sur la diffusion volumique du Nb décrit bien l'évolution de la largeur des PFZ dans l'AD730™ HC jusqu'à 100 h à 1080 °C. Cependant ces valeurs sont légèrement inférieures aux valeurs mesurées expérimentalement. Cela pourrait être lié à la contribution de la diffusion dans les joints de grains, non prise en compte dans le modèle de formation des PFZ par épuisement en soluté.

En effet, un pointé EDS-X au joint de grains a permis de mettre en évidence des concentrations anormalement élevées en éléments γ' -gènes. Afin d'étudier plus précisément cette ségrégation potentiellement révélatrice de la diffusion dans les joints de grains, des analyses locales en Sonde Atomique Tomographique ont été menées. Ces analyses n'ont montré aucune ségrégation en éléments γ' -gènes dans les joints de grains. De plus, des précipités tertiaires de plus petites tailles ont été observés d'un seul côté de certains joints de grains, traduisant une migration de ces joints. Ces précipités sont également appauvris en Ti. Il est donc possible que du Ti ait bel et bien été ségrégué et ait diffusé dans les joints de grains vers les précipités intergranulaires γ'_{int} , entraînant très localement la formation d'une zone appauvrie en Ti à l'arrière du front de migration.

Ces travaux ont également permis de valider la présence d'une quatrième population de précipités, les γ'_{IV} , situés à la fois entre les précipités tertiaires γ'_{III} et entre ces précipités et les joints de grains.

Conclusion de la Partie I

La formation de zones appauvries en précipitation aux abords des joints de grains peut être due à différents mécanismes. Trois mécanismes ont été identifiés comme susceptibles d'intervenir dans la formation de PFZ dans les superalliages γ/γ' polycristallins pour disques de turbines : les formations de PFZ en fluage par transport de matière de type Herring-Nabarro et par glissement des joints de grains ; la formation de PFZ par interaction entre le front de migration et les précipités lors de la recristallisation et de la croissance de grains ; la formation de PFZ par épuisement en soluté lors de traitements thermiques liée à la formation de nouvelles phases aux joints de grains.

Afin d'évaluer l'existence et la participation de chacun de ces mécanismes, 4 superalliages pour disques de turbine moderne, l'AD730™, sa version haut carbone l'AD730™ HC, le René 65 et l'Udimet 720Li, et un alliage à plus faible fraction de précipitation, le Waspaloy, ont été choisis et étudiés. Un regard plus attentif a été porté à la version haut carbone de l'AD730™.

Tout d'abord, la gamme de traitements thermiques standard menant à une microstructure à grains grossiers dans l'AD730™ a été étudiée en détails. Il a ainsi été montré que les PFZ se forment lors de traitements thermiques proches du solvus de la phase γ' selon des cinétiques pouvant correspondre à un mécanisme d'épuisement en soluté lié à la formation d'une population de précipités secondaires γ'_{int} aux joints de grains. Des traitements thermomécaniques et des survieillissements à plus basses températures ont également été menés et aucun impact sur la croissance des PFZ n'a été détecté. De la même façon, les influences de la taille de grains et de l'orientation cristalline des grains sur la croissance des PFZ ont été analysées, sans mettre évidence de tendance.

Les PFZ se formant lors de traitements thermiques proches de la température de solvus de la phase γ' , un plan d'expérience composé de 5 traitements thermiques à 3 températures différentes pour chacun des 5 alliages a été mis au point et effectué afin de créer un modèle phénoménologique de la croissance des PFZ. Ces travaux ont permis de montrer que la formation des PFZ se fait bien par épuisement en soluté et est étroitement liée aux interactions entre la croissance des deux populations de précipités secondaires (γ'_{II} et γ'_{int}). Une forte sensibilité au taux de Nb dans la composition chimique globale des alliages a également été mise en évidence. Ainsi, un modèle phénoménologique permettant de prédire la largeur de PFZ et la taille des différentes populations de précipités sur la gamme de température étudiée et pour chaque alliage de l'étude a été proposé.

Cependant, ce plan d'expérience a également mis en évidence la probable contribution à la croissance des PFZ de mécanismes liés aux joints de grains. Afin de statuer quant à l'existence de ces mécanismes, mais également d'identifier les espèces chimiques responsables de la croissance des PFZ par épuisement en soluté, des mesures de compositions chimiques locales ont été menées, à la fois en EDS-X sous MET et en SAT. Ces analyses ont permis d'identifier le niobium comme espèce chimique limitant la croissance des PFZ par épuisement en solutés, et de créer un modèle basé sur la diffusion volumique de cet élément, mais également de mettre en évidence un écart entre cette modélisation et les valeurs expérimentales, lié à la diffusion accélérée d'éléments γ' -gènes dans les joints de grains en migration, et principalement du titane. Les analyses en sonde atomique ont également permis de valider la présence d'une population quaternaire de précipités γ'_{IV} .

Les conditions de formation et les cinétiques de croissance des PFZ et des différentes populations de précipités étant maintenant connues, il est possible d'utiliser les modèles précédemment présentés afin de contrôler la formation de PFZ dans des barreaux capables destinés à la fabrication d'éprouvettes qui seront utilisées pour caractériser l'influence des PFZ sur les propriétés mécaniques des superalliages base nickel γ/γ' polycristallins.

Références de la Partie I

Les références ci-dessous contiennent également les citations de l'introduction générale de ce manuscrit.

- BAITHER, D., KROL, T., AND NEMBACH, E. 2003. In-situ transmission electron microscopy study of dislocation processes at precipitate-free zones in a γ' -strengthened superalloy. *Philosophical Magazine* 83, 35, 4011–4029.
- BAITHER, D., KROL, T., AND NEMBACH, E. 2004. Dislocation processes in precipitate-free zones in NIMONIC PE16 studied by in situ transmission electron microscopy. *Materials Science and Engineering: A* 387–389, 163–166.
- BALDAN, A. 2002. Ostwald ripening theories and their applications to nickel-base superalloys Part I: Ostwald ripening theories. *Journal of Materials Science* 37, 2171–2202.
- BEE, J.V., JONES, A.R., AND HOWELL, P.R. 1981. The interaction of recrystallizing interfaces with intragranular precipitate dispersions in a nickel-base superalloy. *Journal Of Material Science* 16, 1471–1476.
- BILLOT, T. 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. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://theses.hal.science/tel-00545922>.
- BURTON, B. AND REYNOLDS, G.L. 1995. In defense of diffusional creep. *Materials Science and Engineering: A* 191, 1–2, 135–141.
- CAMPBELL, C.E., BOETTINGER, W.J., AND KATTNER, U.R. 2002. Development of a diffusion mobility database for Ni-base superalloys. *Acta Materialia* 50, 4, 775–792.
- CHANG, S. AND MORRAL, J.E. 1975. The Influence Of The Quenching Rate on Precipitate-Free-Zones In An Al-Zn-Mg Alloy. *Acta Metallurgica* 23, 685–689.
- CHARPAGNE, M.-A. 2016. Evolutions de microstructure au cours du forgeage de l'alliage René 65. Thèse de doctorat. CEMEF. Mines ParisTech. Sophia-Antipolis. <https://pastel.hal.science/tel-01764932>.
- CHEN, X., YAO, Z., DONG, J., SHEN, H., AND WANG, Y. 2018. The effect of stress on primary MC carbides degeneration of Waspaloy during long term thermal exposure. *Journal of Alloys and Compounds* 735, 928–937.
- CHEN, Y.Q., PAN, S.P., TANG, S.W., LIU, W.H., TANG, C.P., AND XU, F.Y. 2016. Formation mechanisms and evolution of precipitate-free zones at grain boundaries in an Al–Cu–Mg–Mn alloy during homogenisation. *Journal of Materials Science* 51, 16, 7780–7792.

- DOI, M., MIYAZAKI, T., AND WAKATSUKI, T. 1984. The effect of elastic interaction energy on the morphology of γ' precipitates in nickel-based alloys. *Materials Science and Engineering* 67, 2, 247–253.
- DOIG, P. AND EDINGTON, J.W. 1973. Low-temperature diffusion in Al–7 wt. % Mg and Al–4 wt. % Cu alloys. *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics* 28, 5, 961–970.
- DOIG, P., EDINGTON, J.W., AND HIBBERT, G. 1973. Measurement of Mg supersaturations within precipitate-free zones in Al-Zn-Mg alloys. *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics* 28, 5, 971–981.
- DURAND, M. 2021. Analyse des mécanismes métallurgiques survenant dans l’alliage AD730TM au cours du revenu de relaxation des contraintes. Thèse de doctorat. CEMEF. Mines ParisTech. Sophia-Antipolis. <https://pastel.hal.science/tel-03521628>.
- EMBURY, J.D. AND NICHOLSON, R.B. 1963. Dislocation sources in an aluminium alloy. *Acta Metallurgica* 11, 5, 347–354.
- EMBURY, J.D. AND NICHOLSON, R.B. 1965. The nucleation of precipitates: The system Al-Zn-Mg. *Acta Metallurgica* 13, 4, 403–417.
- ENOMOTO, M. AND HARADA, H. 1989. Analysis of γ'/γ equilibrium in Ni–Al–X alloys by the Cluster Variation Method with the Lennard-Jones Potential. *Metallurgical and Materials Transactions A* 20, 4, 649–664.
- FLAGEOLET, B. 2005. Effet du vieillissement du superalliage base nickel N18 pour disques de turbines sur sa durabilité en fatigue et en fatigue-fluage à 700°C. Thèse de doctorat. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://www.theses.fr/2005POIT2274>.
- FURRER, D.U. AND FECHT, H.-J. 1999. γ' formation in superalloy U720LI. *Scripta Materialia* 40, 11, 1215–1220.
- GIBBONS, T.B. 1972. The Influence of Diffusion Creep on Precipitate-Free Zone Formation in Ni–20% Cr-Base Alloys. *Metal Science Journal* 6, 1, 13–16.
- GOVAERE, A. 2020. Impact des carbures sur la variabilité des propriétés en fatigue de superalliages pour disques. Thèse de doctorat. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-03232119>.
- GREENWOOD, G.W. 1956. The growth of dispersed precipitates in solutions. *Acta Metallurgica* 4, 3, 243–248.
- GROSDIDIER, T., HAZOTTE, A., AND SIMON, A. 1998. Precipitation and dissolution processes in γ/γ' single crystal nickel-based superalloys. *Materials Science and Engineering: A* 256, 1, 183–196.
- HARRIS, J.E. AND JONES, R.B. 1963. Directional diffusion in magnesium alloys. *Journal of Nuclear Materials* 10, 4, 360–362.

- HERRING, C. 1950. Diffusional Viscosity of a Polycrystalline Solid. *Journal of Applied Physics* 21, 5, 437–445.
- JACKSON, M.P. AND REED, R.C. 1999. Heat treatment of UDIMET 720Li: the effect of microstructure on properties. *Materials Science and Engineering: A* 259, 1, 85–97.
- JENSRUD, O. AND RYUM, N. 1984. The Development of Microstructures in Al-Li Alloys. *Materials Science and Engineering* 64, 229–236.
- JHA, S.C., SANDERS, T.H., AND DAYANANDA, M.A. 1987. Grain boundary precipitate free zones in Al-Li alloys. *Acta Metallurgica* 35, 2, 473–482.
- KREYE, H., HORNOGEN, E., AND HAESSNER, F. 1970. Recrystallization of supersaturated and plastically deformed solid solutions of nickel. *Physica Status Solidi (a)* 1, 1, 97–108.
- KROL, T., BAITHER, D., AND NEMBACH, E. 2003. Quantification of the detrimental effects of precipitate free zones on the yield strength of a superalloy. *Scripta Materialia* 48, 8, 1189–1194.
- KROL, T., BAITHER, D., AND NEMBACH, E. 2004a. The formation of precipitate free zones along grain boundaries in a superalloy and the ensuing effects on its plastic deformation. *Acta Materialia* 52, 7, 2095–2108.
- KROL, T., BAITHER, D., AND NEMBACH, E. 2004b. Softening of the superalloy NIMONIC PE16 by precipitate free zones along grain boundaries. *Materials Science and Engineering: A* 387–389, 214–217.
- LARROUY, B. 2014. Mécanismes de déformation et d’amorçage de fissures dans l’alliage Udimet™ 720Li en relation avec les paramètres microstructuraux. Thèse de doctorat. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://theses.hal.science/tel-01129092>.
- LAURENCE, A. 2016. Impact du sur-vieillessement métallurgique sur le comportement et la durabilité du nouveau superalliage pour disque de turbine René 65. Thèse de doctorat. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://theses.hal.science/tel-01371652>.
- LE BAILLIF, P. 2018. Prise en compte des évolutions de la précipitation gamma prime dans la modélisation du comportement mécanique en traction du PER72® au cours du traitement thermique : application à la prévision des contraintes résiduelles après trempe. Thèse de doctorat. Institut Clément Ader. IMT Mines d'Albi-Carmaux. Albi. <https://theses.hal.science/tel-03015670>.
- LIFSHITZ, I.M. AND SLYOZOV, V.V. 1961. The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 19, 1–2, 35–50.
- LOCQ, D., RAMUSAT, C., FRANCHET, J.-M., AND DEVAUX, A. 2019. Coarse grain C&W AD730 disk superalloy for high temperature applications. *JOURNEES ANNUELLES SF2M*.
- MALDONADO, R. AND NEMBACH, E. 1997. The formation of precipitate free zones and the growth of grain boundary carbides in the nickel-base superalloy NIMONIC PE16. *Acta Materialia* 45, 1, 213–224.

- MANGEN, W. AND NEMBACH, E. 1989. The effect of grain size on the yield strength of the γ' -hardened superalloy NIMONIC PE16. *Acta Metallurgica* 37, 5, 1451–1463.
- MASOUMI, F., JAHAZI, M., SHAHRIARI, D., AND CORMIER, J. 2016. Coarsening and dissolution of γ' precipitates during solution treatment of AD730™ Ni-based superalloy: Mechanisms and kinetics models. *Journal of Alloys and Compounds* 658, 981–995.
- MROTZEK, M. AND NEMBACH, E. 2008. Ostwald ripening of precipitates during two successive heat treatments performed at different temperatures. *Acta Materialia* 56, 1, 150–154.
- MROZOWSKI, N. 2021. Mécanismes de propagation de fissure dans un superalliage base nickel polycristallin en régime d'interaction fatigue-fluage-oxydation-vieillessement métallurgique. Thèse de doctorat. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://theses.hal.science/tel-03092324>.
- NABARRO, F.R.N. 1947. Dislocations in a simple cubic lattice. *Proceedings of the Physical Society* 59, 2, 256–272.
- NEMBACH, E. AND NEITE, G. 1985. Precipitation hardening of superalloys by ordered γ' -particles. *Progress in Materials Science* 29, 3, 177–319.
- NES, E., RYUM, N., AND HUNDERI, O. 1985. On the Zener Drag. *Acta Metallurgica* 33, 1, 11–22.
- OSTWALD, W. 1897. Studien über die Bildung und Umwandlung fester Körper: 1. Abhandlung: Übersättigung und Überkaltung. *Zeitschrift für Physikalische Chemie* 22U, 1, 289–330.
- OSTWALD, W. 1900. Über die vermeintliche Isomerie des roten und gelben Quecksilberoxyds und die Oberflächenspannung fester Körper. *Zeitschrift für Physikalische Chemie*.
- PANELLA, M. 2021. Prédiction des propriétés mécaniques de superalliages base nickel en relation avec leur microstructure granulaire de précipitation. Thèse de doctorat. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://theses.hal.science/tel-03477822>.
- PARK, D.S. AND NAM, S.W. 1995. Effect of precipitate free zones on low cycle fatigue life of Al-Zn-Mg alloy. *Material Science and Technology* 11, 921–925.
- PETERSON, A. AND BAKER, I. 2021a. Microstructural evolution of Fe–20Cr–30Ni–2Nb–5Al AFA steel during creep at 760 °C. *Materials Science and Engineering: A* 806, 140602.
- PETERSON, A. AND BAKER, I. 2021b. The formation mechanism, growth, and effect on the mechanical properties of precipitate free zones in the alumina-forming austenitic stainless steel Fe–20Cr–30Ni–2Nb–5Al during creep. *Materials Science and Engineering: A* 820, 141561.
- PORTER, A. AND RALPH, B. 1981. The recrystallization of nickel-base superalloys. *Journal Of Material Science* 16, 707–713.
- PORTER, A.J. AND RALPH, B. 1983. Recrystallization of a nickel-base superalloy: Kinetics and microstructural development. *Materials Science and Engineering* 59, 1, 69–78.

- RADIS, R., SCHAFFER, M., ALBU, M., KOTHLEITNER, G., PÖLT, P., AND KOZESCHNIK, E. 2009. Multimodal size distributions of γ' precipitates during continuous cooling of UDIMET 720 Li. *Acta Materialia* 57, 19, 5739–5747.
- REED, R.C. 2006. *The Superalloys Fundamentals*. Cambridge University Press.
- RICKS, R.A., PORTER, A.J., AND ECOB, R.C. 1983. The growth of γ' precipitates in nickel-base superalloys. *Acta Metallurgica* 31, 1, 43–53.
- ROSENBAUM, H.S. AND TURNBULL, D. 1958. On the precipitation of silicon out of a supersaturated aluminum-silicon solid solution. *Acta Metallurgica* 6, 10, 653–659.
- ROSENBAUM, H.S. AND TURNBULL, D. 1959. Metallographic Investigation of precipitation of dilicon from aluminum. *Acta Metallurgica* 7, 664–674.
- ROTHMAN, S.J., NOWICKI, L.J., AND MURCH, G.E. 1980. Self-diffusion in austenitic Fe-Cr-Ni alloys. *Journal of Physics F: Metal Physics* 10, 3, 383–398.
- RUANO, O.A., SHERBY, O.D., WADSWORTH, J., AND WOLFENSTINE, J. 1996. Rebuttal to “In defense of diffusional creep.” *Materials Science and Engineering: A* 211, 1–2, 66–71.
- RUANO, O.A., SHERBY, O.D., WADSWORTH, J., AND WOLFENSTINE, J. 1998. Diffusional Creep and Diffusion-Controlled Dislocation Creep and Their Relation to Denuded Zones in Mg-ZrH₂ Materials. *Scripta Materialia* 38, 8, 1307–1314.
- RYUM, N. 1968. The influence of a precipitate-free zone on the mechanical properties of an Al-Mg-Zn alloy. *Acta Metallurgica* 16, 3, 327–332.
- SEITH, W. 1955. *Diffusion in Metallen*. Springer, Berlin, Heidelberg.
- SERET, A. 2019. Influence de la mise en forme sur les cinétiques de précipitation durcissante dans les superalliages base nickel Inconel® 625 et AD730™. Thèse de doctorat. CEMEF. Mines ParisTech. Sophia-Antipolis. <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-02501550>.
- SERET, A., MOUSSA, C., BERNACKI, M., AND BOZZOLO, N. 2018. On the Coupling between Recrystallization and Precipitation Following Hot Deformation in a γ - γ' Nickel-Based Superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A* 49, 9, 4199–4213.
- SINGH, A.R.P., NAG, S., CHATTOPADHYAY, S., ET AL. 2013. Mechanisms related to different generations of γ' precipitation during continuous cooling of a nickel base superalloy. *Acta Materialia* 61, 1, 280–293.
- SMITH, C. 1948. Zener Pining. *Transactions of the Metallurgical Society of American Institute of Mining Metallurgical and Petroleum Engineers*, 15–51.
- SOHRABI, M.J. AND MIRZADEH, H. 2019. Interdiffusion coefficients of alloying elements in a typical Ni-based superalloy. *Vacuum* 169, 108875.
- SONG, K. AND AINDOW, M. 2008. Grain growth and particle pinning in a model Ni-based superalloy. *Materials Science and Engineering: A* 479, 1–2, 365–372.

- SQUIRES, R.L., WEINER, R.T., AND PHILLIPS, M. 1963. Grain-boundary denuded zones in a magnesium 1/2 wt. % zirconium alloy. *Journal of Nuclear Materials* 8, 1, 77–80.
- TABOADA MICHEL, H., REDA, L.S., SANTOS, G.E., ET AL. 2016. Mechanical Properties of Cast & Wrought Hybrid Disks. In: *Superalloys 2016*. John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, NJ, USA, 539–548.
- THÉBAUD, L. 2017. Etude des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau superalliage base nickel AD730™. Thèse de doctorat. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://theses.hal.science/tel-01735104>.
- TIEN, J.K. AND GAMBLE, R.P. 1971. The influence of applied stress and stress sense on grain boundary precipitate morphology in a nickel-base superalloy during creep. *Metallurgical Transactions* 2, 6, 1663–1667.
- UNWIN, P.N.T., LORIMER, G.H., AND NICHOLSON, R.B. 1969. The Origin Of The Grain Boundary Precipitate Free Zone. *Acta Metallurgica* 17, 1363–1377.
- WADSWORTH, J., RUANO, O.A., AND SHERBY, O.D. 1999. Deformation by grain boundary sliding and slip creep versus diffusional creep. *Metallurgical and Materials Transactions A Creep Behaviour of Advanced Materials for the 21st Century*, 425–439.
- WADSWORTH, J., RUANO, O.A., AND SHERBY, O.D. 2002. Denuded zones, diffusional creep, and grain boundary sliding. *Metallurgical and Materials Transactions A* 33, 2, 219–229.
- WAGNER, C. 1961. Theory of Precipitate Change by Redissolution. *Z. Electrochem.* 65, 581–591.
- WEN, H., ZHAO, B., DONG, X., SUN, F., AND ZHANG, L. 2020. A Systematic Investigation of Precipitates in Matrix and at Grain Boundaries in an Alumina-Forming Austenitic Steel During Creep Testing at 700 °C. *Metallurgical and Materials Transactions A* 51, 8, 4186–4194.
- WESSMAN, A.E. 2016. Physical Metallurgy of Rene 65, a Next-Generation Cast and Wrought Nickel Superalloy for use in Aero Engine Components. Thèse de doctorat. College of Engineering. University of Cincinnati. https://etd.ohiolink.edu/apexprod/rws_olink/r/1501/10?clear=10&p10_accession_num=ucin1467126769.
- WILLIAMS, D.B. AND EDINGTON, J.W. 1974. Microanalysis of Al-Li alloys containing fine δ' (Al_3Li) precipitates. *Philosophical Magazine* 30, 5, 1147–1153.
- WLODEK, S.T., KELLY, M., AND ALDEN, D. 1992. The Structure of N18. *Superalloys 1992*, 10.
- WOLFENSTINE, J., RUANO, O.A., WADSWORTH, J., AND SHERBY, O.D. 1993. Refutation of the relationship between denuded zones and diffusional creep. *Scripta Metallurgica et Materialia* 29, 4, 515–520.

Index des Illustrations de la Partie I

L'index ci-dessous reprend également les illustrations de l'introduction générale de ce manuscrit.

Figures

Figure 1 : zones appauvries en précipitation aux joints de grains dans le René 65 (a) et l'Udimet 720Li (b)	3
Figure 2 : PFZ aux abords de joints de grains dans un alliage Al-1 wt%Si [Rosenbaum et Turnbull, 1958] (a) et dans un alliage Al-Zn-Mg [Chang et Morral, 1975] (b)	9
Figure 3 : évolution de la largeur de PFZ w en fonction du temps de vieillissement après homogénéisation due au couplage entre formation des PFZ par manque de lacunes et croissance des PFZ par épuisement en soluté [Chang et Morral, 1975]	10
Figure 4 : évolution de la largeur de PFZ lors du traitement thermique d'homogénéisation dans un alliage Al-Cu-Mg-Mn. Adapté de [Chen et al, 2016]	11
Figure 5 : Zones appauvries en précipitations aux abords de joints de grains dans un alliage Mg-0,5 wt. %Zr [Squirres et al, 1963] (a) et dans un superalliage base nickel [Tien et Gamble, 1971] (b)	12
Figure 6 : schéma de la formation de PFZ par diffusion directionnelle du chrome et du nickel lors du fluage de type Nabarro-Herring dans les superalliages base nickel. Adapté de [Tien et Gamble, 1971]	12
Figure 7 : mécanisme de déformation par glissement des joints de grains assisté par le glissement et la montée des dislocations (a) et mécanisme de formation des PFZ par dissolution des précipités par les joints de grains en migration (b). Schémas adaptés de [Wadsworth et al, 2002]	13
Figure 8 : Microstructure de précipitation proche d'un joint de grains dans l'AD730™ après compression à 1125 °C ($\epsilon=10^{-2} s^{-1}$), refroidissement à 20 °C/min jusqu'à 400 °C et trempe à l'eau. Adapté de [Seret, 2019]	14
Figure 9 : description du gradient en soluté aux abords des joints de grains responsable de la formation des PFZ dans les alliages Al-Li. Adapté de [Jensrud et Ryum, 1984]	15
Figure 10 : description du gradient en soluté aux abords des joints de grains responsable de la formation des PFZ dans le Nimonic PE16 [Maldonado et Nembach, 1997]	17
Figure 11 : mesure de la largeur de PFZ w (a) et w' (b) à un joint de grains dans le Nimonic PE16 [Krol et al. 2004a]	17
Figure 12 : mailles élémentaires des phases γ et γ'	19
Figure 13 : schéma présentant les différentes populations de précipités observables pour les microstructures à grains fins et à grains grossiers. Inspirée de [Jackson et Reed, 1999]	23
Figure 14 : microstructures de précipitation dans l'Udimet 720Li à grains fins (a) et (b) et dans le René 65 à grains grossiers après 25 h de traitement thermique à 1080 °C (c) et (d)	23
Figure 15 : zones appauvries en précipitation secondaire aux abords de joints de grains (PFZ) dans l'AD730™ à grains grossiers après 25 h à 1080 °C (a) et à grains fins après 4 h à 1080 °C et 8h à 730 °C (b)	24
Figure 16 : schéma de l'évolution de morphologie des précipités lors de leur croissance [Grosdidier et al, 1998]	26
Figure 17 : schémas de la localisation des différentes populations de précipités γ' en fonction de la sursaturation de la matrice (a), de l'évolution des différentes populations de précipités en fonction du temps et de la température lors du refroidissement (b), et mise en évidence de la présence de plusieurs vagues de nucléation par diffraction des rayons X à haute énergie (c) avec en haut l'intensité de diffraction de la direction $\langle 001 \rangle$ de la phase γ' , au milieu celle de la direction $\langle 111 \rangle$ des phases γ et γ' et en bas le rapport de ces deux intensités en fonction de la température. Adapté de [Singh et al, 2013]	26
Figure 18 : schémas des gammes de traitements thermiques standard de l'AD730™ pour obtenir des microstructures (a) à grains fins [Thébaud, 2017][Mrozowski, 2021] et (b) à grains grossiers [Thébaud, 2017][Locq et al, 2019][Mrozowski, 2021]	27
Figure 19 : microstructure de l'AD730™ HC après mise en solution supersolus à faible grandissement (a) et à fort grandissement (b) en électrons secondaires	34
Figure 20 : microstructure de précipitation dans l'AD730™ HC après la seconde mise en solution MS2 aux abords d'un joint de grains (a) et à cœur de grains (b)	35
Figure 21 : microstructure de précipitation dans l'AD730™ HC après le premier vieillissement R1 aux abords d'un joint de grains (a) et à cœur de grains (b)	35
Figure 22 : microstructure de précipitation dans l'AD730™ HC après le second vieillissement R2 aux abords d'un joint de grains (a) et à cœur de grains (b)	36
Figure 23 : évolution de la largeur de PFZ lors de la gamme de traitements thermiques GG de l'AD730™ HC	36

Figure 24 : microstructures de précipitation aux abords des joints de grains dans l'AD730 TM HC après MS1 et 1 h (a) et 4 h (b) à 1080 °C (MS2), 1 h (c) et 4 h (d) à 800 °C (R1) et 2 h (e) et 16 h (f) à 760 °C (R2)	37
Figure 25 : évolution de la largeur de PFZ dans l'AD730 TM HC lors du traitement thermique proche solvus MS2 de 4 h à 1080 °C	38
Figure 26 : évolution du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intragranulaires lors de la gamme de traitements thermiques standard dans l'AD730 TM HC	38
Figure 27 : évolution du rayon équivalent moyen des précipités tertiaires lors de la gamme de traitements thermiques standard dans l'AD730 TM HC	39
Figure 28 : évolution de la largeur de PFZ dans l'AD730 TM HC durant un survieillissement de 1000 h à 800 °C	40
Figure 29 : évolution du rayon équivalent moyen des précipités secondaire intragranulaires γ'_{II} dans l'AD730 TM HC durant un survieillissement de 1000 h à 800 °C	41
Figure 30 : microstructure aux joints de grains dans l'AD730 TM HC après 10 h (a), 25 h (b), 50 h (c), 100 h (d), 200 h (e), 300 h (f), 500 h (g) et 1000 h (h) de survieillissement à 800 °C	42
Figure 31 : évolution du rayon équivalent moyen des précipités tertiaires γ'_{III} dans l'AD730 TM HC lors d'un survieillissement de 1000 h à 800 °C	43
Figure 32 : microstructure à cœur de grains dans l'AD730 TM HC après 10 h (a), 25 h (b), 50 h (c), 100 h (d), 200 h (e), 300 h (f), 500 h (g) et 1000 h (h) de survieillissement à 800 °C	44
Figure 33 : évolution du cube du rayon équivalent moyen des précipités tertiaires γ'_{III} dans l'AD730 TM HC lors d'un survieillissement à 800 °C	45
Figure 34 : coalescence de précipités tertiaires γ'_{III} après 100h (a), 200 h (b), 300 h (c) et 1000 h (d) à 800 °C	45
Figure 35 : microstructure entre les précipités tertiaires γ'_{III} à cœur de grains à très fort grandissement dans l'AD730 TM HC après 1000 h de survieillissement à 800 °C	46
Figure 36 : microstructure entre les précipités tertiaires et secondaires à cœur de grains à très fort grandissement dans le N18 après 500 h de survieillissement à 850 °C	46
Figure 37 : évolution de la fraction surfacique de précipités intragranulaires dans l'AD730 TM HC pendant un survieillissement de 1000 h à 800 °C	47
Figure 38 : microstructures aux joints de grains après 9 h (a) et 196 h (b) et à cœur de grains après 9 h (c) et 196 h (d) de l'AD730 TM HC lors d'un survieillissement à 800 °C effectué après la mise en solution MS1	48
Figure 39 : microstructures de l'AD730 TM HC aux abords des joints de grains après fluage pendant 4 h à 800 °C sous 200 MPa (a) et 300 MPa (b) et à 1080 °C sous 12 MPa (c) et 20 MPa (d)	51
Figure 40 : microstructure de l'AD730 TM HC à cœur de grains après 4h de fluage à 800 °C sous 300 MPa	51
Figure 41 : cartographies EBSD présentant les microstructures à l'échelle des grains pour les 5 alliages de l'étude en version gros grains. La figure de pôle inverse est codée par rapport à la normale à la surface des échantillons	52
Figure 42 : évolution de la largeur de PFZ en fonction de la taille de grains dans l'AD730 TM HC	53
Figure 43 : évolution de la largeur de PFZ en fonction de la température de mise en solution supersolvus dans l'AD730 TM HC	54
Figure 44 : microstructure de l'AD730 TM HC après 1 h à 1135 °C et 4 h à 1080 °C à faible grandissement (a) et fort grandissement (b)	55
Figure 45 : cliché MEB en électrons secondaires, cartographies EDS et spectre associé à une des particule au joint de grains dans l'AD730 TM HC après 1h de mise en solution à 1135 °C et 4 h à 1080 °C	56
Figure 46 : cartographie EBSD (IQ+IPF) codé selon l'axe y (a), cliché MEB en électrons retrodiffusés (b) d'une zone contenant 4 joints de macles et 7 joints de grains dans l'AD730 TM HC après MS1 et 25 h à 1080 °C et schéma explicatif du calcul des angles α et θ (c)	57
Figure 47 : largeur de PFZ en fonction de la désorientation entre grains θ dans l'AD730 TM HC mis en solution 1 h à 1120 °C puis traité thermiquement 4 h à 1080 °C	58
Figure 48 : Figure 47 : largeur de PFZ en fonction de la désorientation entre grains et joints de grains α dans l'AD730 TM HC mis en solution 1 h à 1120 °C puis traité thermiquement 4 h à 1080 °C	58
Figure 49 : évolution de la largeur de PFZ dans l'AD730 TM HC lors de traitements thermiques proche solvus après mise en solution supersolvus	61
Figure 50 : microstructures aux abords des joints de grains dans l'AD730 TM HC après 4 h (a) et 25 h (b) à 1040 °C, 4 h (c) et 25 h (d) à 1060 °C et 4 h (e) et 25 h (f) à 1080 °C	62
Figure 51 : représentation de la loi d'Arrhenius descriptive de l'évolution du coefficient de croissance des PFZ en fonction de la température dans l'AD730 TM HC	63
Figure 52 : précipités intergranulaires issus de la subdivision d'un précipité dans l'AD730 TM HC après 100 h à 1080 °C	66

Figure 53 : évolution du rayon moyen équivalent des précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} en fonction du temps de traitement thermique à 1080 °C dans l'AD730 TM HC	67
Figure 54 : évolution du cube du rayon équivalent moyen des précipités γ'_{int} lors des traitements thermiques proche solvus dans l'AD730 TM HC	67
Figure 55 : représentation de la loi d'Arrhenius descriptive de la croissance des précipités intergranulaires γ'_{int} en fonction de la température dans l'AD730 TM HC	68
Figure 56 : évolution du nombre de précipités et de la surface de précipités aux joints de grains lors de traitements thermiques proche solvus dans l'AD730 TM HC	70
Figure 57 : précipitation à cœur de grains dans l'AD730 TM HC mis en solution supersolvus puis vieilli 4 h à 1080 °C et refroidi à l'air, soit environ 700 °C/min (a) et à 5 °C/min dans le four (b)	71
Figure 58 : évolution du rayon moyen des précipités tertiaires γ'_{III} à 1080 °C dans l'AD730 TM HC	72
Figure 59 : précipitation à cœur de grains dans l'AD730 TM HC après traitement thermique à 1080 °C pendant 4 h (a) et 25 h (b), à 1060 °C pendant 4 h (c) et 25 h (d), et 1040 °C pendant 4 h et 25 h (f)	73
Figure 60 : évolution du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} dans l'AD730 TM HC à 1080 °C	74
Figure 61 : microstructures à cœur de grains dans l'AD730 TM HC après des traitements thermiques proche solvus à 1040 °C pendant 4 h (a) et 25 h (b), 1060 °C pendant 4 h (c) et 25 h (d), et 1080 °C pendant 4 h (f) et 25 h (f)	75
Figure 62 : évolution du cube des rayons équivalents moyens des précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} lors des traitements thermiques proche solvus dans l'AD730 TM HC	76
Figure 63 : représentation de la loi d'Arrhenius descriptive de la croissance des précipités intragranulaires γ'_{II} en fonction de la température dans l'AD730 TM HC	76
Figure 64 : évolution de la fraction surfacique de précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} dans l'AD730 TM HC lors de traitements thermiques proche du solvus de la phase γ'	78
Figure 65 : schéma de formation et croissance des PFZ par croissance accélérée des précipités aux joints de grains	81
Figure 66 : sélection d'un joint de grains d'intérêt sur un échantillon d'AD730 TM HC après 25 h à 1080 °C (a). Première étape d'enlèvement de matière par faisceau d'ions gallium (b). Lame mince obtenue après amincissement vue de côté (c) et observée en HAADF (d)	88
Figure 67 : microstructure de l'AD730 TM HC après 25 h à 1080 °C au MET en HAADF	89
Figure 68 : évolution des taux de Ti et Al (a) et Ni et Nb (b) dans la PFZ en fonction de la distance aux précipités intergranulaires γ'_{int} perpendiculairement à un joint de grains dans l'AD730 TM HC vieilli 25 h à 1080 °C	90
Figure 69 : évolution des taux de Cr, Co, Fe et Mo dans la PFZ en fonction de la distance aux précipités intergranulaires γ'_{int} perpendiculairement à un joint de grains dans l'AD730 TM HC vieilli 25 h à 1080 °C	90
Figure 70 : schématisation du modèle de croissance des PFZ par épuisement en Niobium dans l'AD730 TM HC	91
Figure 71 : évolution de la largeur de PFZ dans l'AD730 TM HC lors d'un traitement thermique proche solvus à 1080 °C obtenue expérimentalement, par le modèle phénoménologique et par le modèle d'épuisement en soluté	92
Figure 72 : joints de grains montrant des signes de migration après 1 h à 1040 °C dans l'AD730 TM HC (a), 16 h à 1080 °C dans l'Udimet 720Li (b), 1 h à 1080 °C dans le René 65 et 16 h à 1000 °C dans le Waspaloy (d)	95
Figure 73 : microstructure aux abords d'un joint de grains dans l'AD730 TM HC après 16 h à 1080 °C au MEB-FEG à grandissement x5 000 (a), x25 000 (b) et x200 000 (c)	96
Figure 74 : schématisation du processus de préparation des pointes pour analyser un joint de grains en SAT	97
Figure 75 : reconstruction d'une pointe d'AD730 TM HC analysée en SAT présentant un joint de grains en migration avec une grille de 2 nm après un traitement thermique de 25 h à 1080 °C	98
Figure 76 : évolution de la composition chimique le long de la pointe perpendiculairement au joint de grains	99
Figure 77 : reconstruction d'une pointe d'AD730 TM HC après un traitement thermique de 25 h à 1080 °C analysée en SAT présentant un joint de grains en migration avec une grille de 2 nm et une identification des clusters de plus de 100 atomes contenant au moins 11 at% d'Al (a) et avec une grille de 1 nm et une identification des clusters de plus de 50 atomes contenant au moins 7.7 at. % d'Al (b)	100

Tableaux

Tableau 1 : compositions chimiques de référence et mesurées, températures de solvus et fraction volumique de précipitation pour les 5 alliages de l'étude	21
Tableau 2 : tableau récapitulatif des inclusions primaires observables dans les alliages de l'étude	24
Tableau 3 : tableau récapitulatif des traitements thermomécaniques et des largeurs de PFZ correspondantes	49
Tableau 4 : comparaison des largeurs de PFZ en fonction de l'orientation des joints de grains par rapport à la direction de sollicitation lors des 4 traitements thermomécaniques	50
Tableau 5 : coefficients de croissance des PFZ en fonction de la taille de grains et de la température de traitement thermique pour les 5 alliages de l'étude	53
Tableau 6 : tableau récapitulatif des coefficients de croissance des PFZ en fonction de la température de traitement thermique proche solvus et de l'alliage	64
Tableau 7 : tableau comparatif des compositions chimiques en éléments γ' -gènes de l'AD730 TM et du René 65	65
Tableau 8 : tableau récapitulatif des coefficients de croissance des γ'_{int} en fonction de la température de traitement thermique proche solvus et de l'alliage	69
Tableau 9 : tableau récapitulatif des coefficients de croissance des γ'_{II} intragranulaires en fonction de la température de traitement thermique proche solvus et de l'alliage	77
Tableau 10 : évolution de la fraction surfacique mesurée et de la fraction volumique calculée à l'aide du logiciel ThermoCalc des précipités secondaires en fonction de l'alliage et de la température de traitement thermique	79
Tableau 11 : tableau récapitulatif des coefficients de croissance et de énergies d'activations lors des traitements thermiques proches du solvus de la phase γ' dans les 5 alliages de l'étude	80
Tableau 12 : compositions chimiques des précipités secondaires dans l'AD730 TM HC après 25 h à 1080 °C	88
Tableau 13 : paramètres identifiés et calculés de l'équation 28	91
Tableau 14 : compositions chimiques au joint de grains, dans la PFZ et dans la matrice de l'AD730 TM HC après 25 h à 1080 °C	93
Tableau 15 : différences de compositions relatives entre le joint de grains et la matrice dans la PFZ, à l'interface PFZ/cœur de grains, et à cœur de grains dans l'AD730 TM HC après 25 h à 1080 °C	93
Tableau 16 : temps de traitement thermique (en heures) maximaux associés à la migration des joints de grains a été observées en fonction de l'alliage et de la température	95
Tableau 17 : compositions chimiques des différents groupes de précipités tertiaires dans la pointe analysée	98
Tableau 18 : compositions chimiques des différentes populations de précipités dans la pointe.	100

Partie II : Propriétés en Traction de l'AD730™ HC en Présence de Zones Appauvries en Précipitation γ' aux Joints de Grains

Grâce aux modèles de formation et croissance de PFZ décrits dans les chapitres précédents et aux connaissances déjà disponibles sur les vieillissements de microstructures dans l'AD730™ et dans les superalliages base Ni de manière plus générale, il est maintenant possible d'introduire des PFZ de manière contrôlée au sein d'éprouvettes.

L'objectif de cette seconde partie est d'explorer comment les PFZ peuvent avoir des effets, néfastes ou bénéfiques, du point de vue des propriétés mécaniques. De très nombreux aspects pouvant être abordés dans ce cadre, il a été décidé de focaliser l'étude plutôt sur la version haut carbone de l'AD730™ et de se concentrer sur ses propriétés en traction. Si les disques doivent répondre à des exigences de type fluage (jante) et/ou fatigue (alésage), la résistance à l'éclatement reste une caractéristique essentielle pouvant être abordée via la réalisation d'essais de traction monotone. La température de service des disques considérés étant de l'ordre de 700 °C dans les zones les plus chaudes, les essais de traction seront réalisés à 20 °C et 700 °C.

De manière analogue à ce qui a déjà été fait dans le cadre du développement de disques à gradient de taille de grains, cette étude s'inscrit dans l'objectif à long terme d'introduire des PFZ, ou de limiter leur formation, dans des zones de disques où elles pourraient être bénéfiques, ou néfastes.

Le premier chapitre de cette partie est dédié à une revue de littérature concernant l'impact des PFZ sur les propriétés mécaniques de manière générale et sur les mécanismes de déformations et d'endommagement. Le deuxième chapitre traitera de l'étude de l'influence des PFZ lors d'essais de traction à température ambiante. La dernière section de ce chapitre sera consacrée à l'étude in-situ sous MEB des premiers stades de plasticité aux abords des joints de grains, à température ambiante également. Enfin, le troisième et dernier chapitre de cette partie II présentera les effets des PFZ sur les propriétés en traction à 700 °C de l'AD730™ HC.

Table des Matières de la Partie II

Partie II : Propriétés en Traction de l'AD730TM HC en Présence de Zones Appauvries en Précipitation γ' aux Joints de Grains	114
Table des Matières de la Partie II	115
Chapitre II.1 : Influence des PFZ sur les Propriétés Mécaniques et les Mécanismes de déformation	116
II.1.1 : Impact des PFZ en fatigue	117
II.1.2 : Effet des PFZ en fluage et fatigue-fluage	119
II.1.3 : Influence des PFZ en traction	122
II.1.4 : Bilan du chapitre II.1	126
Chapitre II.2 : Propriétés en Traction Monotone à Température Ambiante	128
II.2.1 : Présentation et objectifs des essais réalisés	129
II.2.2 : Gamme de traitement thermique standard	132
II.2.3 : Influence des PFZ	139
II.2.4 : Etude in-situ des premiers stades de plasticité	150
II.2.5 : Bilan du chapitre II.2	156
Chapitre II.3 : Propriétés en Traction Monotone à 700 °C	158
II.3.1 : Gamme de traitement thermique standard	159
II.3.2 : Influence des PFZ	164
II.3.3 : Analyse des coupes longitudinales d'éprouvettes et mécanismes d'endommagement en traction à 700 °C	175
II.3.4 : Bilan du chapitre II.4	180
Conclusion de la Partie II	182
Références de la Partie II	184
Index des Illustrations de la Partie II	187
Figures	187
Tableaux	189
Conclusions Générales & Perspectives	190

Chapitre II.1 : Influence des PFZ sur les Propriétés Mécaniques et les Mécanismes de déformation

L'étude présentée dans cette partie II porte sur les propriétés en traction de l'AD730TM HC, à température ambiante et à 700 °C. Il est donc nécessaire de prendre en compte l'impact que peuvent avoir les PFZ dans les superalliages base Ni, mais également dans tous les alliages durcis par précipitations. Le premier chapitre sera donc consacré à un état de l'art portant sur les impacts des PFZ sur les propriétés mécaniques.

La littérature étant extrêmement abondante à propos des propriétés mécaniques et mécanismes de déformations dans les superalliages base nickel, la partie de l'état de l'art sur les généralités concernant les superalliages base Ni et leurs propriétés mécaniques est reportée en Annexe 7 afin de ne pas perturber le fil conducteur de ce manuscrit. Cette annexe se focalise sur les généralités concernant les superalliages base Ni, l'influence de la taille de grains sur leurs propriétés mécaniques, les mécanismes de franchissement de précipités et finalement la plasticité et l'endommagement aux abords des joints de grains. Ainsi, ce chapitre sera dédié uniquement aux impacts des PFZ sur les propriétés mécaniques et sur les mécanismes de déformations.

Très peu de publications sont disponibles dans la littérature concernant directement l'impact des PFZ aux joints de grains sur les différentes propriétés mécaniques des superalliages base nickel γ/γ' polycristallins. Afin d'avoir une vue d'ensemble des potentiels impacts que peuvent avoir les PFZ sur les propriétés mécaniques de l'alliage de l'étude, une revue de littérature concernant ces impacts, élargie à tous les alliages durcis par précipitation présentant des PFZ, est présentée dans ce chapitre. Elle se focalisera d'abord sur les impacts des PFZ en fatigue, puis en fluage et en fatigue/fluage, et enfin en traction.

Cette étude, couplée à la revue de littérature en Annexe 7, permet d'avoir un aperçu complet des éventuelles influences des PFZ sur les propriétés en traction de l'AD730TM HC, utile pour proposer une stratégie expérimentale, sous la forme d'une série d'essais de traction, permettant d'évaluer ces différentes influences.

II.1.1 : Impact des PFZ en fatigue

Comme suggéré en Annexe 7, **les PFZ pourraient avoir un effet bénéfique sur la durée de vie en fatigue** des superalliages base nickel γ/γ' polycristallins tels que l'Udimet 720Li et l'AD730TM en retardant l'amorce de fissures [Larrouy 2014]. En effet les PFZ étant moins « dures » que les zones à précipitation dense, elles pourraient participer à la relaxation des concentrations de contraintes, liées par exemple à la formation de micro-volumes [Villechaise et al. 2012; Larrouy 2014; Larrouy et al. 2015]. Les articles traitant des effets des PFZ dans les superalliages base nickel au niveau de l'amorçage de fissures en fatigue étant très peu nombreux, quelques éléments décrivant ces aspects pour d'autres matériaux durcis par précipitation sont relevés. Une étude sur l'influence de la largeur de PFZ sur les propriétés en fatigue oligocyclique d'un alliage AlZnMg a été menée par Park et Nam [Park and Nam 1995]. Dans cette étude, les auteurs ont conduit des essais de fatigue en déformation imposée sur deux éprouvettes présentant des largeurs de PFZ différentes, mais des tailles de grains et des états de précipitation intragranulaire similaires. Ces microstructures sont présentées en figure 1 a et b. La figure 1 c montre une légère augmentation de la durée de vie de l'alliage présentant les plus larges PFZ, l'alliage A1, malgré un niveau de contrainte supérieur et une déformation plastique plus élevée. Ce résultat s'explique par la **plus forte ductilité au sein de la PFZ permettant d'accommoder la déformation et de relaxer les contraintes en pointe de fissure**.

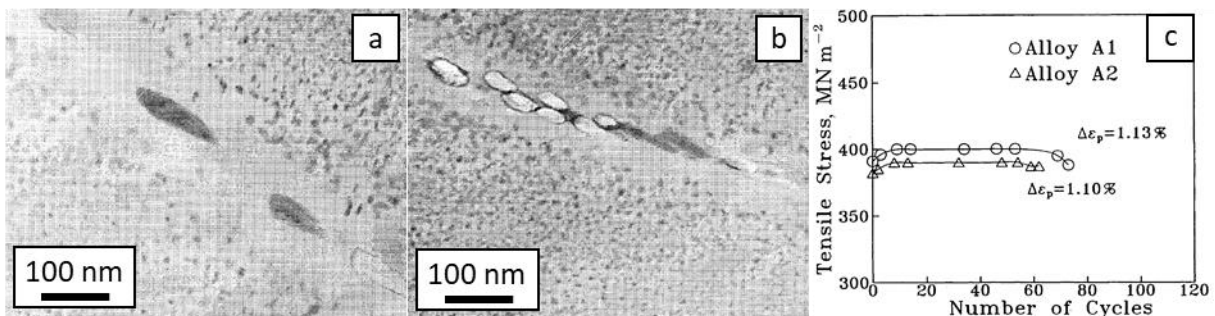


Figure 1 : microstructure aux abords des joints de grains dans l'alliage A1 (a) et A2 (b), et comparaison du comportement en LCF des deux alliages (c) [Park and Nam 1995]

Un résultat allant dans le sens inverse a été observé plus récemment sur l'AD730TM sans avoir été relié directement à la présence de PFZ [Devaux et al. 2016]. Dans ces travaux destinés à évaluer la potentielle utilisation de cet alliage pour des applications type boulonnerie, des essais de fatigue à 700 °C sur éprouvettes entaillées ont été menés. Alors que les auteurs notent bien que les PFZ peuvent être nocives et mènent à des ruptures prématurées lors de ce type d'essais notamment dans l'Inconel 718 [Raymond 1967], une microstructure contenant des PFZ a été testée sans que la présence de celles-ci ne soient relevée. Ces PFZ sont particulièrement visibles dans la partie gauche de la microstructure présentée en figure 2, issue de cette publication.

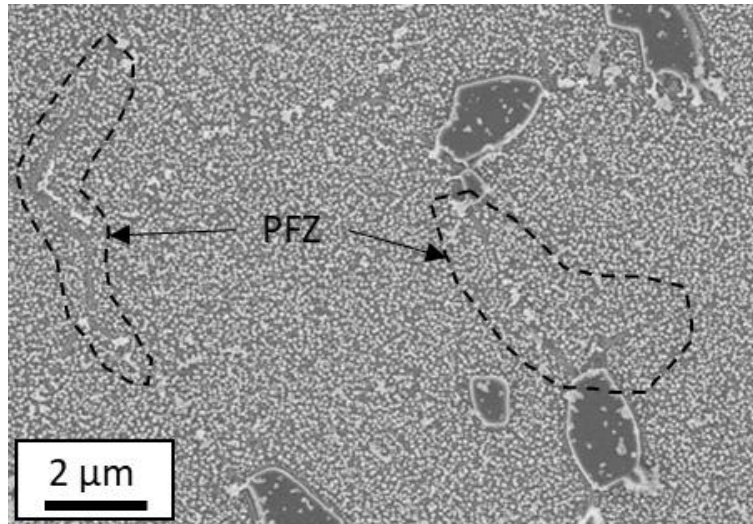


Figure 2 : AD730TM à grains fins après 4 h à 1080 °C et refroidissement à l'air puis 8 h à 730 °C et refroidissement à l'air [Devaux et al. 2016]

Obtenue après une mise en solution subsolvus de 4 h à 1080 °C et un revenu de 8 h à 730 °C avec refroidissement à l'air, cette microstructure présente la seconde plus mauvaise durée de vie parmi toutes les microstructures testées. Cela pourrait être le signe que **les PFZ ont un effet néfaste sur les propriétés en fatigue sur éprouvettes entaillées** dans l'AD730TM. Cependant, cette analyse est à nuancer : des PFZ sont possiblement également présentes dans les autres microstructures testées, des micrographies n'étant présentées que pour 2 des gammes de traitement thermique effectuées.

Des effets néfastes des PFZ sont également identifiées dans l'étude de McMahon et Coffin sur l'endommagement lié à l'oxydation de l'Udimet 500 en fatigue à très faible nombre de cycles ($\sim 10^{-4}$ Hz) à 815 °C [McMahon and Coffin 1970]. Même si cette étude porte principalement sur l'impact des zones appauvries formées en surface suite à la pré-oxydation des éprouvettes, il est possible de remarquer **que les joints de grains présentant des PFZ sont susceptibles de s'oxyder depuis la surface et d'amorcer et propager des fissures**. Ce mécanisme est présenté sur la micrographie en figure 3 a, aux côtés d'un joint de grains similaire à cœur d'éprouvette avant essai.

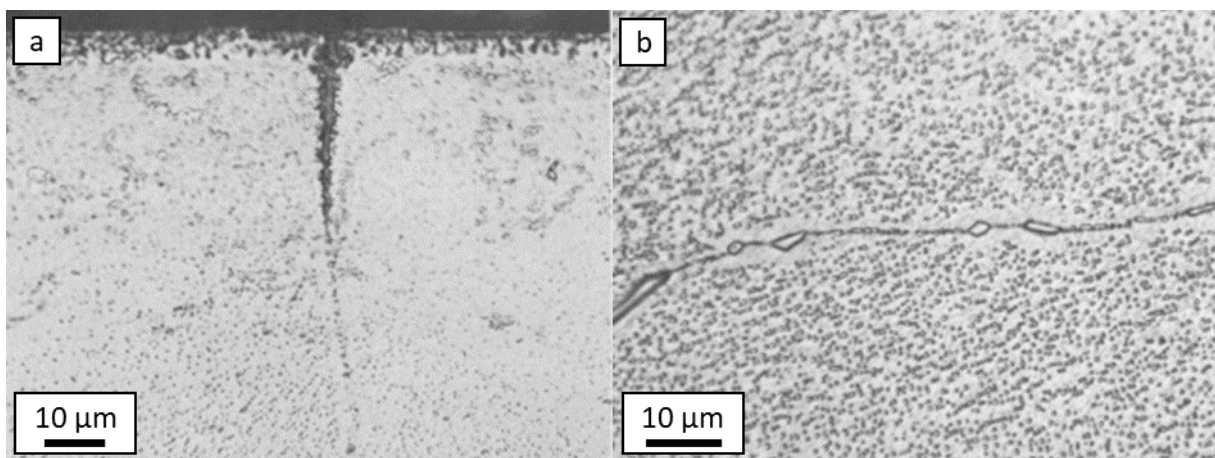


Figure 3 : oxydation d'un joint de grains débouchant présentant une PFZ après 25 cycles (a) et joint de grains sain présentant une PFZ avant essai (b) [McMahon and Coffin 1970]

Ce phénomène, se rapprochant des mécanismes d'endommagements observables en fluage, indique que les PFZ pourraient également avoir des effets sur les propriétés et les mécanismes d'endommagement en fluage et en fatigue-fluage. Il reste cependant difficile de dissocier le rôle des PFZ vis-à-vis des processus d'endommagement mécaniques et/ou liés à l'oxydation, les couplages étant, de plus, fort probables.

II.1.2 : Effet des PFZ en fluage et fatigue-fluage

Dans une étude portant sur l'influence de la phase δ aux joints de grains sur la propagation de fissures en fluage et en fatigue-fluage dans l'Inconel 718, Li et al. [Li et al. 1994] ont pu mettre en évidence l'influence des zones appauvries à la fois en précipitation γ'' et γ' . Les résultats sont semblables à ce qui a été observé par Park et Nam dans les alliages AlZnMg. En effet, **la présence de PFZ semble retarder l'amorce des fissures intergranulaires**, mais également **ralentir leur propagation**. Cela peut être attribué aux zones dépourvues en précipités aux abords des particules de phase δ , uniquement durcies par solution solide. Elles sont donc plus ductiles et permettent de relaxer les contraintes menant à l'amorce des fissures, puis de relaxer les contraintes en pointe de fissures lorsque celles-ci se propagent.

Une influence potentielle des PFZ sur les mécanismes de déformation en fatigue-fluage dans l'Udimet 720Li a également été mise en évidence dans la thèse de Thomas Billot [Billot 2010]. Dans ces travaux, deux microstructures différentes ont été étudiées, la première, dite « homogène » est une microstructure à grains grossiers présentée en figure 4 a. La seconde présente des grains grossiers séparés par des chapelets de grains fins et a été nommée microstructure « hétérogène ». Elle peut être rapprochée des structures parfois appelées duplex dans la littérature. Cette microstructure est présentée sur la figure 4 b.

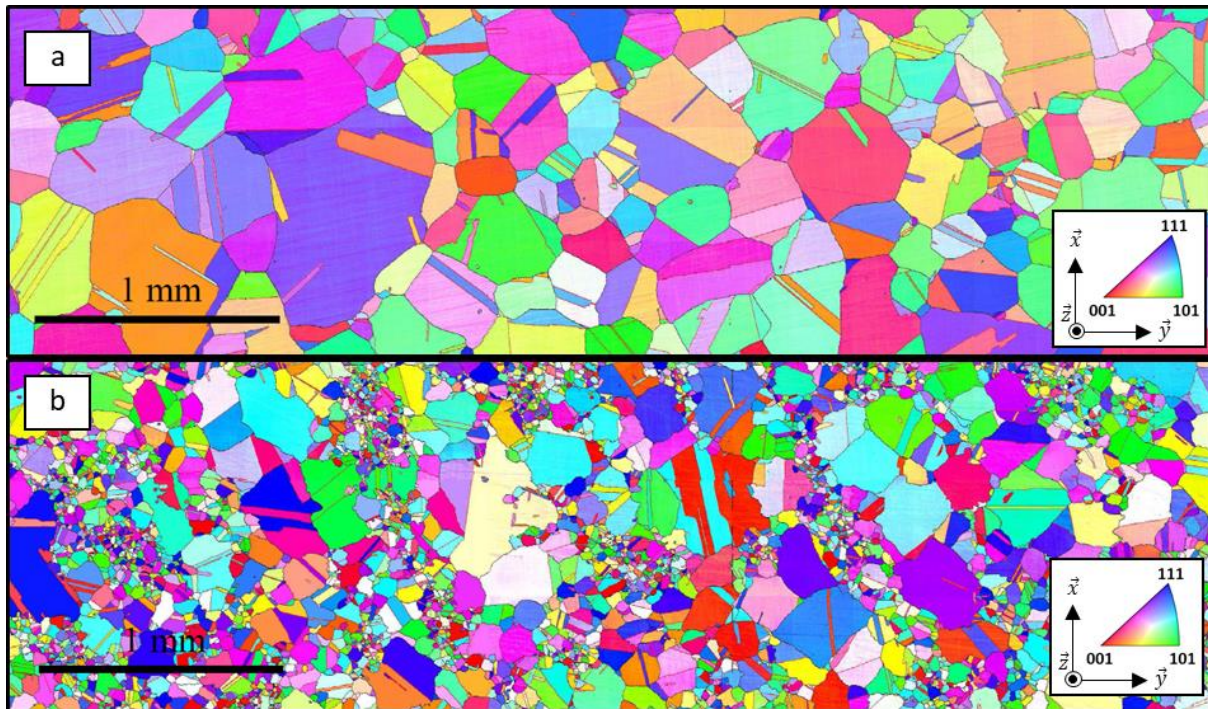


Figure 4 : Udimet 720Li à microstructure "homogène" (a) et "hétérogène" (b). Adaptée de [Billot 2010]

Ces microstructures se caractérisent également par des états de précipitation γ' différents à la fois à cœur de grains et aux abords des joints de grains, comme le présente la figure 5. Les précipités secondaires γ'_{II} ont une taille équivalente mais une fraction surfacique plus élevée dans la microstructure hétérogène. Inversement, les précipités tertiaires γ'_{III} ont une fraction surfacique inférieure pour une taille équivalente dans cette microstructure. Des PFZ, appelées « zones de déplétion » dans ces travaux, ont été observées uniquement dans la microstructure hétérogène. Ces microstructures ont été testées en fatigue-fluage à 700 °C sous 800 MPa en allant de la fatigue pure à $R = 0$ au fluage pur et les mécanismes de déformation à cœur de grains comme aux abords des joints de grains ont été analysés par microscopie électronique en transmission.

La figure 6 présente schématiquement les différents mécanismes de déformation mis en évidence pour les deux microstructures en fonction du temps de maintien à charge maximale pour chaque cycle de fatigue. Les mécanismes de cisaillement de Condat-Décamps [Condat and Décamps 1987] et Décamps-Raujol [Raujol 2004], [Décamps et al. 2004] ne seront pas détaillés ici.

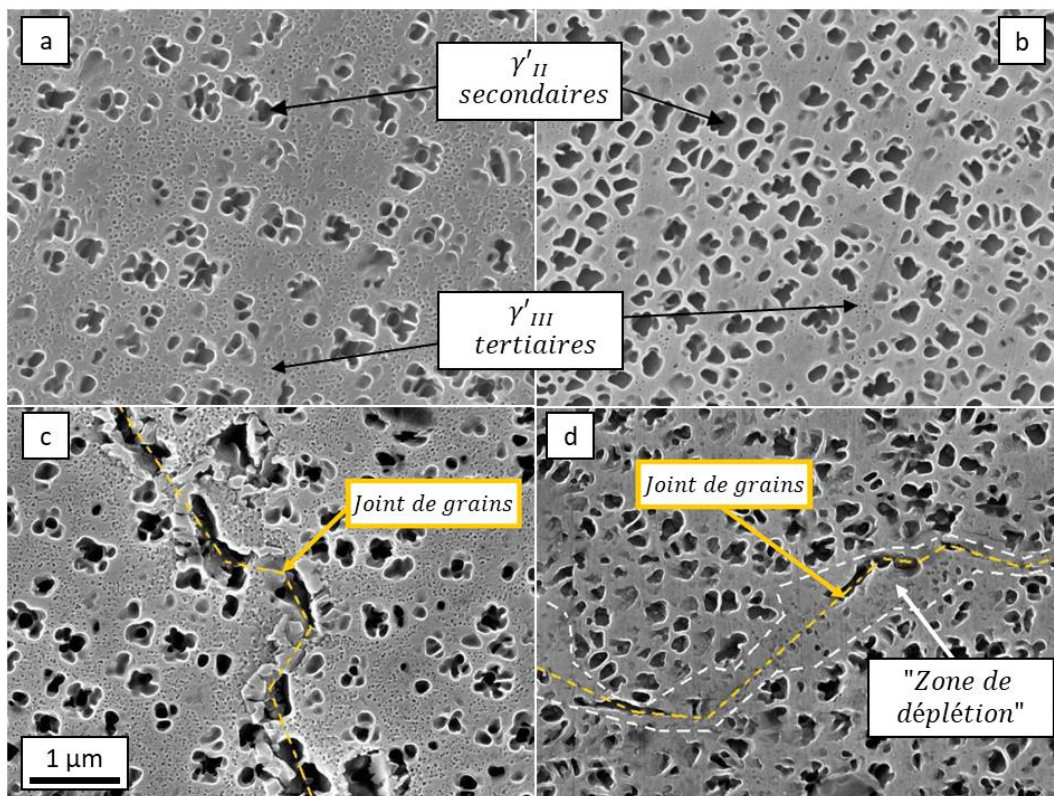


Figure 5 : états de précipitation à cœur de grains dans les microstructures homogène (a) et hétérogène (b) et microstructures aux abords des joints de grains dans les microstructures homogène (c) et hétérogène (d).
Adapté de [Billot 2010]

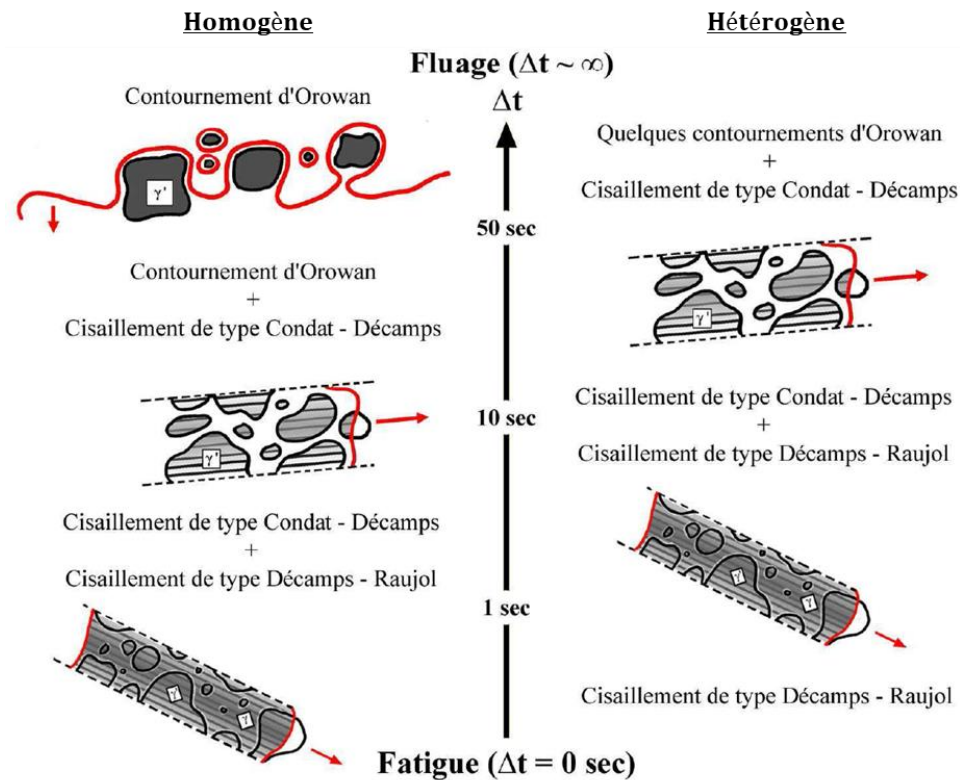


Figure 6 : mécanismes de déformation en fatigue-fluage dans l'Udimet 720Li en fonction du temps de maintien en fluage pour les microstructures homogène et hétérogène. Adapté de [Billot 2010]

Le résultat marquant de ces travaux concernant les PFZ est la mise en évidence d'une zone de plusieurs micromètres **aux abords des joints de grains** où **pour l'essentiel du contournement d'Orowan** a été observé dans la microstructure hétérogène lors des essais de fluage pur. Les observations en MET des structures de dislocations ayant permis d'identifier les différents mécanismes de déformations dans ces conditions de sollicitations sont présentées en figure 7.

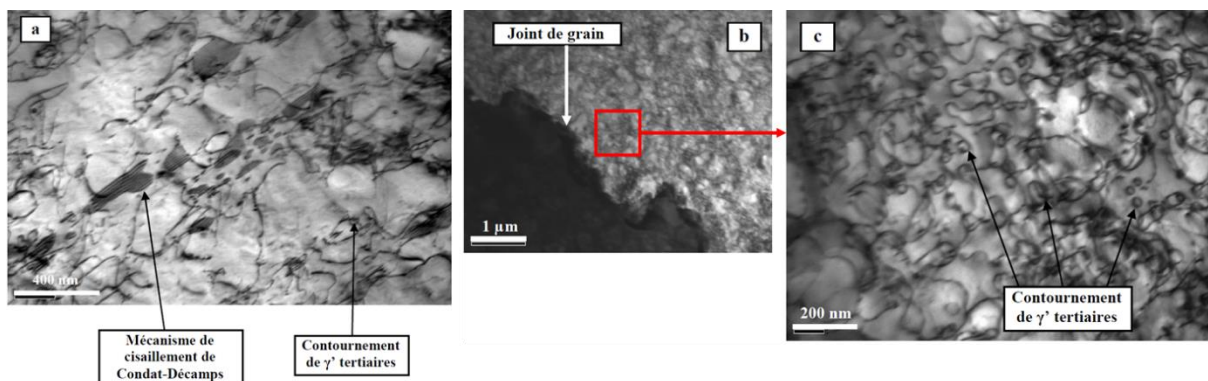


Figure 7 : structures de dislocations dans la microstructure hétérogène après un essai de fluage pur interrompu à 0,15 % de déformation plastique à cœur de grains (a) et aux abords d'un joint de grains (b) et (b). Adapté de [Billot 2010]

Ces observations ont pu être corrélées à des observations faites sur cette même microstructure lors d'un essai de fatigue-fluage avec 10 s de maintien en fluage interrompu à 0,5 % de déformation plastique. Cet essai a été réalisé sur une éprouvette préalablement rayée afin de pouvoir évaluer le **glissement intergranulaire**, et sous vide pour éviter l'interaction entre les rayures et l'oxydation. Il a ainsi été montré que le glissement

intergranulaire, illustré en figure 8, participe de manière importante à la déformation totale, ce qui n'a pas été observé pour la microstructure dépourvue de PFZ. Ce glissement des joints de grains pourrait donc être directement lié à l'unique présence du contournement d'Orowan aux abords des joints de grains présentant des PFZ. Les observations réalisées à l'époque ne s'étaient pas focalisées sur la distinction entre glissement plastique au niveau du joint de grains ou au sein de bandes de glissement parallèles au joint, très proches du joint, il est donc également possible que la plasticité observée ici ait lieu dans la PFZ.

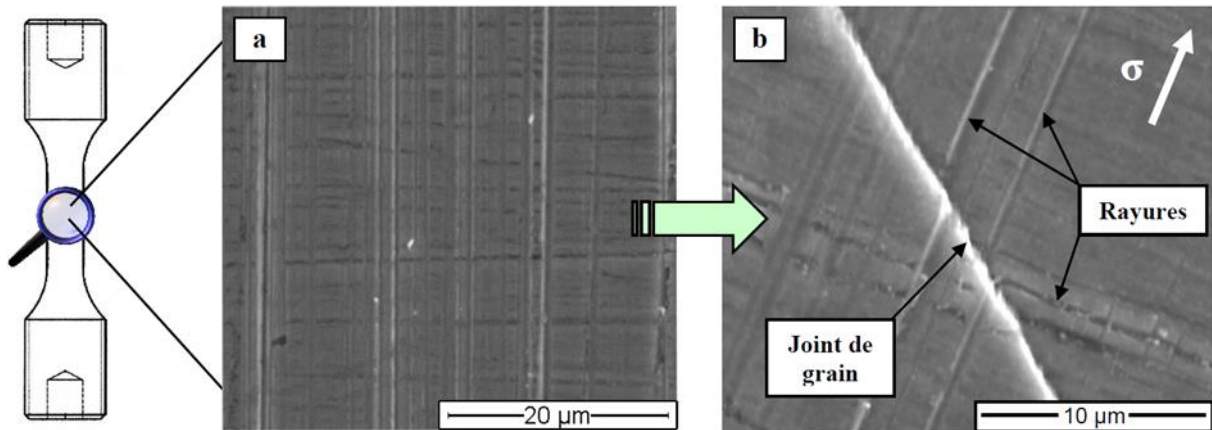


Figure 8 : mise en évidence du glissement intergranulaire lors d'essai de fatigue-fluage avec 10 s de temps de maintien en fluage interrompu à 0,5 % de déformation plastique sur la microstructure hétérogène [Billot 2010]

L'alliage étudié dans ces travaux, l'Udimet 720Li, étant très proche de l'AD730TM, il est possible que des mécanismes similaires affectent ce dernier à cette température en fluage, mais également en traction si la vitesse de déformation est assez faible pour activer du contournement.

II.1.3 : Influence des PFZ en traction

L'influence des PFZ en traction dans les superalliages base nickel a principalement été étudiée par l'équipe d'Eckhard Nembach dans une série de publications portant sur le Nimonic PE16. La première de ces publications concerne les travaux de Mangen et Nembach sur l'influence de la taille de grains sur la limite d'élasticité en compression à l'ambiante du Nimonic PE16 [Mangen and Nembach 1989]. Dans ces travaux, les auteurs ont montré une déviation à la loi de Hall-Petch pour les microstructures présentant des PFZ, caractérisée par une chute de la limite d'élasticité. Cette chute a été attribuée à la mobilité accrue des dislocations dans les PFZ non durcies par précipitation, et moins durcies par solution solide à cause de l'appauvrissement en éléments γ' -gènes dans la matrice. Ces travaux ont mené cette équipe à approfondir ce sujet. Cinq articles portant sur l'influence des PFZ sur la limite d'élasticité du Nimonic PE16 [Krol et al. 2003], [Krol et al. 2004b] et sur l'étude en MET des mécanismes de déformation dans les PFZ [Baither et al. 2003], [Baither et al. 2004] ont ainsi été publiés quasi simultanément. La cinquième de ces publications [Krol et al. 2004a], la plus aboutie, compile les résultats obtenus dans cette étude et ceux de Maldonado et Nembach sur la formation des PFZ [Maldonado and Nembach 1997].

Ainsi, comme le montre la figure 9, il a été montré que **la limite d'élasticité** en traction du Nimonic PE16 à température ambiante **peut chuter de près de 25 % lorsque la largeur de PFZ w augmente**. Un seuil de largeur de PFZ a également été mis en évidence. En effet, aucun effet des PFZ n'a été observé pour des PFZ de largeur inférieure à 1,7 fois la valeur de la différence entre la distance inter-précipités dans les plans de glissements et le rayon des précipités, $L_{min} - r$. La largeur de PFZ pourrait également affecter la contrainte à rupture et l'allongement à rupture, ainsi que le mode de rupture et l'allure générale des courbes de traction. Cependant, la largeur de PFZ étant directement liée à la taille et la densité de carbures aux joints de grains, il est impossible de décorréler ces deux paramètres. Les différences observées en fin d'essais pourraient donc être également liées à ces carbures.

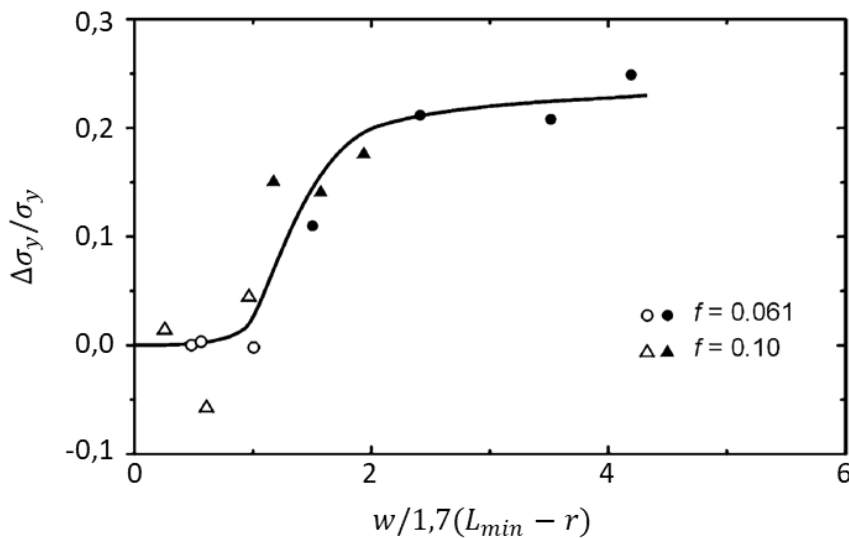


Figure 9 : influence de la largeur de PFZ sur la limite d'élasticité du Nimonic PE16 en traction à température ambiante. Adapté de [Krol et al. 2004a]. f = fraction volumique de précipitation γ'

Un scénario permettant d'expliquer la chute de la limite d'élasticité avec la largeur de PFZ a été proposé suite aux observations en MET présentées dans les deux publications de Baither et al. [Baither et al. 2003] [Baither et al. 2004]. Au début de la plasticité, des bandes de glissement se développent dans les grains favorablement orientés. Ces bandes de glissement sont bloquées par les joints de grains et **des dislocations sont émises aux interfaces entre carbures et PFZ** dans les grains adjacents afin d'accommoder la déformation. **Ces dislocations peuvent se propager aisément et se multiplier dans la PFZ**. Elles sont ensuite stoppées et s'empilent à l'interface entre la PFZ et le cœur de grains durci par précipitation. **Cet empilement a pour effet d'augmenter localement la contrainte** et d'entraîner une pénétration à cœur de grains prématurée des dislocations. Ce mécanisme est d'autant plus marqué que les PFZ sont larges. La figure 10 présente une des zones étudiées en transmission lors de cette étude.

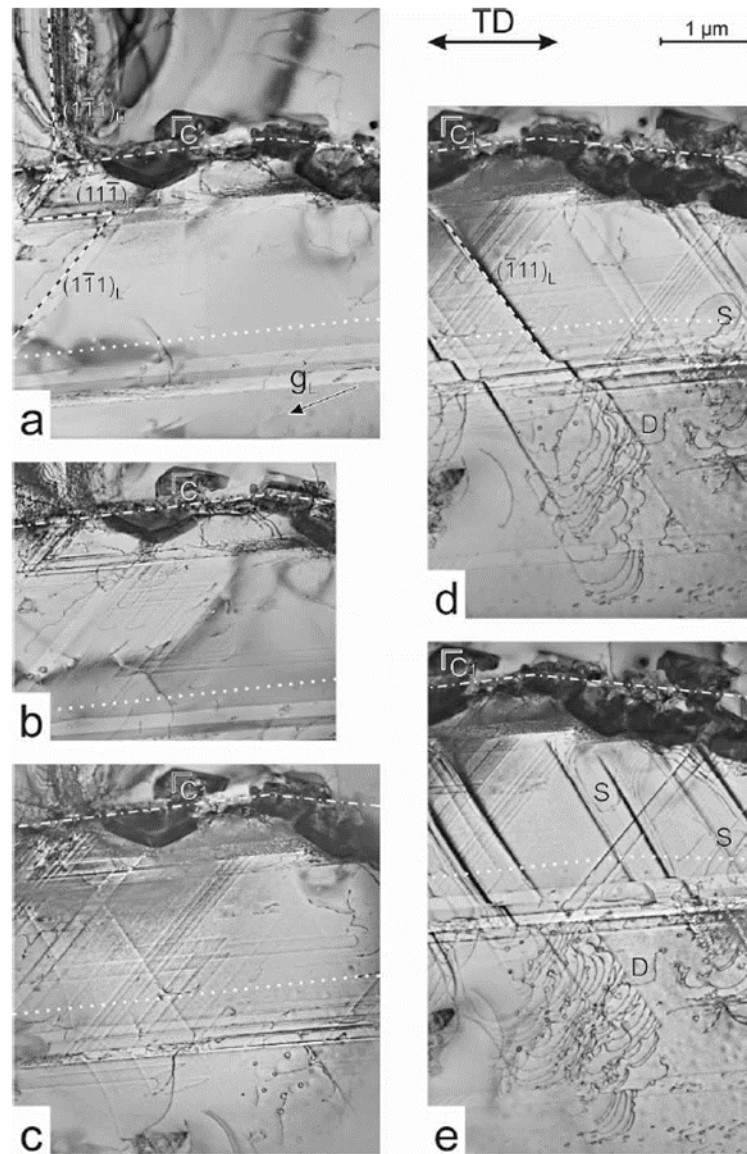


Figure 10 : paysage de dislocations aux abords d'un joint de grains dans le Nimonic PE16 après 12,27 % (a), 12,97 % (b), 14,37 % (c), 14,43 % (d) et 14,53 % de déformation en traction. Les notations C, D et S désignent respectivement un carbure, une dislocation, et des sources de dislocations. Les droites en pointillés, discontinues et mixtes désignent respectivement les interfaces PFZ/cœur de grains, les plans de glissement et le joint de grains. D'après [Baither et al. 2003]

De plus, la présence de **glissement multiple** a également été observé dans la PFZ. Ces différentes observations ont permis d'établir que les PFZ ont un impact marqué sur la plasticité en traction. Il est cependant peu probable qu'elles soient responsables des différences de comportement observées en fin d'essais. Des observations similaires, même si moins poussées, ont été effectuées et ont menées aux mêmes conclusions dans des alliages AlZnMg [Ryum, 1968], [Abe et al., 1973] et plus récemment dans un superalliage base cobalt [Bocchini et al. 2016].

Afin de compenser les effets néfastes des PFZ sur la limite d'élasticité du Nimonic PE16 en traction à température ambiante, Nembach et al. [Nembach et al. 2005] ont étudié l'influence d'un traitement thermique permettant de faire précipiter de fins précipités tertiaires γ'_{III} dans les PFZ et à cœur de grains entre les précipités secondaires γ'_{II} . La microstructure obtenue après ce traitement, présentée dans la figure 11, est extrêmement semblable à celles créées

dans les alliages de cette thèse après les traitements thermiques proches solvus. **La précipitation tertiaire permet d'augmenter légèrement la limite d'élasticité, mais trop peu pour compenser la chute due à la présence des PFZ [Nembach et al. 2005].**

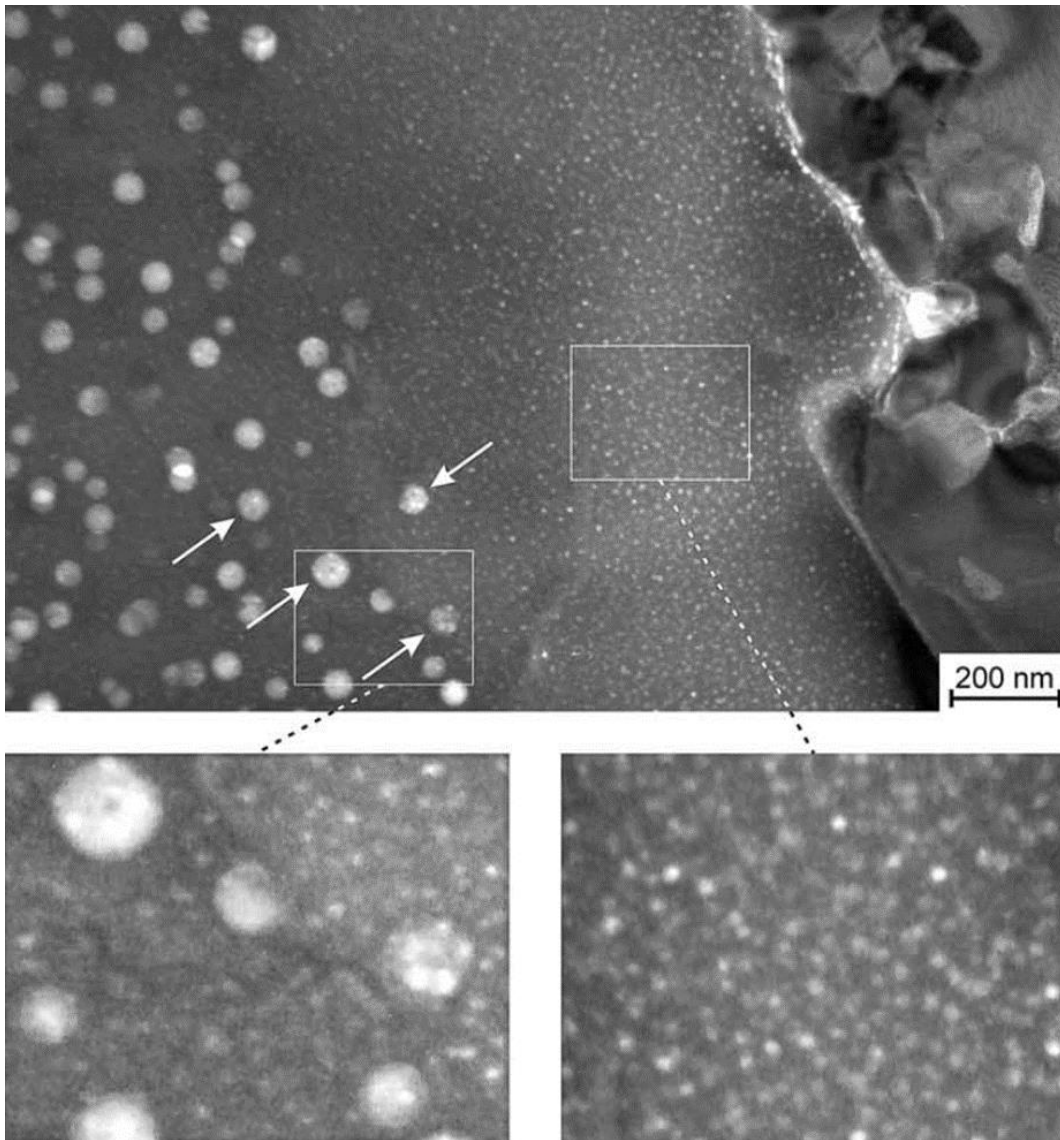


Figure 11 : microstructure du Nimonic PE16 aux abords d'un joint de grains après un traitement thermique ayant permis de faire précipiter des précipités tertiaires dans la PFZ [Nembach et al. 2005]

II.1.4 : Bilan du chapitre II.1

De par les mécanismes de déformation plastique mis en jeu, les propriétés mécaniques des superalliages base nickel γ/γ' sont sensibles à l'état de précipitation. Il semble donc assez logique d'imaginer que la modification de la microstructure de précipitation aux abords des joints de grains, par l'introduction de PFZ, puisse affecter de manière non négligeable les propriétés mécaniques des superalliages. La présence des PFZ en fatigue pourrait être bénéfique, la plus forte ductilité de ces zones permettant de relaxer la contrainte et ainsi de retarder l'amorce des fissures. En revanche, il semblerait que les PFZ soient néfastes en fatigue sur éprouvettes entaillées dans l'Inconel 718, et l'AD730TM. Enfin, les joints de grains présentant des PFZ pourraient être plus sensibles à la fragilisation par oxydation.

En fatigue-fluage, des résultats similaires ont été observés, les PFZ permettant de retarder l'amorçage de fissures et de ralentir leur propagation dans l'Inconel 718. Cependant, il a été montré dans l'Udimet 720Li que leur présence affecte fortement les mécanismes de déformation. En effet, en fluage et en fatigue-fluage avec long temps de maintien à 700 °C, seul du contournement d'Orowan est observé aux abords des joints de grains présentant des PFZ, alors qu'à cœur de grains le cisaillement de type Conrad-Décamps est prépondérant.

Enfin, la présence de PFZ peut entraîner une diminution de près de 25 % de la limite d'élasticité du Nimonic PE16 à température ambiante. Cela s'explique par la production et la propagation aisée des dislocations dans les PFZ. L'empilement de ces dislocations à l'interface PFZ/cœur de grains entraîne une augmentation de la contrainte locale et une pénétration prématurée des dislocations à cœur de grains, diminuant ainsi la limite d'élasticité macroscopique du matériau.

En résumé, la littérature est peu abondante concernant les effets des PFZ sur les propriétés mécaniques, d'autant plus concernant les alliages de l'étude, et certains effets observés sont contradictoires. Ainsi, il convient d'étudier expérimentalement plus en détails les effets des PFZ sur les propriétés mécaniques de superalliages base Ni γ/γ' .

Chapitre II.2 : Propriétés en Traction Monotone à Température Ambiante

Le chapitre précédent montre que les propriétés mécaniques macroscopiques des superalliages base nickel γ/γ' polycristallins, tout comme les mécanismes de déformation et d'endommagement, peuvent être affectés par la présence de zones appauvries en précipitation γ' secondaire aux abords des joints de grains. Les cinétiques de croissance des PFZ ayant été décrites et modélisées dans la partie I de ce manuscrit, il est possible de traiter thermiquement des barreaux capables d'éprouvettes afin d'obtenir des microstructures présentant des PFZ, tout en contrôlant leur largeur, mais également la taille et la fraction surfacique des différentes populations de précipités au cœur des grains. Ce chapitre s'intéressera tout particulièrement aux propriétés macroscopiques en traction à température ambiante de l'AD730TM HC. Deux essais in-situ dans la chambre d'un MEB ont également été réalisés et ont permis d'évaluer les mécanismes de plasticité aux abords des joints de grains lors des premiers stades de plasticité.

Dans un premier temps sera présentée la série d'essais de traction mise au point afin d'évaluer l'influence des PFZ sur les propriétés macroscopiques en traction, ainsi que l'influence des revenus de la gamme de traitement thermique standard. Par abus de langage et par souci de simplification, cette série d'essais sera nommée « plan d'expériences » par la suite, même s'il ne s'agit pas d'un plan d'expériences au sens strict du terme. La deuxième section de ce chapitre sera consacrée à l'impact de ces revenus sur les propriétés en traction à température ambiante de l'AD730TM HC. Les faciès de rupture des éprouvettes rompues seront également analysés. La troisième section traitera de l'influence de la largeur de PFZ sur les propriétés en traction dans les mêmes conditions. L'aspect des faciès de rupture sera discuté, et des coupes longitudinales seront analysées. Les résultats seront discutés et comparés à ceux obtenus en utilisant le modèle de Panella, présenté en annexe 7 [Panella 2021]. Enfin, la quatrième section portera sur l'étude in-situ des premiers stades de plasticité aux abords des joints de grains pour deux microstructures du plan d'expériences.

II.2.1 : Présentation et objectifs des essais réalisés

Dans cette section sont présentées les différentes microstructures testées en traction, à la fois à température ambiante et à 700 °C, ayant permis d'établir **l'influence de la largeur des PFZ** sur les propriétés en traction de l'AD730TM HC, mais également celles **des précipitations secondaires γ'_{II} et tertiaires γ'_{III}** , ainsi que celle **de la formation des carbures et borures secondaires aux joints de grains** lors des revenus. Les paramètres microstructuraux ont été établis à partir des différents traitements thermiques analysés dans la partie I du manuscrit. Ils ont simplement été vérifiés sur éprouvette, sans être mesurés avec précision. L'AD730TM HC a été le seul alliage choisi pour réaliser cette étude simplement pour des raisons de disponibilité de la matière.

La première partie de ce plan d'expériences concerne la gamme de traitement thermique standard menant à une microstructure à grains grossiers dans l'AD730TM. L'éprouvette MS1 a été usinée à partir d'un barreau capable ayant subi une mise en solution supersolvus d'une heure à 1120 °C suivi d'un refroidissement dans de la laine de roche. L'éprouvette MS2 a été obtenue de la même façon, mais une seconde mise en solution partielle subsolvus (ou traitement thermique proche solvus) de 4 h à 1080 °C a été effectuée sur le barreau capable, qui a ensuite été trempé à l'air. Un premier revenu de 4 h à 800 °C, suivi d'une trempe à l'air, a été effectué sur le barreau capable ayant permis de réaliser l'éprouvette nommée R1. Les barreaux capables ayant permis d'obtenir les éprouvettes R2 et R2#2 ont subi, en plus de MS1, MS2 et R1, un second revenu de 16 h à 760 °C. Deux éprouvettes ont été testées dans ces conditions afin d'évaluer la répétabilité des essais pour une même microstructure. Enfin, l'éprouvette R2_2 correspond aux mêmes traitements thermiques que R2 et R2#2, mais avec une mise en solution de 2 h à 1120 °C au lieu d'une heure. Cet essai avait pour but d'évaluer l'influence de la taille de grains sur cette microstructure. Les différents paramètres microstructuraux correspondant à ces éprouvettes sont présentés dans le tableau 1.

Tableau 1 : présentation des microstructures testées, des traitements thermiques effectués pour les obtenir et des paramètres microstructuraux associés

Nom	T-Th préalables	T-Th (°C - h)	D (μm)	w (μm)	σ (μm)	r_{II} (nm)	σ (nm)	r_{int} (nm)	σ (nm)	r_{III} (nm)	σ (nm)
MS1	-	1120 - 1	158	-	-	20	9	-	-	-	-
MS2	MS1	1080 - 4	158	1.39	0.84	126	27	236	73	9.4	4.8
R1	MS1 + MS2	800 - 4	158	1.39	0.84	126	27	236	73	10.2	3.0
R2	MS1 + MS2 + R1	760 - 16	158	1.39	0.84	126	27	236	73	14.1	5.4
R2#2	MS1 + MS2 + R1	760 - 16	158	1.39	0.84	126	27	236	73	14.1	5.4
R2_2	MS1(2h) + ... + R1	760 - 16	320*	1.39	0.84	126	27	236	73	14.1	5.4

Ces microstructures sont illustrées en figure 12. D'autres illustrations correspondant à ces états microstructuraux sont disponibles dans la partie I du manuscrit.

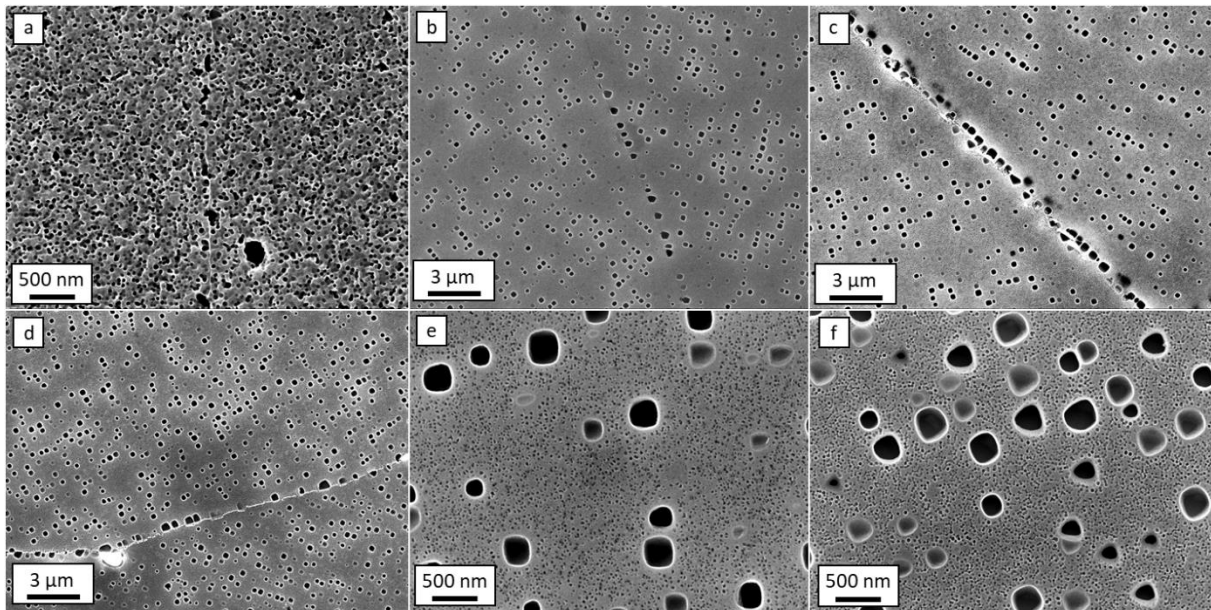


Figure 12 : microstructures observées au MEB-FEG correspondant aux éprouvettes MS1 (a), MS2 (b), R1 (c) et R2 (d). Les images (e) et (f) correspondent respectivement aux microstructures des éprouvettes MS2 et R1 à plus fort grandissement

Afin d'évaluer l'influence de la largeur de PFZ, 5 barreaux capables ont été mis en solution 1 h à 1120 °C et refroidis dans la laine de roche, puis cinq traitements thermiques à 1080 °C et de durées différentes ont été effectués. Comme montré dans la partie I du manuscrit, ces traitements thermiques permettent de former des PFZ, et la variation du temps de traitement permet de régler la largeur de ces PFZ. Ainsi, des PFZ de largeur allant de 0,90 μm à 3,97 μm ont été testées. Les différents paramètres microstructuraux correspondant à ces éprouvettes sont présentés dans le tableau 2. Aucun revenu n'a été effectué.

Tableau 2 : présentation des paramètres microstructuraux des éprouvettes ayant été testées en traction afin d'évaluer l'influence de la largeur de PFZ

Nom	T-Th (°C - h)	D (μm)	w (μm)	σ (μm)	r_{II} (nm)	σ (nm)	r_{int} (nm)	σ (nm)	r_{III} (nm)	σ (nm)
MS2_1	1080 - 1	158	0.90	0.55	100	18	157	56	9.1	4.2
MS2_4	1080 - 4	158	1.39	0.84	126	27	236	73	9.4	4.8
MS2_9	1080 - 9	158	2.74	1.19	155	56	251	81	9.2	4.1
MS2_16	1080 - 16	158	3.56	1.54	159	79	322	86	9.0	4.1
MS2_25	1080 - 25	158	3.97	0.97	195	64	369	86	8.1	3.6

Les microstructures des éprouvettes MS2_1, MS2_9 et MS2_25 sont présentées en figure 13

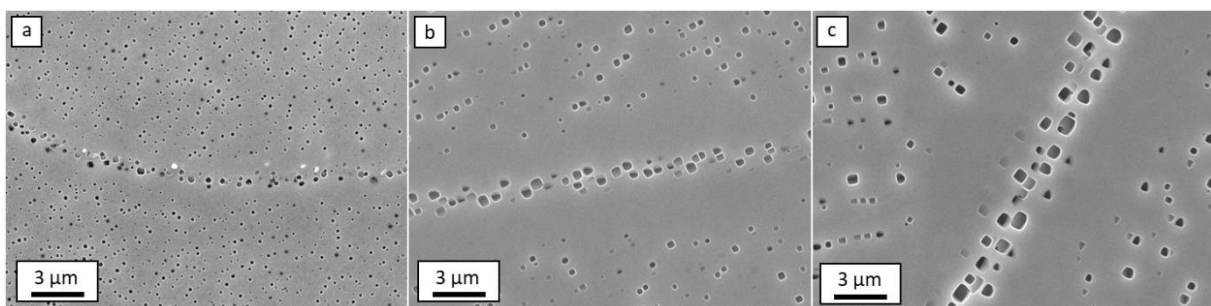


Figure 13 : microstructures aux abords des joints de grains pour les éprouvettes MS2_1 (a), MS2_9 (b) et MS2_25 (c)

Comme pour la première partie du plan d'expériences, les microstructures de la seconde partie sont décrites et imagées plus en détails dans la partie 1 du manuscrit, au chapitre I.3.

Trois essais complémentaires ont été ajoutés à la suite de la réalisation de ce plan d'expériences. Le premier, nommé **R2_25**, a été effectué sur une microstructure semblable à celle de l'éprouvette MS2_25, mais ayant subi les deux revenus de la gamme de traitement thermique standard de l'AD730TM. Cela permet d'**obtenir des populations de précipités secondaires intra et intergranulaires, ainsi que des largeurs de PFZ identiques à l'éprouvette MS2_25, mais des précipités tertiaires et des carbures et borures secondaires équivalents à ceux observés pour l'état R2**. Le deuxième essai complémentaire concerne la microstructure obtenue après 100 h à 1080 °C, menant à des **PFZ de 7,11 μm** . Nommé **MS2_100**, cet essai a pour but de **confirmer ou infirmer les tendances observées concernant la largeur de PFZ entre 1 et 4 μm** . Enfin, le troisième essai complémentaire nommé **1040_25** a pour but de **décorrélér** les éventuelles influences de la **largeur de PFZ** de celles de la **précipitation secondaire**. Pour cela un traitement thermique de 25 h à 1040 °C a été effectué, menant à des PFZ semblables à celles obtenues après 4 h à 1080 °C (MS2_4) et une précipitation secondaire semblable à celle observée après 9 h à 1080 °C (MS2_9).

Les différents paramètres microstructuraux associés à ces microstructures sont compilés dans le tableau 3.

Tableau 3 : *traitements thermiques effectués pour obtenir les microstructures des trois essais complémentaires et paramètres microstructuraux associés*

Nom	T-Th réalisés	D (μm)	w (μm)	σ (μm)	r_{II} (nm)	σ (nm)	r_{int} (nm)	σ (nm)	r_{III} (nm)	σ (nm)
R2_25	MS2_25 + R1 + R2	158	1.39	0.84	126	27	236	73	14.1	5.4
MS2_100	MS1 + 1080 °C - 100h	158	7.11	1.51	341	86	560	150	7.8	4.6
1040_25	MS1 + 1040 °C - 25h	158	1.35	0.48	159	48	239	111	9.0	4.0

Les essais à température ambiante ont été réalisés à une **vitesse de déformation de 5.10^{-4} s^{-1}** sur des éprouvettes de type M12 de 4 mm de diamètre. Les essais à **700 °C** ont été effectués sur des éprouvettes de type M6 de 4 mm de diamètre à une **vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1}** . Cette dernière vitesse de déformation, plus faible, a été choisie afin de favoriser des mécanismes d'endommagement des joints de grains proches de ceux opérant en fluage, tel que l'oxydation des joints de grains, mais également pour avoir une comparaison directe avec des essais réalisés dans le cadre de la thèse de Louis Thébaud [Thébaud 2017].

II.2.2 : Gamme de traitement thermique standard

Afin d'évaluer l'influence des traitements thermiques de la gamme standard de l'AD730TM, les microstructures présentées dans le tableau 1 ont été testées. Les courbes de traction rationnelles ont permis de comparer le comportement des différentes microstructures et d'identifier les différentes propriétés en traction. L'aspect des faciès de rupture a également été discuté.

II.2.2.1 : Analyse de courbes de traction

La première partie de cette étude concerne le comportement global de la microstructure en traction. Les courbes rationnelles des 6 microstructures présentées dans le tableau 1 sont illustrées en figure 14.

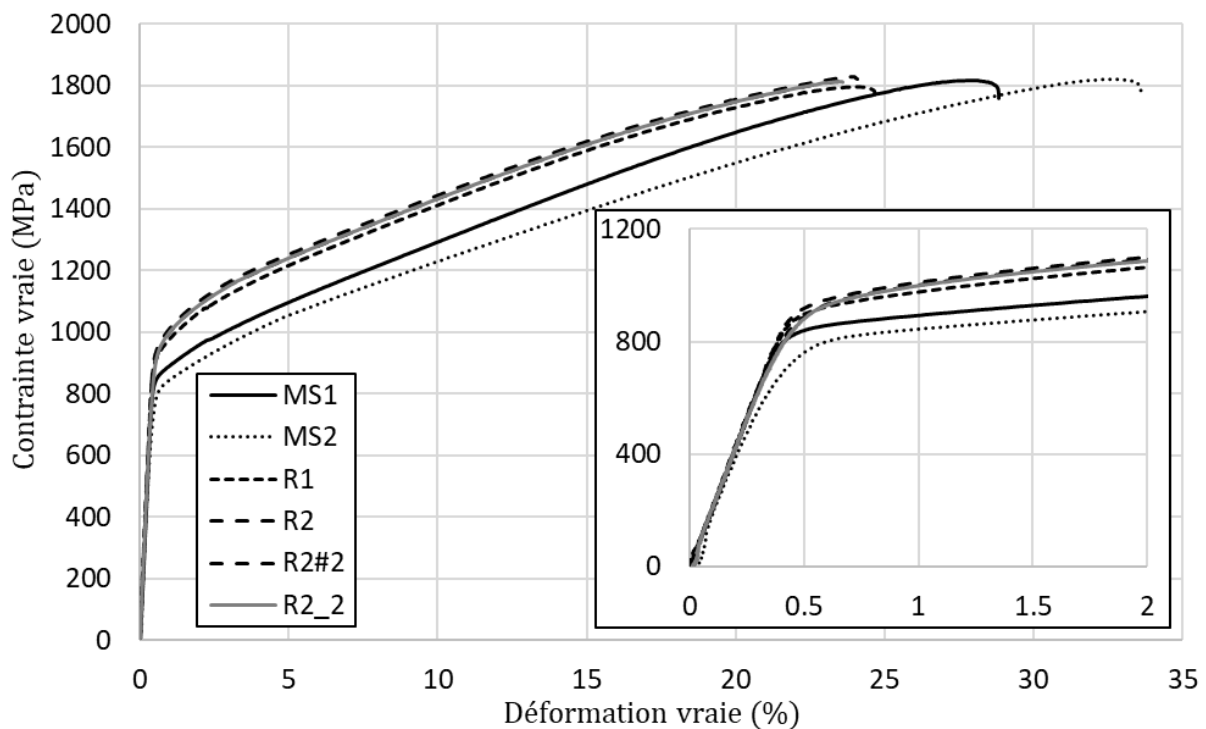


Figure 14 : courbes de traction rationnelle pour les microstructures après chaque étape de la gamme de traitement thermique standard

Premièrement les courbes correspondant aux éprouvettes R2 et R2#2 sont parfaitement superposées. Cela indique une certaine **répétabilité des essais**, même s'il aurait fallu répéter chaque essai plus de 2 fois pour plus de fiabilité.

La courbe correspondant à l'éprouvette MS1, présentant une microstructure de précipitation secondaire intragranulaire monomodale, sera l'élément de référence pour l'analyse de ces 6 courbes. Après le traitement thermique proche solvus **MS2**, l'**allongement à rupture (A%) augmente d'environ 5 points**, et la **contrainte maximale atteinte (UTS) ne semble pas affectée**. Enfin, la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation plastique, **YS**, semble **légèrement**

plus faible. Le premier revenu, **R1**, permet d'augmenter d'une centaine de MPa la limite d'élasticité (YS) par rapport à MS2, sans impact visible sur UTS. En revanche, la ductilité (A%) semble chuter de quelques points. Enfin, le second revenu n'a que très peu d'effets sur le comportement du matériau en traction par rapport à l'état après le premier revenu. De la même façon, la courbe de l'état microstructural après la gamme de traitement thermique complète mais avec 2 h de mise en solution supersolvus, R2_2, est quasiment confondue avec celle de R2. Deux explications sont possibles. Soit la taille de grains n'influence pas le comportement en traction dans ces conditions pour ce matériau, ce qui est peu probable, soit la taille de grains n'est pas affectée par le temps de mise en solution supersolvus. Cette dernière hypothèse semble la plus probable, les joints de grains pouvant être ancrés par les carbonitrides primaires, très présents dans ce matériau, empêchant ainsi la croissance des grains, malgré la dissolution de tous les précipités γ' primaires. La taille de grains moyenne présentée dans le tableau 1 ($320 \mu\text{m}$) provient de caractérisation effectuée sur de l'AD730TM standard [Panella 2021], et non sur les échantillons d'AD730TM HC de cette étude.

Les propriétés extraites de ces courbes, c'est-à-dire YS, UTS et A% sont présentées sur la figure 15 en fonction de la taille des précipités tertiaires. Pour des raisons de lisibilité et de simplification, les précipités secondaires de la microstructure MS1 ont été assimilés à des précipités tertiaires.

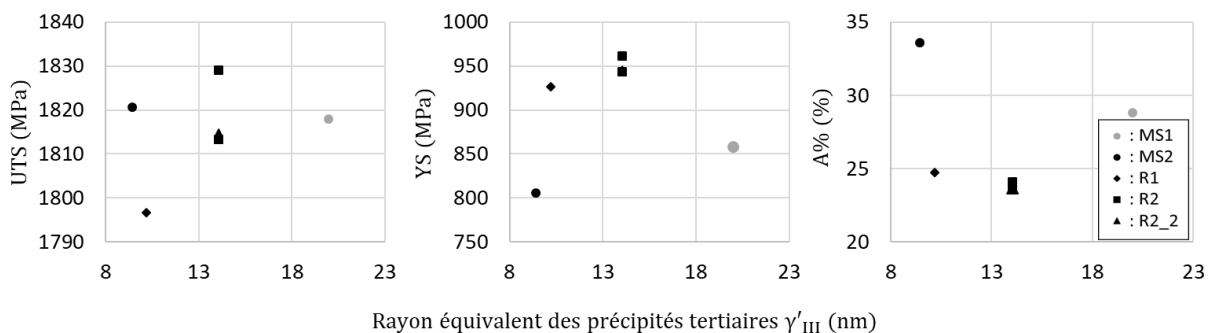


Figure 15 : évolution des propriétés macroscopiques en traction à température ambiante en fonction de la taille des précipités tertiaires

Les valeurs d'allongement à rupture confirment les observations faites à partir des courbes rationnelles. La microstructure MS2 présente la plus forte ductilité : 34 %. Les microstructures MS1 et R1 présentent des allongements à rupture plus faible, 29 % et 25 % respectivement. Les microstructures après deux revenus présentent quant à elles des allongements quasiment identiques et semblables à celui de R1, (≈ 24 %). Concernant les contraintes maximales atteintes, compte tenu de l'incertitude de mesure et des valeurs extrêmement proches, cette propriété n'est pas affectée par les traitements thermiques effectués. Enfin, les valeurs de limite d'élasticité semblent assez sensibles à la taille des précipités tertiaires. En effet, il est assez clair sur ce graphique que la limite d'élasticité augmente lors des revenus, associés à un grossissement des précipités tertiaires. La microstructure MS1 présente une limite d'élasticité intermédiaire entre la microstructure avant revenu, MS2, et les microstructures après revenus. Il est impossible de tirer des conclusions concernant cet essai, la précipitation γ' étant composée d'une seule population de précipités secondaires. La limite d'élasticité étant un indicateur direct du début de la plasticité mesurable à une échelle macroscopique, on peut clairement affirmer que la plasticité apparait plus tôt dans les microstructures avant revenus, et donc que les revenus permettent de renforcer le cœur de grain grâce à une précipitation tertiaire plus grossière, et une fraction surfacique de précipités tertiaires très légèrement plus

élevée (14 ± 2 % après MS2 contre 15 ± 4 % après R2). Les revenus renforcent probablement également les joints de grains par la précipitation de carbures et borures secondaires.

Les données expérimentales de limite d'élasticité ont été comparées à celles obtenues à partir du modèle de Panella [Panella 2021]. Cette comparaison est illustrée dans le graphique de la figure 16.

Le modèle proposé par Panella a permis à partir des paramètres descriptifs de la structure de précipitation γ' de calculer la contribution de la précipitation à la limite d'élasticité selon la formule suivante :

$$\sigma_{pr} = \tau_p / \mu_{eff} \quad (1)$$

où μ_{eff} est le facteur de Schmid effectif pris égal à 0,41 [Panella 2021]. La contribution de la solution solide à la limite d'élasticité dans l'AD730TM HC a été estimée égale à celles de l'Udimet 720Li et de l'AD730TM [Galindo-Nava et al. 2015] [Panella 2021], soit 130 MPa. Cette valeur a été calculée pour des essais à 700 °C. La sensibilité de cette valeur à la température est prise en compte dans le calcul grâce à la fraction volumique de γ' selon la formule suivante :

$$\sigma_{ss} = (1 - f) \left(\sum \beta_i^{\frac{2}{3}} x_i \right)^{\frac{2}{3}} \quad (2)$$

où β_i est une constante dépendant du désaccord paramétrique de maille et de la différence de module de cisaillement entre le nickel pur et le soluté i . Les termes x_i représentent la fraction de soluté i dans la matrice γ . La fraction volumique de précipités ayant été considérée constante entre la température ambiante et 700 °C, la contribution de la solution solide à la limite d'élasticité est la même à ces deux températures.

La contribution de la structure granulaire à la limite d'élasticité peut s'exprimer à partir de la loi de Hall-Petch :

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{K}{\sqrt{d}} \quad (3)$$

$$\sigma_D = \frac{K}{\sqrt{d}} \quad (4)$$

La valeur de K déterminée par Panella pour l'AD730TM est de 745 MPa. \sqrt{m} . Cette même valeur sera utilisée pour l'AD730TM HC.

Finalement, la limite d'élasticité a été calculée à partir de la formule suivante :

$$\sigma_y = \sigma_D + \sigma_{ss} + \sigma_{pr} \quad (5)$$

Plus de détails concernant ce modèle sont disponibles en Annexe 7.

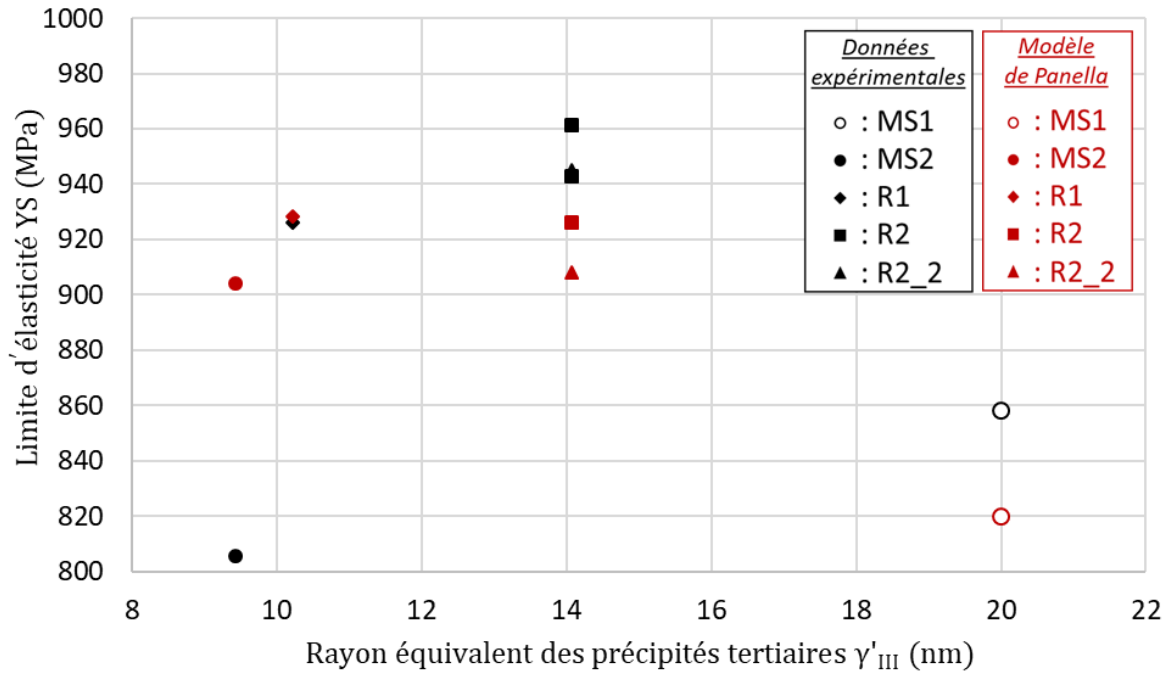


Figure 16 : limites d'élasticités expérimentales et calculées à partir du modèle de Panella [Panella 2021]

Premièrement, les résultats expérimentaux obtenus pour les microstructures après revenus sont en adéquation avec les résultats du modèle compte tenu des limitations du modèle et des incertitudes expérimentales (Figure 16). Pour l'état R1, l'écart entre le calcul et la mesure expérimentale est simplement de 2 MPa, entre 17 et 35 MPa pour les états R2, et 37 MPa pour l'état R2_2. De même, la valeur obtenue par le calcul pour la microstructure MS1 est inférieure d'une quarantaine de MPa à la valeur expérimentale. Cela peut s'expliquer par la potentielle présence d'une population de précipités tertiaires très fins non observée au MEB. Enfin, la valeur de limite d'élasticité expérimentale pour la microstructure MS2 est plus faible d'une centaine de MPa comparée à celle obtenue par le calcul. Cette différence pourrait s'expliquer par le fait que les microstructures utilisées pour l'identification des paramètres du modèle avaient toutes subies des revenus et étaient donc stabilisées. De plus, ces microstructures présentaient des carbures et borures intergranulaires, renforçant potentiellement les joints de grains, et des contraintes résiduelles d'usinage et de trempe plus faibles, car relaxées lors des revenus. Ce modèle est par conséquent naturellement plus adapté à ce type de microstructures.

II.2.2.2 : Analyses des éprouvettes rompues

Les analyses d'éprouvettes rompues en traction sont moins riches qu'en fatigue ou en fluage, cependant elles peuvent donner quelques informations, notamment sur les mécanismes d'endommagement de par l'aspect transgranulaire ou intergranulaire des faciès de rupture. Ces faciès ont été observés au MEB-FEG et sont présentés en figure 17.

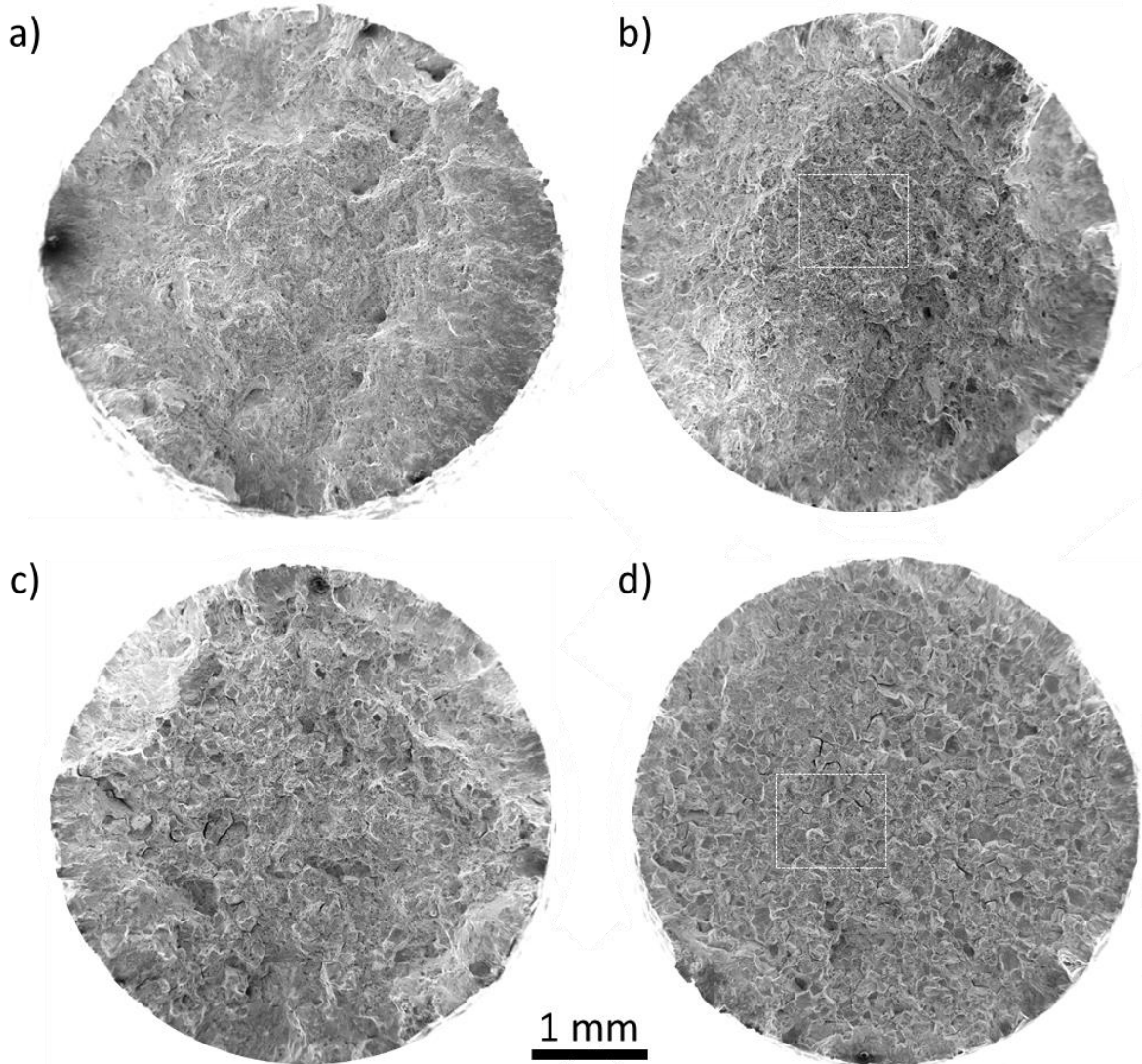


Figure 17 : faciès de rupture des éprouvettes MS1 (a), MS2 (b), R1 (c) et R2 (d) observés au MEB-FEG en électrons secondaires

Le faciès de rupture de l'éprouvette **MS1** (figure 17a) semble **totale**ment **transgranulaire**, indiquant que la rupture a eu lieu à cœur de grains, où la microstructure de précipitation est monomodale et composée de précipités secondaires γ'_{II} de rayon équivalent moyen égal à 20 nm.

Après le traitement thermique MS2, la microstructure de précipitation à cœur de grains est bimodale et composée de précipités secondaires de rayon équivalent moyen égal 126 nm et de précipités tertiaires de rayon équivalent moyen égal à 9 nm entre les précipités secondaires. Dans cette microstructure (figure 17b) les joints de grains sont garnis de

précipités secondaires intergranulaires de 236 nm de rayon avec une PFZ large de 1,39 μm en moyenne aux abords des joints de grains. Des précipités tertiaires, semblables à ceux présents à cœur de grains, sont également présents dans les PFZ. Le faciès correspondant à cette microstructure présente **deux zones distinctes**. La première, au centre de l'éprouvette, présente des **facettes et semble intergranulaire**, alors que la seconde, proche de la surface de l'éprouvette, semble **transgranulaire**. Cette dernière pourrait être associée à une rupture brutale en fin d'essai. L'aspect intergranulaire au centre de l'éprouvette, correspondant probablement à l'amorce de la rupture n'est pas très clair et des zones transgranulaires présentant des cupules sont observables à plus fort grandissement, comme le montre la figure 18 a. De plus, comme le montre la figure 19, en regardant de plus près les facettes intergranulaires présentes sur ce faciès, **il est possible d'observer assez distinctement des cupules, potentiellement liées à la déformation de la matrice autour des précipités intergranulaires**. Une zone lisse est observable en bas à droite de l'image, correspondant à la **trace d'une PFZ où la rupture serait plus « fragile »**. Deux hypothèses peuvent être avancées pour expliquer ce comportement, de manière indépendante ou couplée. Premièrement, la présence de PFZ aux abords des joints de grains, et de précipités secondaires intergranulaires aux joints de grains pourraient affaiblir les joints de grains et leurs abords et mener à une rupture intervenant prématurément sur les joints de grains favorablement orientés par rapport à la direction de sollicitation. La seconde hypothèse serait que la microstructure de précipitation bimodale à cœur de grains conduit à un plus fort durcissement du cœur de grains que la précipitation monomodale de l'éprouvette MS1, et donc à une rupture plus tardive du cœur de grains intervenant après la décohérence des joints de grains, ou la rupture dans les PFZ. Cette dernière hypothèse va dans le sens des valeurs de YS obtenues avec le modèle de Panella [Panella 2021], plus fortes pour MS2 que pour MS1. Cependant les résultats expérimentaux vont dans le sens inverse, ce qui pourrait indiquer que la chute de limite d'élasticité observée entre les essais MS1 et MS2 est liée à la présence de PFZ et de précipités intergranulaires dans l'éprouvette MS2. **Le durcissement par précipitation dans ces zones étant moins efficace qu'à cœur de grains, la plasticité pourrait s'y développer plus tôt**, expliquant la valeur de limite d'élasticité mesurée expérimentalement plus basse qu'attendue d'après le calcul, mais également le **développement prématuré de l'endommagement**. Ces hypothèses et raisonnements seront développés plus en détails dans la section suivante.

Le faciès correspondant à l'éprouvette R1, en figure 17 c, a un aspect intergranulaire plus marqué que celui de l'éprouvette MS2, et présente également des zones probablement transgranulaires proches de la surface, représentatives de la rupture brutale en fin d'essai. Cet aspect intergranulaire est encore renforcé pour le faciès de rupture de l'éprouvette R2, présentée en figure 17 d. L'aspect de plus en plus intergranulaire de ces deux faciès pourrait être attribué au **durcissement du cœur de grains par le grossissement des précipités tertiaires**, mais potentiellement également à une **fragilisation des joints de grains par les carbures et borures secondaires**, contrairement à ce qui a été avancé dans la sous-section précédente. La figure 18 b montre que contrairement au cas de l'éprouvette MS2, seul des facettes intergranulaires sont visibles à plus fort grandissement.

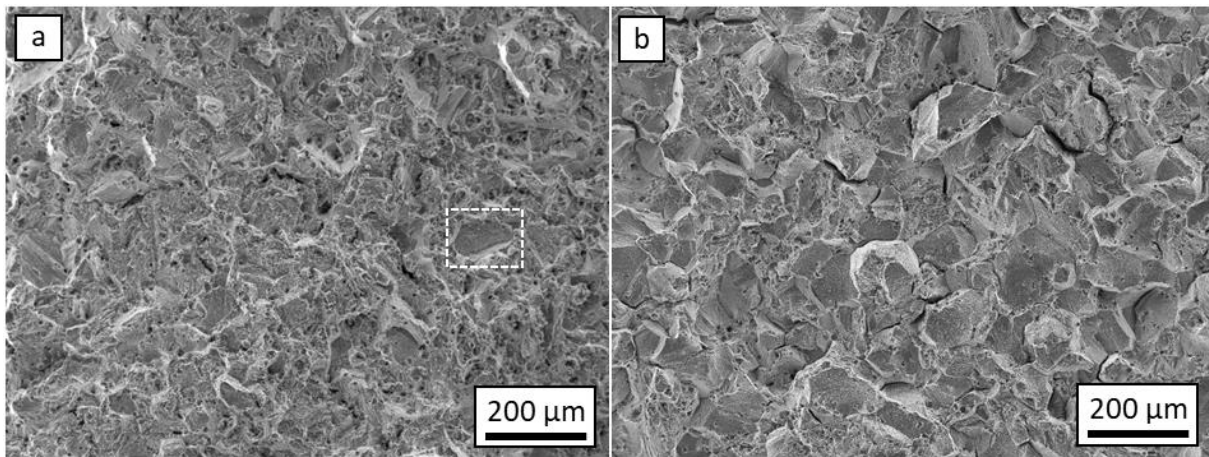


Figure 18 : observation des faciès de rupture des éprouvettes MS2 (a) et R2 (b) au MEB-FEG en électrons secondaires

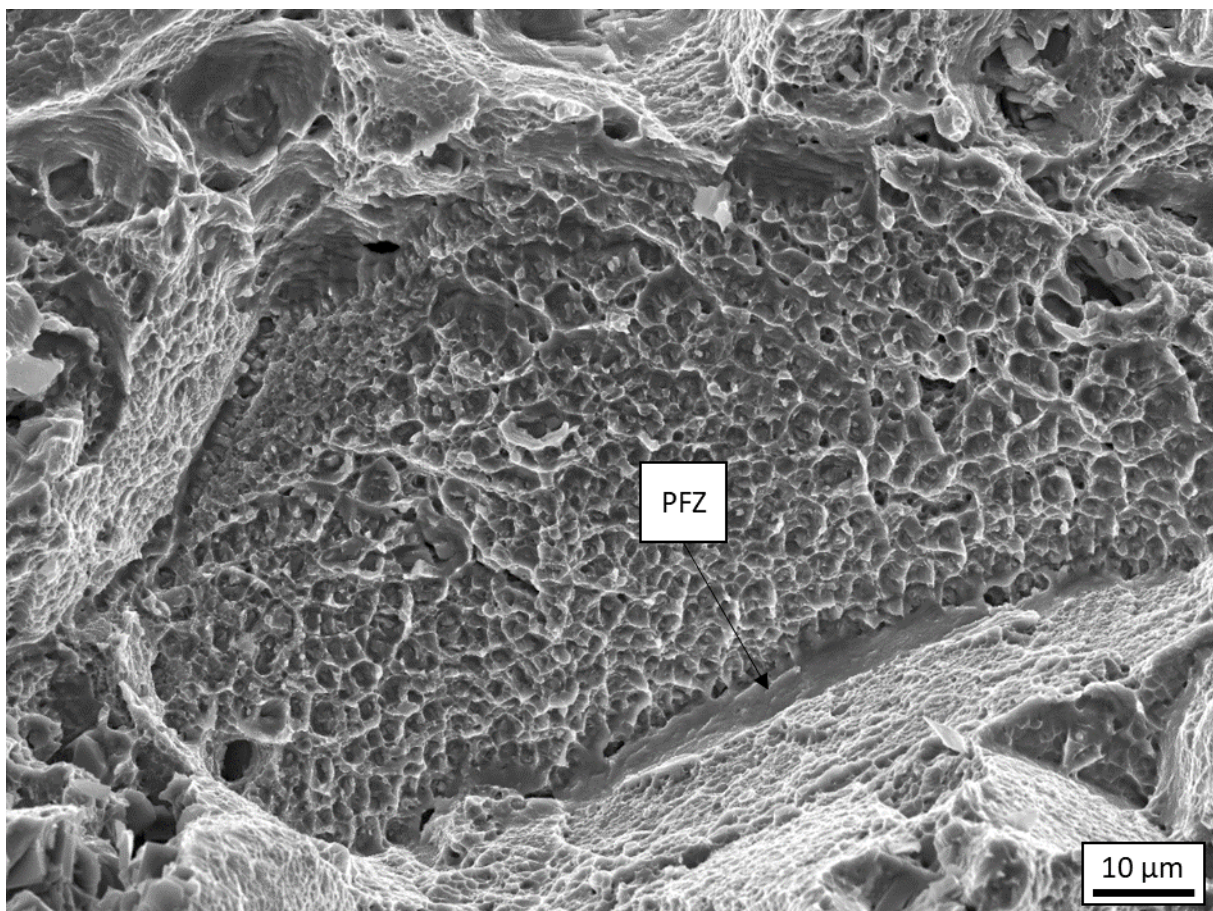


Figure 19 : observation à fort grandissement d'une facette intergranulaire sur le faciès de rupture de l'éprouvette MS2

II.2.3 : Influence des PFZ

Afin d'évaluer l'influence de la largeur de PFZ, cinq traitements thermiques proches solvus ont été effectués sur des barreaux capables et des éprouvettes ont été usinées et testées en traction à température ambiante. La largeur de PFZ varie ainsi de 0,90 μm à 3,97 μm . Les courbes de traction rationnelles, et les propriétés tirées de ces courbes, ainsi que les éprouvettes rompues ont été analysées en regard de la largeur de PFZ.

II.2.3.1 : Analyses de courbes de traction

Les courbes de traction rationnelles pour les cinq microstructures testées sont présentées en figure 20. La courbe noire, MS2, correspond à des PFZ de largeur 1,39 μm . Cette éprouvette sera nommée MS2_4 dans cette section afin d'éviter toute confusion avec les autres éprouvettes présentées.

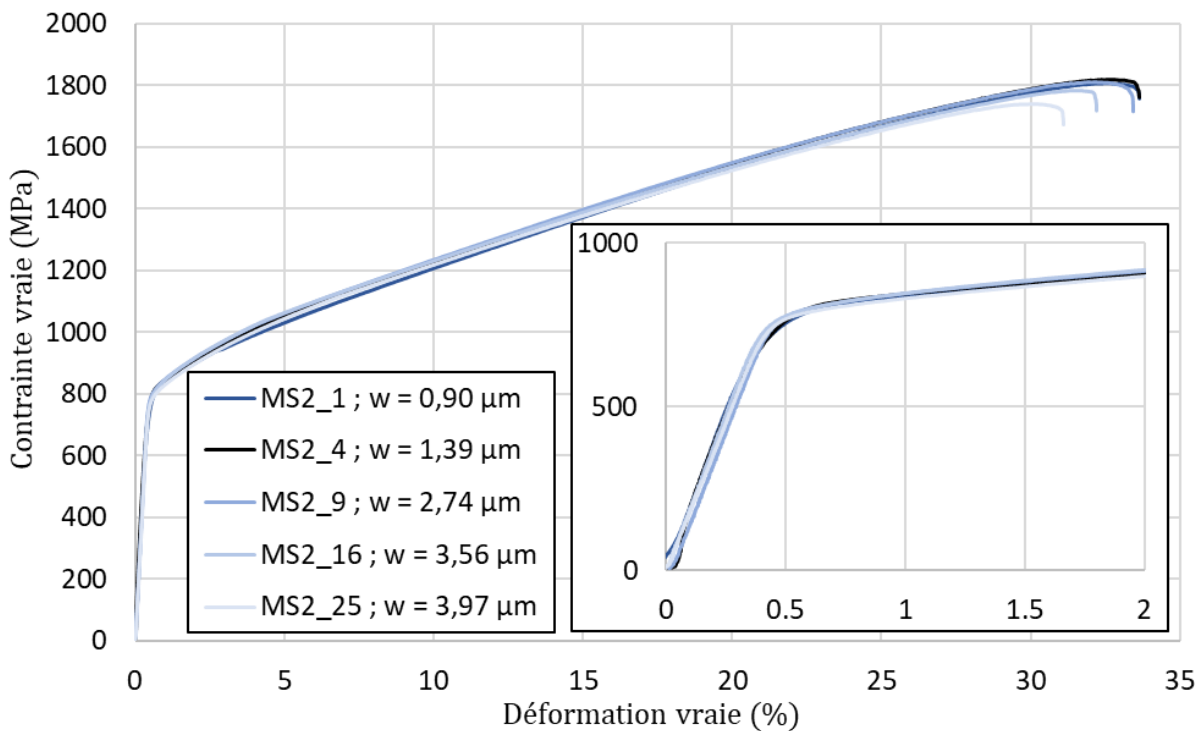


Figure 20 : courbes de traction rationnelles pour des microstructures présentant des PFZ de largeur comprises entre 0,90 et 3,97 μm

A première vue, toutes ces courbes semblent superposées, il n'y a donc **pas d'impact flagrant de la largeur de PFZ sur l'allure des courbes de traction**. Cependant, de légères chutes de la contrainte maximale atteinte et de l'allongement à rupture sont à noter. Ces tendances sont plus visibles en figure 21. Ces diminutions représentent moins de 3 points pour l'allongement à rupture et moins de 100 MPa pour la contrainte maximale atteinte pour une largeur de PFZ quadruplée. **Il n'y a donc pas d'effet significatif de la largeur de PFZ en traction à l'ambiante.**

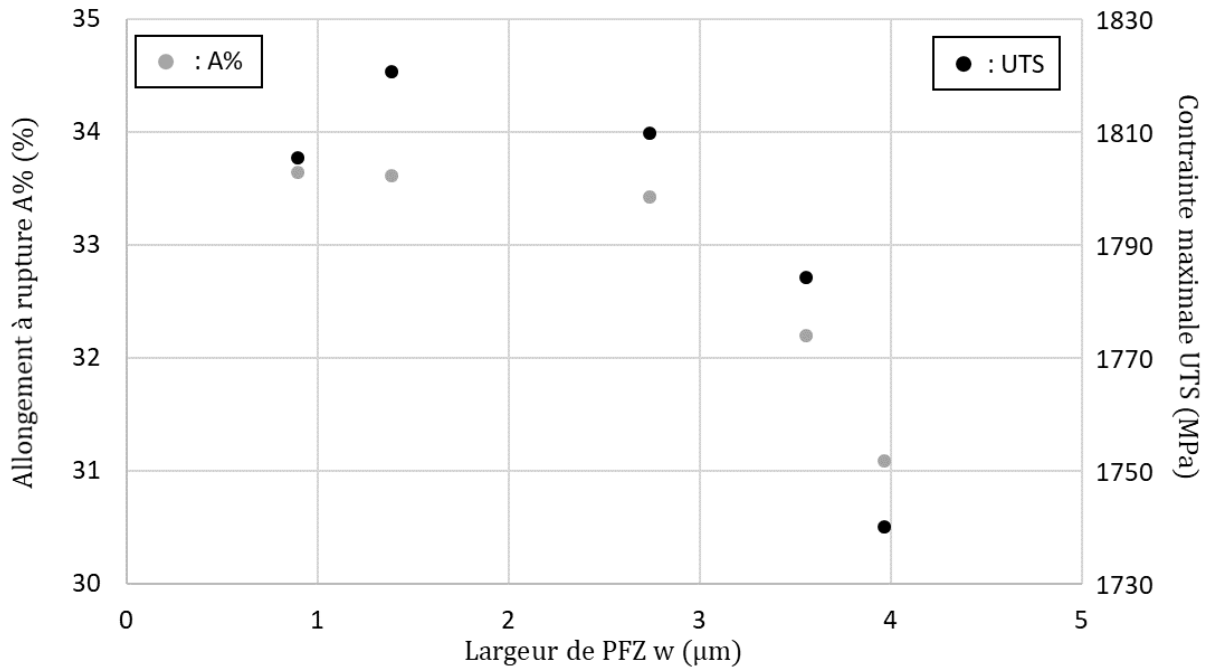


Figure 21 : évolution de l'allongement à rupture et la contrainte maximale atteinte en fonction de la largeur de PFZ

Comme pour les microstructures de la gamme de traitement thermique standard, les valeurs de limite d'élasticité mesurée expérimentalement ont été comparées à celles obtenues à partir du modèle de Panella [Panella 2021]. Ces résultats sont présentés en figure 22 en fonction de la largeur de PFZ et en figure 24 en fonction du rayon équivalent moyen des précipités secondaires γ'_{II} . Premièrement, aucun impact de la largeur de PFZ n'a été observé sur la limite d'élasticité. L'écart entre les valeurs expérimentales et calculées pour la microstructure MS2_4 observé et commenté dans la section précédente est quasiment égal à celui observé pour la microstructure MS2_1, présentant des PFZ de largeur de PFZ 0,90 μm en moyenne. Cet écart se creuse pour les microstructures MS2_9 et MS2_16 pour atteindre quasiment 200 MPa lorsque la largeur de PFZ moyenne est de 3,56 μm , avant de chuter. Ce pic de limite d'élasticité calculée pour des PFZ de 3,56 μm pourrait correspondre à un **pic de durcissement dû à la précipitation bimodale**, le rayon moyen équivalent des précipités secondaires variant avec la largeur de PFZ. La stabilité de la limite d'élasticité expérimentale conforte donc l'hypothèse selon laquelle **la limite d'élasticité n'est pas affectée par la largeur de PFZ, mais plutôt par la présence de PFZ.**

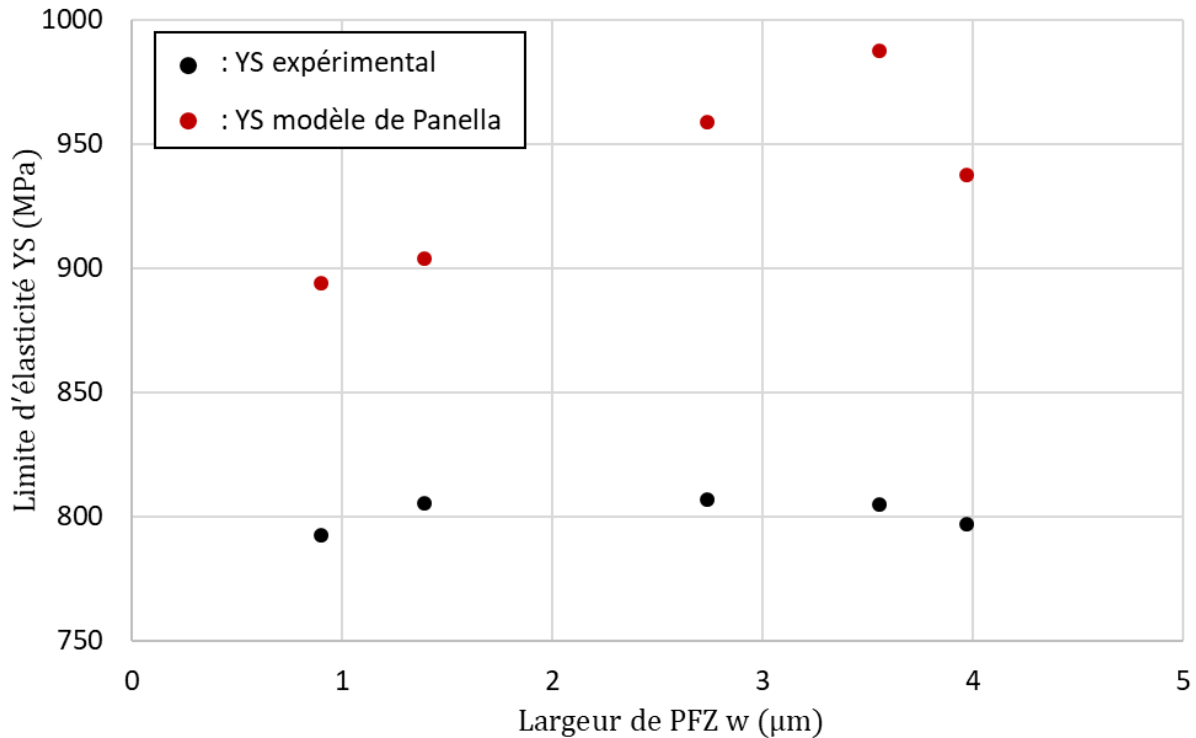


Figure 22 : évolution de la limite d'élasticité mesurée expérimentalement et calculée à partir du modèle de Panella [Panella 2021] en fonction de la largeur de PFZ

Afin de vérifier les hypothèses précédentes, les microstructures MS2_100, présentant des PFZ de 7,11 μm , et 1040_25, présentant des PFZ de 1,35 μm , semblables à celle de la microstructure MS2_4, et des précipités secondaires semblables à ceux de la microstructure MS2_9, ont été testées dans les mêmes conditions que les précédentes. Les courbes rationnelles obtenues sont présentées aux cotés de celles des microstructures MS2_4 et MS2_9 en figure 23.

La courbe correspondant à la microstructure MS2_100 est quasiment superposée à celles des microstructures MS2_4 et MS2_9. Ce résultat contredit les observations associées à la figure 20 concernant des chutes d'allongement à rupture et de contrainte maximale atteinte. Les différences correspondent donc simplement à de la dispersion expérimentale. En revanche, malgré un allongement à rupture et une contrainte maximale atteinte identiques aux autres essais, la microstructure 1040_25 présente une limite d'élasticité clairement plus basse que les autres essais. Cela pourrait être dû à la plus forte fraction volumique de précipités secondaires stables à 1040 °C, et par conséquent à la plus faible fraction de précipités tertiaires formés au refroidissement.

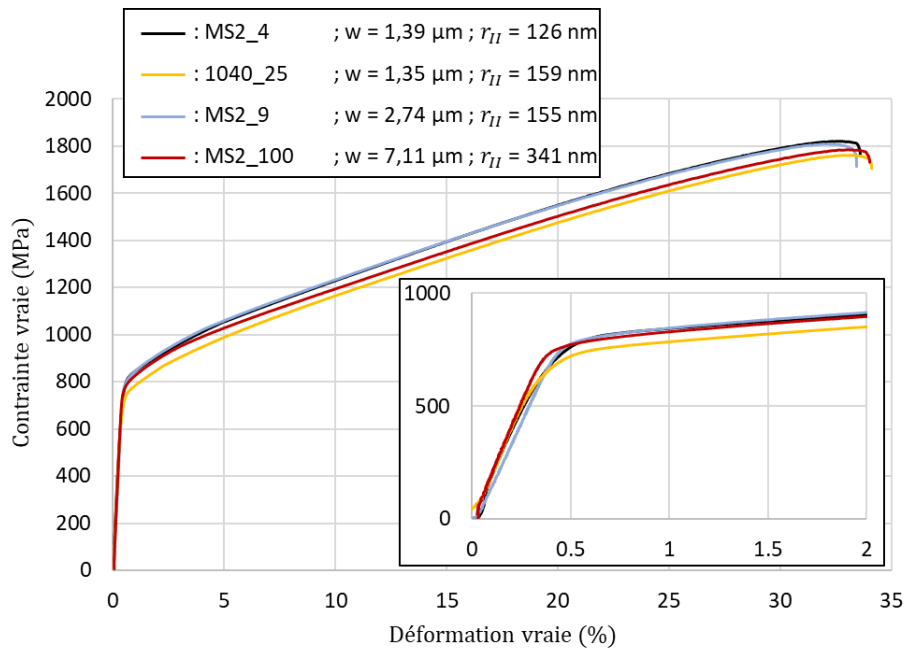


Figure 23 : courbes de traction rationnelles pour les microstructures MS2_4, 1040_25, MS2_9 et MS2_100

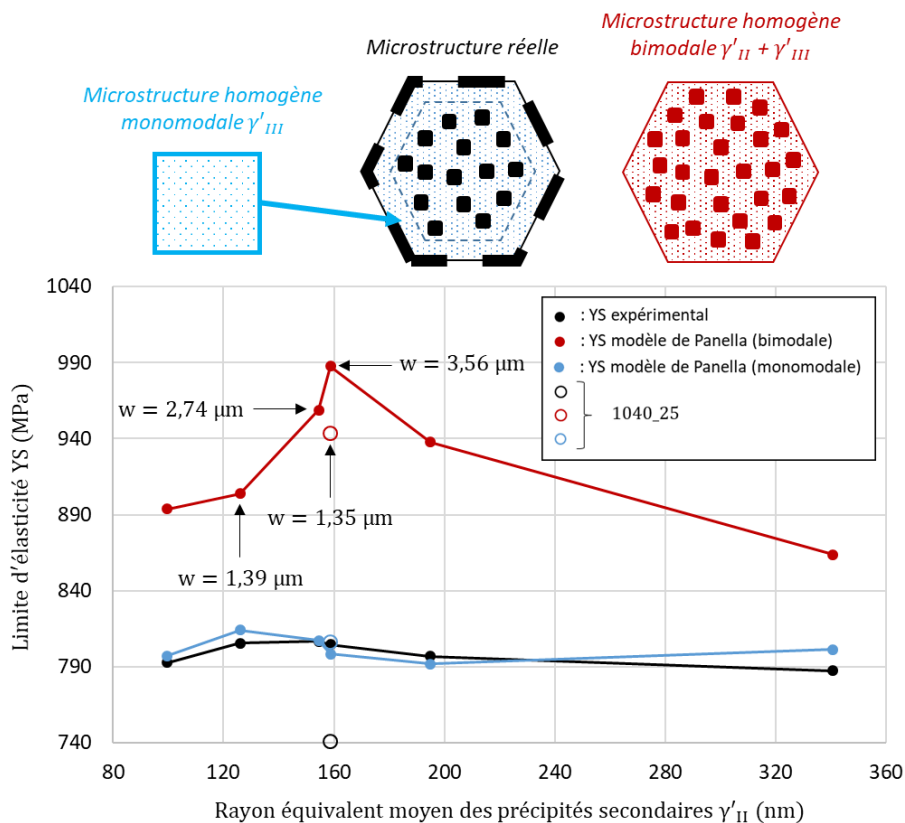


Figure 24 : limites d'élasticité mesurées expérimentalement et calculées en fonction du rayon équivalent moyen des précipités secondaires

Comme évoqué précédemment, le pic de limite d'élasticité calculée par le modèle de Panella [Panella 2021] pourrait être associé à un pic de durcissement théorique lié à la taille des précipités secondaires. Afin de s'en assurer, les valeurs calculées et expérimentales pour les 5 essais du plan d'expériences principal et les 2 essais complémentaires ont été tracées en

fonction du rayon équivalent moyen des précipités secondaires. Ces résultats sont présentés en figure 24.

Comme attendu, un pic de durcissement est observé pour des précipités secondaires de rayon équivalent moyen d'environ 160 nm. Pour la microstructure 1040_25, présentant également des précipités secondaires d'environ 160 nm, la valeur de limite d'élasticité calculée à partir du modèle de Panella est supérieure d'une quarantaine de MPa à celle calculée pour la microstructure MS2_4, pour des PFZ de largeur équivalente. **Le pic de durcissement observé est donc bel et bien lié à la taille des précipités secondaires, et non aux PFZ.** De plus, le modèle de Panella a été utilisé afin de calculer la limite d'élasticité de microstructure théorique où les grains seraient uniquement durcis par une précipitation tertiaire équivalente à celle observée dans les PFZ. Ces valeurs, représentées en bleu sur le graphique, sont extrêmement proches des valeurs mesurées expérimentalement. **Ce résultat tend à confirmer l'hypothèse selon laquelle la plasticité se développerait plus tôt et principalement dans les PFZ, uniquement durcies par la précipitation tertiaire.** Cette plasticité localisée dans les PFZ pourrait mener à de l'endommagement, et finalement être à l'origine de la rupture finale.

Un dernier essai complémentaire a été effectué sur une microstructure présentant les mêmes PFZ et précipités secondaires que la microstructure MS2_25, et les mêmes précipités tertiaires et carbures et borures aux joints de grains que la microstructure R2. La courbe rationnelle tirée de cet essai est présentée en figure 25 aux côtés de celles des microstructures MS2_4, MS2_25 et R2.

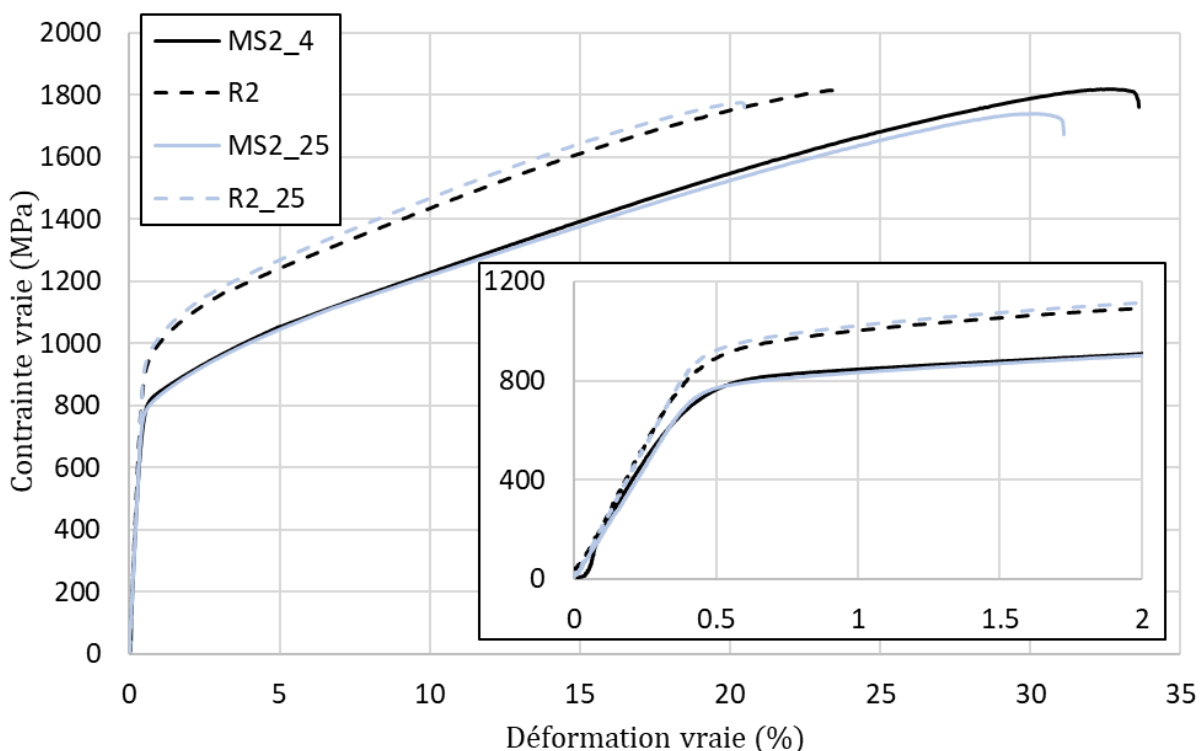


Figure 25 : courbes rationnelles des essais de tractions pour les microstructures MS2_4, MS2_25, R2 et R2_25

La courbe de l'essai R2_25 est légèrement au-dessus de la courbe R2 en terme de limite d'élasticité et de contrainte maximale atteinte, mais ces écarts pourraient être simplement de la dispersion. Il est donc plus juste de considérer que les augmentations de largeur de PFZ et

de rayon équivalent de précipités secondaires n'impactent pas ces propriétés, même après revenus. En revanche, la baisse d'allongement à rupture d'environ 3 points entre MS2_4 et MS2_25, les microstructures avant revenus, se retrouve également entre R2 et R2_25, les microstructures après revenus. Ce résultat pourrait donc valider l'hypothèse d'une **légère chute de ductilité liée à l'augmentation de la largeur de PFZ** proposée d'après les résultats de la figure 21, et dans un premier temps attribuée à l'incertitude liée à la mesure et à la dispersion.

II.2.2.2 : Analyses des éprouvettes rompues

Les éprouvettes rompues ont également été analysées au MEB. Aucune différence n'a été observée entre les différents faciès. Les analyses présentées concernant le faciès MS2 de la section précédente sont donc valables pour les faciès de cette seconde partie du plan d'expériences. Ils sont présentés en figure 26.

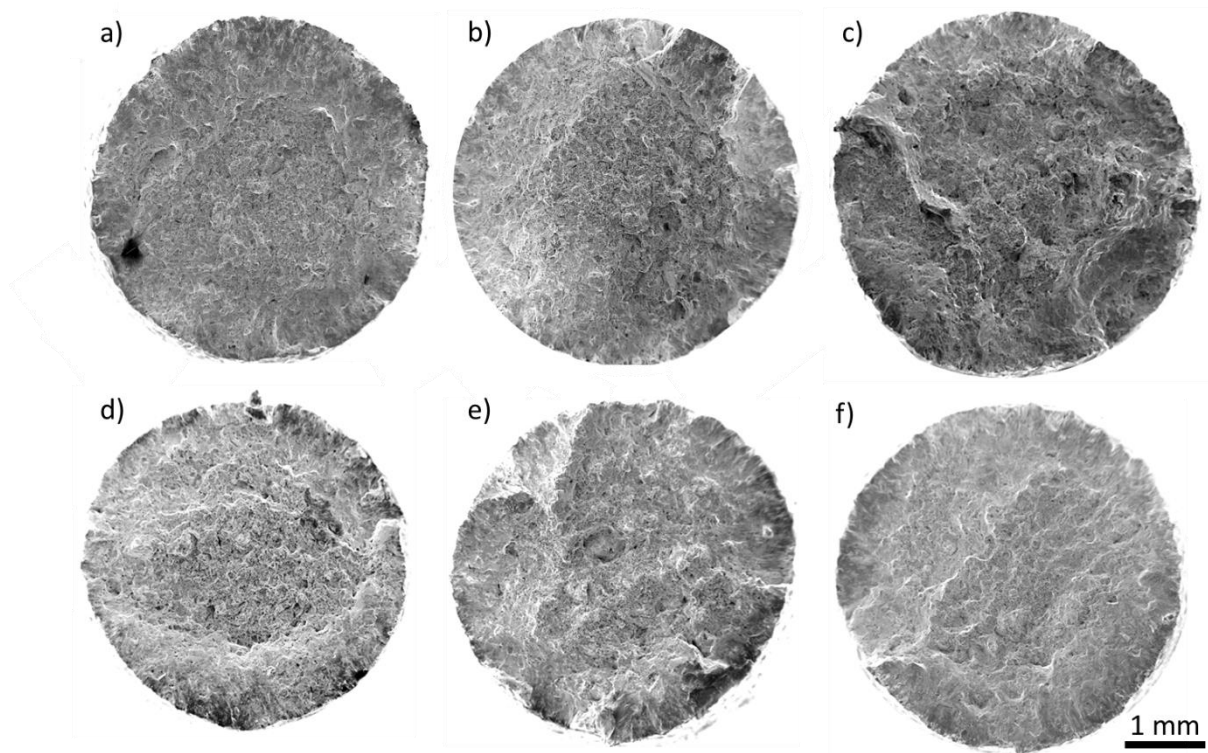


Figure 26 : faciès de rupture des éprouvettes MS2_1 (a), MS2_4 (b), MS2_9 (c), MS2_16 (d), MS2_25 (e) et MS2_100 (f) observés au MEB-FEG en électrons secondaires

Les analyses de faciès à plus fort grandissement présentées précédemment pour la microstructure MS2 sont également valables pour toutes les microstructures étudiées dans cette section. Des cupules formées par la déformation de la matrice autour des précipités secondaires intergranulaires sont observables sur chaque faciès, tout comme des traces de PFZ à rupture « planaire ». Des observations à fort grossissements sont présentées sur la figure 27.

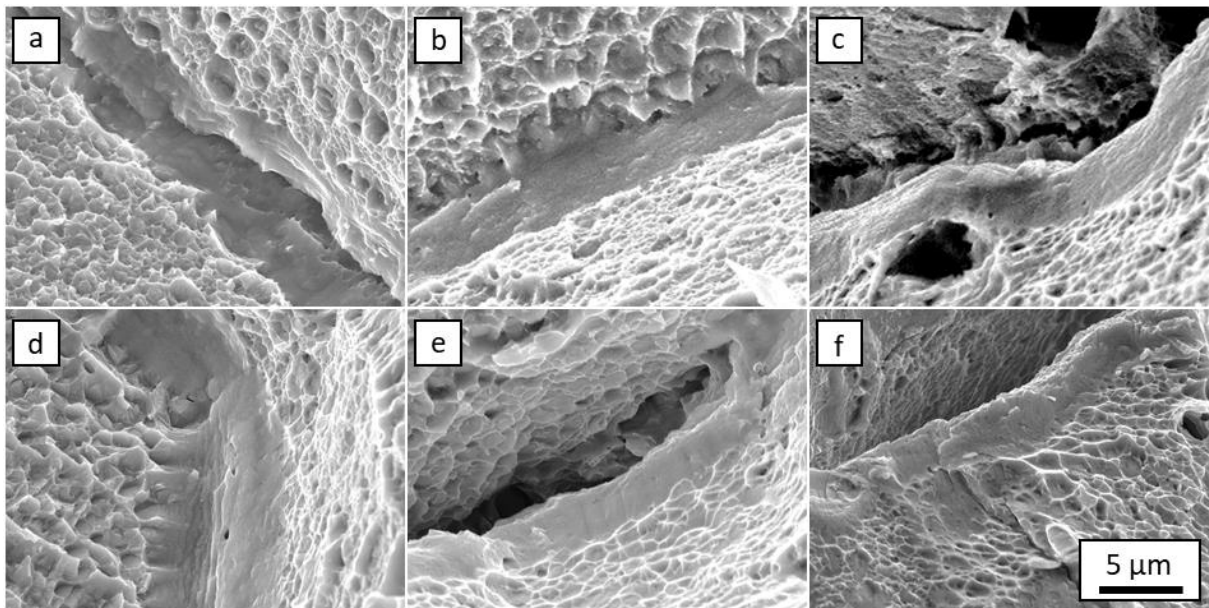


Figure 27 : faciès de rupture des éprouvettes MS2_1 (a), MS2_4 (b), MS2_9 (c), MS2_16 (d), MS2_25 (e) et MS2_100 (f) observés au MEB-FEG en électrons secondaires à fort grandissement

Une de ces traces de PFZ observée à plus fort grandissement sur le faciès de rupture de l'éprouvette MS2_100 est présentée en figure 28 a. Sur la figure 28 b des contrastes pourraient correspondre à des précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} cisillés. Au cœur de cette supposée trace de PFZ, il est également possible de distinguer une ligne pouvant être un joint de grains, ainsi que des cupules potentiellement dues à la présence de précipités tertiaires γ'_{III} . Enfin, des lignes attribuées à des bandes de glissement sont présentes dans la PFZ. Elles ne sont pas observées à cœur de grains, indiquant que **la plasticité se présente sous des formes différentes à cœur de grains et dans la PFZ**. Ces lignes étant visibles sur le faciès de rupture, elles pourraient aussi être une manifestation d'endommagement, potentiellement à l'origine de la rupture dans cette zone.

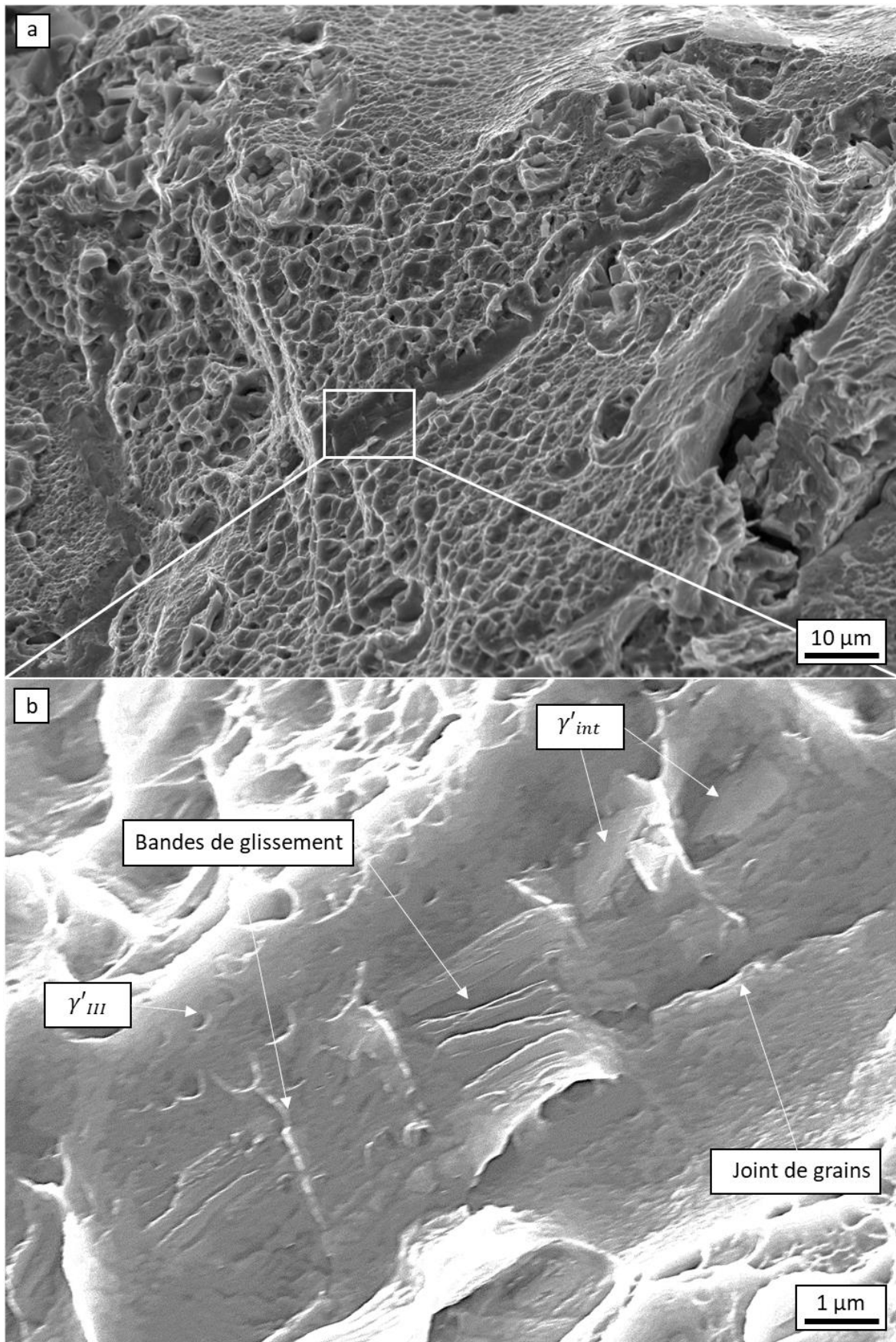


Figure 28 : trace d'une PFZ sur le faciès de rupture de l'essai MS2_100 observée au MEB-FEG en électrons secondaires à grandissement $\times 1\,000$ (a) et $\times 10\,000$ (b)

Des coupes longitudinales ont également été effectuées et analysées au MEB-FEG. Une de ces coupes, effectuée sur l'éprouvette MS2_1, est présentée en figure 29. Ces coupes n'ont révélé que très peu de fissures secondaires, montrant que les plus forts allongements à rupture relevés ne sont pas dus à de l'endommagement, mais plus probablement à une **forte plasticité à l'intérieur des grains**.

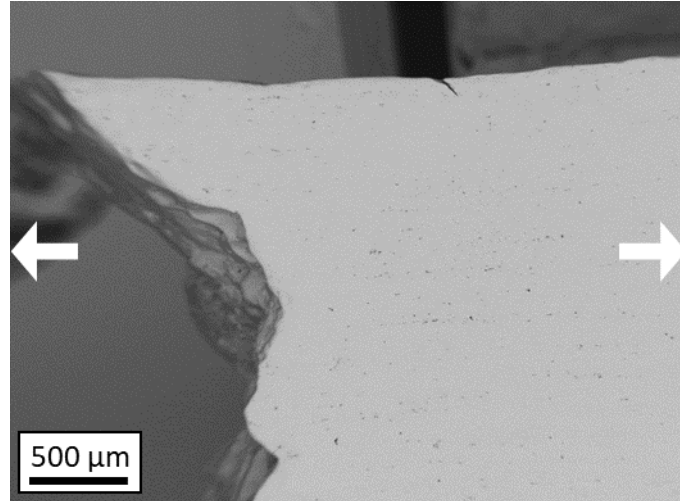


Figure 29 : coupe longitudinale de l'éprouvette MS2_1 observée au MEB-FEG en électrons secondaires

Afin de s'en assurer, des observations à plus fort grossissement ont été effectuées sur cette même coupe longitudinale, elles sont présentées en figure 30. Les mêmes analyses ont été menées sur l'éprouvette MS2_4, et sont présentées en figure 31.

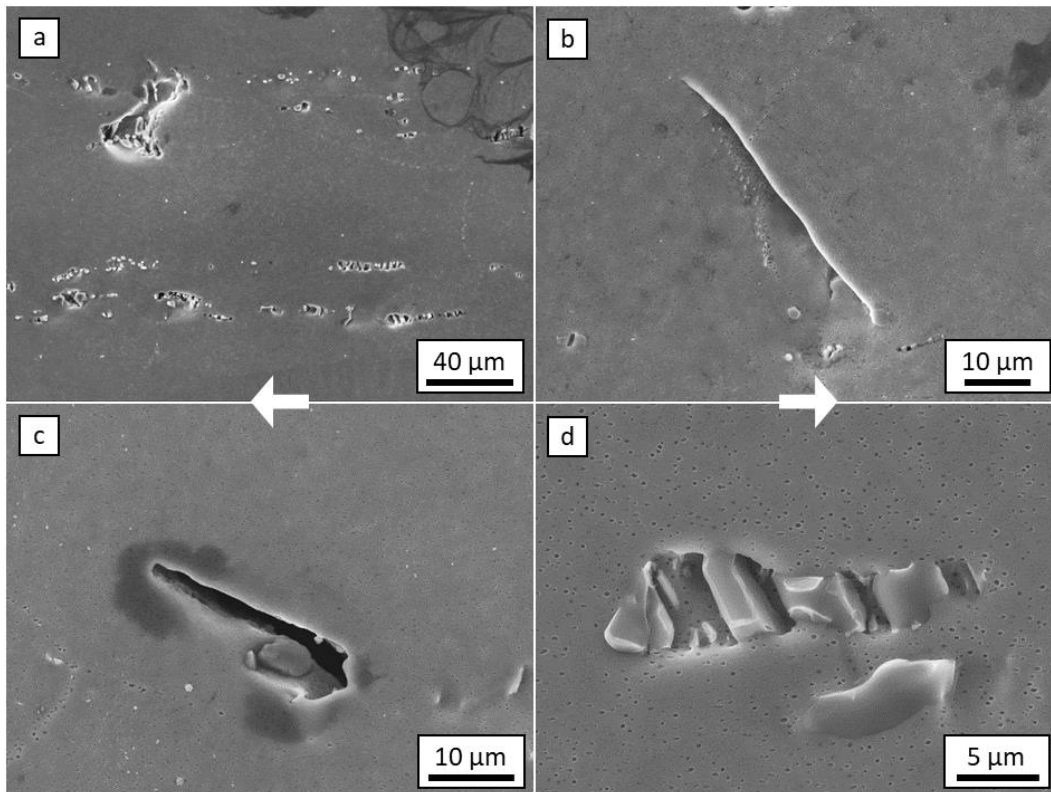


Figure 30 : Faisceaux de carbonitrides fissurés et grains allongés (a), décohésion d'un joint de grains (b), décohésion autour d'un carbonitride (c) et carbonitride fissuré (d) observés sur la coupe longitudinale de l'éprouvette MS2_1

La première information tirée de ces clichés est le changement de morphologie des grains par rapport aux microstructures initiales, grains qui deviennent allongés après traction jusqu'à rupture. Cette forte déformation des grains sans endommagement, particulièrement visible sur la figure 31 a, indique que **la déformation est accommodée par de la plasticité à cœur de grains**. Cette plasticité se manifeste sous forme des bandes de glissements traversant les grains, comme illustré en figure 31 e et f. Sur ces micrographies, des bandes de glissements, très peu visibles, sont matérialisées par le cisaillement de précipités (flèches blanches) le long de bandes rectilignes (pointillés blancs). Quelques décohésions intergranulaires ont également été observées (figure 30 b et figure 31 b). Ces décohésions pourraient correspondre aux premiers stades d'endommagement et aux facettes visibles sur les faciès. Une seule fissure secondaire intragranulaire amorçant sur un carbonitrures a été observée, elle est illustrée en figure 30 c. Il pourrait s'agir d'un épiphénomène non représentatif de l'endommagement dans ces microstructures. Enfin, de nombreux carbonitrures présentant des fissures ne se propageant pas dans la matrice ont été observés (figures 30 a,b et d, moins visible en figure 31 a). Ces fissures sont probablement dues à l'incompatibilité de déformation entre ces inclusions non métalliques et la structure γ/γ' .

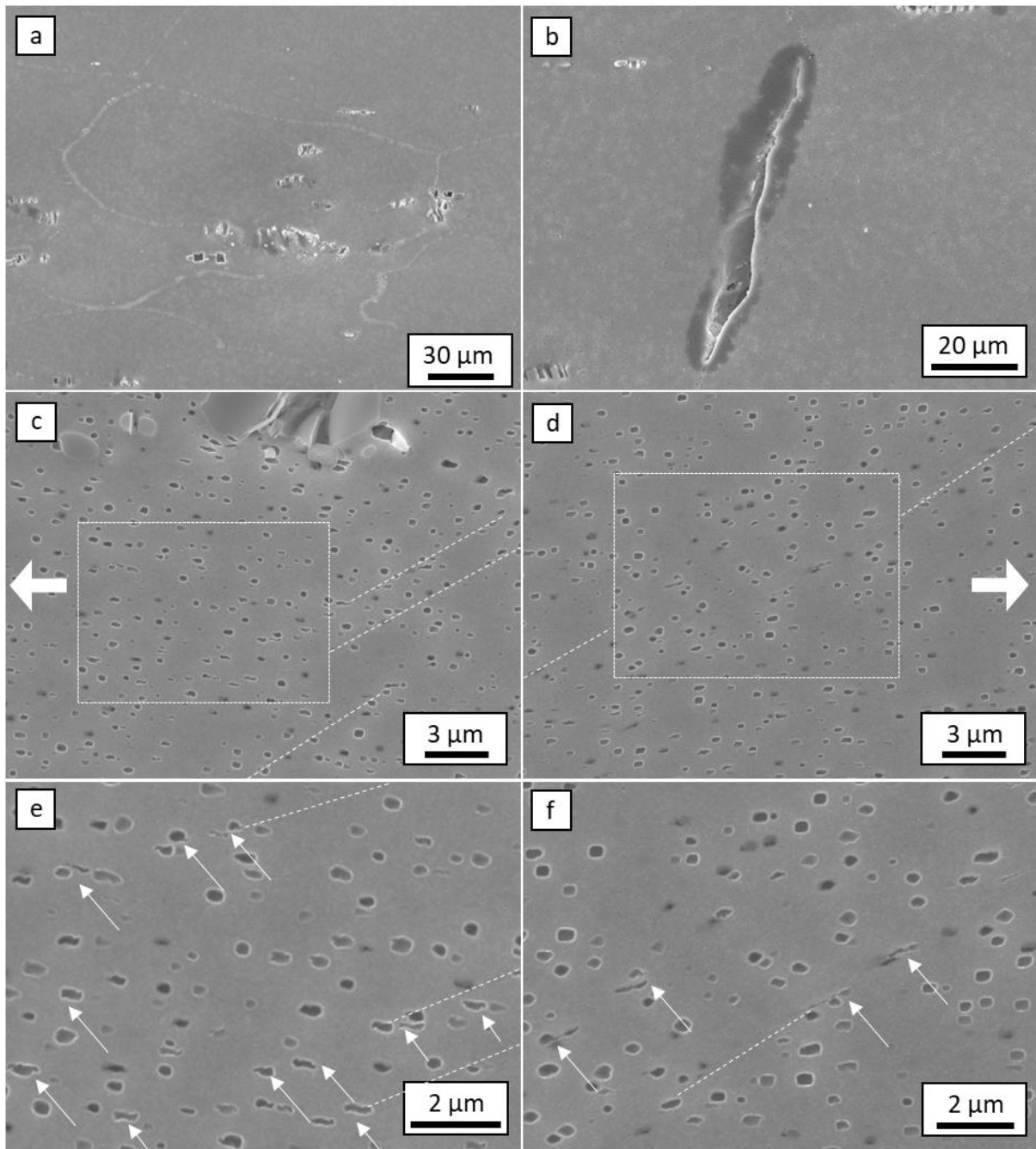


Figure 31 : Carbonitrides fissurés et grains allongés (a), décohésion d'un joint de grains (b), cœurs de grains déformés (c,d), et observations à plus fort grossissement de traces de bandes de glissements (e,f) sur la coupe longitudinale de l'éprouvette MS2_4

II.2.4 : Etude in-situ des premiers stades de plasticité

Il a été évoqué dans les sections précédentes que dans les microstructures présentant des PFZ avant revenus, la limite d'élasticité macroscopique dans les conditions étudiées pourrait être intimement liée à une activation prématurée de la plasticité dans les PFZ. Afin d'évaluer cette hypothèse, des essais de traction in-situ sous MEB à température ambiante ont été menés sur les microstructures MS2_4 et MS2_25. Ces essais se sont focalisés sur les premiers stades de plasticité apparaissant en deçà de la limite d'élasticité conventionnelle établie à 0,2 % de déformation plastique macroscopique. Dix zones ont été suivies pour l'éprouvette MS2_4, et dix-sept pour l'éprouvette MS2_25. Pour chaque essai, ces zones ont été imagées sous 0 MPa, 400 MPa, 500 MPa, 550 MPa et 600 MPa. La déformation plastique a été mesurée à partir des déplacements de marqueurs (carbonitrides) à chaque extrémité de la zone utile des éprouvettes. Des cartographies EBSD ont été effectuées après déchargement sur chaque zone suivie, notamment pour calculer les facteurs de Schmid associés à chaque grain. Certaines zones ont également été observées au MEB-FEG après déchargement afin d'obtenir de plus forts grossissements et une meilleure résolution qu'en MEB conventionnel. La déformation plastique finale vaut 0,087% pour l'essai MS2_4 et 0,075% pour l'essai MS2_25. La courbe de traction conventionnelle correspondant à l'essai in-situ MS2_4 est présentée en figure 32 aux côtés de la courbe de traction macroscopique correspondante.

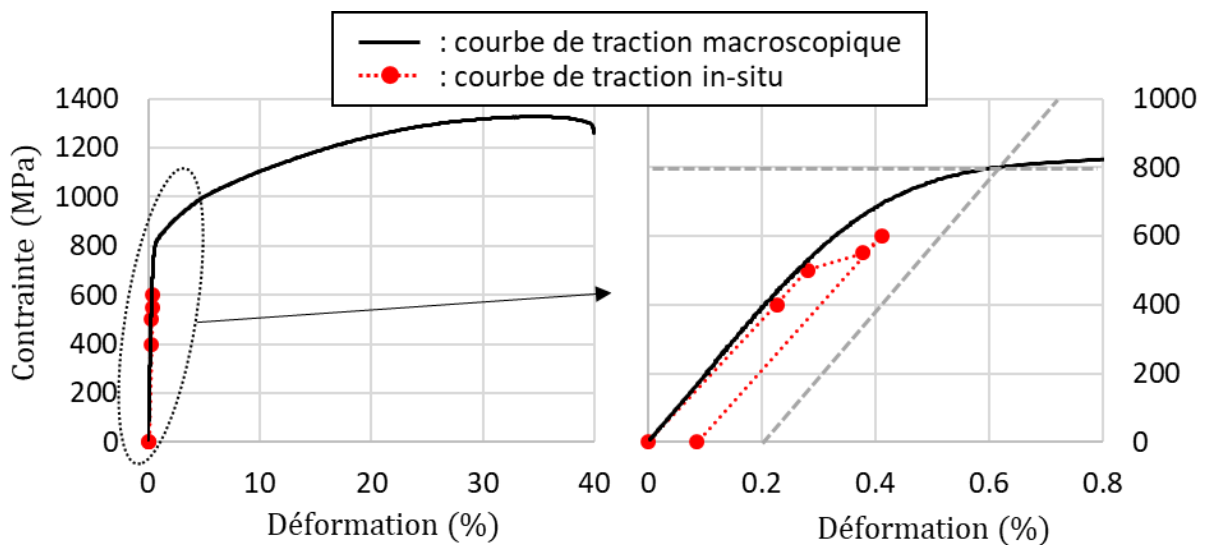


Figure 32 : courbes de traction conventionnelles macroscopique et in-situ des essais MS2_4

Lors des deux essais, entre 400 et 600 MPa, seuls quelques grains, principalement ceux à forts facteurs de Schmid, montrent des traces de déformation plastique caractérisées par quelques bandes de glissement par grains. Il a été observé après déchargement à la suite de l'étape à 600 MPa de l'essai sur l'éprouvette MS2_4 dans des grains à forts facteurs de Schmid que certaines bandes de glissements visibles à cœur de grains s'arrêtent à l'interface entre cœur de grains et PFZ, et ne se propagent donc pas dans la PFZ. Ces bandes de glissements sont désignées par des flèches blanches sur la figure 33. Cela ne concerne que quelques bandes de glissement, mais cela pourrait traduire un plus fort durcissement de la précipitation tertiaire monomodale dans la PFZ par rapport à la précipitation bimodale à cœur de grains. Ce résultat irait à l'inverse de ce qui est attendu compte-tenu de la littérature [Baither et al. 2004]

[Krol et al. 2004a] [Nembach et al. 2005], et des résultats des sections précédentes (sous-sections II.2.2 et 3, Fig. 19 et 27).

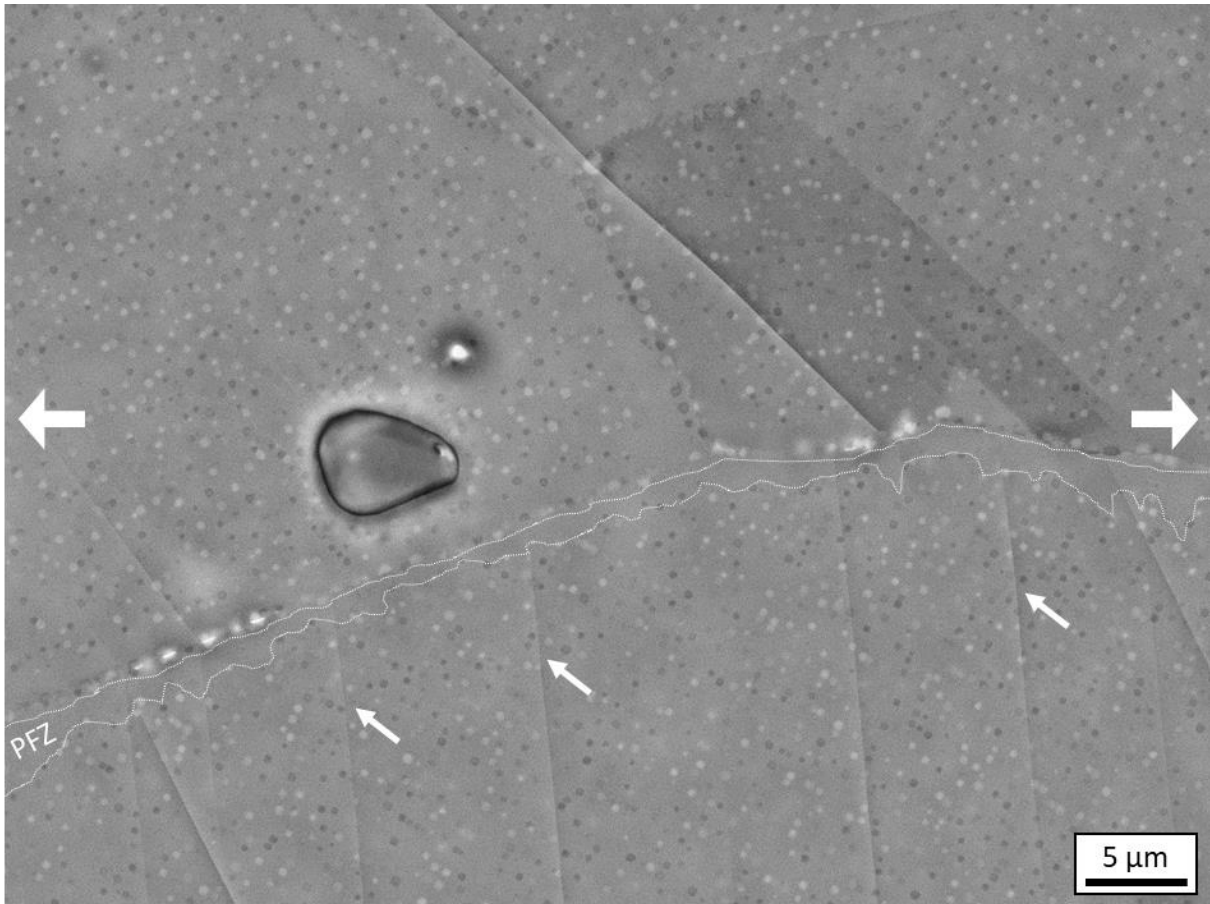


Figure 33 : bandes de glissements aux abords d'un joint de grains après application de 600 MPa en traction et déchargement pour l'éprouvette MS2_4

Les interactions des bandes de glissement ayant propagées dans la PFZ avec les joints de grains ont également été suivies avec attention au regard des travaux précédents sur les micro-volumes [Villechaise et al. 2012] [Larrouy 2014], présentés en détails en Annexe 7. Comme l'illustre la figure 34, **le développement de micro-volumes a été observé pour l'éprouvette MS2_4**, sans qu'aucune plasticité particulière ne soit observée dans la PFZ. Ces micro-volumes sont de faible intensité, quelques degrés au maximum. Il semble cependant que lorsque le micro-volume atteint spatialement l'interface entre PFZ et cœur de grains, à partir de 600 MPa, des bandes de glissement se développent à cœur de grains. La flèche noire indique cette transition.

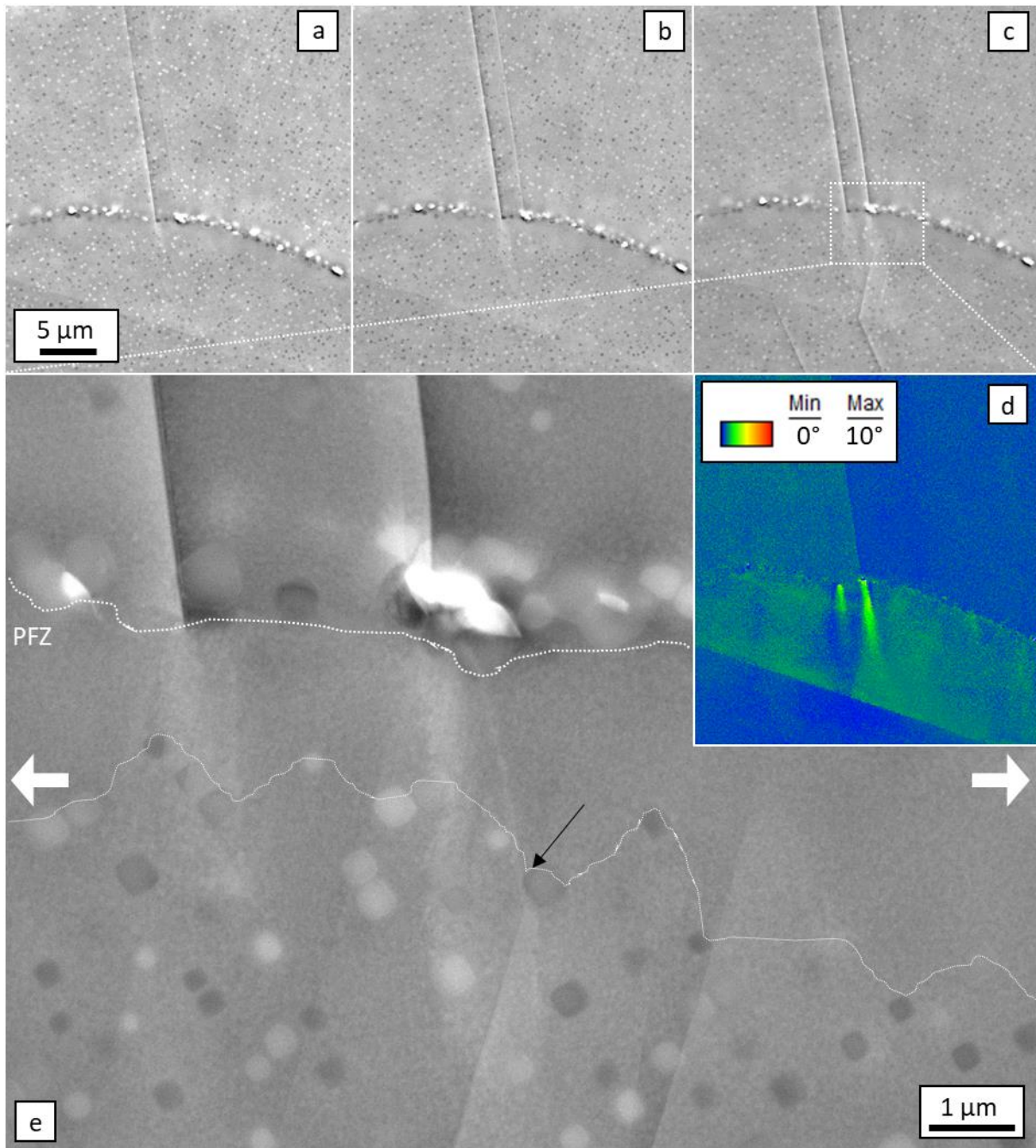


Figure 34 : microstructure aux abords d'un joint de grains en traction sous 500 MPa (a), 550 MPa (b), 600 MPa (c) lors d'un essai in-situ sous MEB sur l'éprouvette MS2_4, mise en évidence de la présence de micro-volumes au MEB-FEG après déchargement (e) et observation de ces micro-volumes en EBSD par mesure de déviation à l'orientation du grain de référence (d)

Un résultat différent a été obtenu dans une autre zone sur la même éprouvette. Cette zone d'intérêt n'a été détectée qu'à 500 MPa, une plasticité particulière y ayant été décelée dans une PFZ. Comme le montre la figure 35 a, une bande de glissement originaire du grain supérieur en haut à gauche de la micrographie a induit une zone d'aspect « déchirée » dans la PFZ, pouvant être liée à de la plasticité ou à de l'endommagement, se poursuivant par une bande de glissement à cœur de grain. Une seconde bande de glissement arrêtée sur le joint de grain est visible sur la droite de cette micrographie. L'interaction de cette bande avec le joint de grains a donc par la suite été suivie avec intérêt. Sous 550 MPa, en figure 35 b, il est

possible de voir une nouvelle zone « déchirée » se développer dans la PFZ, puis se propager à cœur de grains sous la forme de bandes de glissement sous 600 MPa sur la figure 35 c.

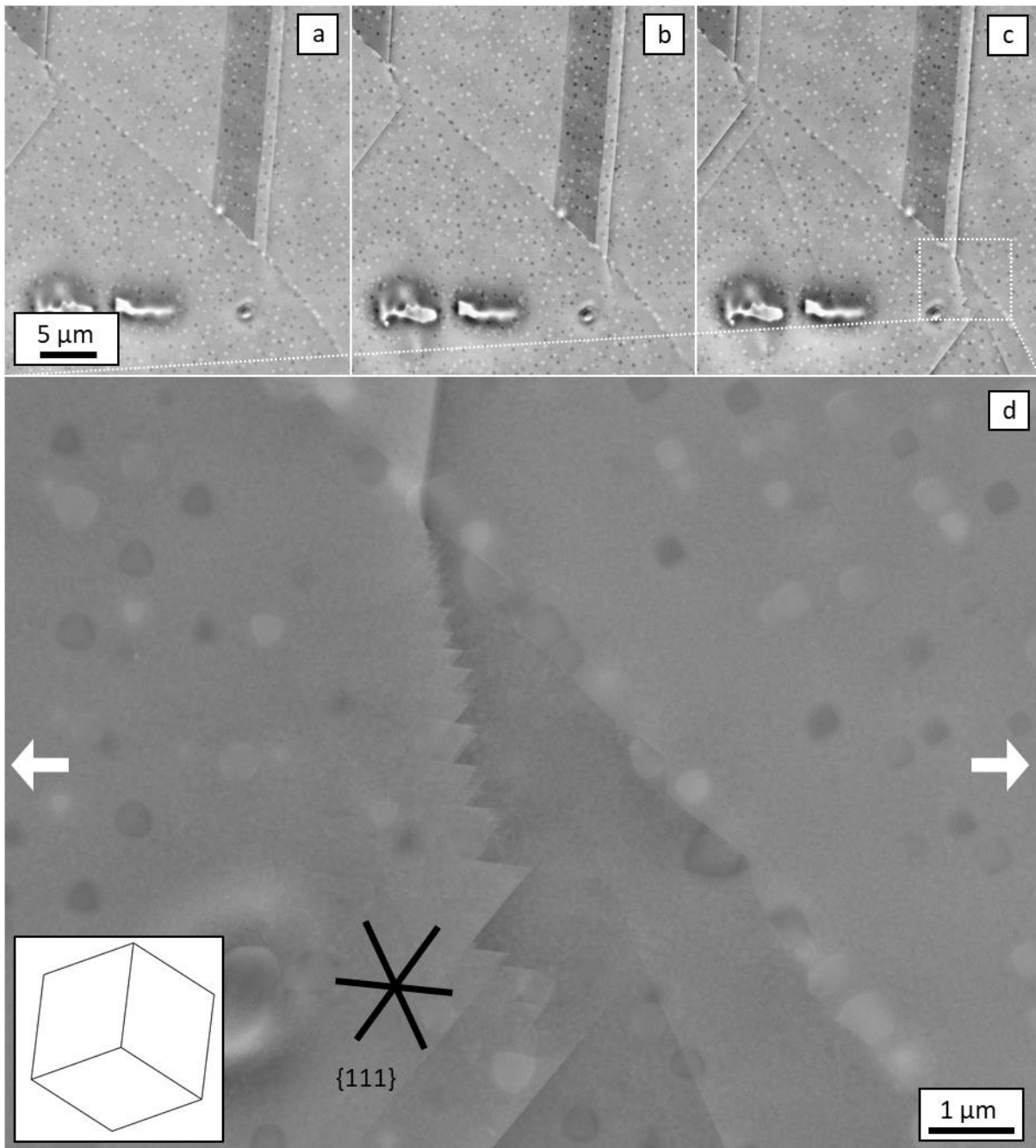


Figure 35 : microstructure aux abords d'un joint de grains en traction sous 500 MPa (a), 550 MPa (b), 600 MPa (c) lors d'un essai in-situ sous MEB sur l'éprouvette MS2_4, et observation de la zone « déchirée » à plus fort grandissement (d)

En analysant cette zone à aspect « déchirée » à plus fort grandissement au MEB-FEG et en EBSD après déchargement, il a été mis en évidence que cette zone d'aspect déchirée est en réalité composée de bandes de glissement se propageant alternativement sur deux systèmes de glissements différents. **Il s'agit donc de glissement alterné.** Aucun micro-volume n'a été mis en évidence pour cette zone, mais il est possible qu'un micro-volume ait été présent à plus basses contraintes et qu'il ait été relaxé lors du développement de la plasticité. Cette structure de déformation semble correspondre à la fois aux observations faites dans les travaux de

Larrouy concernant le développement de la plasticité dans les micro-volumes [Larrouy 2014] et de Krol et al. concernant le développement de la plasticité dans les PFZ [Krol et al. 2004a]. Ainsi, les explications avancées dans ces travaux permettant d'expliquer la chute de limite d'élasticité dans le Nimonic PE16 pourraient également être valables dans le cas de l'AD730TM. La participation des micro-volumes n'étant détectable qu'en étudiant de très faibles déformations plastiques, leur présence a pu ne pas être prise en compte dans les travaux sur le Nimonic PE16.

Des micro-volumes ont également été observés lors d'interactions entre bandes de glissement et joints de macles. De tels micro-volumes sont illustrés en figures 36 a et d. Il a été montré dans la partie I de ce manuscrit que les joints de macles, contrairement aux joints de grains, ne permettent pas la croissance accélérée des précipités secondaires intergranulaires, et donc la formation de PFZ. Les micro-volumes présentés en figure 36 a ne semblent pas être associés au développement de zone à glissement alterné. **La présence simultanée de micro-volumes et de PFZ pourrait donc être nécessaire au développement du glissement alterné.**

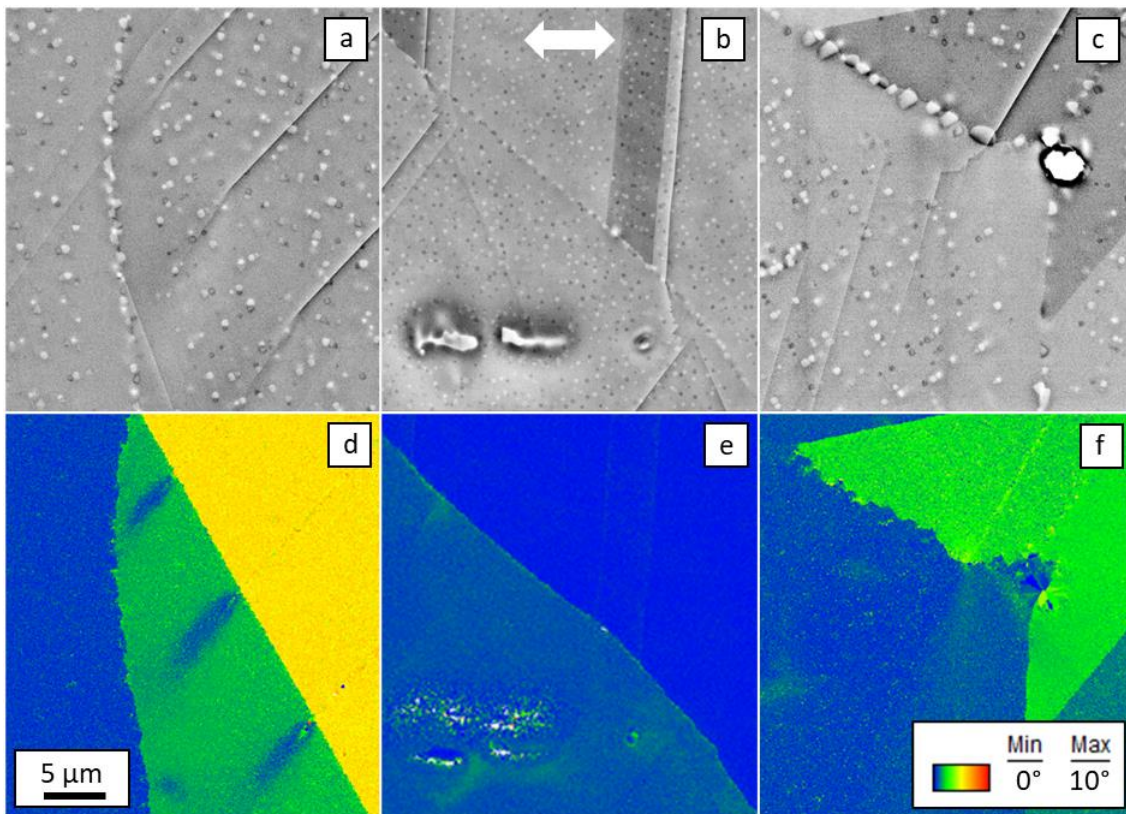


Figure 36 : Micro-volumes observés au MEB aux abords d'un joint de macles dans la microstructure MS2_25 (a), d'un joint de grains dans la microstructure MS2_4 (b), et d'un joint de grains dans la microstructure MS2_25 (c). Mise en évidence de la présence de micro-volumes en EBSD par mesure de déviation à l'orientation du grain de référence pour ces mêmes zones (d), (e) et (f)

Ce glissement alterné dans les PFZ a également été observé sur l'éprouvette MS2_25, présentant des PFZ de largeur moyenne 3,97 μm , comme le montre la figure 36 c. La taille de la zone à glissement alterné semble plus grande pour cette microstructure que pour la microstructure MS2_4, présentant des PFZ larges de 1,39 μm en moyenne. Cela semble indiquer que **la taille de la zone à glissement alterné est directement liée à la largeur de PFZ.**

Lorsque la contrainte augmente encore, l'activité plastique augmente également. Il est donc possible que ces zones se multiplient dans les PFZ, et mènent à une localisation généralisée de la plasticité dans les PFZ avec comme conséquence une limite d'élasticité macroscopique réduite.

Ce phénomène peut également être à l'origine d'amorçages de fissures intragranulaires, et donc d'endommagement comme cela a été montré dans les travaux de Larrouy sur l'Udimet 720Li [Larrouy 2014]. La morphologie des fissures présentées en figure 37 est très proche de celle des zones à glissement alterné observées dans l'AD730TM HC. **Ces zones pourraient donc mener à de telles amorces de fissures sous une plus forte contraintes ou sous cyclage mécanique.** Des essais in-situ menés jusqu'à de plus fortes déformations plastiques, voir jusqu'à rupture, seront nécessaires pour confirmer ce point.

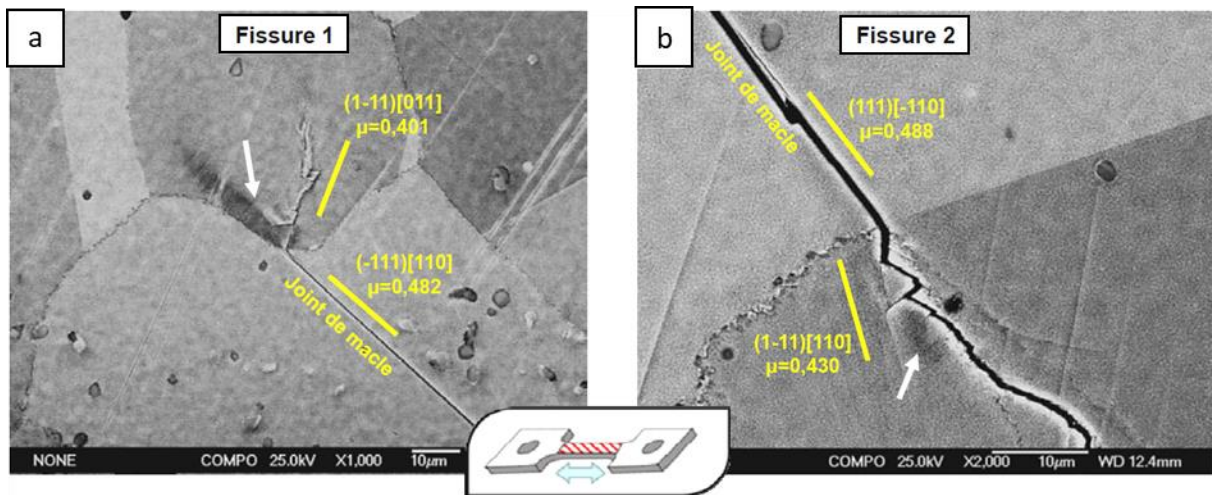


Figure 37 : amorçage de fissures aux joints de grains depuis des micro-volumes en fatigue à 20 °C après 0,15 % de déformation plastique cumulée [Larrouy 2014]

II.2.5 : Bilan du chapitre II.2

L'objectif principal de ce chapitre était d'évaluer à la fois l'impact des traitements thermiques de la gamme standard et l'influence de la largeur de PFZ sur les propriétés en traction à température ambiante de l'AD730TM HC. Pour cela, un plan d'expériences composé de 10 essais et 9 microstructures différentes a été mis au point et les essais de traction correspondant ont été réalisés. 3 essais complémentaires ont été ajoutés à ce plan d'expériences afin d'enrichir les résultats et approfondir certains points.

Premièrement, il a été montré que les revenus de la gamme de traitement thermique standard permettent d'améliorer la limite d'élasticité. Cette augmentation pourrait être due à la croissance des précipités tertiaires, mais également à la formation de carbures et borures secondaires aux joints de grains. Cependant, l'étude des faciès de rupture a permis de mettre en évidence un changement de comportement, la rupture étant mixte avant revenus, à la fois intergranulaire et transgranulaire, alors qu'elle est principalement intergranulaire après revenus. Cela semble indiquer une augmentation du durcissement par précipitation du cœur de grains liée à la croissance des précipités tertiaires plus efficaces que le renforcement des joints de grains, menant à une rupture finale intervenant aux joints de grains.

L'étude de la seconde partie du plan d'expérience concernant l'influence de la largeur de PFZ n'a pas permis de mettre en évidence un impact flagrant des PFZ. Cependant, la comparaison des résultats expérimentaux avec les résultats obtenus en utilisant le modèle de Panella [Panella 2021] semble indiquer que la valeur de limite d'élasticité expérimentale est affectée par l'état de précipitation dans la PFZ. De plus, l'analyse des faciès de rupture à fort grandissement a permis de mettre en évidence une différence de comportement entre le cœur des grains et les PFZ.

Cette différence de comportement entre les PFZ et le cœur de grains lors des premiers stades de plasticité a été étudiée lors d'essais in-situ sous MEB. Ces essais ont montré que les mécanismes de déformation à cœur de grains et dans les PFZ sont assez différents. En effet, la déformation dans les PFZ est fortement influencée par les interactions entre bandes de glissements et joints de grains, et plus particulièrement par la formation de micro-volumes. Ainsi, il a été montré que des zones à glissement alterné se développent uniquement lorsque des micro-volumes se forment dans des PFZ et que la taille de ces zones est directement liée à la largeur des PFZ. Cela pourrait expliquer les limites d'élasticité particulièrement basses observées pour les microstructures présentant des PFZ, mais également la différence de comportement à rupture entre le cœur de grains et les PFZ.

Tous les résultats de ce plan d'expériences, ainsi que les paramètres descriptifs des différentes microstructures sont résumés dans le tableau 4.

Tableau 4 : récapitulatif des différentes propriétés mécaniques en traction à température ambiante extraites des courbes rationnelles, des limites d'élasticité calculées à partir du modèle de Panella [Panella 2021] et des paramètres descriptifs des microstructures

Nom	D (μm)	w (μm)	σ (μm)	r_{II} (nm)	σ (nm)	r_{int} (nm)	σ (nm)	r_{III} (nm)	σ (nm)	$\sigma_{y,bi}$ (MPa)	$\sigma_{y,mono}$ (MPa)	E (GPa)	YS (MPa)	UTS (MPa)	A%
MS1	158	-	-	20	9	-	-	-	-	820		210	858	1818	28.8
MS2	158	1.39	0.42	126	27	236	73	9	4.8	904	814	193	805	1821	33.6
R1	158	1.39	0.42	126	27	236	73	10	3.0	928	807	212	926	1797	24.7
R2	158	1.39	0.42	126	27	236	73	14	5.4	926	824	216	943	1815	23.6
R2#2	158	1.39	0.42	126	27	236	73	14	5.4	926	824	212	961	1829	24.1
R2_2	320	1.39	0.42	126	27	236	73	14	5.4	908	802	209	945	1813	23.6
R2_25	158	3.97	0.97	195	64	369	86	14	5.4	960	833	213	967	1775	20.5
MS2_1	158	0.90	0.55	100	18	157	56	9.1	4.2	894	797	197	793	1805	33.6
MS2_4	158	1.39	0.84	126	27	236	73	9.4	4.7	904	814	193	805	1821	33.6
MS2_9	158	2.74	1.19	155	56	251	81	9.2	4.1	959	807	187	807	1810	33.4
MS2_16	158	3.56	1.54	159	79	322	86	9.0	4.1	988	798	190	805	1784	32.2
MS2_25	158	3.97	0.97	195	64	369	86	8.1	3.6	938	792	181	797	1740	31.1
MS2_100	158	7.11	1.51	341	86	560	150	7.8	4.5	864	801	207	788	1786	34.0
1040_25	158	1.35	0.49	159	47	239	111	9.0	4.0	944	806	202	741	1762	34.1

Ces essais sont dans une certaine mesure représentatifs des sollicitations subies par un disque au démarrage, mais en fonctionnement, la température est beaucoup plus élevée, pouvant atteindre jusqu'à 700 °C au niveau de la jante des disques. Afin d'être plus proche de ces conditions, les essais présentés dans ce chapitre ont également été réalisés à 700 °C, et feront l'objet du chapitre suivant.

Chapitre II.3 : Propriétés en Traction Monotone à 700 °C

Le plan d'expériences présenté dans le chapitre précédent sera également utilisé dans ce chapitre, à la différence qu'aucun essai de répétabilité n'a été effectué. Comme dans le chapitre précédent, l'impact des traitements thermiques de la gamme standard sur les propriétés en traction à 700 °C sera abordé dans un premier temps. Les courbes de traction rationnelles et les propriétés en décollant seront analysées. Les valeurs de limite d'élasticité expérimentales seront comparées à celles obtenues grâce au modèle de Panella [Panella 2021]. Enfin, un intérêt particulier sera porté aux faciès de rupture.

De la même façon, les essais de la seconde partie du plan d'expérience concernant l'influence de la largeur de PFZ sur les propriétés en traction à 700 °C seront analysés au regard des courbes de traction rationnelles et des faciès de rupture. Le modèle de Panella sera également utilisé à titre de comparaison avec les limites d'élasticité expérimentales.

Enfin, la réalisation d'essais de traction in-situ à 700 °C dans la chambre d'un MEB n'ayant pas été possible dans le cadre de cette thèse, une étude détaillée des coupes longitudinales a été effectuée afin d'essayer d'évaluer l'impact des PFZ sur les mécanismes de déformation et d'endommagement.

II.3.1 : Gamme de traitement thermique standard

Les propriétés macroscopiques en traction à 700 °C ($\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) de l'AD730TM HC pourraient être fortement influencées par les différentes évolutions de microstructures se produisant dans cet alliage lors des traitements thermiques de la gamme standard de l'AD730TM, étudiées en détails dans le chapitre I.2. Les microstructures présentées dans le tableau 1 du chapitre précédent ont été testées et les courbes de traction rationnelles extraites de ces essais ont permis de comparer le comportement des différentes microstructures et d'identifier les différentes propriétés en traction. L'aspect des faciès de rupture a également été discuté.

II.3.1.1 : Analyses des courbes de traction

Comme pour le chapitre précédent, la première partie de cette étude porte sur l'allure globale des courbes de traction rationnelle. Elles sont présentées en figure 38.

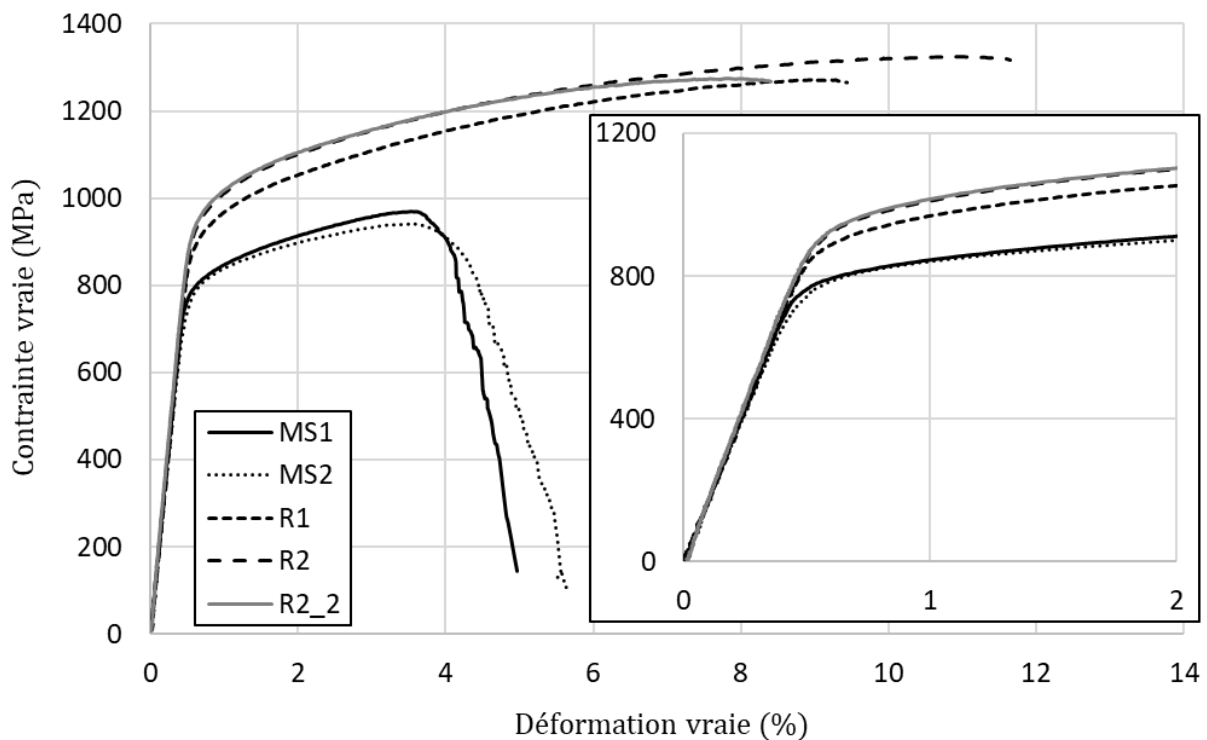


Figure 38 : courbes de traction rationnelle pour les essais MS1, MS2, R1, R2 et R2_2

Les courbes des essais MS1 et MS2 sont très proches. Le point le plus marquant concernant ces deux essais est la **très forte tolérance au dommage de ces deux microstructures**, la contrainte descendant quasiment à 0 MPa avant la rupture de l'éprouvette. Il a été observé après démontage des essais de très nombreuses fissures secondaires en surface visible à l'œil nu, sans réduction de section localisée particulière, ce point sera développé en détails dans la section II.3.3. Cette chute de contrainte visiblement liée à de l'endommagement, et non à de la plasticité, sera nommée par la suite déconsolidation par abus de langage. Ce comportement

ne se retrouve pas pour l'éprouvette R1, ayant subi le premier revenu de 4 h à 800 °C. De plus, la limite d'élasticité et la contrainte maximale atteinte pour cette microstructure sont supérieures de plus de 100 MPa par rapport aux deux essais précédents. L'allongement à rupture est également supérieur de plus de 3 points par rapport aux états avant revenus. Ces constats sont encore renforcés après le second revenu R2. Ces résultats s'expliquent par le **renforcement du cœur de grains dû à la croissance des précipités tertiaires et des joints de grains par la formation des carbures et borures secondaires**. Enfin, pour l'essai R2_2, ayant subi la gamme de traitement thermique complète mais une mise en solution de 2 h à 1120 °C, contre 1 h pour les autres microstructures, les résultats sont semblables à ceux de la microstructure R2, mais la rupture intervient plus tôt, la résistance à la traction et la ductilité s'en retrouvent donc réduits. Ces résultats sont exprimés de façon plus concrète sur la figure 39. Comme dans le chapitre précédent, les précipités secondaires de la microstructure MS1 ont été assimilés à des précipités tertiaires afin de pouvoir représenter les cinq essais sur un même graphique.

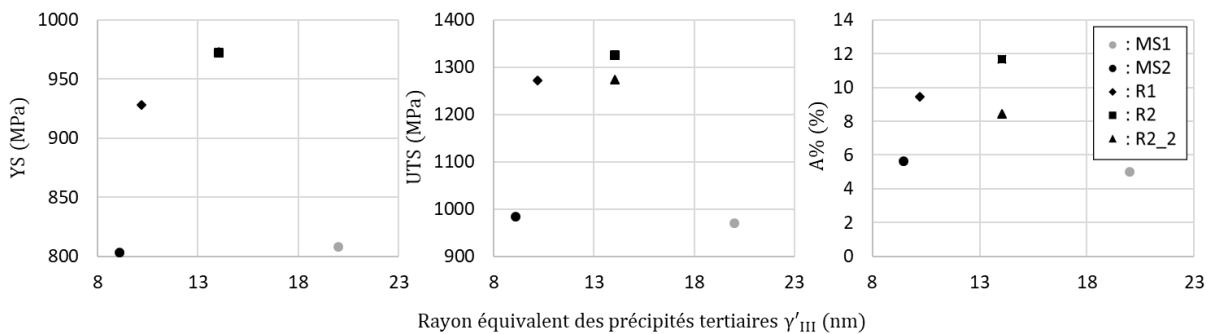


Figure 39 : évolution des propriétés macroscopiques en traction à 700 °C en fonction de la taille des précipités tertiaires

Comme pour les résultats à température ambiante, le modèle de Panella [Panella 2021] a été utilisé afin de calculer les limites d'élasticité théoriques. Ces résultats sont présentés en figure 40. Contrairement aux valeurs calculées à température ambiante, à 700 °C les valeurs obtenues pour les microstructures MS1 et MS2 sont plus proches des valeurs expérimentales que celles obtenues pour les microstructures après revenus. Il est également intéressant de noter que d'après le modèle de Panella, la limite d'élasticité maximale est atteinte après le premier revenu, ce qui n'est pas observé expérimentalement. Ces différences pourraient s'expliquer par le fait que les paramètres du modèle ont été identifiés sur de l'AD730TM standard, alors que les essais de cette thèse sont réalisés sur la version haut carbone de l'AD730TM, mais également par la mesure des rayons équivalents moyens des précipités qui est très dépendante des paramètres d'imagerie utilisés, et donc de l'utilisateur.

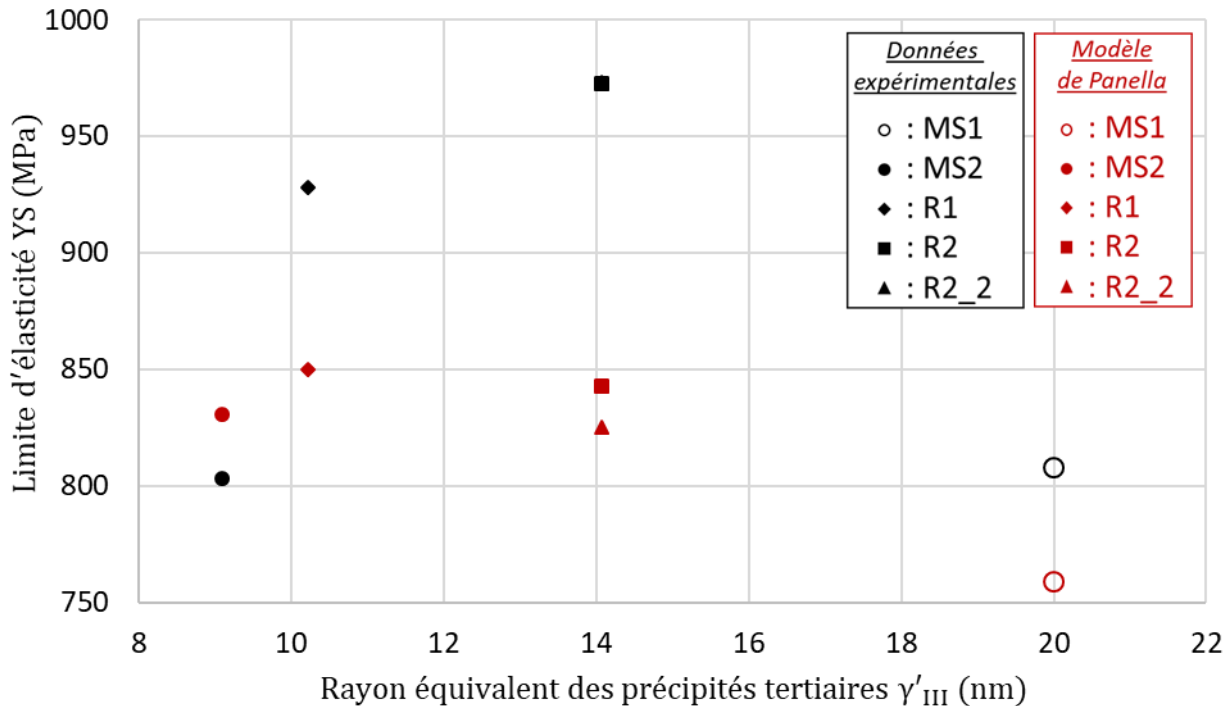


Figure 40 : comparaison des limites d'élasticité obtenues expérimentalement et par le calcul d'après le modèle de Panella [Panella 2021]

II.3.1.2 : Analyses des faciès de rupture

Afin de relier les propriétés extraites des courbes de traction aux mécanismes d'endommagement, les faciès de rupture de chaque éprouvette ont été observés au MEB. Comme le montre les clichés de la figure 41, les deux essais avant revenus, MS1 et MS2, présentent des faciès où **deux types de rupture** peuvent clairement être observés, une zone de **rupture transgranulaire**, et une zone de **rupture intergranulaire**. Le caractère intergranulaire de la zone correspondante est beaucoup plus marqué que pour les essais à température ambiante, ce qui était attendu compte tenu des modes de rupture à cette température, fortement liés à l'endommagement des joints de grains. Les zones de rupture transgranulaire sont probablement dues à la fin d'essai, lorsque la section portante diminue entraînant une très forte hausse de la contrainte sur la section portante. Après revenus, des zones de rupture intergranulaires peuvent également être observées sur les faciès, mais **le caractère intergranulaire de la rupture est beaucoup moins marqué**. Lors des revenus, comme évoqué précédemment, le cœur des grains est renforcé par la croissance des précipités tertiaires, mais les joints de grains le sont également par la formation de carbures et borures intergranulaires. Les mécanismes d'endommagement à 700 °C étant beaucoup plus en lien avec les joints de grains qu'à température ambiante (voir Annexe 7 : [Priester 2011], [Laurence 2016], [Thébaud 2017], [Larrouy 2014], [Billot 2010]...), **il est possible que le renforcement des joints de grains soit prépondérant sur le renforcement du cœur des grains, menant à des ruptures plus transgranulaires.**

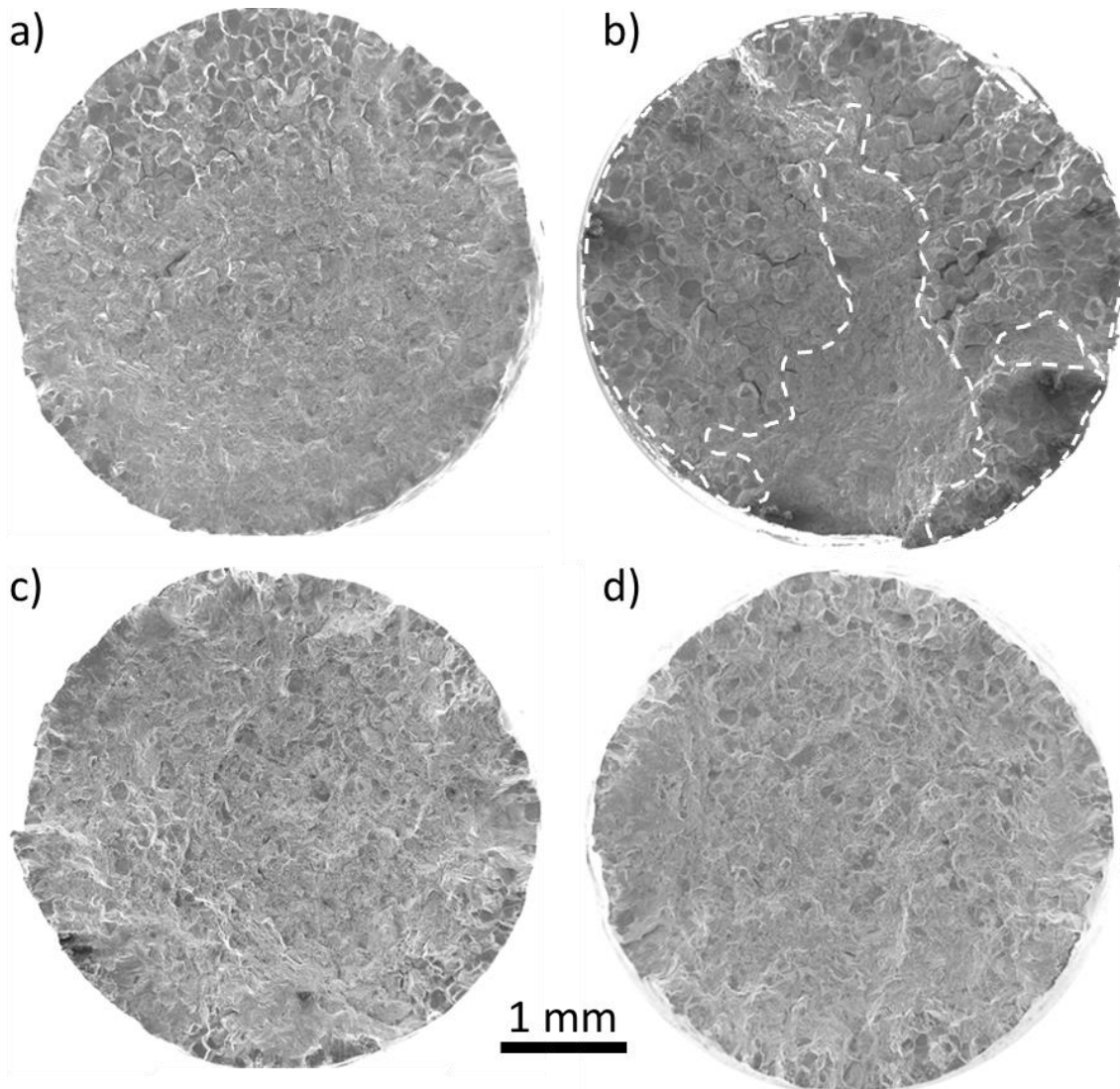


Figure 41 : faciès de rupture des éprouvettes MS1 (a), MS2 (b), R1 (c) et R2 (d) observés au MEB-FEG en électrons secondaires. Les pointillés en (b) délimite la surface de rupture « intergranulaire » du faciès

La fraction surfacique de zones à rupture intergranulaire des faciès a été évaluée de manière très simple à l'aide du logiciel Fiji (pointillés en Fig. 41b). Ces mesures ont été effectuées en approximant le faciès à une surface plane. Les résultats de cette étude sont présentés sur la figure 42. La fraction surfacique de rupture intergranulaire est bel et bien supérieure à toutes les autres pour l'éprouvette MS2, mais contrairement à ce qui avait été avancé précédemment d'après une simple analyse visuelle des faciès, la fraction surfacique de rupture intergranulaire pour l'éprouvette MS1 est inférieure à celles des éprouvettes après revenus. Cependant, l'aspect intergranulaire dans les zones concernées de ces faciès est beaucoup plus diffus, comme l'illustre la figure 43. De plus, la microstructure MS1 présentant une précipitation monomodale, il n'est peut-être pas cohérent de la comparer directement aux autres microstructures, présentant une précipitation bimodale. Finalement, compte-tenu des différences entre les zones à rupture intergranulaire des éprouvettes ayant subi ou non un revenu, il semble que dans ce cas une simple analyse visuelle de l'aspect général des faciès soit suffisante.

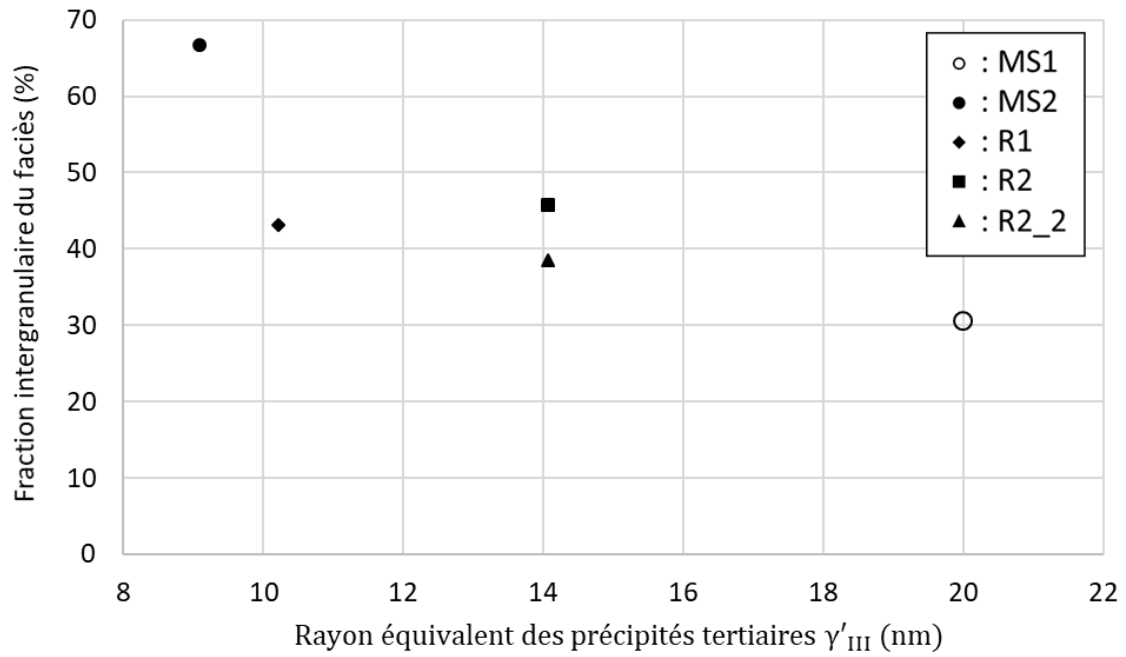


Figure 42 : fraction surfacique de rupture intergranulaire sur les faciès de rupture des éprouvettes MS1, MS2, R1, R2 et R2_2

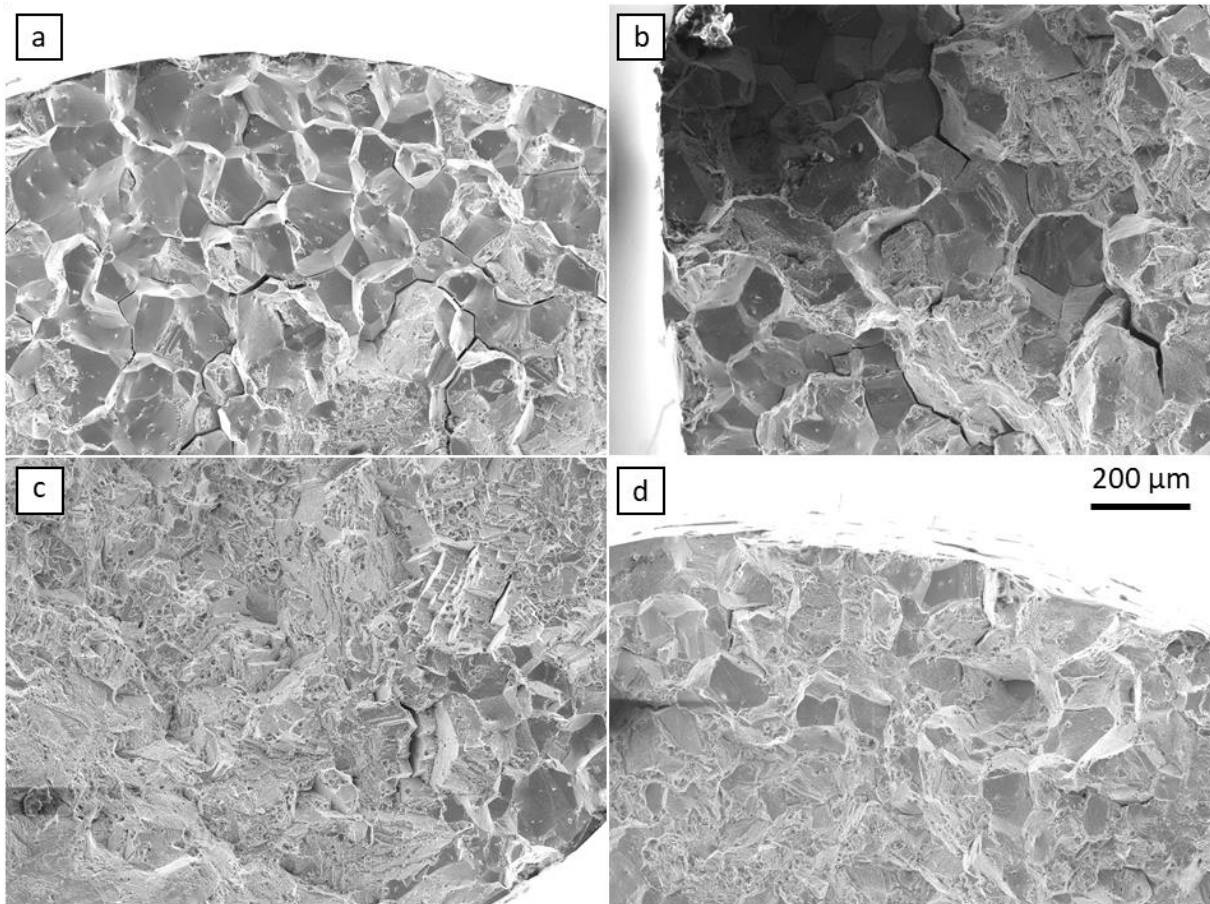


Figure 43 : zones à rupture « intergranulaires » sur les faciès de rupture des éprouvettes MS1 (a), MS2 (b), R1 (c) et R2 (d) observés au MEB-FEG en électrons secondaires

Finalement, avant revenu, les joints de grains sont moins résistants que les cœurs de grains, ce qui entraîne une rupture sur les joints de grains et un caractère intergranulaire très

marqué des faciès de rupture. Lors des revenus, les précipités tertiaires γ'_{III} subissent un mûrissement d'Ostwald menant à une augmentation de leur rayon équivalent moyen, et à un renforcement du cœur des grains. Simultanément, des carbures et borures secondaires se forment aux joints de grains, renforçant ces derniers. Les mécanismes d'endommagement à 700 °C étant particulièrement liés aux joints de grains, notamment leur glissement, le renforcement des joints de grains par la précipitation de carbures et borures [Kontis et al. 2017] est prépondérant sur le renforcement du cœur des grains, ce qui conduit à terme à une rupture à cœur de grains, et à des faciès de rupture d'aspect plus transgranulaire, et où des zones de rupture intergranulaire sont présentes, mais très peu marquées. Cette hypothèse est schématisée en figure 44 en privilégiant le caractère transgranulaire de la rupture pour les états après revenus.

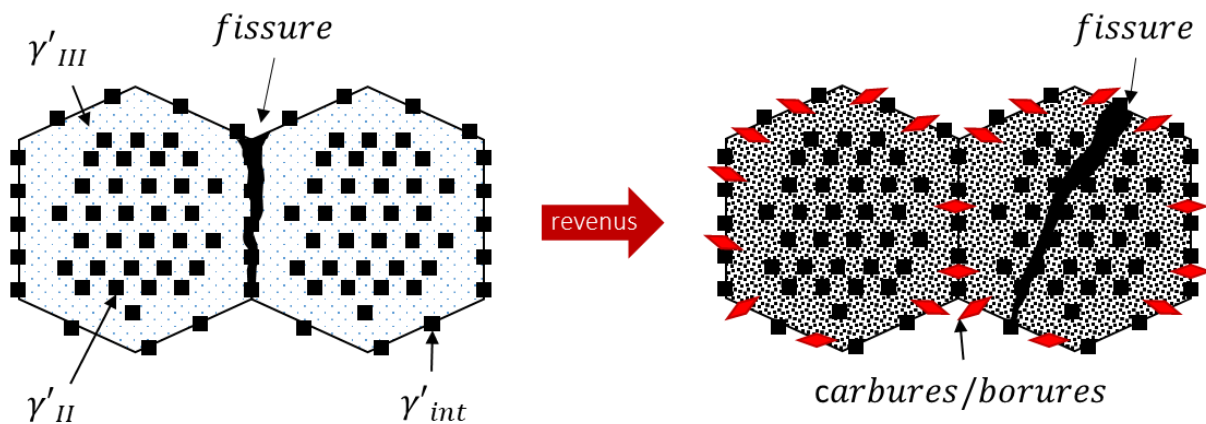


Figure 44 : schématisation des modes de rupture avant et après revenus

II.3.2 : Influence des PFZ

De la même façon que pour les essais de traction à température ambiante, le modèle phénoménologique présenté dans le chapitre I.3 a été utilisé afin de faire varier la largeur de PFZ dans des éprouvettes et d'évaluer l'influence de ce paramètre sur les propriétés en traction à 700 °C de l'AD730TM HC. Des éprouvettes contenant des PFZ de largeur moyenne variant de 0,90 μm à 3,97 μm ont ainsi été testées, les résultats de ces essais sont présentés dans cette section.

II.3.2.1 : Analyses des courbes de traction

Dans un premier temps, l'allure générale des courbes de traction rationnelles a été analysée. Ces courbes sont présentées en figure 45. Des glissements d'extensomètre ont eu lieu en début d'essai pour les éprouvettes MS2_9 et MS2_25. Les courbes correspondantes ont donc été reconstruites à partir des données de déplacement du vérin. Cependant, la zone de transition entre élasticité et plasticité ne pouvant être correctement décrite à partir de ces données, elle a été décrite par une simple droite. Afin d'éviter toute confusion, l'essai nommé MS2 dans la section précédente sera nommé MS2_4 dans cette section.

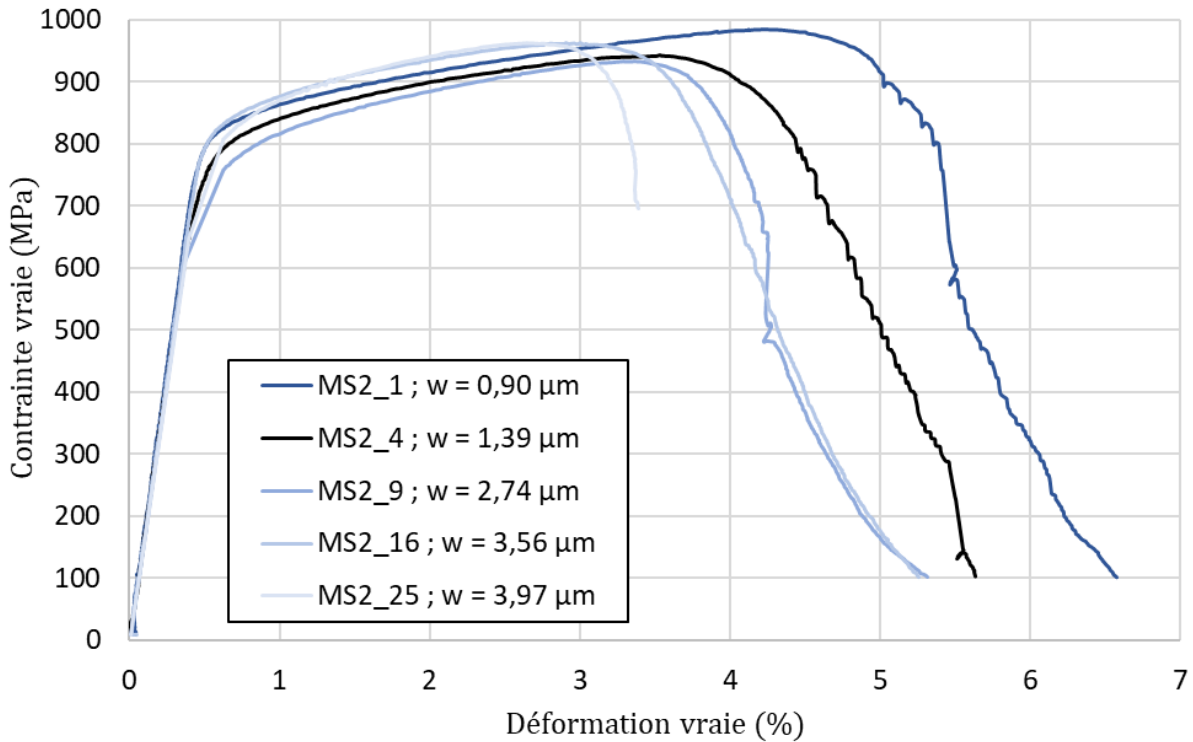


Figure 45 : courbe de traction rationnelle des éprouvettes MS2_1, MS2_4, MS2_9, MS2_16 et MS2_25

Comme la courbe de traction rationnelle de l'essai MS2_4 décrite précédemment, toutes les courbes correspondant à des microstructures avant revenu présentant des PFZ montrent une forte tolérance au dommage et la contrainte vraie redescend quasiment à 0 MPa après avoir atteint sa valeur maximale. Seule l'éprouvette MS2_25 a rompu de manière prématurée à environ 700 MPa, après tout de même une légère chute de contrainte. Concernant l'influence de la largeur de PFZ, on observe sur ce graphique une **chute de l'allongement à rupture lorsque la largeur de PFZ augmente**, ainsi qu'une **chute de la déformation atteinte lorsque la contrainte est maximale**. Cette dernière propriété sera nommée par la suite allongement à contrainte maximale, et sera noté ϵ_{UTS} . Aucune tendance claire n'a été observée concernant la limite d'élasticité et la contrainte maximale atteinte. Les deux premiers essais complémentaires, nommés précédemment MS2_100 et 1040_25 et correspondant à des microstructures présentant respectivement des PFZ de largeur moyenne 7,11 µm et 1,35 µm, ont également été effectués à 700 °C et sont présentés en figure 46.

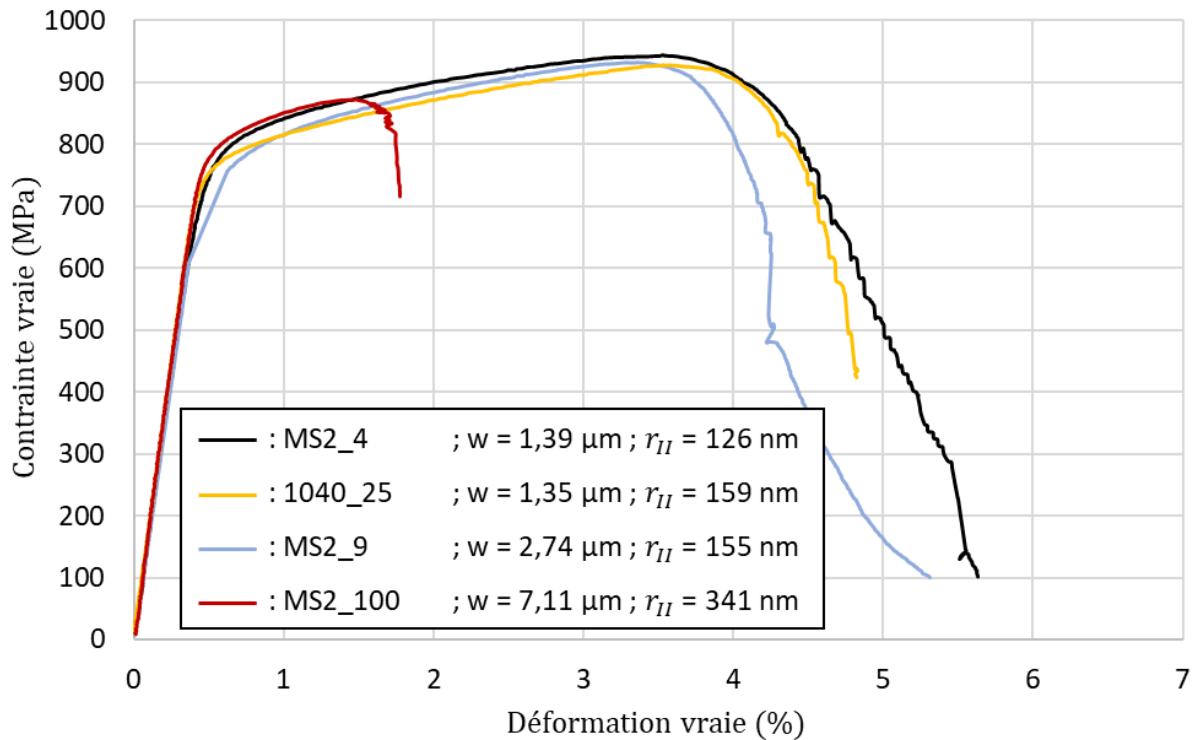


Figure 46 : courbes de traction rationnelle des éprouvettes MS2_4, 1040_25, MS2_9 et MS2_100

Tout d'abord, la courbe correspondant à l'éprouvette 1040_25, en jaune, est extrêmement proche de la courbe de l'éprouvette MS2_9, en bleu, jusqu'au début de la déconsolidation de cette dernière. Ces deux microstructures présentant des précipités secondaires extrêmement semblables, il semble que le début de la plasticité est contrôlé par cette population. En revanche, la fin de courbe de l'éprouvette 1040_25 semble beaucoup plus proche de la courbe de l'éprouvette MS2_4, en noir, présentant des PFZ de largeurs moyennes semblables. **La fin d'essai, et donc l'endommagement, pourraient donc être contrôlés par la largeur de PFZ.** De plus, la courbe correspondant à l'éprouvette MS2_100 présentant des PFZ de 7,11 μm , en rouge, montre un allongement à rupture très faible, inférieur à 2 %. La déconsolidation de l'éprouvette est également limitée, et la rupture intervient à un peu plus de 700 MPa. Ces deux résultats confirment l'influence de la largeur de PFZ sur l'allongement à rupture. Il est également intéressant de noter que, comme pour l'essai MS2_25, une rupture prématurée intervient pour l'essai MS2_100. Ces microstructures présentent les PFZ les plus larges. **L'augmentation de la largeur de PFZ pourrait donc, en plus d'induire une chute de l'allongement à rupture, entraîner une rupture plus précoce en terme de contraintes appliquées lors de la déconsolidation.** Ce résultat est cohérent avec la littérature et le fait que les PFZ soient des chemins préférentiels pour la propagation de fissures, menant à des ruptures prématurées en fatigue sur éprouvettes entaillées [Raymond 1967][Devaux et al. 2016].

Les valeurs de limite d'élasticité et de contrainte maximale atteinte extraites des courbes de traction rationnelles ont été représentées dans un graphique en fonction de la largeur de PFZ présenté en figure 47.

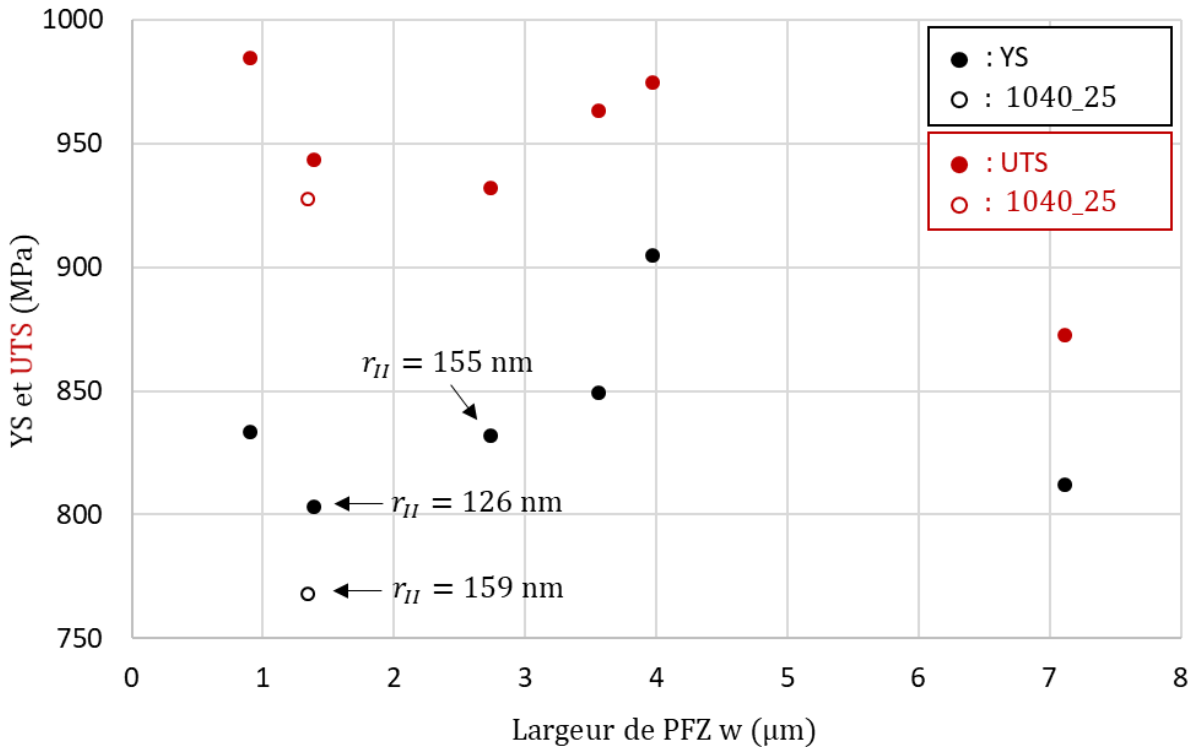


Figure 47 : Limites d'élasticité et contraintes maximales atteintes en fonction de la largeur de PFZ

Concernant la contrainte maximale atteinte, peu d'effets de la largeur de PFZ sont observés. Seul l'essai sur la microstructure présentant des PFZ de 7,11 μm , MS2_100, a une contrainte maximale atteinte particulièrement basse par rapport aux autres. Cela s'explique par la rupture prématurée de cette éprouvette, décrite dans le paragraphe précédent.

De plus, il est intéressant de noter que pour la très grande majorité des états microstructuraux, les limites d'élasticité à 700 °C sont supérieures à celles mesurées à température ambiante. Seuls les états MS1, MS2_4 et R2_25 dérogent à ce constat, avec des limites d'élasticité plus faibles de 51, 2 et 52 MPa à 700 °C, respectivement.

La plus grande différence est observée pour la microstructure MS2_25 ($w = 3,97 \mu\text{m}$), où la limite d'élasticité est de 797 MPa à température ambiante contre 905 MPa à 700 °C. Cette valeur correspond également sur le graphique figure 47 à un pic de limite d'élasticité. Ce pic est très probablement dû à une microstructure de précipitation bimodale optimale. L'essai 1040_25 ($w = 1,35 \mu\text{m}$), présentant des PFZ semblables à celles de la microstructure MS2_4 ($w = 1,39 \mu\text{m}$) et des précipités secondaires semblables à ceux de la microstructure MS2_9 ($w = 2,74 \mu\text{m}$), avait à l'origine pour but d'évaluer l'impact de la taille de précipités à largeur de PFZ constante, et donc de décorréliser ces deux paramètres. La limite d'élasticité mesurée pour cette microstructure est inférieure à celle de la microstructure MS2_4, malgré des précipités secondaires de rayon équivalent moyen supérieur, ce qui devrait mener à une limite d'élasticité plus élevée si le pic de limite d'élasticité observé était dû à une taille optimale des précipités secondaires. Ce pic pourrait donc être lié à la largeur de PFZ. Cependant, comme montré dans le chapitre I.3, la fraction volumique de précipités secondaires est plus forte pour cette microstructure, environ 12 %, que pour la microstructure MS2_4, où elle vaut environ 6 %. Il est donc possible que l'influence de la fraction volumique de précipités secondaires joue également un rôle. Il est donc finalement impossible de décorréliser l'influence des PFZ de celui des précipités secondaires sur la limite d'élasticité à 700 °C d'après ces données. Afin de

statuer sur cette influence potentielle de la largeur de PFZ sur la limite d'élasticité, cette dernière a été calculée pour chaque microstructure à l'aide du modèle de Panella [Panella 2021], en utilisant les mêmes paramètres que dans le chapitre précédent mais en indiquant une température d'essai de 700 °C. Les résultats obtenus sont présentés en figure 48 en fonction du rayon équivalent des précipités secondaires aux côtés des résultats expérimentaux.

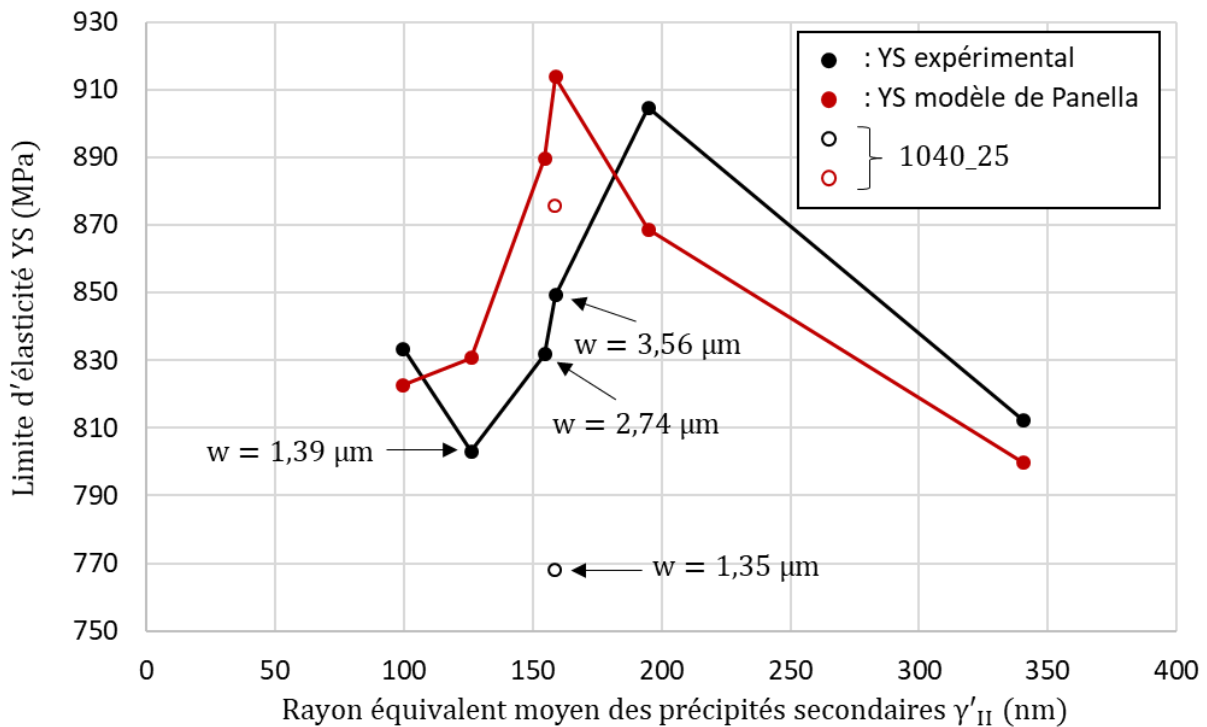


Figure 48 : limites d'élasticité expérimentales et calculées à l'aide du modèle de Panella (microstructures homogènes bimodales) [Panella 2021] en fonction du rayon équivalent moyen des précipités secondaires

Sur les données calculées à partir du modèle de Panella, un pic est bel et bien présent pour des précipités secondaires d'environ 150 nm de rayon équivalent moyen, ce qui valide l'hypothèse selon laquelle **le pic observé expérimentalement est dû à la précipitation secondaire**, et non à la largeur de PFZ. Cependant, la position de ce pic n'est pas la même, il se trouve aux alentours de 200 nm pour les données expérimentales. Ce décalage pourrait s'expliquer par le fait que ce modèle a été développé pour l'AD730TM, et non pour sa version haut carbone, et par le fait que la mesure du rayon des précipités est très dépendante de la personne réalisant les clichés MEB. De plus, une vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a été utilisée pour identifier les paramètres du modèle, alors que les essais discutés ici ont été réalisés à $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

La limite d'élasticité de la microstructure 1040_25 a également été calculée, en prenant en compte l'augmentation de fraction volumique de précipités secondaires. Cette augmentation entraîne théoriquement une baisse de 15 à 40 MPa de la limite d'élasticité à taille de précipités secondaires équivalente. Expérimentalement, cette augmentation de fraction entraîne une chute de 60 à 80 MPa de la limite d'élasticité. Les valeurs calculées à l'aide du modèle de Panella ne prenant pas en compte la présence de PFZ, il se pourrait que cette différence soit due à la largeur de PFZ plus faible pour l'essai 1040_25. **Il semblerait donc que des PFZ plus larges permettent d'augmenter dans une certaine mesure la limite d'élasticité à 700 °C.**

Les allongements à rupture et à contrainte maximale ont également été tracé en fonction de la largeur de PFZ sur le graphique présenté en figure 49.

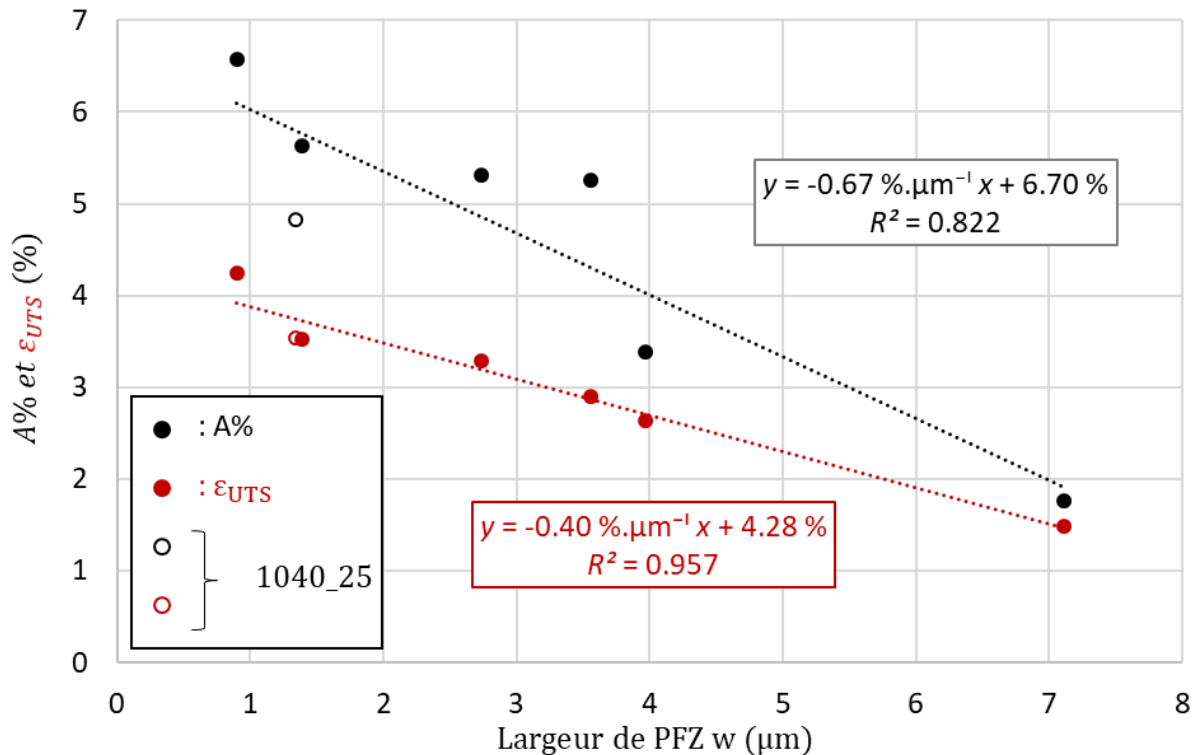


Figure 49 : Allongements à rupture et à contrainte maximale en fonction de la largeur de PFZ

Premièrement, l'allongement à rupture semble décroître quasi-linéairement lorsque la largeur de PFZ augmente. Cependant, la largeur de PFZ et le rayon équivalent des précipités secondaires augmentant simultanément lors des traitements thermiques à 1080 °C, il est possible que cette décroissance soit due à la précipitation secondaire, et non à la largeur de PFZ directement. L'essai 1040_25 n'a pas permis de décorrélérer les influences de ces deux paramètres. En effet, cette microstructure présente des PFZ de 1,35 μm en moyenne et des précipités secondaires de 159 nm de rayon, et un allongement à rupture plus faible que la microstructure MS2_4 présentant des PFZ de 1,39 μm et des précipités secondaires de 126 nm. De même, les microstructures MS2_9 et MS2_16 contiennent des précipités secondaires d'environ 160 nm, et présentent des allongements à rupture supérieurs à la microstructure 1040_25, malgré des largeurs de PFZ beaucoup plus élevées, respectivement de 2,74 μm et 3,56 μm. Il est donc impossible de conclure directement quant à l'influence de la largeur de PFZ sur cette propriété.

En revanche, la décroissance de la déformation à contrainte maximale en fonction de la largeur de PFZ est parfaitement linéaire, et les valeurs de ϵ_{UTS} des microstructures 1040_25 et MS2_4 sont identiques. Cette propriété est donc directement liée à la largeur de PFZ. Ce résultat renforce les hypothèses formulées précédemment concernant l'influence des PFZ sur la fin des essais. En effet, la valeur de ϵ_{UTS} traduit le moment à partir duquel la déconsolidation des éprouvettes intervient, et donc l'apparition de l'endommagement. **Des PFZ larges favorisent donc l'amorçage plus précoce de fissures.**

Le troisième essai complémentaire, R2_25, correspond à une microstructure semblable à celle de l'essai R2. La différence entre ces deux microstructures est la taille des

précipités secondaires et la largeur de PFZ. En effet, le traitement thermique proche solvus de 4 h à 1080 °C avant revenus de la microstructure R2 a été remplacé par un traitement thermique de 25 h à 1080 °C, menant à des précipités secondaires et des PFZ identiques à la microstructure MS2_25. L'intérêt initial de cet essai était de vérifier si le pic de durcissement dû à la précipitation secondaire observé pour l'essai MS2_25 se retrouvait après revenus. La courbe de traction rationnelle de cet essai est présentée en figure 50 aux côtés de celles des essais MS2_4, MS2_25 et R2.

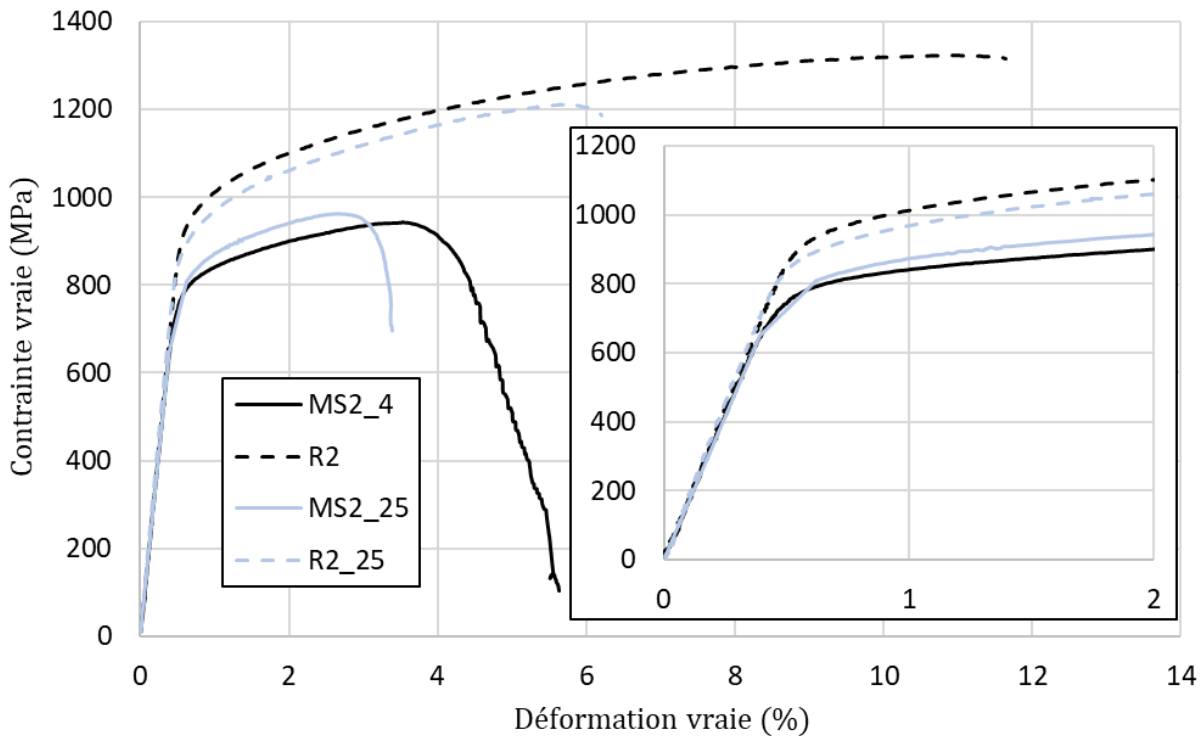


Figure 50 : courbes de traction rationnelle des essais MS2_4, MS2_25, R2 et R2_25

Contrairement aux microstructures avant revenus, la microstructure R2_25 a une limite d'élasticité et une contrainte maximale atteinte plus faibles que la microstructure R2. Il semblerait donc que le durcissement induit par la croissance des précipités tertiaires lors des revenus soit moins efficace lorsque les précipités secondaires sont plus gros, ou que le durcissement dû à la formation des carbures et borures secondaires aux joints de grains soit réduit par la présence de PFZ et de précipités secondaires intergranulaires de grande taille. De plus, la chute de ductilité observée entre les essais MS2_4 et MS2_25 est beaucoup plus marquée pour les essais R2 et R2_25, après revenus. Compte-tenu des observations et des hypothèses faites précédemment dans ce chapitre, la seconde explication semble plus réaliste.

II.3.2.2 : Analyses des faciès de rupture

Comme pour la première partie du plan d'expérience concernant l'influence de la gamme de traitement thermique standard, les faciès de rupture de chaque éprouvette ont été analysés au MEB. Ces faciès sont illustrés en figure 51.

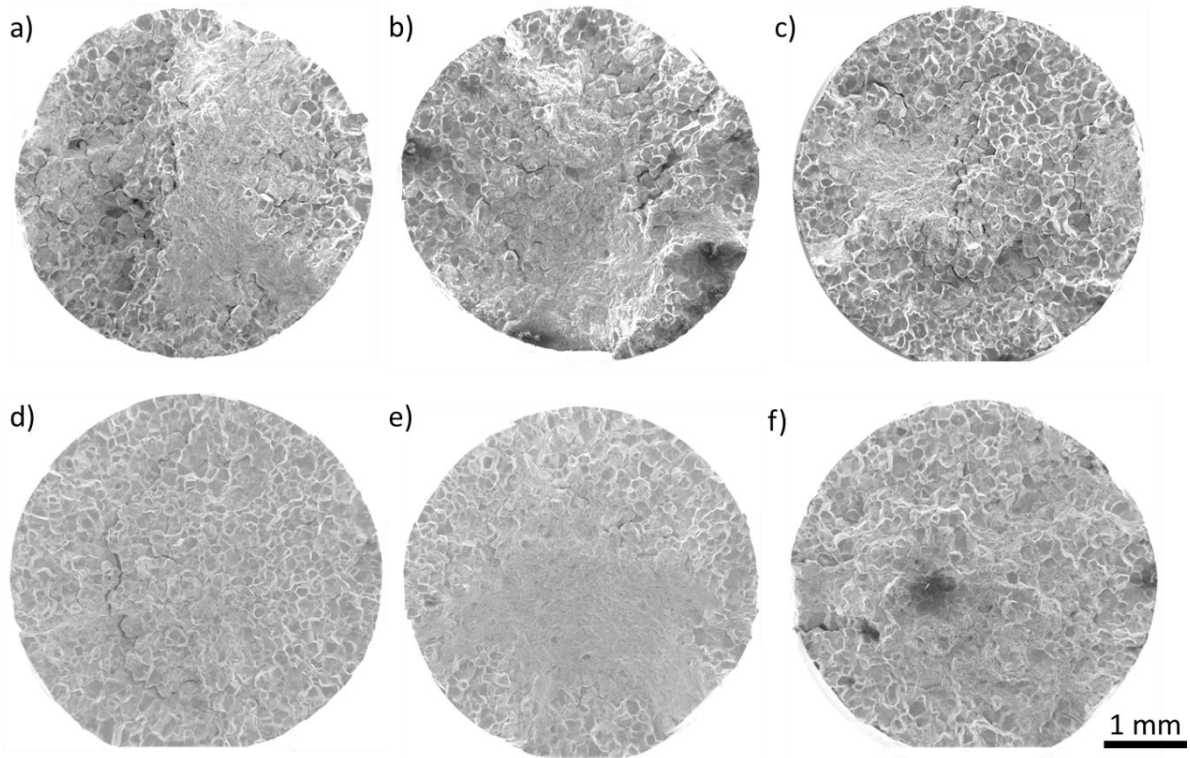


Figure 51 : faciès de rupture des éprouvettes MS2_1 (a), MS2_4 (b), MS2_9 (c), MS2_16 (d), MS2_25 (e) et MS2_100 (f) observés au MEB-FEG en électrons secondaires

Les six faciès de rupture présentés, ainsi que celui de l'éprouvette 1040_25, non illustré dans ce manuscrit, sont extrêmement similaires. Des zones de rupture intergranulaire très marquées sont assez clairement observables, ainsi que des zones où la rupture semble plus transgranulaire. La principale différence entre ces faciès est la proportion de rupture intergranulaire. Le faciès de l'éprouvette MS2_16 (figure 51 d) semble beaucoup plus intergranulaire que les autres. Afin de quantifier cette observation, la fraction surfacique de rupture intergranulaire sur les faciès a été quantifiée selon la même méthode que dans la section précédente. Les résultats de ces mesures sont présentés en figure 52 aux côtés des limites d'élasticité calculées à partir du modèle de Panella [Panella 2021] en fonction du rayon équivalent moyen des précipités secondaires.

Le résultat le plus marquant visible sur ce graphique est la **corrélation entre les pics de limite d'élasticité théorique et de fraction surfacique de rupture intergranulaire** pour des précipités secondaires d'environ 150 nm. Lorsque le pic de durcissement des cœurs de grains est atteint, les grains d'orientation cristalline « favorable » à la plasticité développent de la plasticité, et de l'endommagement plus tard. **L'endommagement des joints de grains intervient donc probablement plus tôt que l'endommagement à l'intérieur des grains, menant à des ruptures intergranulaires des éprouvettes par décohésion des joints de grains.**

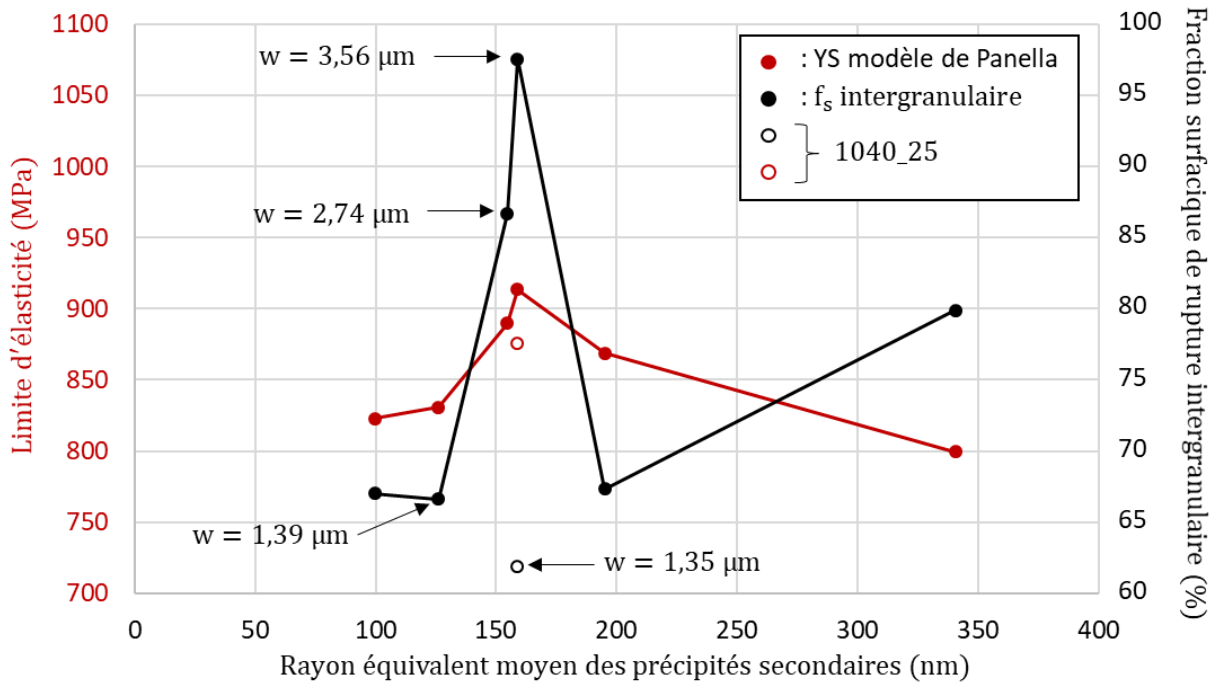


Figure 52 : fractions surfaciques de rupture intergranulaire sur les faciès de rupture (f_s) et limites d'élasticité calculées à partir du modèle de Panella [Panella 2021] en fonction des rayons équivalents moyens des précipités secondaires

Le fait que le pic de fraction surfacique de rupture intergranulaire corresponde au pic de limite d'élasticité théorique, et non au pic expérimental (voir figure 48), montre que le décalage observé entre ces deux derniers pics est probablement dû à la méthode de mesure des précipités utilisée dans cette thèse. Dans ses travaux de thèse, Panella [Panella 2021] a utilisé une méthode de mesure du rayon équivalent et de la fraction surfacique de précipité basée sur un programme d'apprentissage supervisé (machine learning), alors que pour le travail présenté ici, un protocole de mesure simple a été mis au point afin d'être utilisé sur les cinq alliages de l'étude. Ce protocole unique, sous forme de macro Fiji, est un compromis permettant d'avoir des résultats comparables pour toutes les microstructures et tous les alliages de l'étude. Il est donc beaucoup moins performant que la méthode développée par Panella spécifiquement pour l'AD730TM.

Les faciès de rupture ont également été analysés à plus fort grandissement. Un regard particulier a été porté aux facettes supposées intergranulaires. Premièrement, parmi ces facettes, certaines ne sont pas intergranulaires, comme la facette présentée en figure 53, observée sur le faciès de rupture de l'éprouvette MS2_9. Il est très clair sur le cliché en figure 53 a que **la rupture ayant menée à la formation de cette facette s'est faite par des mécanismes différents dans la PFZ et à cœur de grains**. Le cliché en figure 53 b, à plus fort grandissement, révèle dans la PFZ un motif pouvant être associé à du glissement dévié, ou alterné, ou une combinaison des deux, ne menant pas à de l'endommagement. En revanche, dans le prolongement à cœur de grains de ces potentielles traces de plasticité dans la PFZ, de l'endommagement est clairement visible. Ces observations pourraient indiquer que des micro-volumes auraient été présents à plus faible déformation, au début de la plasticité, et auraient entraîné ces types de plasticité et d'endommagement. De tels micro-volumes, illustrés en figure 54, ont déjà été observés à une température proche dans l'Udimet 720Li [Larrouy 2014].

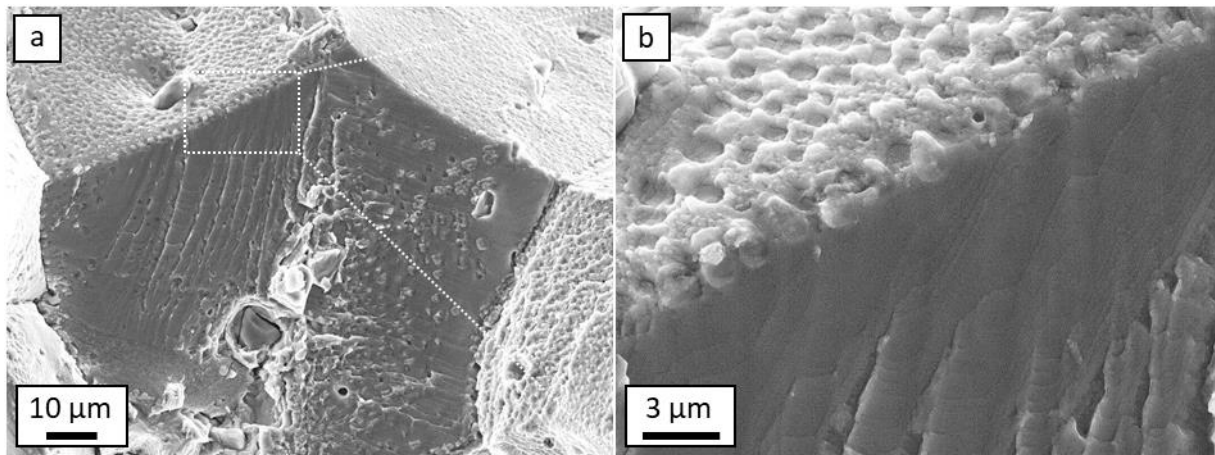


Figure 53 : observation au MEB-FEG en électrons secondaires d'une facette sur le faciès de rupture de l'éprouvette MS2_9 présentant des traces de plasticité et d'endommagement

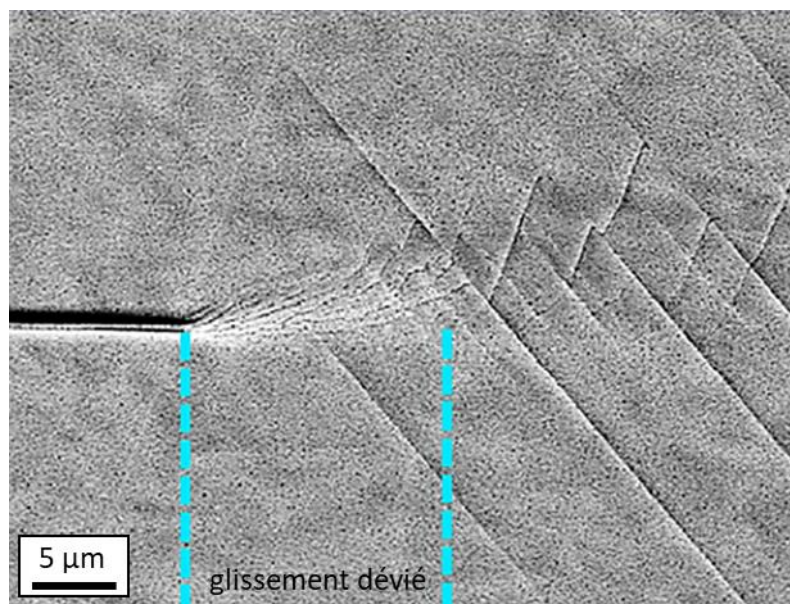


Figure 54 : mise en évidence de glissements déviés et multiples dans un micro-volume de l'Udimet 720Li à 650 °C après 0,15% de déformation plastique [Larrouy, 2014]

Ainsi, il est possible d'imaginer un scénario où un micro-volume se serait développé dans la PFZ. La formation de micro-volumes entraînant une concentration locale de la contrainte, du glissement dévié et alterné a pu apparaître dans la PFZ. Les dislocations associées à cette plasticité se sont ainsi empilées à l'interface entre la PFZ, durcie par une structure de précipitation tertiaire monomodale, et le cœur de grain, durci par une structure bimodale de précipitation tertiaire et secondaire ne permettant pas la transmission de la plasticité. Plus tard dans l'essai, l'augmentation de la contrainte a permis aux dislocations de cet empilement d'entrer dans le cœur de grains, entraînant la propagation de la plasticité et le développement d'endommagement.

Il a également été observé sur ce même faciès des zones où l'endommagement pourrait être lié à du glissement dévié et/ou alterné sans présence de micro-volume, comme le montre la figure 55 a. L'amorçage de fissures secondaires sur des carbonitrides a également été détectés sur certains faciès. Un tel amorçage est illustré en figure 55 b. Sur ce cliché, seule l'empreinte

laissée par un carbonitruure est visible, ce dernier étant probablement resté sur l'autre faciès de l'éprouvette MS2_16.

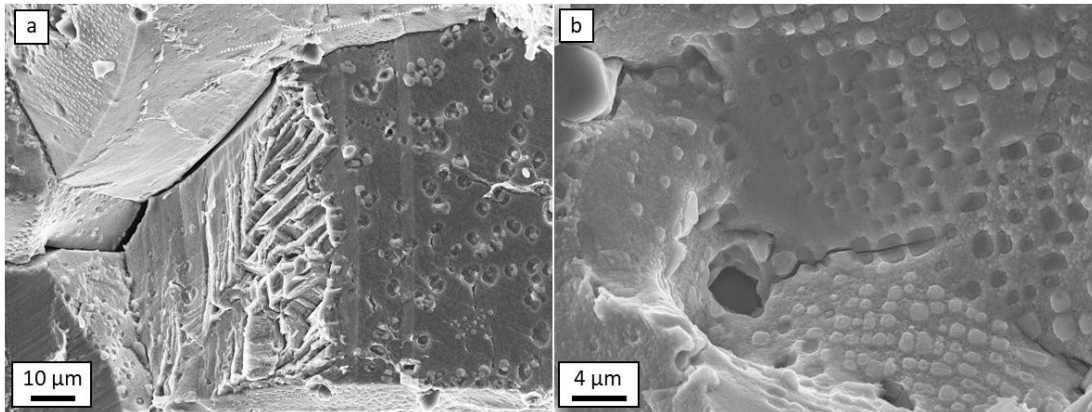


Figure 55 : observations à fort grossissement des faciès de rupture des éprouvettes MS2_9 (a) et MS2_16 (b) au MEB-FEG en électrons secondaires

Ce type de structure n'a pas été observé pour les éprouvettes MS1, présentant une structure de précipitation monomodale sans PFZ, et R1, R2 et R2_25, présentant des précipités tertiaires plus gros, supposés plus durcissants. **Ce type d'endommagement ne se développe pas lorsque les PFZ ne sont pas présentes, et lorsqu'elles sont renforcées par le grossissement des précipités tertiaires lors des revenus.** Cependant, les facettes présentées dans les paragraphes précédents ne représentent qu'une très faible proportion des facettes présentes sur les faciès. La très grande majorité des facettes sont réellement intergranulaires et probablement issues de la décohésion de joints de grains, comme celle illustrée en figure 56.

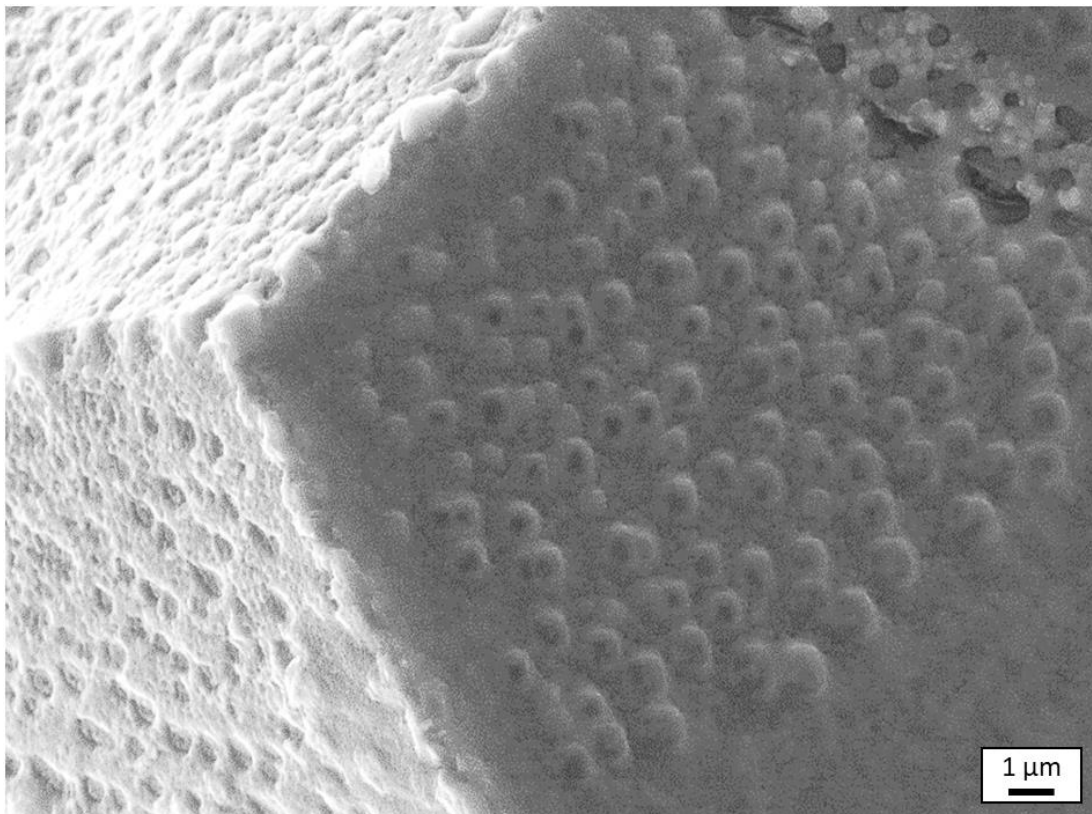


Figure 56 : facette intergranulaire issues de la décohésion de joints de grains sur le faciès de rupture de l'éprouvette MS2_4

II.3.3 : Analyse des coupes longitudinales d'éprouvettes et mécanismes d'endommagement en traction à 700 °C

Afin d'évaluer l'influence des PFZ sur les mécanismes d'endommagement en traction à 700 °C et d'expliquer le comportement particulier des microstructures avant revenus, une analyse en coupe longitudinale des éprouvettes rompues est présentée dans cette section.

Dans un premier temps, les coupes longitudinales ont été observées à faible grandissement. Ces coupes des éprouvettes MS2_9, MS2_25 et R2 sont présentées en figure 57. L'allure typique des courbes rationnelles de traction correspondantes est illustrée sur chaque cliché.

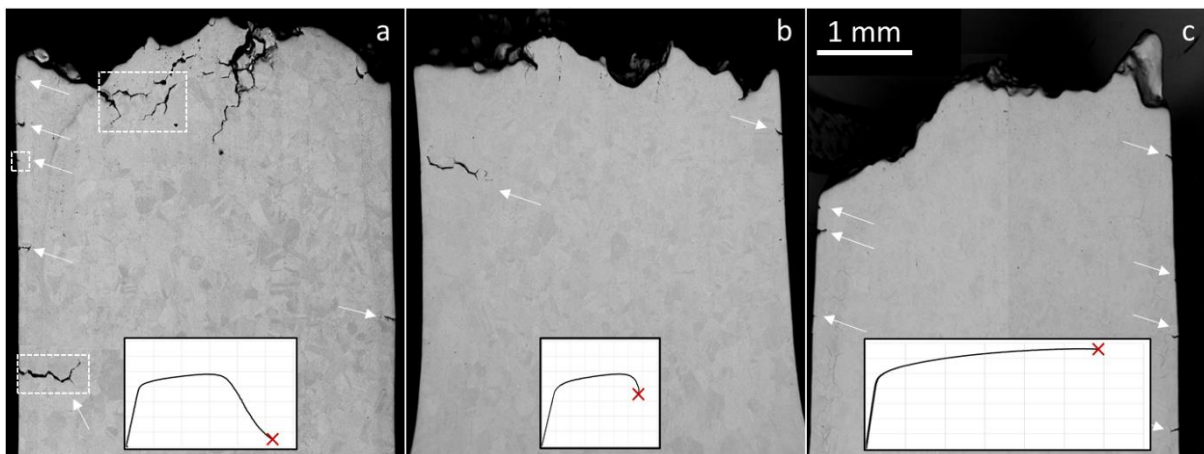


Figure 57 : coupes longitudinales des éprouvettes MS2_9 (a), MS2_25 (b) et R2 (c) observées au MEB-FEG en électrons rétrodiffusés

L'étude de ces coupes a permis d'établir un lien entre la déconsolidation des éprouvettes et la présence de fissures secondaires. En effet, l'éprouvette MS2_9, correspondant à une des plus fortes déconsolidations observées dans ces travaux, présente de nombreuses fissures secondaires, à la fois sous le faciès et en surface loin du faciès (indiqué par des flèches blanches). L'éprouvette MS2_25 présente beaucoup moins de fissures secondaires, notamment sous le faciès, avec une faible déconsolidation et une rupture à plus forte contrainte. Ce constat est également fait pour l'éprouvette MS2_100. Cela pourrait traduire un (ΔK) seuil de propagation de fissures plus bas, ou une ténacité plus basse, en présence de PFZ larges. Enfin, la microstructure R2 a un comportement en traction à 700 °C totalement différent : l'éprouvette ne déconsolide pas, et l'allongement à rupture est beaucoup plus fort. La coupe longitudinale montre quelques fissures secondaires. Ces fissures sont très courtes, leur propagation est donc bloquée par des éléments de microstructures. Il est impossible à cette échelle d'établir si ces fissures sont intergranulaires ou transgranulaires, mais dans l'hypothèse où elles seraient intergranulaires, les carbures et borures intergranulaires formés lors des revenus pourraient être responsables de ce blocage.

Des observations à plus fort grandissement ont été effectuées afin d'étudier ces fissures secondaires. Les fissures encadrées sur la figure 57 a sont illustrées en figure 58. Ces fissures sont toutes intergranulaires, ce qui conforte l'hypothèse avancée dans le paragraphe précédent. Un carbonitride fissuré est également présent sur la figure 58 a. Cependant il semble peu probable que la fissuration des carbonitrides soit à l'origine de ces fissures, prenant pour la plupart naissance en surface des éprouvettes, ou très proche de la surface.

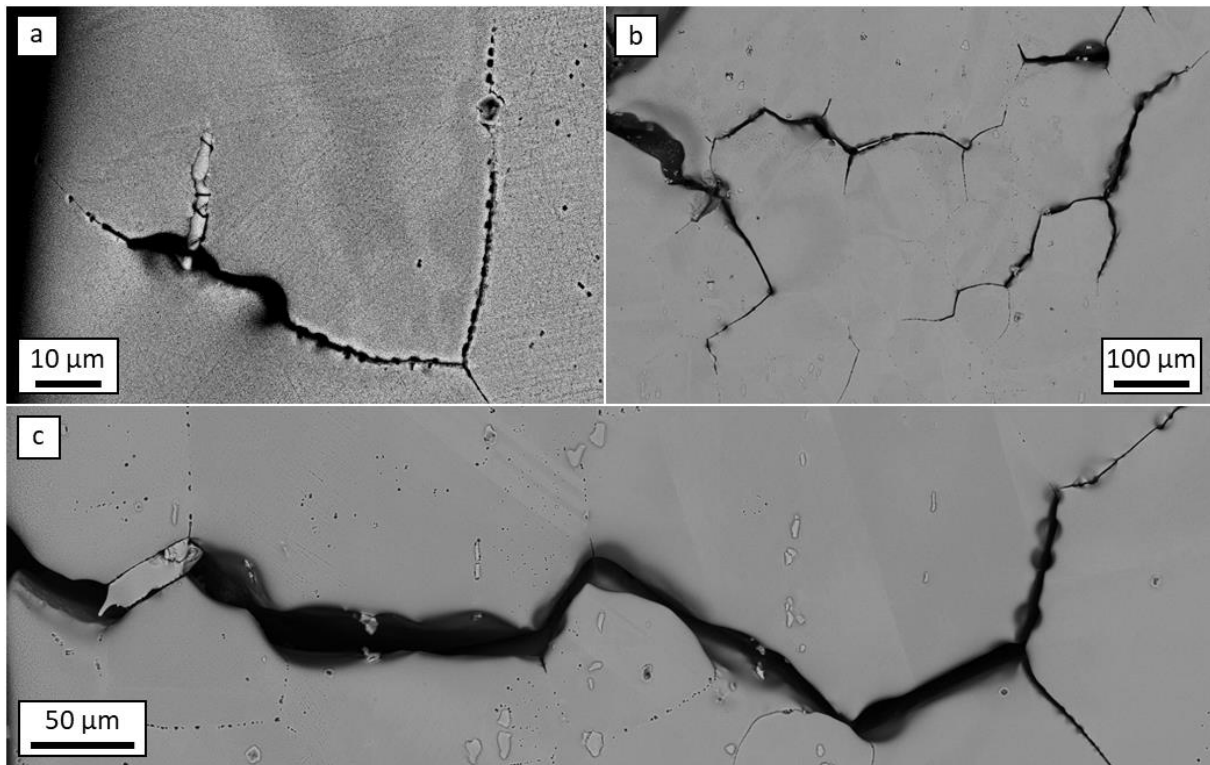


Figure 58 : fissures secondaires présentes sur la coupe longitudinale de l'éprouvette MS2_9 observées au MEB-FEG en électrons rétrodiffusés

Ce type d'analyse a été effectué pour chaque éprouvette avant revenus, menant aux mêmes constatations. Cependant, comme le montre la figure 59, des structures de déformation et/ou d'endommagement particulières ont été mise en évidence pour certaines éprouvettes. Premièrement, il s'est avéré que certaines fissures secondaires présentent un liseré, d'oxydes ou de carbures, comme le montrent les figures 59 et 60, respectivement sur les éprouvettes MS2_16 et MS2_25. De plus, comme le montre le cliché en figure 59 b, une seconde fissure secondaire semble prendre naissance au niveau d'une particule à un joint triple, et se propager dans la PFZ et vers le cœur de grains. Le chemin de propagation de cette fissure semble correspondre aux traces d'endommagement observées sur le faciès de rupture de l'éprouvette MS2_9 en figure 53, et donc au mécanisme de déformation lié à la formation de micro-volumes décrit par Larrouy [Larrouy 2014] et illustré en figure 54. Cette observation confirme donc que **les micro-volumes peuvent mener à de l'endommagement dans les PFZ dans l'AD730™ HC en traction à 700 °C**. De plus, cette fissure ne se propage pas au cœur du grain, ce qui montre que **les PFZ sont plus sujettes à l'endommagement que le cœur des grains**. Une configuration très similaire a été observée sur la coupe longitudinale de l'éprouvette MS2_25 (Fig. 60), où un liseré est présent dans une fissure secondaire, et où un début de fissure est visible à un joint de grains et se prolonge par des bandes de glissement traversant la totalité du grain.

Finalement, ces analyses montrent que l'endommagement dans les microstructures avant revenus est principalement dû à des mécanismes d'endommagement liés aux joints de grains, menant à de nombreuses fissures intergranulaires.

La multiplication des fissures secondaires est à l'origine de la déconsolidation des éprouvettes. De plus, compte-tenu de l'aspect des faciès de rupture, **ces fissures**

intergranulaires sont probablement également à l'origine des ruptures finales des éprouvettes.

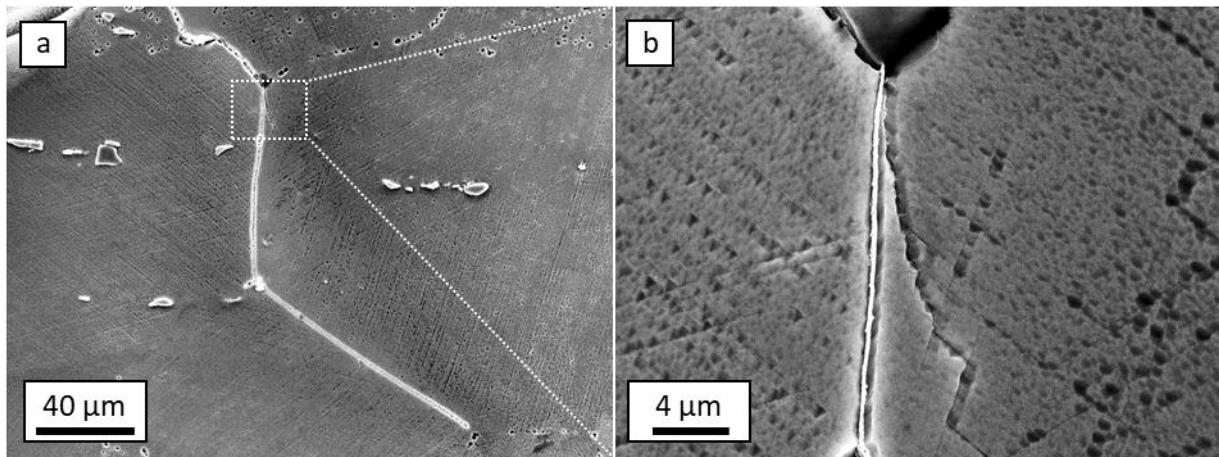


Figure 59 : fissures secondaires intergranulaire (a), et dans une PFZ (b) observées sur la coupe longitudinale de l'éprouvette MS2_16

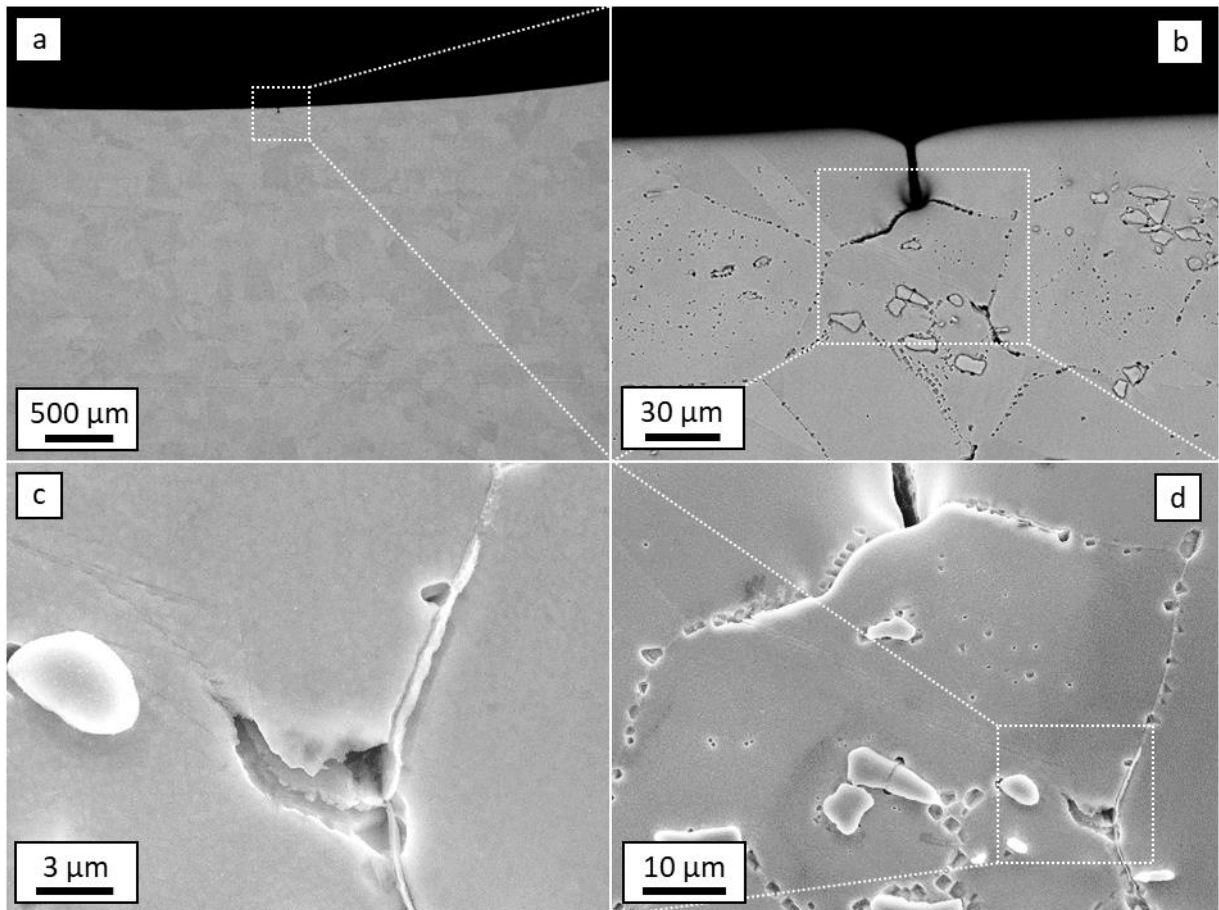


Figure 60 : analyse d'une fissure secondaire sur la coupe longitudinale de l'éprouvette MS2_25

Suite à ces observations, des analyses complémentaires ont été menées afin d'identifier la nature des liserés présents dans certaines fissures secondaires. Pour cela, des cartographies EDS ont été effectuées sur les fissures secondaires de la coupe longitudinale de l'éprouvette MS2_25. Deux de ces cartographies sont présentées en figure 61. Elles ont révélé que **ces liserés sont constitués d'oxydes** dont la nature n'a pas pu être déterminée. Cependant, pour

une des fissures, un enrichissement en Ti a été observé. Il est donc possible que ces oxydes soient des oxydes de titane.

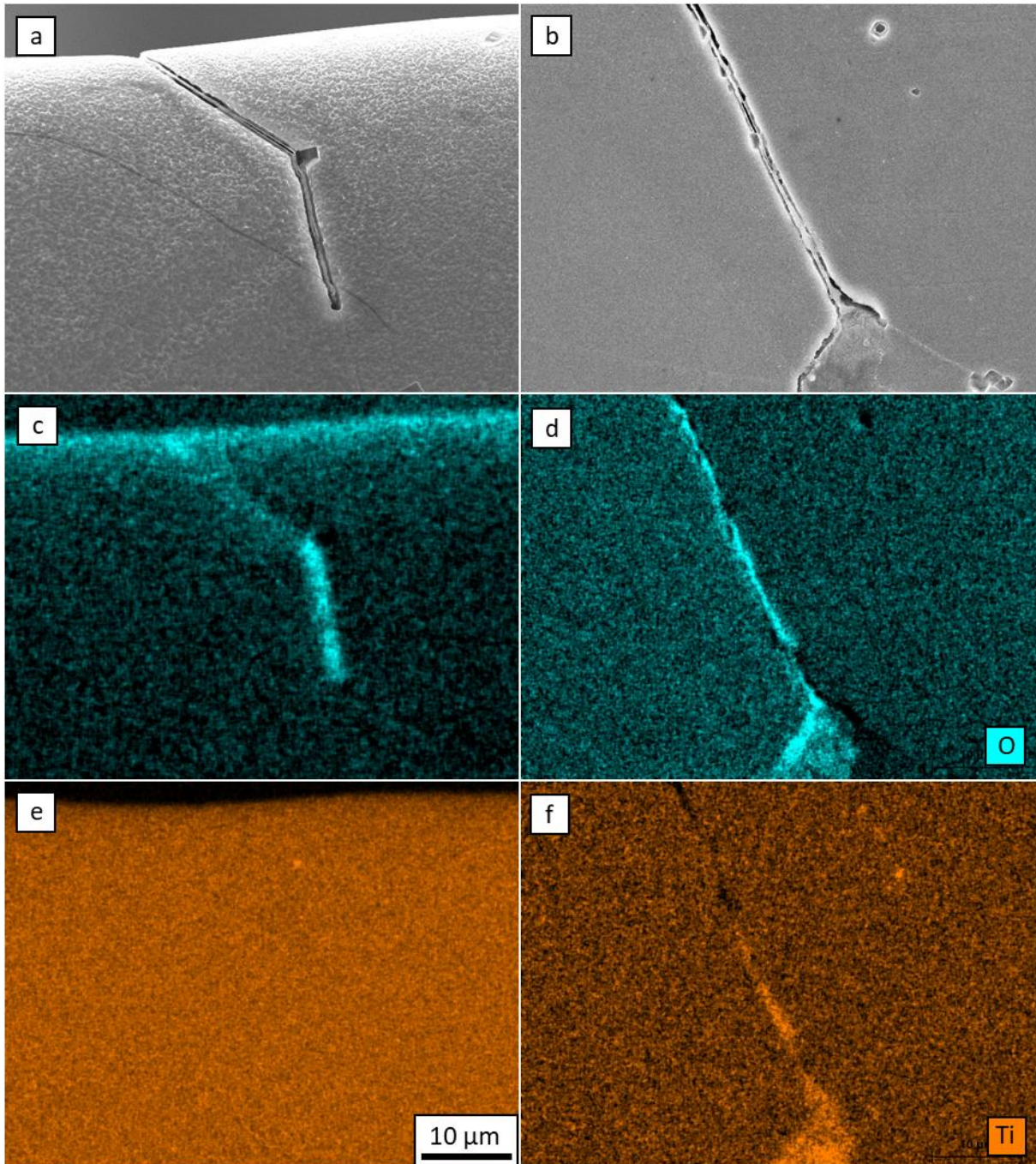


Figure 61 : fissures secondaires dans l'éprouvette MS2_25 présentant des liserés d'oxydes observées au MEB en électrons secondaires (a) et (b) et cartographies EDS-X de l'oxygène (c) et (d) et du titane (e) et (f) de ces fissures

La coupe longitudinale de l'éprouvette MS1, la seule ne présentant pas de PFZ, est extrêmement semblable à celle de l'éprouvette MS2_9 présentée en figure 57 a. Cependant, aucun liseré d'oxydes n'a été observé sur cette éprouvette. Cela pourrait indiquer que **les joints de grains présentant des PFZ sont plus susceptibles de s'oxyder que les joints de grains n'en présentant pas**. Un résultat similaire a été obtenu par Mac Mahon et Coffin dans l'Udimet 500 en fatigue à très faible nombre de cycles à 815 °C (sous-section I.1.1, figure 3) [McMahon and Coffin 1970]. Si ce constat est avéré dans le cas présent, cela pourrait être

directement relié à l'enrichissement en Ti des joints de grains lors de la croissance des PFZ révélé par les analyses EDS sous MET.

Il est impossible de déterminer avec précision si ces oxydes se sont formés après ouverture des fissures, si les joints de grains se sont oxydés avant de fissurer, ou si la fissuration et l'oxydation des joints de grains se sont fait simultanément. Cependant, ces oxydes n'ont été détectés que sur des fissures très faiblement ouvertes. Aucun n'est présent sur les fissures fortement ouvertes, ce qui laisse penser que l'oxydation a eu lieu simultanément à la fissuration, ou que les joints de grains ont été oxydés, ce qui a mené à leur fissuration. Dans les deux cas, les oxydes ont pu se détacher ensuite lors de la fissuration, les rendant indétectables dans les fissures ouvertes. De même, aucun joint de grains oxydé n'a été observé sans fissuration, ce qui laisse pensé que l'oxydation et la fissuration sont simultanées. Il est donc possible que le mécanisme à l'œuvre ici soit la **fissuration assistée par l'oxydation**, phénomène déjà observé et associé à la déconsolidation d'éprouvettes en traction dans les travaux de thèse de Revaud sur le 718Plus [Revaud 2013].

La même étude a été menée sur l'éprouvette R2, correspondant à la microstructure après revenus, menant aux mêmes conclusions. Compte-tenu des résultats présentés dans les deux sections précédentes, et de la faible longueur des fissures secondaires dans cette microstructure, il semblerait que **les différences de comportement en traction à 700 °C observées entre les éprouvettes avant et après revenus soient principalement dues à la précipitation de carbures et borures secondaires aux joints de grains, ces particules empêchant la propagation de fissures assistée par l'oxydation.**

II.3.4 : Bilan du chapitre II.3

Ce chapitre avait pour but d'établir l'influence de la gamme de traitement thermique standard de l'AD730™ ainsi que celle de la largeur de PFZ sur les propriétés en traction à 700 °C et les mécanismes d'endommagement dans l'AD730™ HC. Pour cela, des éprouvettes ont été fabriquées selon le plan d'expérience présenté dans le chapitre précédent.

La première section de ce chapitre a été consacrée à l'étude de l'influence de la gamme de traitement thermique standard de l'AD730™ sur les propriétés en traction à 700 °C de l'AD730™ HC. Premièrement, les éprouvettes correspondant à des microstructures avant revenus, MS1 et MS2, présentent une déconsolidation : lors des essais, la contrainte retombe quasiment à 0 MPa avant la rupture de l'éprouvette. Ces microstructures sont donc particulièrement tolérantes à l'endommagement. Cette propriété pourrait être très intéressante pour des applications où la détection de l'endommagement avant rupture est importante, ou pour des applications où les ruptures brutales ne sont pas souhaitées. Cependant, ces microstructures présentent des limites d'élasticité et des contraintes maximales atteintes relativement faibles, ainsi qu'un allongement à rupture plus bas qu'après revenus. La réalisation de revenus permet d'améliorer toutes les propriétés en traction à 700 °C. En effet, lors des revenus, le cœur de grains et les PFZ sont renforcés par l'augmentation du rayon équivalent des précipités tertiaires, mais les joints de grains le sont aussi par la formation de carbures et borures secondaires aux joints de grains. En revanche, les éprouvettes après revenus rompent de manière brutale, la déconsolidation des éprouvettes disparaît, la tolérance à l'endommagement est donc nettement diminuée. L'analyse des faciès de rupture a permis de mettre en évidence une différence d'aspect entre les faciès avant revenus, dont l'aspect intergranulaire de la rupture est très marqué, et les éprouvettes après revenus, dont les faciès sont plus transgranulaires, et où l'aspect intergranulaire des zones de rupture de ce type est très peu marqué. Il apparaît donc qu'avant revenus les joints de grains sont moins résistants que les cœurs de grains, ce qui mène à un endommagement principalement intergranulaire, et que lors des revenus, le renforcement des joints de grains est plus efficace que celui des grains, menant à des ruptures plutôt transgranulaires.

La deuxième section de ce chapitre portait principalement sur l'étude de l'influence des PFZ sur les propriétés en traction à 700 °C de l'AD730™ HC. Le résultat le plus marquant de cette étude est la relation directe mise en évidence entre la largeur de PFZ et la déformation à contrainte maximale. Cette relation traduit l'impact néfaste des PFZ sur la résistance à l'amorçage de fissure. De plus, il a été observé qu'en l'absence de revenus plus les PFZ sont larges, moins la déconsolidation des éprouvettes est importante, et plus la rupture des éprouvettes intervient tôt en terme de contrainte. En d'autres termes, l'augmentation de la largeur des PFZ réduit la tolérance aux dommages des éprouvettes. Cela pourrait traduire un impact néfaste des PFZ à la fois sur l'amorçage de fissures et sur la ténacité. Enfin, l'analyse des faciès de rupture à fort grandissement a montré que les ruptures transgranulaires semblent très liées au développement de plasticité et d'endommagement dans les PFZ, ce qui pourrait potentiellement être dû à la formation de micro-volumes.

La dernière section de ce chapitre, dédiée à l'analyse des mécanismes d'endommagement via l'observation de coupes longitudinales, a permis de mettre en évidence un lien direct entre la déconsolidation des éprouvettes et la présence de fissures secondaires intergranulaires. Le mécanisme d'endommagement menant à la formation de ces

fissures pourrait être la fissuration assistée par l'oxydation des joints de grains. Enfin, la précipitation de carbures et de borures aux joints de grains lors des revenus permet d'empêcher la propagation de ces fissures, et donc la déconsolidation des éprouvettes. Cela mène également à un allongement à rupture plus important et à des limites d'élasticité et contraintes maximales atteintes plus hautes. Le schéma en figure 62 résume l'impact des différents traitements thermiques sur les microstructures et les courbes de traction rationnelle associées.

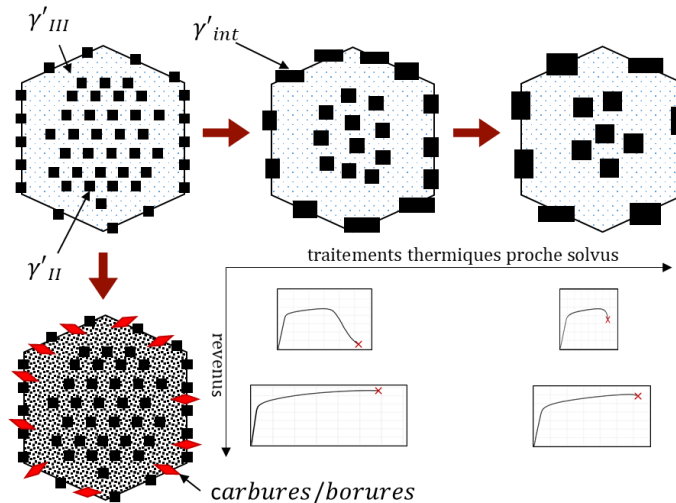


Figure 62 : schématisation de l'influence des différents traitements thermiques sur la microstructure et sur les courbes de traction rationnelle correspondantes

Les différentes propriétés en traction à 700 °C ainsi que les paramètres descriptifs des microstructures testées sont compilés dans le tableau 5.

Tableau 5 : récapitulatif des différentes propriétés mécaniques en traction à 700 °C extraites des courbes de traction rationnelles et des paramètres descriptifs des microstructures

Nom	D (μm)	w (μm)	σ (μm)	r_{II} (nm)	σ (nm)	r_{int} (nm)	σ (nm)	r_{III} (nm)	σ (nm)	$\sigma_{y,bi}$ (MPa)	$\sigma_{y,mono}$ (MPa)	E (GPa)	YS (MPa)	UTS (MPa)	A%	ϵ_{UTS} (%)
MS1	158	-	-	20	9	-	-	-	-	-	759	171	808	969	5.0	3.5
MS2	158	1.39	0.42	126	27	236	73	9	4.8	831		167	803	943	5.6	3.5
R1	158	1.39	0.42	126	27	236	73	10	3.0	850		169	928	1271	9.4	9.0
R2	158	1.39	0.42	126	27	236	73	14	5.4	843		173	972	1325	11.6	10.9
R2_2	320	1.39	0.42	126	27	236	73	14	5.4	825		180	973	1273	8.4	7.8
R2_25	158	3.97	0.97	195	64	369	86	14	5.4	880		182	915	1212	6.2	5.8
MS2_1	158	0.90	0.55	100	18	157	56	9.1	4.2	823		175	833	984	6.6	4.2
MS2_4	158	1.39	0.84	126	27	236	73	9.4	4.7	831		167	803	943	5.6	3.5
MS2_9	158	2.74	1.19	155	56	251	81	9.2	4.1	890		167	832	932	5.3	3.3
MS2_16	158	3.56	1.54	159	79	322	86	9.0	4.1	914		170	849	963	5.3	2.9
MS2_25	158	3.97	0.97	195	64	369	86	8.1	3.6	869		165	905	975	3.4	2.6
MS2_100	158	7.11	1.51	341	86	560	150	7.8	4.5	800		180	812	872	1.8	1.5
1040_25	158	1.35	0.49	159	47	239	111	9.0	4.0	876		177	768	927	4.8	3.5

Conclusion de la Partie II

La seconde partie de ce manuscrit portait sur l'influence de la largeur de PFZ et de la gamme de traitement thermique standard sur les propriétés en traction de l'AD730TM HC, à la fois à température ambiante et à 700 °C. Pour cela, après une étude des éléments disponibles dans la littérature, un plan d'expériences a été mis au point et réalisé à partir des résultats de la partie I. Les premiers stades de plasticité ont été étudiés à température ambiante à l'aide d'essai de traction in-situ sous MEB, et les mécanismes d'endommagement à 700 °C ont été étudiés à partir de coupes longitudinales d'éprouvettes rompues.

A température ambiante, les revenus de la gamme de traitement thermique standard permettent d'améliorer la limite d'élasticité, sans influencer la contrainte à rupture, mais en abaissant l'allongement à rupture. Cette augmentation de la limite d'élasticité s'explique par le renforcement des cœurs de grains, et des PFZ, par le mûrissement des précipités tertiaires. L'étude des faciès de rupture a également montré que la rupture, mixte avant revenus, est principalement intergranulaire après revenus, traduisant un renforcement plus efficace des cœurs de grains par la précipitation tertiaire que celui des joints de grains par la précipitation de carbures et borures secondaires. Concernant la seconde partie du plan d'expériences, l'influence des PFZ à cette température est très peu marquée, les courbes de traction rationnelles sont superposées peu importe la largeur de PFZ. Les valeurs de limite d'élasticité particulièrement basses par rapport aux résultats attendus d'après le modèle de Panella [Panella 2021] pourraient indiquer que les premiers stades de plasticité interviennent dans les PFZ, non prises en compte dans ce modèle. Ces premiers stades de plasticité ont été étudiés lors d'essais in-situ, et la formation de micro-volumes a été observée dans les PFZ, mais également aux joints de macles, ne présentant pas de PFZ. Le résultat le plus marquant concernant ces essais est la formation de zones à glissements multiples lorsque des micro-volumes se forment dans des PFZ, et la corrélation entre la taille des PFZ et la taille de ces zones à glissement alterné. Enfin, l'étude des faciès de rupture des éprouvettes rompues a permis de mettre en évidence une différence de comportement à rupture entre les cœurs de grains, présentant des cupules traduisant une rupture ductile, et les PFZ présentant des ruptures plus planaires, généralement représentatives de rupture plus brutales.

A 700 °C, l'impact des revenus est beaucoup plus marqué qu'à température ambiante. Ils permettent d'améliorer toutes les propriétés étudiées ici. Cet effet bénéfique des revenus sur les propriétés en traction à 700 °C est dû en partie au durcissement des cœurs de grains et des PFZ par le mûrissement des précipités tertiaires, mais surtout au renforcement des joints de grains par la précipitation des borures et carbures secondaires. En effet, dans ces conditions de sollicitations, les mécanismes d'endommagement sont principalement liés aux joints de grains, et ces particules permettent notamment de limiter le glissement intergranulaire. Les éprouvettes avant revenus présentent quant à elles une très forte tolérance aux dommages, malgré des propriétés globalement moins bonnes. Cette tolérance semble liée à la capacité de ces microstructures à former des fissures secondaires non fatales. Cependant, l'étude de l'influence de la largeur de PFZ a permis de montrer que cette capacité

est perdue lorsque la largeur de PFZ devient trop élevée. Il semble possible que des PFZ très larges favorisent une propagation multiple des fissures, et une rupture prématurée des éprouvettes. Une relation quasi-linéaire entre la largeur de PFZ et la déformation à contrainte maximale a également été mise en évidence, traduisant une influence directe de la largeur de PFZ sur le début de l'endommagement, et donc probablement sur l'amorçage des fissures. Des zones montrant des signes de présence de micro-volumes ont été observées à la fois sur les faciès de rupture, et sur les coupes longitudinales. Il est donc probable que les micro-volumes jouent un rôle dans les premiers stades d'endommagement à 700 °C. Enfin, l'analyse des coupes longitudinales montre que les mécanismes de fissuration sont assistés par l'oxydation, et que la présence de carbures et borures intergranulaires permet probablement d'empêcher la propagation des fissures, et finalement de retarder le développement de l'endommagement et la rupture des éprouvettes.

Références de la Partie II

Les références de la partie suivante « Conclusions Générales & Perspectives » sont incluses dans la liste ci-dessous.

- ABE, M., ASANO, K., AND FUJIWARA, A. 1973. Influence of the precipitate-free zone width on the tensile properties of an Al-6 Wt pct Zn-1.2 Wt pct Mg alloy. *Metallurgical Transactions* 4, 6, 1499–1505.
- BAITHER, D., KROL, T., AND NEMBACH, E. 2003. In-situ transmission electron microscopy study of dislocation processes at precipitate-free zones in a γ' -strengthened superalloy. *Philosophical Magazine* 83, 35, 4011–4029.
- BAITHER, D., KROL, T., AND NEMBACH, E. 2004. Dislocation processes in precipitate-free zones in NIMONIC PE16 studied by in situ transmission electron microscopy. *Materials Science and Engineering: A* 387–389, 163–166.
- BILLOT, T. 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. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://theses.hal.science/tel-00545922>.
- BOCCHINI, P.J., SUDBRACK, C.K., NOEBE, R.D., DUNAND, D.C., AND SEIDMAN, D.N. 2016. Microstructural and Creep Properties of Boron- and Zirconium-Containing Cobalt-Based Superalloys. *MSEA* 682, 260-269.
- CONDAT, M. AND DÉCAMPS, B. 1987. Shearing of γ' precipitates by single $a/2 \langle 110 \rangle$ matrix dislocations in a γ/γ' Ni-based superalloy. *Scripta Metallurgica* 21, 5, 607–612.
- DECAMPS, B., RAUJOL, S., COUJOU, A., ET AL. 2004. On the shearing mechanism of γ' precipitates by a single $(a/6)\langle 112 \rangle$ Shockley partial in Ni-based superalloys. *Philosophical Magazine* 84, 1, 91–107.
- DEVAUX, A., LI, W., CROZET, C., AND LARDON, J.M. 2016. Evaluation of AD730TM for High Temperature Fastener Applications. *Superalloys 2016: Proceedings of the 13th International Symposium on Superalloys*, 469-477.
- GALINDO-NAVA, E.I., CONNOR, L.D., AND RAE, C.M.F. 2015. On the prediction of the yield stress of unimodal and multimodal γ' Nickel-base superalloys. *Acta Materialia* 98, 377–390.
- KONTIS, P., ALABORT, E., BARBA, D., COLLINS, D.M., WILKINSON, A.J., AND REED, R.C. 2017. On the role of boron on improving ductility in a new polycrystalline superalloy. *Acta Materialia* 124, 489–500.

- KROL, T., BAITHER, D., AND NEMBACH, E. 2003. Quantification of the detrimental effects of precipitate free zones on the yield strength of a superalloy. *Scripta Materialia* 48, 8, 1189–1194.
- KROL, T., BAITHER, D., AND NEMBACH, E. 2004a. The formation of precipitate free zones along grain boundaries in a superalloy and the ensuing effects on its plastic deformation. *Acta Materialia* 52, 7, 2095–2108.
- KROL, T., BAITHER, D., AND NEMBACH, E. 2004b. Softening of the superalloy NIMONIC PE16 by precipitate free zones along grain boundaries. *Materials Science and Engineering: A* 387–389, 214–217.
- LARROUY, B. 2014. Mécanismes de déformation et d'amorçage de fissures dans l'alliage Udimet™ 720Li en relation avec les paramètres microstructuraux. Thèse de doctorat. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://theses.hal.science/tel-01129092>.
- LARROUY, B., VILLECHAISE, P., CORMIER, J., AND BERTEAUX, O. 2015. Grain boundary–slip bands interactions: Impact on the fatigue crack initiation in a polycrystalline forged Ni-based superalloy. *Acta Materialia* 99, 325–336.
- 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. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://theses.hal.science/tel-01371652>.
- LI, S., YANG, J., ZHUANG, J., ET AL. 1994. The Effect of Delta-Phase on Crack Propagation Under Creep and Fatigue Conditions in Alloy 718. *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives (1994)*, 545–555.
- MALDONADO, R. AND NEMBACH, E. 1997. The formation of precipitate free zones and the growth of grain boundary carbides in the nickel-base superalloy NIMONIC PE16. *Acta Materialia* 45, 1, 213–224.
- MANGEN, W. AND NEMBACH, E. 1989. The effect of grain size on the yield strength of the γ' -hardened superalloy NIMONIC PE16. *Acta Metallurgica* 37, 5, 1451–1463.
- McMAHON, C.J. AND COFFIN, L.F. 1970. Mechanisms of damage and fracture in high-temperature, low-cycle fatigue of a cast nickel-based superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions B* 1, 12, 3443–3450.
- MROZOWSKI, N. 2021. Mécanismes de propagation de fissure dans un superalliage base nickel polycristallin en régime d'interaction fatigue-fluage-oxydation-vieillissement métallurgique. Thèse de doctorat. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://theses.hal.science/tel-03092324>.
- NEMBACH, E., PESICKA, J., MOHLES, V., BAITHER, D., VOVK, V., AND KROL, T. 2005. The effects of a second aging treatment on the yield strength of γ' -hardened NIMONIC PE16-polycrystals having γ' -precipitate free zones. *Acta Materialia* 53, 8, 2485–2494.

- PANELLA, M. 2021. Prédiction des propriétés mécaniques de superalliages base nickel en relation avec leur microstructure granulaire de précipitation. Thèse de doctorat. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://theses.hal.science/tel-03477822>.
- PARK, D.S. AND NAM, S.W. 1995. Effect of precipitate free zones on low cycle fatigue life of Al–Zn–Mg alloy. *Materials Science and Technology* 11, 9, 921–925.
- PETERSON, A. AND BAKER, I. 2021. The formation mechanism, growth, and effect on the mechanical properties of precipitate free zones in the alumina-forming austenitic stainless steel Fe–20Cr–30Ni–2Nb–5Al during creep. *Materials Science and Engineering: A* 820, 141561.
- PRIESTER, L. 2011. *Joints de grains et plasticité cristalline*. Lavoisier.
- RAUJOL, S. 2004. Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disques d'une turbine. Thèse de doctorat. CEMES. INSA Toulouse. Toulouse. <https://www.theses.fr/2004ISAT0015>.
- RAYMOND, E.L. 1967. Effect of grain boundary denudation of gamma prime on notch-rupture ductility of Inconel alloys X-750 and 718. *Transactions of the Metallurgical Society of American Institute of Mining* 239, 1415-22.
- REVAUD, M. 2013. Optimisation métallurgique du superalliage à base de Nickel 718Plus. Thèse de doctorat. Centre des Matériaux. Mines ParisTech. Evry. <https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00957905/file/2013ENMP0048.pdf>.
- RYUM, N. 1968. The influence of a precipitate-free zone on the mechanical properties of an Al–Mg–Zn alloy. *Acta Metallurgica* 16, 3, 327–332.
- THEBAUD, L. 2017. Etude des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau superalliage base nickel AD730TM. Thèse de doctorat. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://theses.hal.science/tel-01735104>.
- VILLECHAISE, P., CORMIER, J., BILLOT, T., AND MENDEZ, J. 2012. Mechanical Behavior and Damage Processes of Udimet 720Li: Influence of Localized Plasticity at Grain Boundaries. *Superalloys 2012*, 13–24.

Index des Illustrations de la Partie II

Les illustrations de la partie suivante « Conclusions Générales & Perspectives » sont reportées dans la liste ci-dessous.

Figures

Figure 1 : microstructure aux abords des joints de grains dans l'alliage A1 (a) et A2 (b), et comparaison du comportement en LCF des deux alliages (c) [Park and Nam 1995]	117
Figure 2 : AD730 TM à grains fins après 4h à 1080 °C et refroidissement à l'air puis 8h à 730 °C et refroidissement à l'air [Devaux et al. 2016]	118
Figure 3 : oxydation d'un joint de grains débouchant présentant une PFZ après 25 cycles (a) et joint de grains sain présentant une PFZ avant essai (b) [McMahon and Coffin 1970]	118
Figure 4 : Udimet 720Li à microstructure "homogène" (a) et "hétérogène" (b). Adaptée de [Billot 2010]	119
Figure 5 : états de précipitation à cœur de grains dans les microstructures homogène (a) et hétérogène (b) et microstructures aux abords des joints de grains dans les microstructures homogène (c) et hétérogène (d). Adapté de [Billot 2010]	120
Figure 6 : mécanismes de déformation en fatigue-fluage dans l'Udimet 720Li en fonction du temps de maintien en fluage pour les microstructures homogène et hétérogène. Adapté de [Billot 2010]	121
Figure 7 : structures de dislocations dans la microstructure hétérogène après un essai de fluage pur interrompu à 0,15 % de déformation plastique à cœur de grains (a) et aux abords d'un joint de grains (b) et (b). Adapté de [Billot 2010]	121
Figure 8 : mise en évidence du glissement intergranulaire lors d'essai de fatigue-fluage avec 10 s de temps de maintien en fluage interrompu à 0,5 % de déformation plastique sur la microstructure hétérogène [Billot 2010]	122
Figure 9 : influence de la largeur de PFZ sur la limite d'élasticité du Nimonic PE16 en traction à température ambiante. Adapté de [Krol et al. 2004a]. f = fraction volumique de précipitation γ'	123
Figure 10 : paysage de dislocations aux abords d'un joint de grains dans le Nimonic PE16 après 12,27 % (a), 12,97 % (b), 14,37 % (c), 14,43 % (d) et 14,53 % de déformation en traction. Les notations C, D et S désignent respectivement un carbure, une dislocation, et des sources de dislocations. Les droites en pointillés, discontinues et mixtes désignent respectivement les interfaces PFZ/cœur de grains, les plans de glissement et le joint de grains. D'après [Baither et al. 2003]	124
Figure 11 : microstructure du Nimonic PE16 aux abords d'un joint de grains après un traitement thermique ayant permis de faire précipiter des précipités tertiaires dans la PFZ [Nembach et al. 2005]	125
Figure 12 : microstructures observées au MEB-FEG correspondant aux éprouvettes MS1 (a), MS2 (b), R1 (c) et R2 (d). Les images (e) et (f) correspondent respectivement aux microstructures des éprouvettes MS2 et R1 à plus fort grandissement	130
Figure 13 : microstructures aux abords des joints de grains pour les éprouvettes MS2_1 (a), MS2_9 (b) et MS2_25 (c)	130
Figure 14 : courbes de traction rationnelle pour les microstructures après chaque étape de la gamme de traitement thermique standard	132
Figure 15 : évolution des propriétés macroscopiques en traction à température ambiante en fonction de la taille des précipités tertiaires	133
Figure 16 : limites d'élasticités expérimentales et calculées à partir du modèle de Panella	135
Figure 17 : faciès de rupture des éprouvettes MS1 (a), MS2 (b), R1 (c) et R2 (d) observés au MEB-FEG en électrons secondaires	136
Figure 18 : observation des faciès de rupture des éprouvettes MS2 (a) et R2 (b) au MEB-FEG en électrons secondaires	138
Figure 19 : observation à fort grandissement d'une facette intergranulaire sur le faciès de rupture de l'éprouvette MS2	138
Figure 20 : courbes de traction rationnelles pour des microstructures présentant des PFZ de largeur comprises entre 0,90 et 3,97 μm	139

Figure 21 : évolution de l'allongement à rupture et la contrainte maximale atteinte en fonction de la largeur de PFZ.....	140
Figure 22 : évolution de la limite d'élasticité mesurée expérimentalement et calculée à partir du modèle de Panella en fonction de la largeur de PFZ.....	141
Figure 23 : courbes de traction rationnelles pour les microstructures MS2_4, 1040_25, MS2_9 et MS2_100 ..	142
Figure 24 : limites d'élasticité mesurées expérimentalement et calculées en fonction du rayon équivalent moyen des précipités secondaires.....	142
Figure 25 : courbes rationnelles des essais de tractions pour les microstructures MS2_4, MS2_25, R2 et R2_25	143
Figure 26 : faciès de rupture des éprouvettes MS2_1 (a), MS2_4 (b), MS2_9 (c), MS2_16 (d), MS2_25 (e) et MS2_100 (f) observés au MEB-FEG en électrons secondaires.....	144
Figure 27 : faciès de rupture des éprouvettes MS2_1 (a), MS2_4 (b), MS2_9 (c), MS2_16 (d), MS2_25 (e) et MS2_100 (f) observés au MEB-FEG en électrons secondaires à fort grandissement	145
Figure 28 : trace d'une PFZ sur le faciès de rupture de l'essai MS2_100 observée au MEB-FEG en électrons secondaires à grandissement x1 000 (a) et x10 000 (b).....	146
Figure 29 : coupe longitudinale de l'éprouvette MS2_1 observée au MEB-FEG en électrons secondaires.....	147
Figure 30 : Faisceaux de carbonitrides fissurés et grains allongés (a), décohésion d'un joint de grains (b), décohésion autour d'un carbonitrides (c) et carbonitride fissuré (d) observés sur la coupe longitudinale de l'éprouvette MS2_1.....	147
Figure 31 : Carbonitrides fissurés et grains allongés (a), décohésion d'un joint de grains (b), cœurs de grains déformés (c,d), et observations à plus fort grandissement de traces de bandes de glissements (e,f) sur la coupe longitudinale de l'éprouvette MS2_4	149
Figure 32 : courbes de traction conventionnelles macroscopique et in-situ des essais MS2_4	150
Figure 33 : bandes de glissements aux abords d'un joint de grains après application de 600 MPa en traction et déchargement pour l'éprouvette MS2_4	151
Figure 34 : microstructure aux abords d'un joint de grains en traction sous 500 MPa (a), 550 MPa (b), 600 MPa (c) lors d'un essai in-situ sous MEB sur l'éprouvette MS2_4, mise en évidence de la présence de micro-volumes en EBSD par mesure de déviation à l'orientation du grain de référence (d) et observation de ces micro-volumes au MEB-FEG après déchargement (e)	152
Figure 35 : microstructure aux abords d'un joint de grains en traction sous 500 MPa (a), 550 MPa (b), 600 MPa (c) lors d'un essai in-situ sous MEB sur l'éprouvette MS2_4, et observation de la zone « déchirée » à plus fort grandissement (d)	153
Figure 36 : Micro-volumes observés au MEB aux abords d'un joint de macles dans la microstructure MS2_25 (a), d'un joint de grains dans la microstructure MS2_4 (b), et d'un joint de grains dans la microstructure MS2_25 (c). Mise en évidence de la présence de micro-volumes en EBSD par mesure de déviation à l'orientation du grain de référence pour ces mêmes zones (d), (e) et (f)	154
Figure 37 : amorçage de fissures aux joints de grains depuis des micro-volumes en fatigue à 20 °C après 0,15 % de déformation plastique cumulée [Larrouy 2014].....	155
Figure 38 : courbes de traction rationnelle pour les essais MS1, MS2, R1, R2 et R2_2.....	159
Figure 39 : évolution des propriétés macroscopiques en traction à 700 °C en fonction de la taille des précipités tertiaires.....	160
Figure 40 : comparaison des limites d'élasticité obtenues expérimentalement et par le calcul d'après le modèle de Panella.....	161
Figure 41 : faciès de rupture des éprouvettes MS1 (a), MS2 (b), R1 (c) et R2 (d) observés au MEB-FEG en électrons secondaires. Les pointillés en (b) délimite la surface à rupture « intergranulaire » du faciès	162
Figure 42 : fraction surfacique de rupture intergranulaire sur les faciès de rupture des éprouvettes MS1, MS2, R1, R2 et R2_2	163
Figure 43 : zones à rupture « intergranulaires » sur les faciès de rupture des éprouvettes MS1 (a), MS2 (b), R1 (c) et R2 (d) observés au MEB-FEG en électrons secondaires.....	163
Figure 44 : schématisation des modes de rupture avant et après revenus.....	164
Figure 45 : courbe de traction rationnelle des éprouvettes MS2_1, MS2_4, MS2_9, MS2_16 et MS2_25.....	165
Figure 46 : courbes de traction rationnelle des éprouvettes MS2_4, 1040_25, MS2_9 et MS2_100	166
Figure 47 : Limites d'élasticité et contraintes maximales atteintes en fonction de la largeur de PFZ	167
Figure 48 : limites d'élasticité expérimentales et calculées à l'aide du modèle de Panella en fonction du rayon équivalent moyen des précipités secondaires	168
Figure 49 : Allongements à rupture et à contrainte maximale en fonction de la largeur de PFZ	169
Figure 50 : courbes de traction rationnelle des essais MS2_4, MS2_25, R2 et R2_25	170

Figure 51 : faciès de rupture des éprouvettes MS2_1 (a), MS2_4 (b), MS2_9 (c), MS2_16 (d), MS2_25 (e) et MS2_100 (f) observés au MEB-FEG en électrons secondaires.....	171
Figure 52 : fractions surfaciques de rupture intergranulaire sur les faciès de rupture (f_s) et limites d'élasticité calculées à partir du modèle de Panella en fonction des rayons équivalents moyens des précipités secondaires	172
Figure 53 : observation au MEB-FEG en électrons secondaires d'une facette sur le faciès de rupture de l'éprouvette MS2_9 présentant des traces de plasticité et d'endommagement	173
Figure 54 : mise en évidence de glissements dévié et multiple dans un micro-volume dans de l'Udimet 720Li à 650 °C après 0,15% de déformation plastique [Larrouy, 2014].....	173
Figure 55 : observations à fort grandissement des faciès de rupture des éprouvettes MS2_9 (a) et MS2_16 (b) au MEB-FEG en électrons secondaires	174
Figure 56 : facette intergranulaire issues de la décohésion de joints de grains sur le faciès de rupture de l'éprouvette MS2_4.....	174
Figure 57 : coupes longitudinales des éprouvettes MS2_9 (a), MS2_25 (b) et R2 (c) observées au MEB-FEG en électrons rétrodiffusés	175
Figure 58 : fissures secondaires présentes sur la coupe longitudinale de l'éprouvette MS2_9 observées au MEB-FEG en électrons rétrodiffusés	176
Figure 59 : fissures secondaires intergranulaire (a), et dans une PFZ (b) observées sur la coupe longitudinale de l'éprouvette MS2_16.....	177
Figure 60 : analyse d'une fissure secondaire sur la coupe longitudinale de l'éprouvette MS2_25	177
Figure 61 : fissures secondaires dans l'éprouvette MS2_25 présentant des liserés d'oxydes observées au MEB en électrons secondaires (a) et (b) et cartographies EDS-X de l'oxygène (c) et (d) et du titane (e) et (f) de ces fissures	178
Figure 62 : schématisation de l'influence des différents traitements thermiques sur la microstructure et sur les courbes de traction rationnelle correspondantes	181

Tableaux

Tableau 1 : présentation des microstructures testées, des traitements thermiques effectués pour les obtenir et des paramètres microstructuraux associés.....	129
Tableau 2 : présentation des paramètres microstructuraux des éprouvettes ayant été testées en traction afin d'évaluer l'influence de la largeur de PFZ	130
Tableau 3 : traitements thermiques effectués pour obtenir les microstructures des trois essais complémentaires et paramètres microstructuraux associés	131
Tableau 4 : récapitulatif des différentes propriétés mécaniques en traction à température ambiante extraites des courbes rationnelles, des limites d'élasticité calculées à partir du modèle de Panella et des paramètres descriptifs des microstructures.....	157
Tableau 5 : récapitulatif des différentes propriétés mécaniques en traction à 700 °C extraites des courbes de traction rationnelles et des paramètres descriptifs des microstructures	181

Conclusions Générales & Perspectives

Les superalliages base nickel γ/γ' polycristallins sont utilisés notamment dans les disques de turbines des turboréacteurs modernes. Ces pièces, particulièrement critiques, subissent des sollicitations extrêmes en termes de chargements mécaniques et de température. Les propriétés mécaniques en température de ces matériaux sont donc extrêmement importantes pour garantir l'intégrité des moteurs. Dans le contexte écologique actuel, un des objectifs principaux des motoristes est de réduire la consommation et les émissions polluantes des turbomachines. La formation de zones appauvries en précipitation γ' secondaires aux abords des joints de grains (PFZ) a été observée dans des superalliages pour disques lors de thèses précédentes à l'Institut Pprime, sans que leur formation ou leur impact ne soient étudiés en détails [Billot 2010], [Larrouy 2014], [Laurence 2016], [Mrozowski 2021]. Des études parcellaires dans la littérature font état de conséquences de la présence de PFZ sur certaines propriétés mécaniques et dans certains alliages, cependant, ces informations ne sont pas suffisantes pour évaluer avec certitude l'effet que ces PFZ pourraient avoir dans les alliages de l'étude. Les travaux de thèse présentés dans ce manuscrit avaient donc pour objectif d'identifier et comprendre les mécanismes à l'origine de la formation des PFZ, mais également d'évaluer leur impact sur les propriétés mécaniques des alliages pour disques.

La première partie de ce manuscrit, dédiée à l'étude des mécanismes de formation des PFZ, a permis d'identifier l'épuisement en soluté comme mécanisme responsable de la formation des PFZ. En effet, lors de traitements thermiques proches du solvus de la phase γ' , la taille des précipités secondaires intergranulaires augmentent plus rapidement que celle des précipités secondaires à cœur de grains, entraînant la formation d'une zone appauvrie en éléments γ' -gènes aux abords des joints de grains et la dissolution des précipités secondaires intragranulaires. La croissance plus rapide des précipités intergranulaires est due à une combinaison de mécanismes : le mûrissement d'Ostwald entre ces précipités, la diffusion accélérée d'éléments γ' -gènes le long des joints de grains, mais également la diffusion volumique d'éléments γ' -gènes issus du mûrissement d'Ostwald des précipités secondaires intragranulaires à proximité. Ce mécanisme a été modélisé de manière phénoménologique à partir d'un plan d'expériences portant sur 5 alliages différents. L'étude du comportement de ces alliages en fonction de leur composition chimique globale semble indiquer que le niobium est l'espèce limitant la croissance des PFZ dans les alliages en contenant. La croissance des PFZ dans les alliages ne contenant pas de niobium est probablement contrôlée par la diffusion volumique du titane. Des analyses de composition chimique locale ont été menées sur des échantillons d'AD730TM enrichi en carbone afin de confirmer ces hypothèses. Les analyses EDS sous MET ont permis de mettre en évidence le rôle du niobium dans la croissance des PFZ pour cet alliage. Ainsi, un modèle de croissance des PFZ par diffusion volumique du niobium basé sur ces résultats et sur les travaux de Maldonado [Maldonado and Nembach 1997] et Peterson [Peterson and Baker 2021] a été proposé. Des analyses en sonde atomique tomographique ont également été menées afin de mettre en évidence la diffusion accélérée d'éléments γ' -gènes le long des joints de grains, sans y parvenir. Cependant, ces analyses ont permis de mettre en évidence la migration des joints de grains aux températures étudiées, et de quantifier la composition chimique des précipités tertiaires.

Il aurait été particulièrement intéressant de répéter ces analyses afin d'avoir des données statistiques, mais également pour différentes configurations de joints de grains, différents temps et températures de traitements thermiques, et surtout pour différents alliages, à la fois en EDS sous MET et en sonde atomique tomographique. De plus, cette étude porte uniquement sur des microstructures à grains grossiers, il aurait été pertinent d'étudier également des microstructures à grains fins. Le choix d'étudier des microstructures à grains grossiers a été fait afin de simplifier l'étude des mécanismes de croissance des PFZ. Cependant, si des PFZ devaient être intégrées de manière volontaire ou non dans des pièces, ou simplement prises en compte dans des méthodes de dimensionnement, il s'avèrera nécessaire d'étudier leur formation dans des microstructures à grains fins.

Le modèle phénoménologique de croissance des PFZ a permis d'introduire des PFZ de largeurs différentes dans des éprouvettes et ainsi d'étudier l'influence des PFZ sur les propriétés en traction à température ambiante et à 700 °C de l'AD730™ HC. Il a ainsi été montré que la largeur des PFZ n'a que très peu d'impact sur les propriétés en traction à température ambiante. Cependant, les limites d'élasticité mesurées expérimentalement sont beaucoup plus faibles que celles prédites par le modèle de Panella [Panella 2021], et correspondent aux limites d'élasticité calculées pour des microstructures composées uniquement de la précipitation tertiaire présente dans les PFZ. Il semble donc que la microstructure de précipitation dans les PFZ contrôle les premiers stades de plasticité. Afin de s'en assurer, des essais in-situ ont été menés et ont permis de mettre en évidence la présence de micro-volumes ainsi que la formation de zones à glissement alterné avant même que la limite d'élasticité macroscopique ne soit atteinte. Ces zones se développent uniquement dans les micro-volumes, et uniquement lorsque ces micro-volumes sont situés dans des PFZ. Enfin, la taille de ces zones est directement liée à celle des PFZ.

L'étude de l'impact des PFZ en traction à 700 °C a permis de mettre en évidence un comportement peu courant des microstructures avant revenus, particulièrement tolérantes aux dommages. Cette caractéristique est due à la forte capacité de ces microstructures à développer de l'endommagement, réparti de manière homogène sous la forme de fissures secondaires intergranulaires, sans rompre. Cette caractéristique disparaît à mesure que la largeur de PFZ augmente, et la déformation atteinte à contrainte maximale décroît simultanément, traduisant un effet néfaste des PFZ sur l'amorçage de fissures et la ténacité. La fissuration dans ces conditions semble être assistée par l'oxydation des joints de grains. Cependant, la propagation des fissures peut être bloquée par la précipitation de carbures et borures secondaires aux joints de grains, intervenant durant les revenus. Finalement, ces revenus permettent d'augmenter toutes les propriétés en traction à 700 °C, mais entraînent la perte de la tolérance à l'endommagement des microstructures en empêchant la formation et la propagation des fissures secondaires intergranulaires.

Ces travaux sont une première étape vers une prise en compte des effets des PFZ dans les superalliages pour disques de turbines, mais ils ne sont pas suffisants pour traduire les sollicitations pouvant être subies par un disque en service. Une façon plus pertinente d'appréhender cette problématique serait d'introduire des PFZ dans des microstructures plus représentatives de celles des disques, et d'effectuer des essais de fatigue oligocyclique et de fatigue avec temps de maintien, plus représentatifs des sollicitations réelles. Des essais de fluage à rupture sur de telles microstructures seront également nécessaires afin d'aller plus loin. Il pourrait également être pertinent de s'intéresser de plus près aux microstructures présentant une forte tolérance à l'endommagement, par exemple via des campagnes d'essais

de ténacité, de fissuration, et de fissuration au seuil, puis d'explorer d'éventuelles nouvelles applications possibles pour l'AD730TM et les autres superalliages pour disques. Des essais de tractions à 700 °C à différentes vitesses de déformation et sous vide seront nécessaires pour statuer quant au mécanisme de fissuration assisté par l'oxydation.

Une analyse poussée des mécanismes de déformation via des essais de traction in-situ plus nombreux, avec par exemple de la corrélation d'images adaptée à l'échelle des PFZ, et éventuellement à haute température, aurait également pu être une réelle plus-value pour ces travaux. De la même façon, des analyses en transmission aurait pu être menées afin de relier directement la présence de PFZ au mécanisme de contournement généralisé des précipités aux abords des joints de grains observé dans les travaux de Billot [Billot 2010], mais également afin de relier les mécanismes de déformations associés aux micro-volumes aux mécanismes de déformations dans les PFZ décrits par Baither et al. [Baither et al. 2003] [Baither et al. 2004].

Enfin, ces travaux ont montré que des PFZ peuvent se former dans les superalliages base nickel γ/γ' polycristallins, par épuisement en soluté. Ce phénomène se produit lors de traitements thermiques proches du solvus de la phase γ' , mais il pourrait également intervenir lors de refroidissements lents post-mise en solution supersolvus, et potentiellement dans les zones « mortes » lors du forgeage et pendant les refroidissements post-forgeage. Il est encore trop tôt pour se prononcer concernant l'effet de la présence de PFZ sur les propriétés mécaniques des alliages étudiés, cependant, sur microstructures avant revenus, les premières indications tendent vers un effet néfaste des PFZ en traction, à température ambiante comme à 700 °C.

Annexes

Cette partie, ne faisant pas partie intégrante du corps principal manuscrit, contient des éléments complémentaires importants pour la compréhension des résultats présentés dans ce manuscrit.

Dans un premier temps, les méthodes expérimentales utilisées dans le cadre de cette thèse seront présentées. Il a été choisi de ne pas intégrer ce chapitre dans le corps principal du manuscrit car aucun développement particulier n'a été effectué. Les méthodes utilisées sont très classiques, et déjà très bien documentées dans la littérature. Toutefois, quelques points concernant cette partie sont développés dans le corps du manuscrit.

Ensuite, quatre annexes seront dédiées aux travaux effectués sur l'AD730TM standard, le René 65, l'Udimet 720Li et le Waspaloy. Les résultats présentés dans ces annexes sont analogues à ceux présentés dans le chapitre I.3 du manuscrit pour la version haut carbone de l'AD730TM. Ils n'ont pas été intégrés au corps principal du manuscrit afin de ne pas le surcharger, mais y sont mentionnés et comparés.

L'annexe 6, consacrée aux analyses menées en sonde atomique tomographique, traitera tout d'abord de la sonde atomique tomographique en elle-même, puis de la méthode de post-traitement utilisée, et enfin des résultats obtenus pour les quatre pointes non présentés dans le manuscrit, n'ayant été disponibles qu'après la rédaction du manuscrit.

Enfin, l'annexe 7 se positionnera en complément du chapitre II.1 et présentera des généralités et quelques points précis de la littérature concernant les superalliages base Ni γ/γ' , leurs propriétés mécaniques, et les mécanismes de déformations et d'endommagement associés.

Table des Annexes

ANNEXES	194
Table des Annexes	196
Annexe 1 : Méthodes Expérimentales	198
I – Traitements thermiques	198
II – Préparation des échantillons pour analyses de microstructures	198
III – Analyses de la largeur de PFZ	200
IV – Analyses de la précipitation γ'	201
V – Analyses de compositions chimiques	203
VI – Analyses de la taille de grains et des orientations cristallines.	204
VII – Essais de traction	205
VIII – Essais de traction in-situ	209
Annexe 2 : Evolutions de Microstructure dans l'AD730TM	210
I – Microstructures et composition de l'alliage	210
II – Evolution de microstructures lors de la gamme de traitements thermiques standard gros grains	211
III – Evolution de la largeur de PFZ lors de traitements thermiques proches solvus	216
IV – Evolution de la précipitation secondaire intragranulaire lors de traitements thermiques proche solvus	220
V – Evolution de la précipitation secondaire intergranulaire lors de traitements thermiques proche solvus	224
Annexe 3 : Evolution de Microstructure dans le René 65	228
I – Microstructures et composition de l'alliage	228
II – Evolution de la largeur de PFZ lors de traitements thermiques proches solvus	228
III – Evolution de la précipitation secondaire intragranulaire lors de traitements thermiques proche solvus	231
IV – Evolution de la précipitation secondaire intergranulaire lors de traitements thermiques proches solvus	233
Annexe 4 : Evolution de Microstructure dans l'Udimet 720Li	236
I – Microstructures et composition de l'alliage	236
II – Evolution de la largeur de PFZ lors de traitements thermiques proches solvus	236
III – Evolution de la précipitation secondaire intragranulaire lors de traitements thermiques proche solvus	239
IV – Evolution de la précipitation secondaire intergranulaire lors de traitements thermiques proche solvus	241
Annexe 5 : Evolution de Microstructure dans le Waspaloy PER3	244
I – Microstructures et composition de l'alliage	244
II – Evolution de la largeur de PFZ lors de traitements thermiques proche solvus	244
III – Evolution de la précipitation secondaire intragranulaire lors de traitements thermiques proche solvus	247
IV – Evolution de la précipitation secondaire intergranulaire lors de traitements thermiques proche solvus	248
Annexe 6 : Etude des Joints de Grains dans l'AD730TM HC en Sonde Atomique Tomographique	252

I – Principe de fonctionnement _____	252
II – Post-traitement des données _____	253
III – Résultats des analyses _____	257
Annexe 7 : Propriétés Mécaniques des Superaliages Base Nickel γ/γ' _____	262
I : Généralités _____	262
II : Influence de la taille de grains _____	265
III : Mécanismes de franchissements des précipités et de déformations dans les superalliages base nickel _____	266
IV : Modifications apportées aux modèles classiques _____	271
V : Endommagement et plasticité localisés aux abords des joints de grains _____	275
Références des Annexes _____	284
Table des Illustrations _____	290
Figures _____	290
Tableaux _____	293

Annexe 1 : Méthodes Expérimentales

Dans cette annexe seront décrites les méthodes expérimentales et de traitements des données utilisées dans le cadre dans cette thèse.

I – Traitements thermiques

Afin d'obtenir et d'étudier les microstructures voulues, différents traitements thermiques ont été effectués. Pour cela des barreaux capables cylindriques ont été extraits de la matière initiale par électroérosion. Les dimensions des barreaux destinés à l'analyse de microstructures et aux essais de traction à température ambiante sont $\varnothing 13 \times 65$ mm. Pour les essais de traction à 700 °C et de fluage, des barreaux $\varnothing 7 \times 50$ mm ont été utilisés.

Les traitements thermiques à des températures supérieures ou égales à 1000 °C ont été effectués dans un four Nabertherm LHT programmable équipé d'un thermocouple type S en contact direct avec un des barreaux traités. Jusqu'à 6 barreaux $\varnothing 13 \times 65$ mm ont été traités simultanément, et jusqu'à 8 barreaux $\varnothing 7 \times 50$ mm.

Les traitements thermiques à des températures inférieures à 1000 °C ont été effectués dans un four Carbolite programmable équipé d'un thermocouple type K de la même façon que pour les traitements thermiques présentés précédemment.

Après mise en solution, les barreaux destinés à l'analyses de microstructure ont été découpés en pastille d'épaisseur 2mm. Les traitements thermiques sur pastilles ont été effectués de la même façon que sur barreaux en positionnant les pastilles dans des creusets en céramique.

La montée à température a été effectuée le plus rapidement jusqu'à 50 °C en dessous de la température visée, puis à environ 6 °C/mn jusqu'à la température visée une fois les échantillons dans le four afin d'éviter d'éventuels dépassement de température.

Les refroidissements post mise en solution sur barreaux ont été effectués dans de la laine de roche, conduisant à une vitesse de refroidissement d'environ 50 °C/min. Les refroidissements après vieillissements sur barreaux et sur pastilles ont été fait à l'air, les vitesses de refroidissement obtenues sont d'environ 700 °C/min.

II – Préparation des échantillons pour analyses de microstructures

Pour pouvoir étudier la microstructure des échantillons traités thermiquement en microscopie optique ou électronique, il est nécessaire d'avoir un état de surface poli miroir et un échantillon plan. Pour cela, suivant les besoins, les échantillons peuvent être polis mécaniquement, électro-polis, et attaqués afin de révéler la microstructure.

Afin de permettre l'analyse de la précipitation γ' , les échantillons sont dans un premier temps polis mécaniquement sans enrobage au papier SiC pendant 3 minutes avec des papiers de grade #180, #320, #500, #1000 et #2000. Les échantillons sont rincés à l'éthanol puis séchés au sèche-cheveux entre chaque papier. Afin d'obtenir un état poli miroir, ils sont ensuite polis mécaniquement à la solution diamantée contenant des particules de 9 μm , 3 μm puis 1 μm pendant 5 minutes sur des feutres. Un rinçage à l'acétone, puis à l'éthanol, suivi d'un séchage au sèche-cheveux est effectué entre chaque étape. Les échantillons sont ensuite électro-polis sur une machine Struers utilisant de la solution A3 Struers pendant 8 secondes sous un courant de 45 V puis rincés de la même façon qu'à l'étape précédente. Enfin, afin de révéler la précipitation γ' , les échantillons sont attaqués avec de l'eau régale (2 volumes d'acide chlorhydrique pour 1 volume d'acide nitrique, dilués à 50 % avec de l'eau distillée). Une goutte de cette solution est déposée à l'aide d'un coton tige sur la surface à attaquer sans que le coton n'entre en contact avec la surface, puis la surface est rincée à l'aide d'eau distillée. Les échantillons sont ensuite rincés à l'éthanol et séchés au sèche-cheveux.

Pour les analyses EBSD sous MEB conventionnel, les échantillons sont polis miroir mécaniquement puis électro-poli de la même façon que précédemment pendant 5 secondes.

Pour les analyses EDS sous MEB conventionnel, les échantillons sont préparés de la même façon que pour l'EBSD. Le microscope utilisé pour les analyses EDS n'étant pas équipé de détecteur BSE, l'étape d'électro-polissage est indispensable pour révéler la microstructure. Le MEB-FEG utilisé pour les analyses EDS étant équipé d'un détecteur BSE, seul les étapes de polissage mécanique ont été effectuées. Le tableau 1 résume ces différents protocoles.

Tableau 1 : protocoles de préparation des échantillons

Analyses		Précipitation γ'	EBSD	EDS - conventionnel	EDS - FEG
Polissage mécanique	#180	3'	3'	3'	3'
	#320				
	#500				
	#1000				
	#2000				
Polissage de finition	9 μm	5'	5'	5'	5'
	3 μm				
	1 μm				
Electro-polissage		45V - 8"	45V - 5"	45V - 5"	-
Attaque chimique		Eau régale 2:1 Diluée à 50%, 6"	-	-	-

III – Analyses de la largeur de PFZ

L'analyse des largeurs de PFZ w a été effectuée sur des clichés de joints de grains obtenus sur un MEB-FEG JEOL 7000F en électrons secondaires, à 25 kV, et à une distance de travail d'environ 8 mm. Sur chaque cliché, l'aire de la PFZ, c'est-à-dire la surface entre le cœur de grain et les précipités intergranulaires, a été mesurée grâce au logiciel Fiji de chaque côté du joint de grains, ainsi que la longueur de joint de grains comme présenté sur la figure 1. La largeur de PFZ w a été obtenue par division de l'aire de la PFZ A par la longueur du joint de grains L : $w = \frac{A}{L}$.

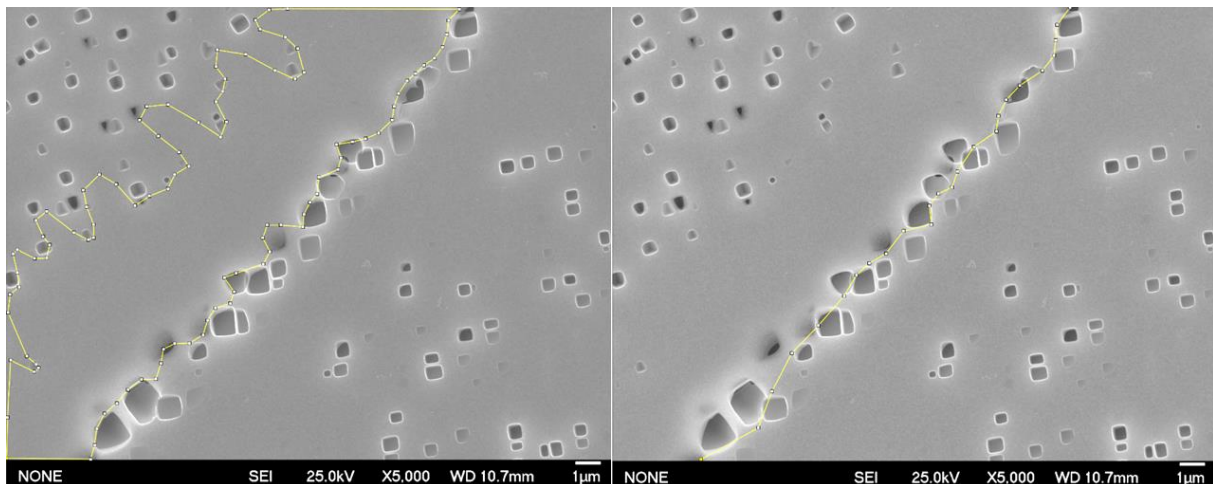


Figure 1 : mesure de l'aire d'une PFZ (gauche) et de la longueur de joint de grains (droite) sur un échantillon d'AD730™ mis en solution supersolvus et revenu 25 h à 1080 °C

Pour déterminer le nombre de clichés à analyser afin d'avoir une moyenne fiable, 25 clichés ont été pris sur un échantillon d'AD730™ HC gros grains ayant subi la gamme de traitements thermiques Gros Grains complète suivi d'un vieillissement de 10 h à 800 °C. Les valeurs de largeur de PFZ ont été classées dans un ordre aléatoire 10 fois, et la moyenne de la valeur des largeurs de PFZ en fonction du nombre de clichés a été analysée. Cette étude a montré que la valeur de la moyenne varie de moins de 10 % en ajoutant 1 cliché à partir de 7 images analysées, et de moins de 3 % à partir de 14 clichés. Il a donc été décidé d'analyser au moins 10 clichés par échantillons, et 15 clichés pour les échantillons d'AD730™ HC, le matériau principal de cette thèse.

Les grandissements utilisés ont été adaptés en fonction de la taille des précipités et des PFZ à analyser, allant de x2 500 pour l'échantillon d'Udimet 720Li vieilli 25 h à 1120 °C, à x10 000 pour les échantillons de Waspaloy et certains échantillons d'AD730™ et René 65. Tous les échantillons d'AD730™ HC ont été étudiés à un grandissement x5 000.

IV – Analyses de la précipitation γ'

Les clichés utilisés pour l'analyse des précipités γ' secondaires ont été obtenus dans les mêmes conditions et aux mêmes grossissements que ceux utilisés pour l'étude de la largeur de PFZ. 5 images à cœur de grains par échantillons ont été utilisées pour l'AD730TM HC, et au moins 3 pour les autres matériaux afin d'avoir un nombre de précipités suffisant pour avoir des rayons équivalents et des fractions surfaciques de précipités fiables. Le nombre de précipités analysés varie de 500 à 15 000 suivant les états. Les images ont ensuite été segmentées automatiquement à l'aide des méthodes de Huang, Otsu ou IsoData de l'outil Auto Threshold du logiciel Fiji pour l'AD730TM, l'AD730TM HC et le René 65 afin d'obtenir une image binarisée. Pour chaque cliché, différentes méthodes de segmentation automatique ont été testées, la méthode produisant l'image binarisée la plus fidèle à l'image d'origine a été choisie. Ensuite, des étapes de comblement de trous, d'érosion et de dilatation ont été effectuées afin de supprimer les éventuels précipités tertiaires, bruits et artefacts de segmentation et obtenir une image binaire facilement exploitable comme présentée en figure 2. Les aires de chaque précipité présent sur l'image ainsi que la fraction surfacique de précipités ont ensuite été mesurées à l'aide de l'outil « Analyse Particles » du logiciel en excluant les précipités au bord de l'image.

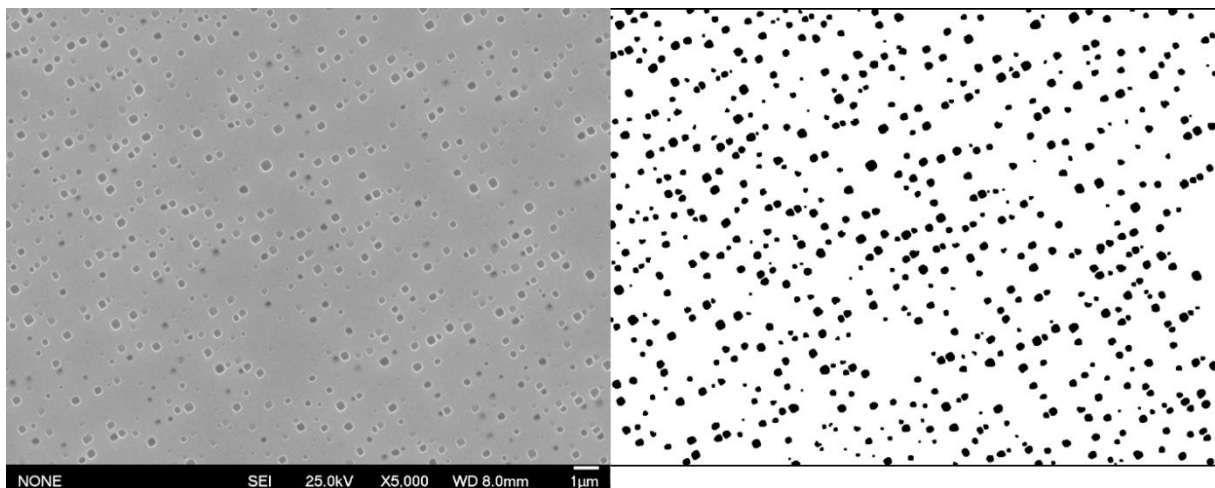


Figure 2 : cliché de la précipitation à cœur de grain dans un échantillon d'AD730TM mis en solution supersolvus et revenu 4 h à 1080 °C (à gauche) et l'image binaire finale associée permettant l'analyse de la précipitation (à droite)

Le même protocole a été utilisé pour les échantillons d'Udimet 720Li et de Waspaloy, mais l'étape de segmentation a été effectuée avec la méthode de segmentation automatique locale de Phansalkar et un rayon de 15 pixel.

L'étude des précipités γ' secondaires intergranulaires a été menée de la même façon que celle sur les précipités intragranulaires, mais en sélectionnant les précipités à partir des images utilisées pour l'analyse des largeurs de PFZ, comme illustré en figure 3. Le nombre de précipités analysés varie de 100 à 600 suivant les états microstructuraux étudiés.

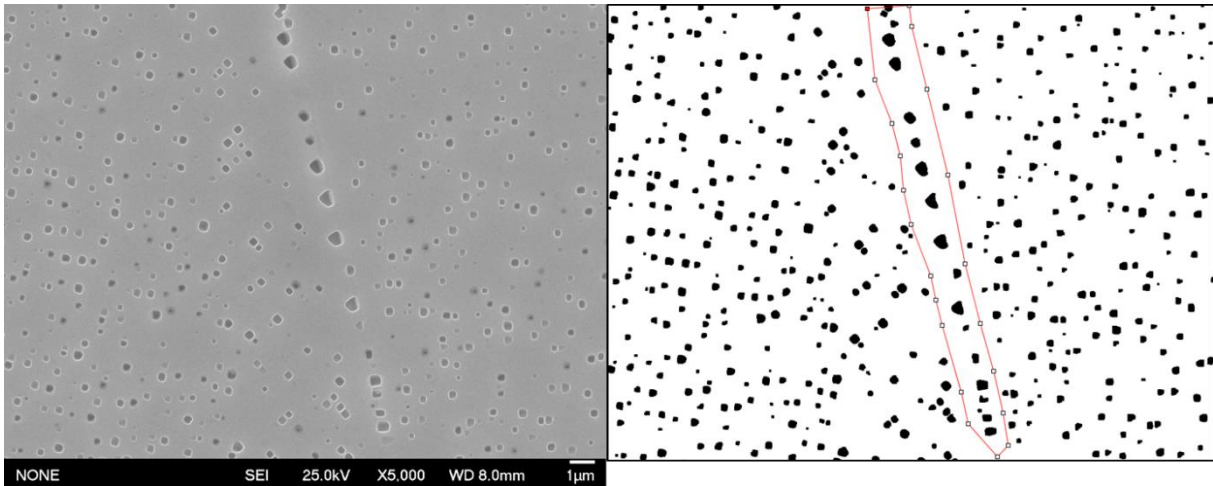


Figure 3 : cliché de la précipitation intergranulaire dans un échantillon d'AD730™ mis en solution supersolvus et revenu 4 h à 1080 °C (à gauche) et les précipités sélectionnés sur l'image binaire finale associée permettant l'analyse de la précipitation (à droite)

La même méthode que pour les précipités secondaires a été utilisée pour évaluer la taille et la fraction surfacique de précipités γ' tertiaires, mais à de plus forts grossissements, x 25000 ou x 50000 suivant les échantillons afin d'avoir un nombre suffisant de précipités. Le nombre de précipités analysés varie de 5 000 à 50 000 suivant les états.

Une fois les données exportées, les rayons équivalents des précipités sont calculés en assimilant les précipités à des disques d'aires égales aux aires réelles des précipités. Les rayons équivalents moyens sont ensuite obtenus en moyennant les valeurs en nombre. Un exemple de distribution de précipités γ' secondaires est donné figure 4.

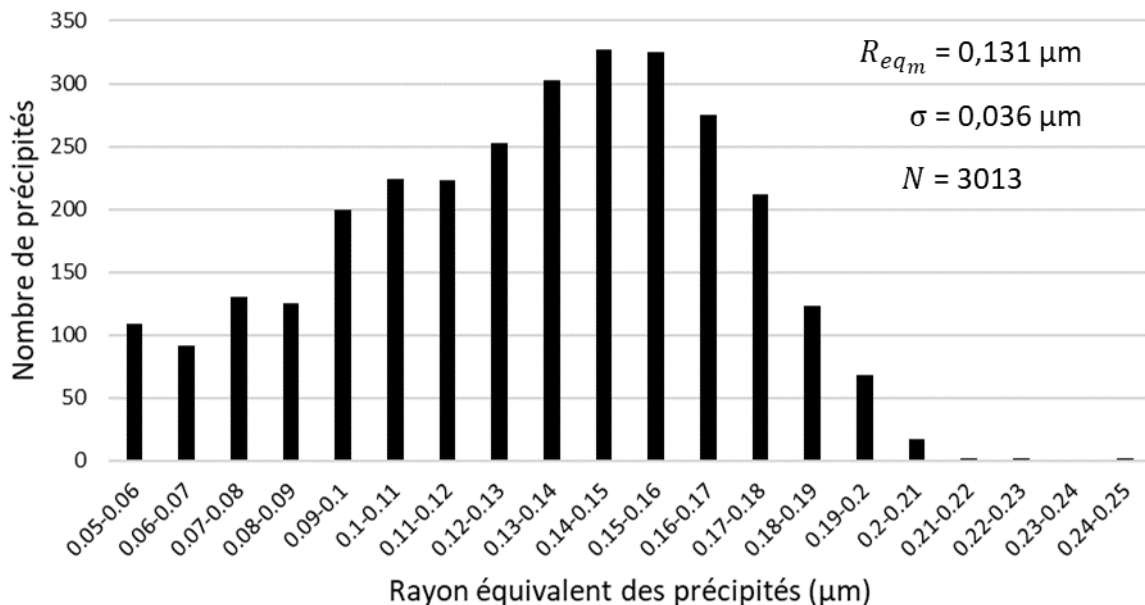


Figure 4 : distribution des rayons équivalents des précipités γ' secondaires d'un échantillon d'AD730™ mis en solution supersolvus et revenu 4 h à 1080 °C

V – Analyses de compositions chimiques

Les analyses de compositions chimiques globales pour les 5 alliages de l'étude, ainsi que les analyses de composition des carbures, borures, et oxydes ont été effectuées sur un MEB conventionnel JEOL JSM-6100 équipé d'un détecteur EDS-X Bruker AXS au silicium utilisé à 15 kV et à une distance de travail de 17 mm. Les quantifications ont été obtenues avec le logiciel Bruker Esprit par la méthode Phi-Rho-Z avec des valeurs témoins mesurées au laboratoire à partir de spectres d'énergies comme représenté figure 5.

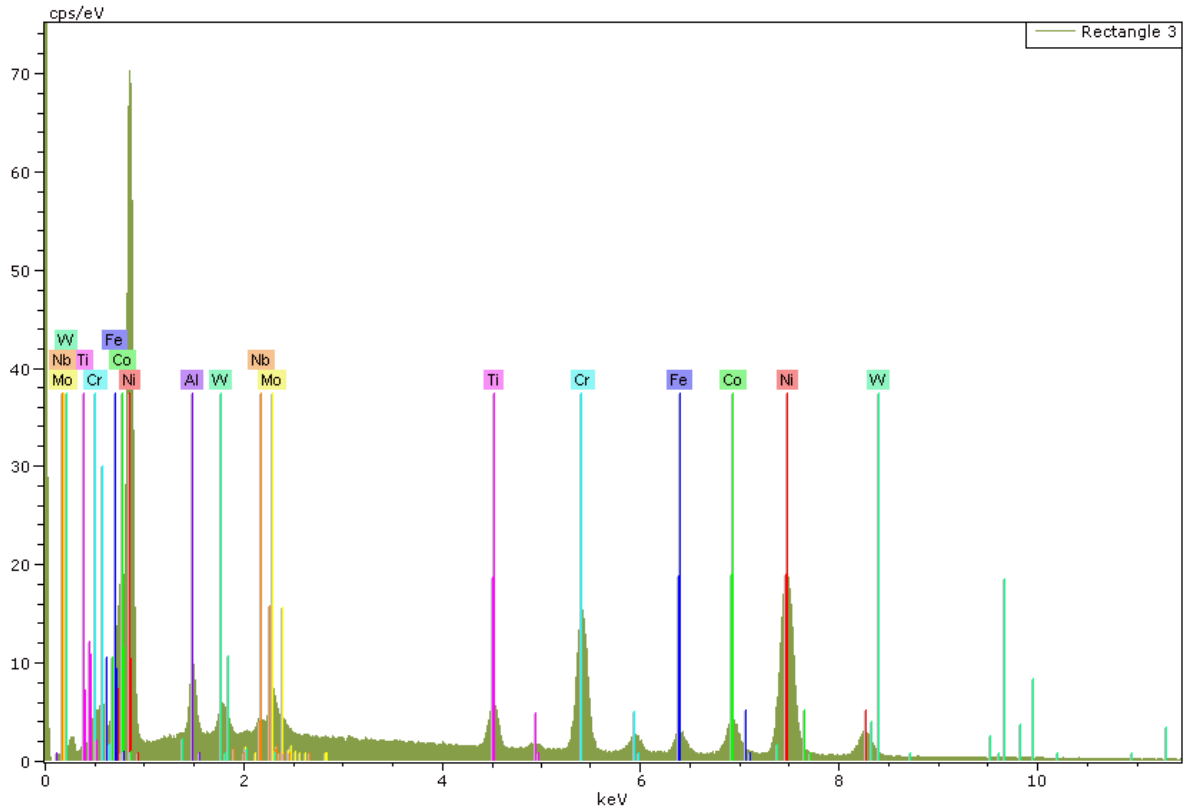


Figure 5 : spectre EDS-X obtenu sur un échantillon d'AD730™ mis en solution supersolvus et revenu pendant 4 h à 1080 °C à grandissement x100

Les cartographies, dont un exemple est présenté figure 6, ont été obtenues dans les mêmes conditions et sont représentées en nombre de coups.

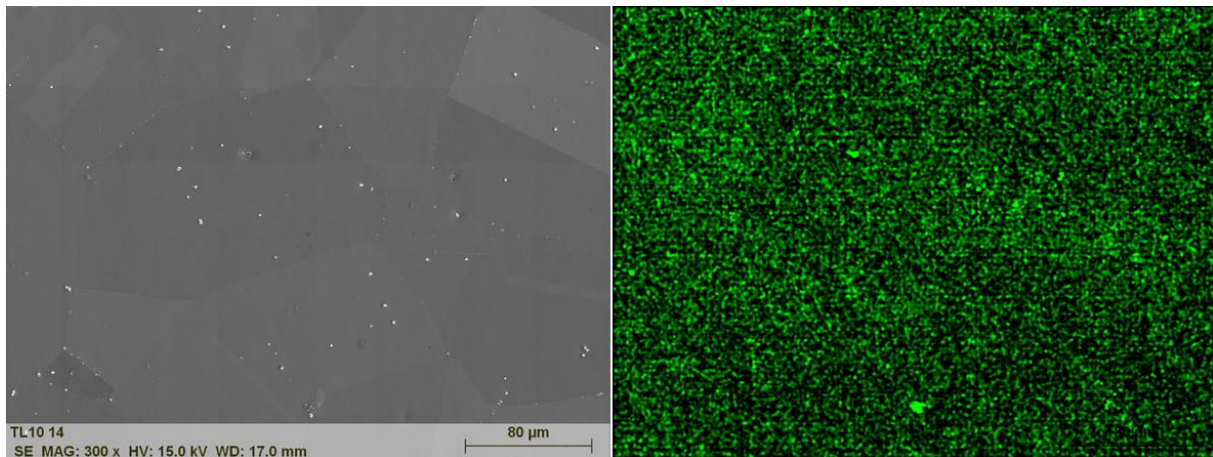


Figure 6 : image SEI d'un échantillon d'AD730™ mis en solution supersolvus et revenu 4 h à 1080 °C (à gauche) et cartographie de la concentration en titane (à droite)

Pour les analyses de composition des précipités γ' secondaires intragranulaires et intergranulaires, ainsi que celles de la matrice, une lame a été prélevée et amincie grâce à un FIB par Hadi Bahsoun, ingénieur de recherche à l'Institut Pprime. Elle a ensuite été analysée par Dominique Eyidi, ingénieur de recherche à l'Institut Pprime, grâce à un MET Thermofisher TALOS F200S G2 équipé d'un détecteur EDS-X utilisé à 200 kV. Ces analyses et les méthodes expérimentales associées sont présentées en détails dans le manuscrit.

Enfin, les compositions chimiques des précipités γ' tertiaires et quaternaires, ainsi que des joints de grains, ont été analysées grâce à une sonde atomique tomographique CAMECA LEAP 4000-HR opérant à 70 K. Les pointes avaient été préalablement préparées par électrochimie puis amincies par FIB. Ces travaux ont été effectués au Groupe de Physique des Matériaux à Rouen avec par Emmanuel Cadel, ingénieur de recherche au GPM, dans le cadre d'un projet METSA. La méthode de fabrication des pointes est détaillée dans le manuscrit, et la méthode de post-traitement des données dans l'annexe dédiée (Annexe 6).

VI – Analyses de la taille de grains et des orientations cristallines.

Les analyses de tailles de grains et d'orientations cristallines ont été effectuées sur un MEB JEOL JSM 6100 équipé d'un détecteur EBSD utilisé à 25kV et une distance de travail de 15 mm.

Les tailles de grains ont été obtenues avec un pas de 0.5 μm et environ 2 mm^2 ont été analysés par échantillons afin d'atteindre un nombre de grains suffisant pour avoir une moyenne fiable. Les cartographies utilisées, comme présentée figure 7, ont été filtrées afin de supprimer les pixels isolés. Les macles ont été intégrées aux grains parents et une orientation cristallographique moyenne a été attribuée à chaque grain grâce au logiciel OIM.

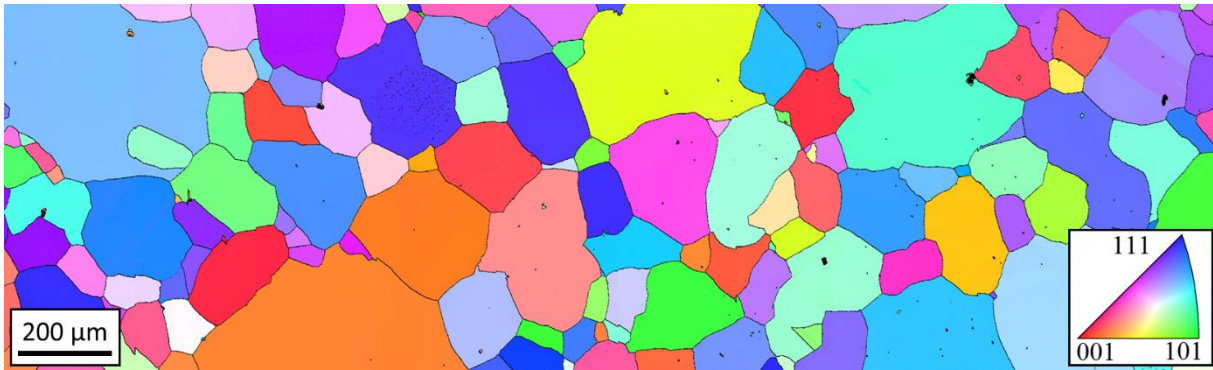


Figure 7 : cartographie d'orientation cristalline d'un échantillon d'AD730™ après mise en solution supersolvus et revenu 4 h à 1080 °C

Les analyses d'orientations cristallines utilisées pour l'étude des micro-volumes ont été faites sur des surface plus réduites dépendant de la zone à analyser et avec un pas de 0,1 µm. Pour ces analyses, seul les pixels isolés ont été filtrés. Ces mêmes données ont également été utilisées pour l'étude de l'influence de l'orientation cristalline sur la formation des PFZ, dans ce cas les pixels isolés ont été supprimés et une orientation moyenne a été attribuée à chaque grains.

VII – Essais de traction

Les essais de traction présentés dans cette thèse ont été effectués sur une machine de traction Instron 8562 équipée d'un four à résistances. Les essais ont été mené en contrôle de déplacement avec vitesse de déformation dans la partie élastique de $\dot{\epsilon} = 5.10^{-4} s^{-1}$ sur des éprouvettes cylindriques M12 pour les essais à l'ambiante, et à une vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 10^{-4} s^{-1}$ sur des éprouvettes cylindriques M6 pour les essais à 700 °C. Les plans des éprouvettes sont présentés figure 8.

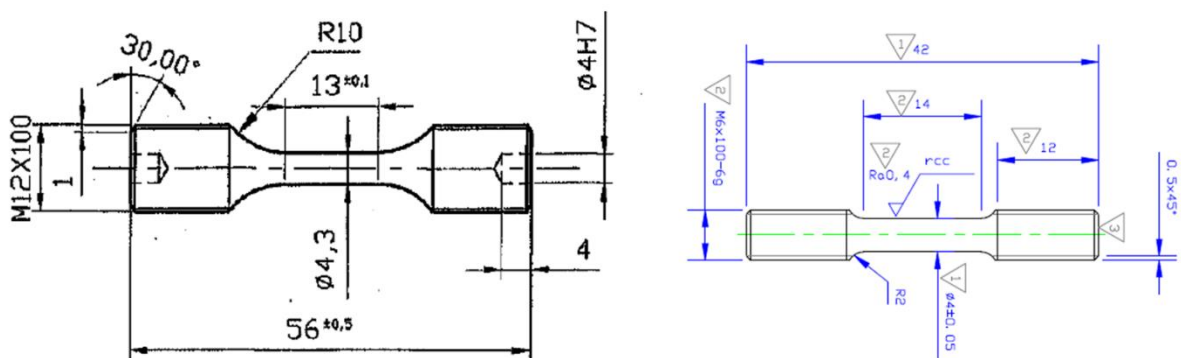


Figure 8 : plans avec cotations en mm des éprouvettes M12 (à gauche) et M6 (à droite)

Toutes les éprouvettes ont été polies afin d'obtenir un état de surface poli miroir et d'éliminer les éventuelles contraintes résiduelles induites par l'usinage. Les éprouvettes M6 pour essais à 700 °C ont été polies manuellement à l'aide d'un tour d'horloger selon le plan de polissage présentée dans le tableau 2. Dans ce tableau sont reportés la largeur et le nombre de bandes de papier SiC utilisées, leur longueur étant d'environ 10 cm, la direction des rayures induites

(T pour transverses, L pour longitudinales), ainsi que les diamètres mesurés en 3 points après chaque étape avec un palpeur précis au μm . La diminution du diamètre associée à chaque étape de polissage est également indiquée en dernière ligne de ce tableau.

De même, le tableau 3 présente ces mêmes données pour les éprouvettes M12. Ces éprouvettes ont été polies automatiquement sur des machines développées au laboratoire jusqu'au papier SiC grade #1000, puis manuellement sur un tour d'horloger pour les papiers #2000 et #4000. Le plan de polissage correspondant à ces éprouvettes est présenté dans le tableau 4.

Lors des essais, un extensomètre à couteaux en céramique permet de mesurer le déplacement et donc la déformation. Cet extensomètre est retiré peu après la limite d'élasticité à 0,2 %. La force appliquée est mesurée à l'aide d'une cellule de force, et le déplacement après avoir enlevé l'extensomètre est mesuré à partir du déplacement du vérin. Lors des essais à 700 °C, un temps de maintien à 700 °C d'une heure est appliqué avant le début de l'essai.

Une fois les données relatives à l'essai exportées, elles sont traitées afin d'identifier différentes propriétés. Dans un premier temps, les courbes contraintes/déformations sont tracées à partir des données de l'extensomètre et le module de Young est calculé. Le pied de courbe est remplacé par une reconstruction à partir du module de Young puis un décalage en déformation est appliqué afin de faire passer la courbe par le point (0,0), ces étapes sont illustrées sur la figure 9. Cela permet de ne pas prendre en compte la non linéarité observée sur les données issues de l'extensomètre. Ce phénomène est dû au jeu entre les têtes d'éprouvette et les mors, nécessaire pour les essais à chaud. Enfin, un décalage en déformation est appliqué à la courbe contraintes/déformations obtenue d'après les données du vérin afin de faire coïncider les courbes obtenues à partir des données de l'extensomètre et du vérin et de tracer une courbe allant jusqu'à rupture, comme présenté figure 10. Pour les essais à 700°C présentant une forte déconsolidation, le passage sous 100 MPa a été considéré comme la rupture de l'éprouvette.

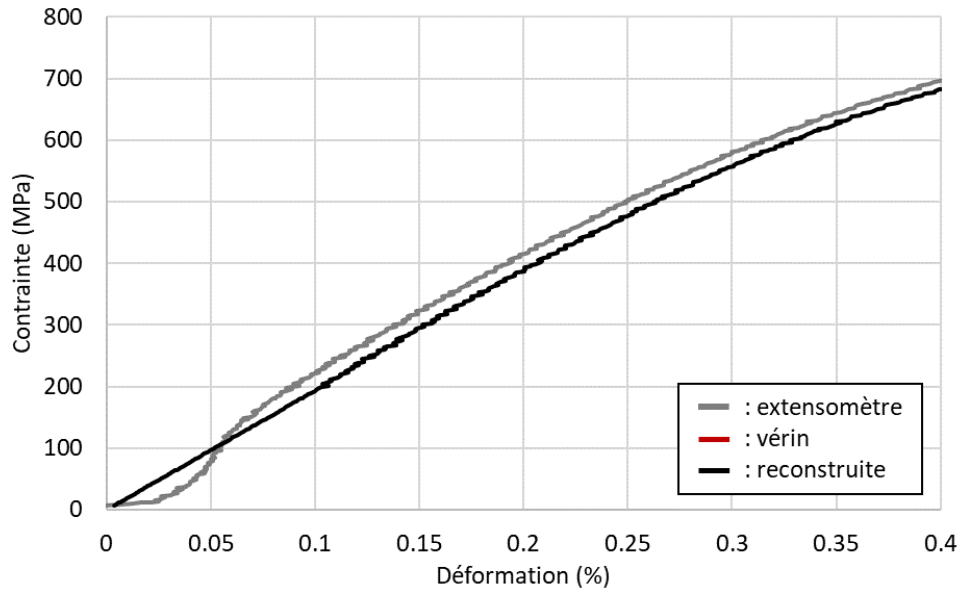


Figure 9 : partie élastique de courbes de tractions conventionnelles d'une éprouvette d'AD730™ HC mise en solution supersolvus et revenue 4 h à 1080 °C

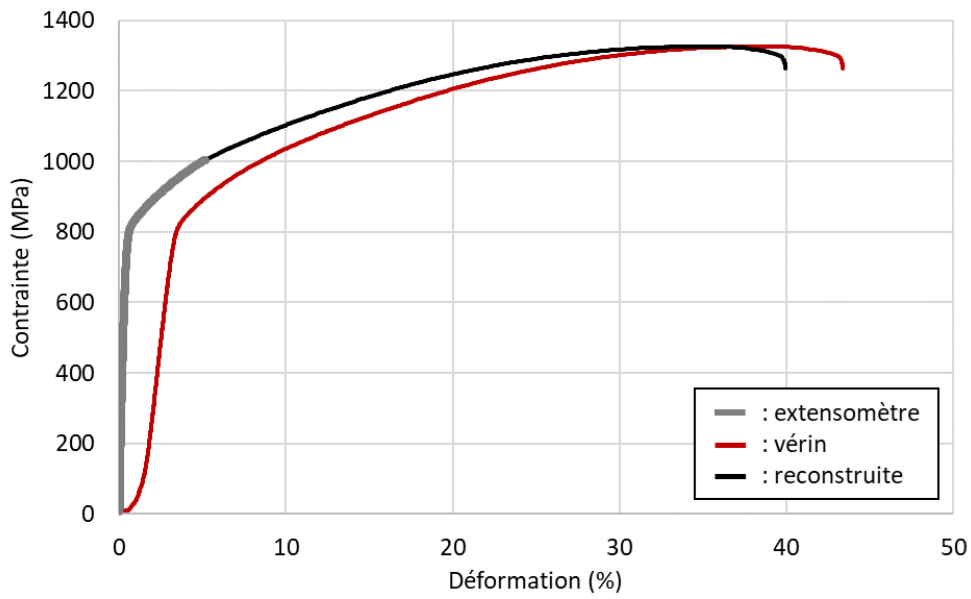


Figure 10 : courbes de tractions conventionnelles d'une éprouvette d'AD730™ HC mise en solution supersolvus et revenue 4 h à 1080 °C

Largeur bandes (mm)	100	50	100	50	100	50	100	50
Nombre de bandes	3	4	2	4	2	4	2	4
Grade SiC	#180	#320	#500	#1000	#2000	#1000	#2000	#4000
Orientation	T	L	T	L	T	L	T	L
d1 (mm)	4.016	3.921	3.902	3.890	3.890	3.890	3.890	3.890
d2 (mm)	4.019	3.904	3.896	3.888	3.875	3.888	3.875	3.871
d3 (mm)	4.024	3.911	3.905	3.897	3.897	3.897	3.897	3.882
ΔD moy (μm)	/	31	11	9	4	9	4	6
D final (mm)	3.871	ΔD total (μm)	139	Tableau 2 : plan de polissage manuel des épreuves M6.				

Largeur bandes (mm)	100	50	100	50	100	50	100	50
Nombre de bandes	3	4	2	4	2	4	2	4
Grade SiC	#180	#320	#500	#1000	#2000	#1000	#2000	#4000
Orientation	T	L	T	L	T	L	T	L
d1 (mm)	4.327	4.272	4.246	4.220	4.217	4.220	4.217	4.217
d2 (mm)	4.331	4.255	4.214	4.207	4.198	4.207	4.198	4.191
d3 (mm)	4.331	4.234	4.234	4.217	4.207	4.217	4.207	4.207
ΔD moy (μm)	/	45	22	17	7	17	7	2
D final (mm)	4.191	ΔD total (μm)	125	Tableau 3 : plan de polissage automatique des épreuves M12.				

Temps (mn)	2*20	20	20	20	Manuel	Manuel	Manuel
Grade SiC	#180	#320	#500	#1000	#2000	#2000	#4000
Largeur bandes (mm)	-	-	-	-	100	100	50
Nombre de bandes	-	-	-	-	2	2	4
Orientation	T	L	T	L	T	T	L
d1 (mm)	4.332	4.285	4.277	4.273	4.267	4.267	4.264
d2 (mm)	4.337	4.285	4.277	4.266	4.262	4.262	4.261
d3 (mm)	4.340	4.285	4.275	4.271	4.263	4.263	4.261
ΔD moy (μm)	/	41	9	6	6	6	2
D final (mm)	4.261	ΔD total (μm)	74	Tableau 4 : plan de polissage manuel des épreuves M12.			

VIII – Essais de traction in-situ

Les deux essais de traction in-situ à température ambiante présentés dans le manuscrit ont été effectués sous vide dans un MEB JEOL JSM-6100 à l'aide d'une machine de micro-traction Deben. La force a été mesurée avec la cellule de force de la machine, et la déformation a été calculée pendant l'essai à partir du déplacement de deux singularités de microstructures proche des cols de l'éprouvette. Les micro-éprouvettes utilisées d'épaisseur 1 mm et dont le plan est présenté figure 11, ont été polies de la même façon que pour les analyses EBSD. Les observations ont été effectuées à 25 kV et 15 mm de distance de travail en couplage BSE/SEI.

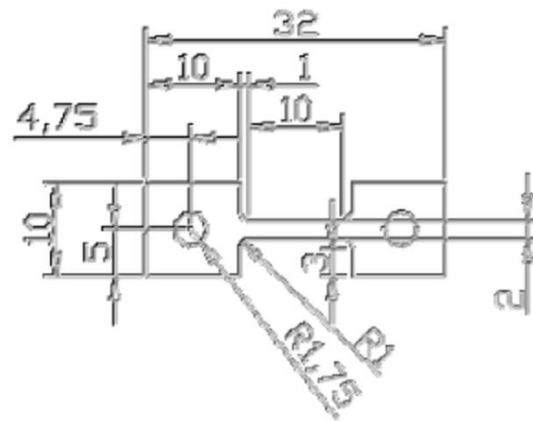


Figure 11 : plan d'une micro-éprouvette de traction, cotations en mm

Pour chaque essai, cinq zones ont été choisies et imagées à 0, 400, 500, 550 et 600 MPa. A chaque étape, une recherche de zones d'intérêt a été effectuée sur la zone utile de l'éprouvette, et, le cas échéant, ces zones ont été ajoutées aux 5 zones d'origine pour les étapes suivantes.

Annexe 2 : Evolutions de Microstructure dans l'AD730TM

Les résultats présentés dans cette annexe ont pour but de confirmer et compléter les résultats présents dans le corps du manuscrit concernant la version enrichie en carbone de l'AD730, mais également de permettre l'évaluation de l'influence de certains paramètres sur la formation et la croissance des PFZ. Dans un premier temps, l'alliage et sa microstructure seront brièvement présentés, puis dans une démarche analogue à celle des chapitres I.2 et I.3, les évolutions de microstructures lors de la gamme de traitements thermiques standard et lors de traitements thermiques proches solvus seront abordés. Les résultats ne seront pas discutés en détails dans cette annexe, les résultats importants concernant cet alliage étant discutés dans le corps du texte.

I – Microstructures et composition de l'alliage

L'AD730TM est un superalliage γ/γ' polycristallin « coulé/forgé » dérivé de l'Udimet 720Li développé par Aubert & Duval pour des applications type disques de turbine. Cet alliage présente les avantages d'être plus facilement forgeable et moins couteux que l'Udimet 720Li, tout en gardant de très bonnes propriétés mécaniques à hautes températures. La genèse de l'AD730TM est particulièrement bien décrite dans le chapitre 1 de la thèse de Louis Thébaud [Thébaud 2017]. De nombreuses études ont été menées sur cet alliage, notamment dans le cadre de la chaire ANR Safran OPALE [Thébaud 2017], [Govaere 2020], [Mrozowski 2021], [Panella 2021].

La matière utilisée pour cette étude est issue d'un lopin brut de forge GFM, dont la composition chimique a été mesurée par EDS-X. La composition mesurée ainsi que la composition de référence de l'AD730TM sont présentée dans le tableau 5.

Tableau 5 : compositions chimiques de référence [Panella 2021] et mesurée de l'AD730TM utilisé

Eléments (wt%)	Ni	Co	Fe	Cr	Ti	Mo	Nb	W	Al	Zr	C	Σ
EDS-X	60.6	8.9	4.0	15.7	3.7	2.7	0.9	1.6	1.9	-	-	100
Référence	bal	8.5	4	16	3.5	3	1.1	2.7	2.3	0.03	0.02	

Cet alliage présente principalement quatre phases : la matrice γ , différentes populations de précipités γ' , avec une fraction volumique totale à température ambiante d'environ 40 %, des carbures et carbo-nitrides, et des borures. Dans cette étude, toutes les microstructures présentées seront des microstructures gros grains obtenues par mise en solution supersolvus pendant 1 h à 1120 °C, les précipités γ' primaires sont donc dissouts et la taille de grains atteint 158 μm .

II – Evolution de microstructures lors de la gamme de traitements thermiques standard gros grains

Comme dans l'étude concernant l'AD730TM HC, la première étape d'investigation des conditions de formation des PFZ consiste en une dissection de la gamme de traitements thermiques standard gros grains de l'AD730. Cette gamme se compose d'une première mise en solution supersolvus d'1 h à 1120 °C (MS1), suivie d'une seconde « mise en solution » subsolvus de 4h à 1080 °C (MS2), d'un premier revenu de 4 h à 800 °C (R1), et d'un second revenu de 16 h à 760 °C (R2). Les évolutions de microstructures lors de cette gamme étant très similaires à celles de l'AD730TM HC, seule l'évolution de taille de grains lors de MS1, et l'évolution de la largeur de PFZ lors des quatre étapes seront présentées.

Comme présenté en figure 12, la microstructure initiale présente des grains fins avec un diamètre d'environ 10 µm en moyenne [Thébaud 2017], [Govaere 2020], [Mrozowski 2021], [Panella 2021]. La précipitation se décompose en 4 populations de précipités distinctes : les précipités primaires γ'_I ancrant les joints de grains, les précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} , les précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} ainsi que les précipités tertiaires γ'_{III} , également intragranulaires. Des PFZ très fines et réparties de manière hétérogène ont également été repérées.

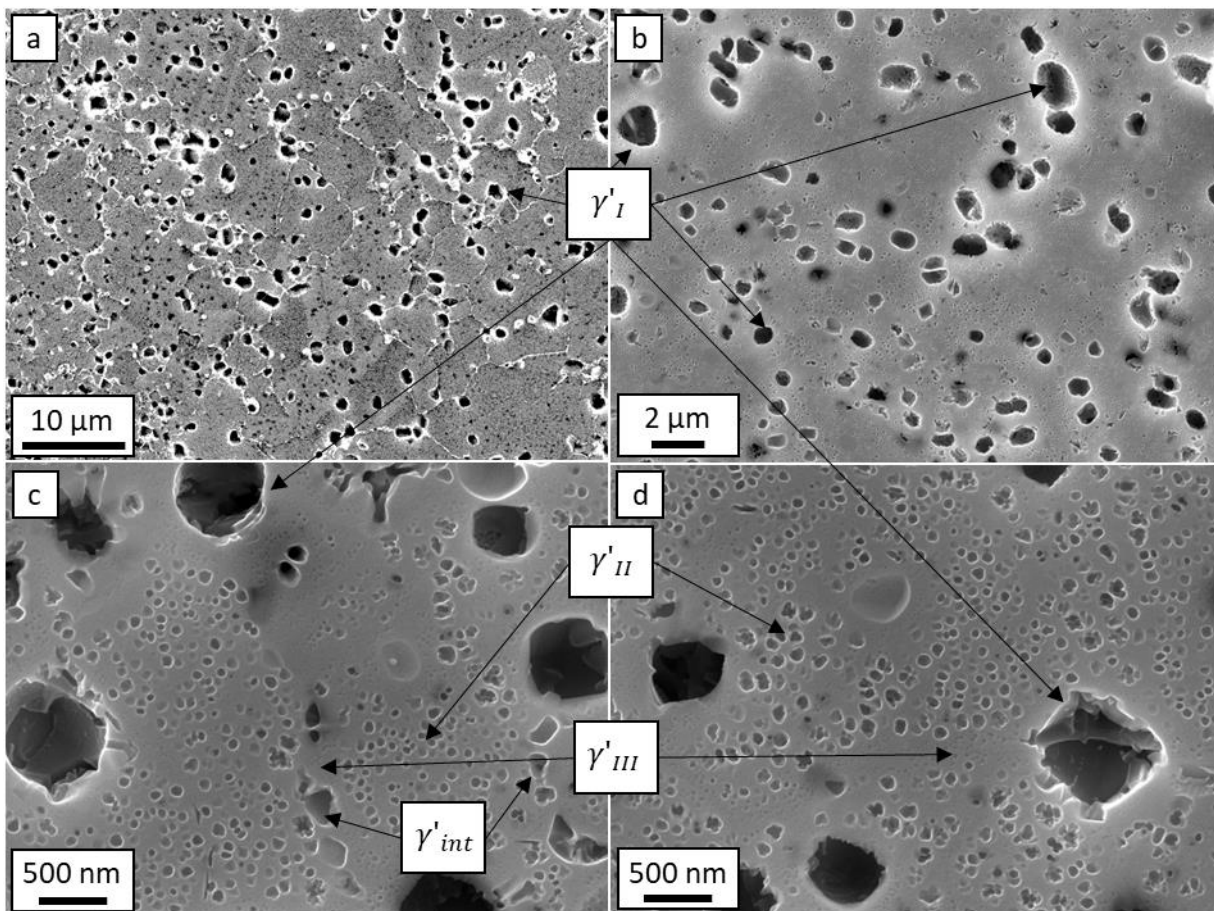


Figure 12 : microstructure initiale de l'AD730TM utilisée observée au MEB-FEG en SEI à grossissement a) x2 000, b) x5 000, c) et d) x25 000

Lors de la mise en solution d'une heure à 1120 °C, les précipités primaires γ'_{I} ancrant les joints de grains sont dissouts, les joints de grains migrent et la taille de grains moyenne augmente pour atteindre 158 μm . Lors du refroidissement, des précipités secondaires γ'_{II} et γ'_{int} germent et grossissent. Des précipités tertiaires γ'_{III} sont probablement présents également, mais n'ont pas été observés. Comme présenté en figure 13, les précipités γ'_{int} semblent plus gros que les γ'_{II} . Cela pourrait s'expliquer par une température de nucléation plus haute, et donc un temps de croissance plus long lors du refroidissement, ou simplement par une croissance plus rapide lors du refroidissement. Aucune PFZ n'a été détectée après cette étape. La valeur de référence pour la largeur de PFZ de cet état sera donc 0 μm .

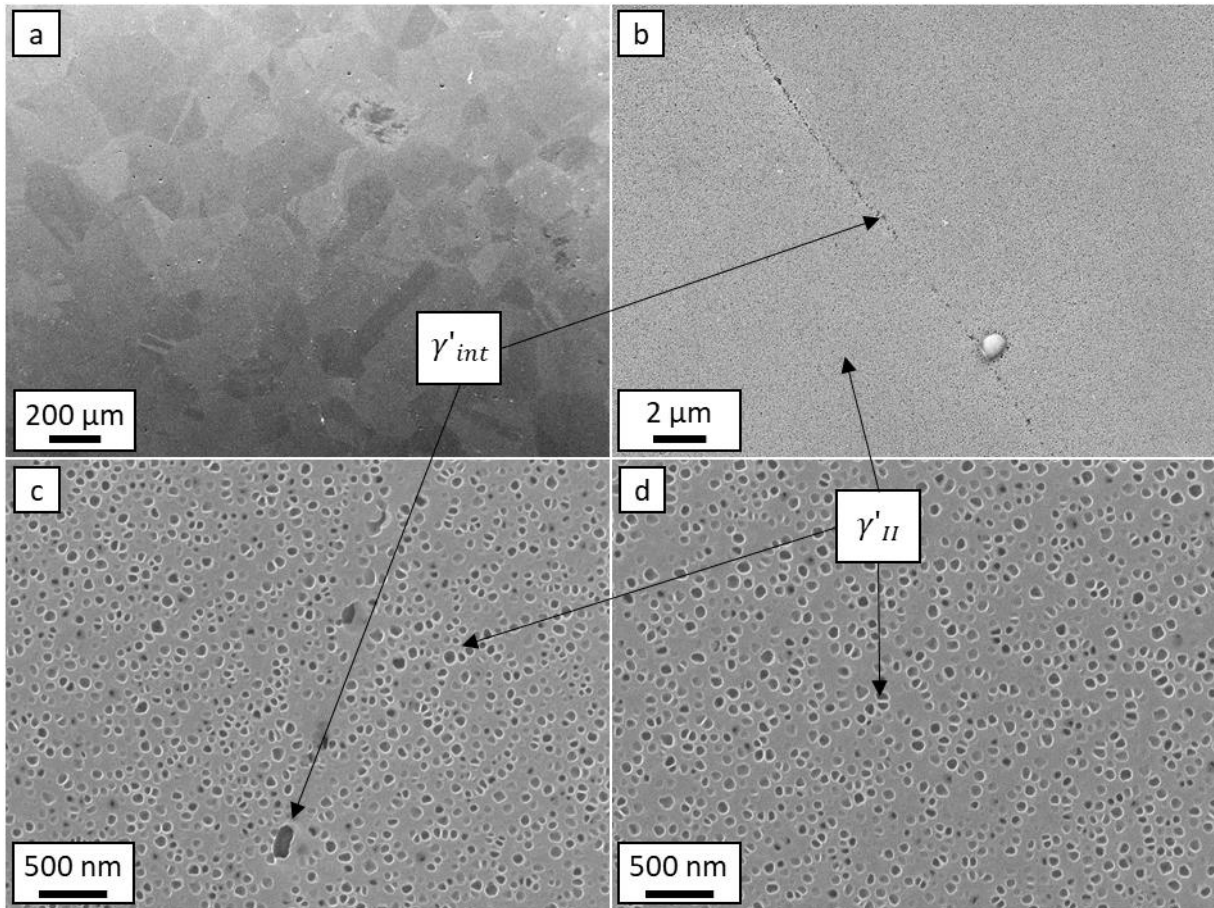


Figure 13 : AD730TM post mise en solution supersolvus observé au MEB-FEG en SEI à grandissement a) x50, b) x5 000, c) et d) x25 000

La seconde mise en solution de 4 h à 1080 °C a été étudiée en appliquant 4 traitements thermiques différents en ayant au préalable réalisé la mise en solution supersolvus: 1080 °C/1 h, 1080 °C/2 h, 1080 °C/3 h et 1080 °C/4 h. Visuellement la largeur de PFZ semble augmenter simultanément à la croissance des deux populations de précipités secondaires γ'_{II} et γ'_{int} , ce constat est illustré en figure 14. Les valeurs de largeur de PFZ sont représentées dans le graphique en figure 17.

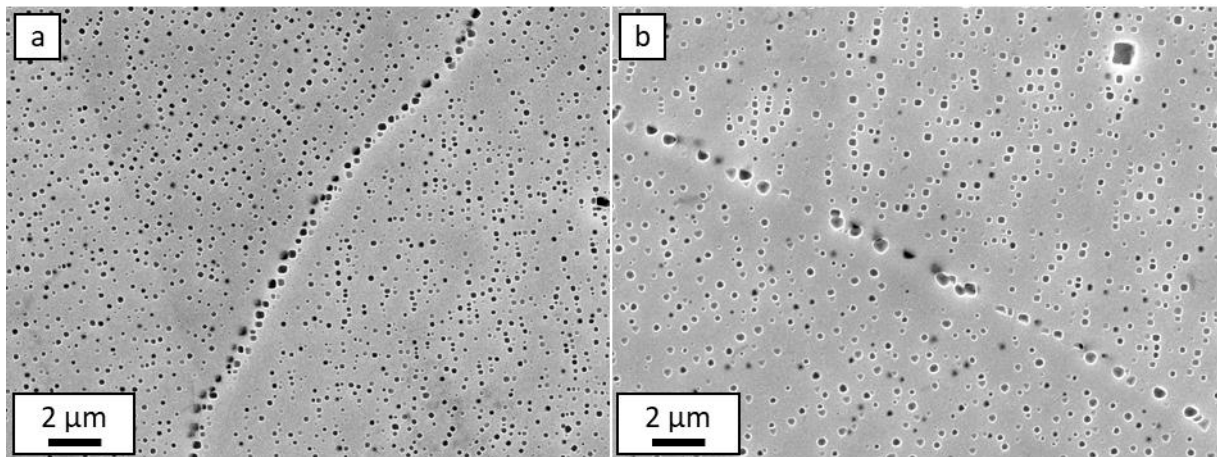


Figure 14 : observations de la microstructure aux abords d'un joint de grains à grandissement $\times 5\,000$ des échantillons ayant subi a) $1080\text{ °C}/1\text{ h}$ et b) $1080\text{ °C}/3\text{ h}$

De la même façon, le premier revenu de 4 h à 800 °C illustré figure en 15 a été étudié en réalisant 4 traitements thermiques différents après les deux étapes de mise en solution: $800\text{ °C}/1\text{ h}$, $800\text{ °C}/2\text{ h}$, $800\text{ °C}/3\text{ h}$ et $800\text{ °C}/4\text{ h}$. Visuellement la largeur de PFZ tout comme les précipités secondaires γ'_{II} et γ'_{int} ne semblent pas impactée par ce revenu. Des particules se forment également aux joints de grains lors de ce revenu, il s'agit vraisemblablement de carbures de chrome secondaires et de borures riche en W et Mo. Les valeurs de largeur de PFZ sont également représentées dans le graphique figure 17.

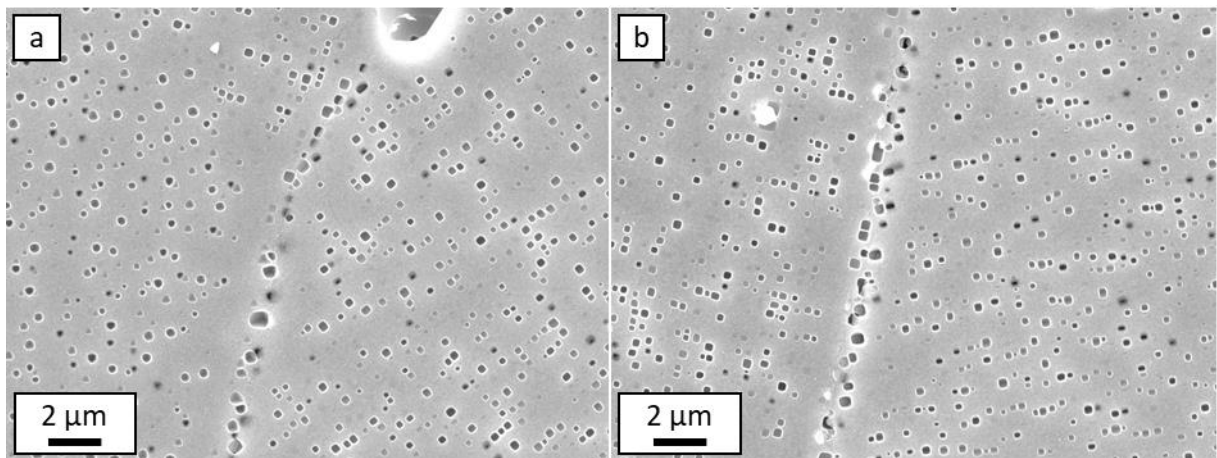


Figure 15 : observations de la microstructure aux abords d'un joint de grains à grandissement $\times 5000$ des échantillons ayant subi a) $800\text{ °C}/2\text{ h}$ et b) $800\text{ °C}/4\text{ h}$

Enfin, le second revenu de 16 h à 760 °C a été étudié après les 3 premiers traitements thermiques. Deux traitements thermiques ont été effectués : $760\text{ °C}/8\text{ h}$ et $760\text{ °C}/16\text{ h}$. Les microstructures correspondantes aux abords d'un joint de grains sont représentées en figure 16. Aucune variation de la largeur de PFZ, ou des rayons de précipités secondaires γ'_{II} et γ'_{int} n'a été détectée. Il est cependant à noter que la précipitation tertiaire γ'_{III} , non étudiée dans ces travaux, est affectée par ces revenus, le rayon équivalent moyen augmente en suivant une loi de type LSW descriptif du mûrissement d'Ostwald.

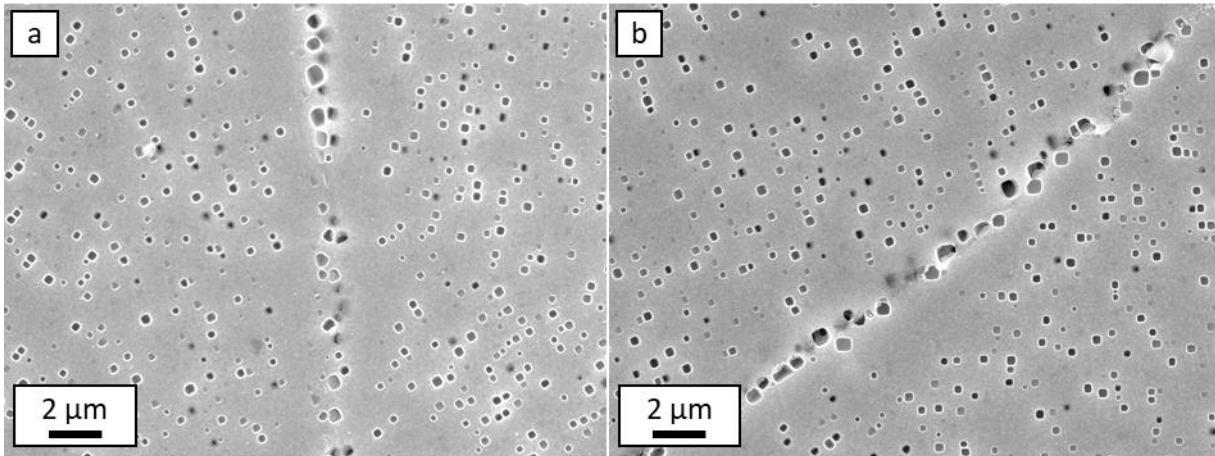


Figure 16 : observations de la microstructure aux abords d'un joint de grains à grandissement $\times 5\,000$ des échantillons ayant subi a) $760\text{ °C}/8\text{ h}$ et b) $760\text{ °C}/16\text{ h}$

Comme illustré en figure 17, les PFZ semblent se former et croître principalement lors de la seconde étape de mise en solution à 1080 °C . Compte tenu de la dispersion des largeurs de PFZ sur un même échantillon, représentée sur ce graphique par des barres d'erreur de plus ou moins un écart-type, la largeur de PFZ n'est vraisemblablement pas affectée par les revenus.

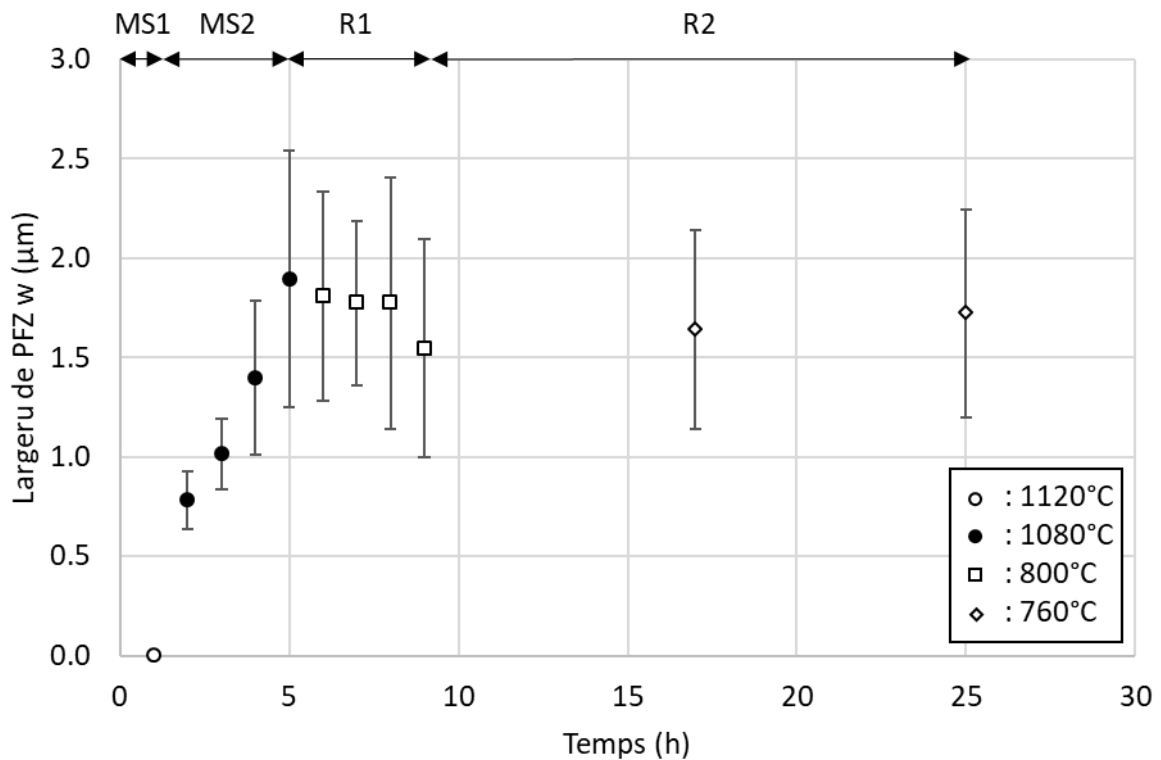


Figure 17 : évolution de la largeur de PFZ w lors des quatre traitements thermiques composant la gamme standard gros grains de l'AD730™

Le comportement de cet alliage semblant très proche de celui de l'AD730™ HC étudié dans le corps principal de la thèse, les évolutions de largeur de PFZ lors des différentes étapes de la gamme de traitements thermiques ont été étudiées individuellement en faisant l'hypothèse que la croissance des PFZ suit une loi parabolique de type $w = C\sqrt{t}$ proposée par Maldonado

et Nembach [Maldonado and Nembach 1997] dans leur travaux sur le Nimonic PE16, ce qui peut être traduit par $w^2 = Kt$.

L'évolution du carré de la largeur de PFZ lors de la seconde mise en solution en fonction du temps de traitement thermique a été tracé en figure 18. Le coefficient de corrélation de la régression linéaire indique que cette loi est valide dans notre cas. De plus, la valeur du coefficient de croissance K est proche de celle obtenue pour l'AD730™ HC : $1,88 \cdot 10^{-16} \text{ m}^2/\text{s}$. Les conclusions portées dans la thèse pour l'AD730™ HC sont donc vraisemblablement valides également pour l'AD730™.

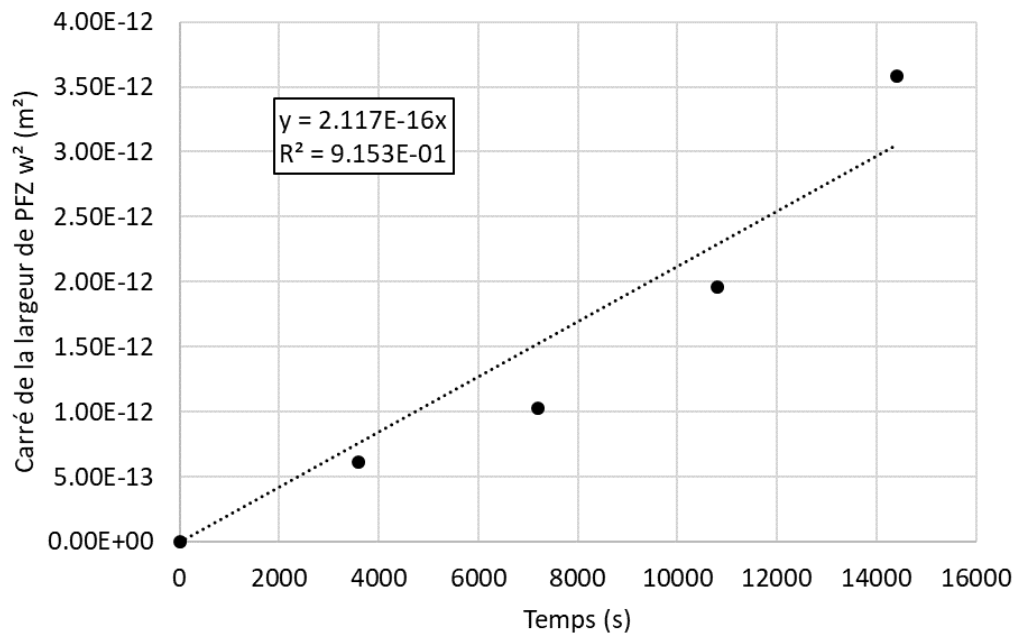


Figure 18 : évolution du carré de la largeur de PFZ en fonction du temps de traitement thermique à 1080 °C

La même démarche a été effectuée pour les deux revenus, les résultats sont illustrés en figure 19 et 20. Compte tenu de la dispersion des largeurs de PFZ, et des valeurs de coefficient de croissance, négative pour le R1 et inférieure de 2 ordres de grandeur à celle de MS2 pour le R2, ces revenus n'ont pas d'impact sur la largeur de PFZ.

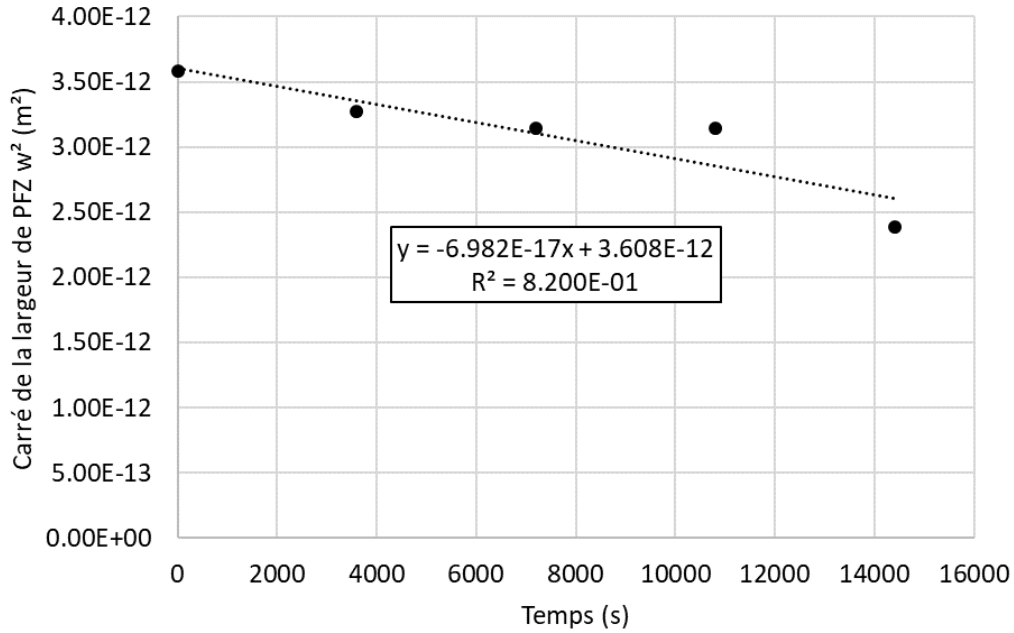


Figure 19 : évolution du carré de la largeur de PFZ en fonction du temps de traitement thermique à 800 °C

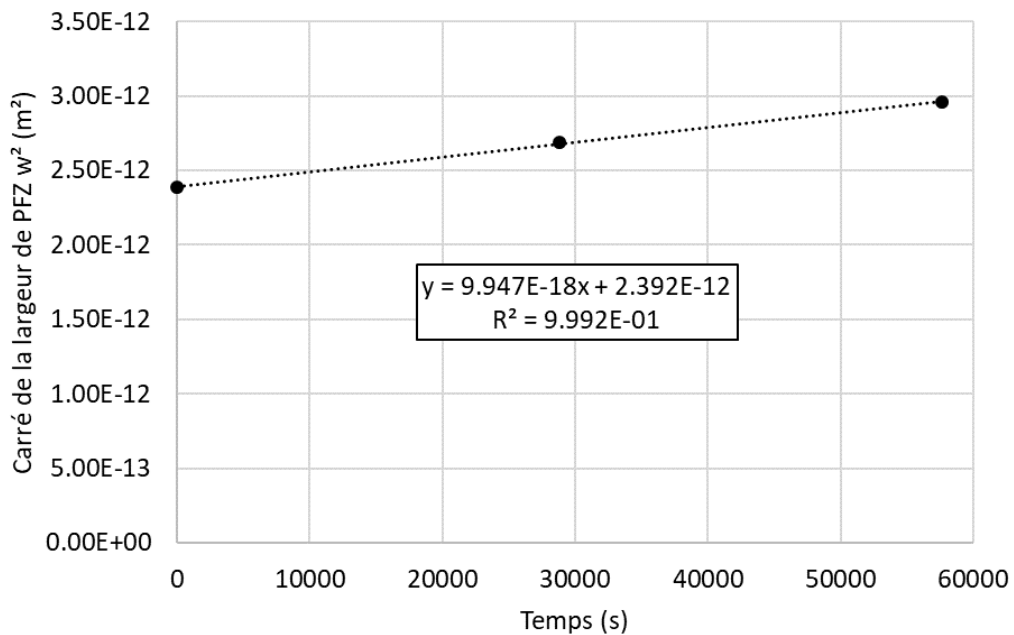


Figure 20 : évolution du carré de la largeur de PFZ en fonction du temps de traitement thermique à 760 °C

III – Evolution de la largeur de PFZ lors de traitements thermiques proches solvus

De la même façon que dans l'étude principale portant sur l'AD730™ HC, un plan d'expérience à 3 températures de traitements thermiques proches solvus et 5 temps de traitements thermiques par température a été mis en place. En prenant l'hypothèse que

l'AD730™ et l'AD730™ HC ont la même température de solvus, le même plan d'expérience a été utilisé : des traitements thermiques de 1, 4, 9, 16 et 25 h à 1040, 1060 et 1080 °C. Les évolutions de largeur de PFZ, des rayons équivalents moyens et des fractions surfaciques de précipités secondaires γ'_{II} , ainsi que les rayons, nombres et densités de précipités secondaires γ'_{int} , ont été analysés pour chaque traitement thermique. Les microstructures aux abords des joints de grains sont illustrées en figure 21 pour 4 et 25 h et pour chaque température.

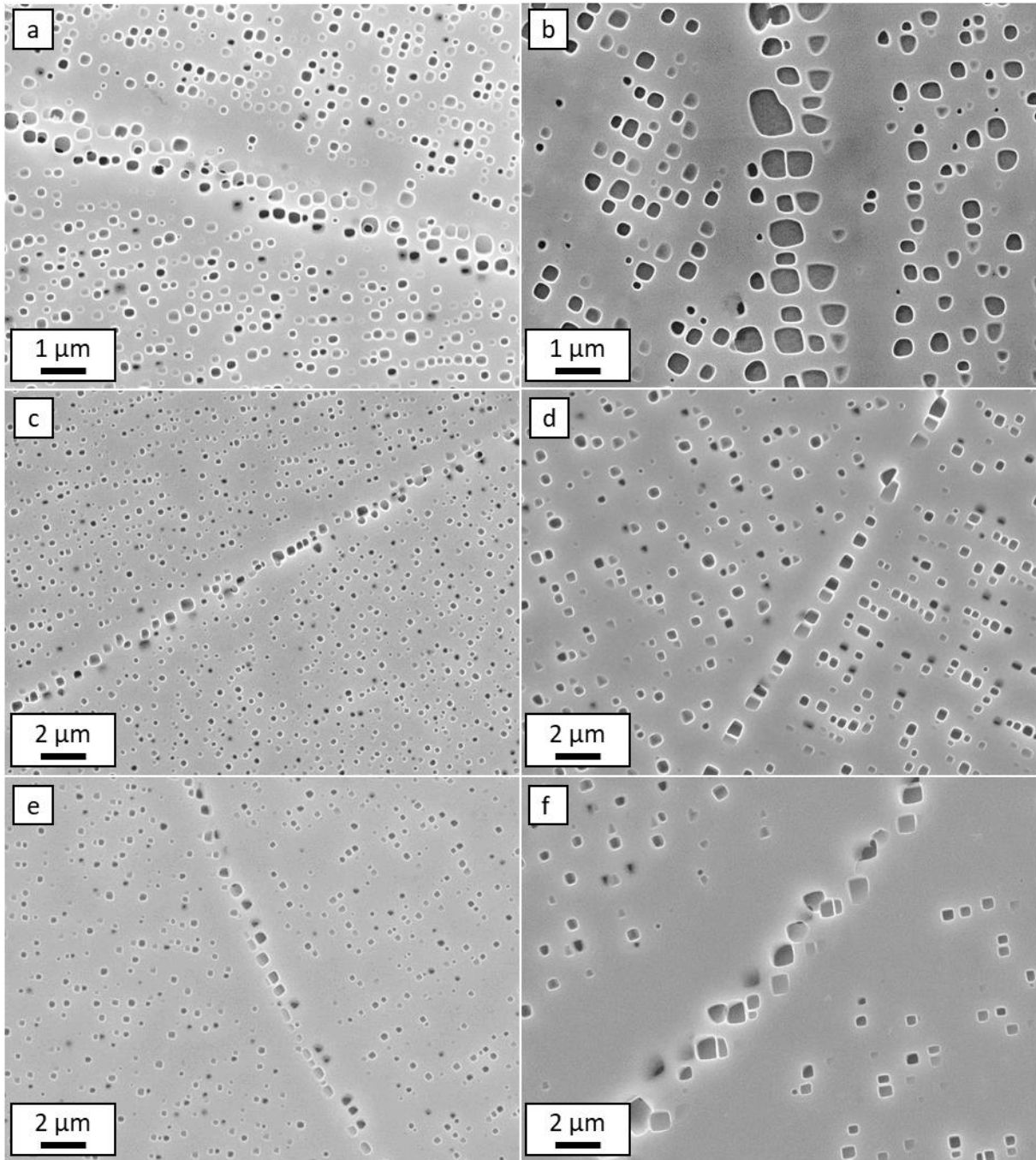


Figure 21 : microstructures aux abords des joints de grains au MEB-FEG en SEI après 1040 °C a) 4 h et b) 25 h, 1060 °C c) 4 h et d) 25 h, et 1080 °C e) 4 h et f) 25 h

En analysant visuellement ces images, il semble clair que les largeurs de PFZ, comme les tailles de précipités augmentent avec le temps et la température de traitement thermique. De

même, la fraction surfacique de précipités intragranulaires semble décroître lorsque la température augmente, mais reste stable dans le temps. Les précipités intergranulaires ont une croissance plus rapide que les précipités intragranulaires, et leur nombre semblent décroître avec le temps de traitement thermique. Il est plus difficile de se prononcer quant à l'impact de la température sur ce paramètre et à la densité de précipités aux joints de grains.

Dans un premier temps, les largeurs de PFZ ont été tracées en fonction du temps de traitement thermique sur la figure 22. Elles semblent bien suivre des lois paraboliques $w = C\sqrt{t}$.

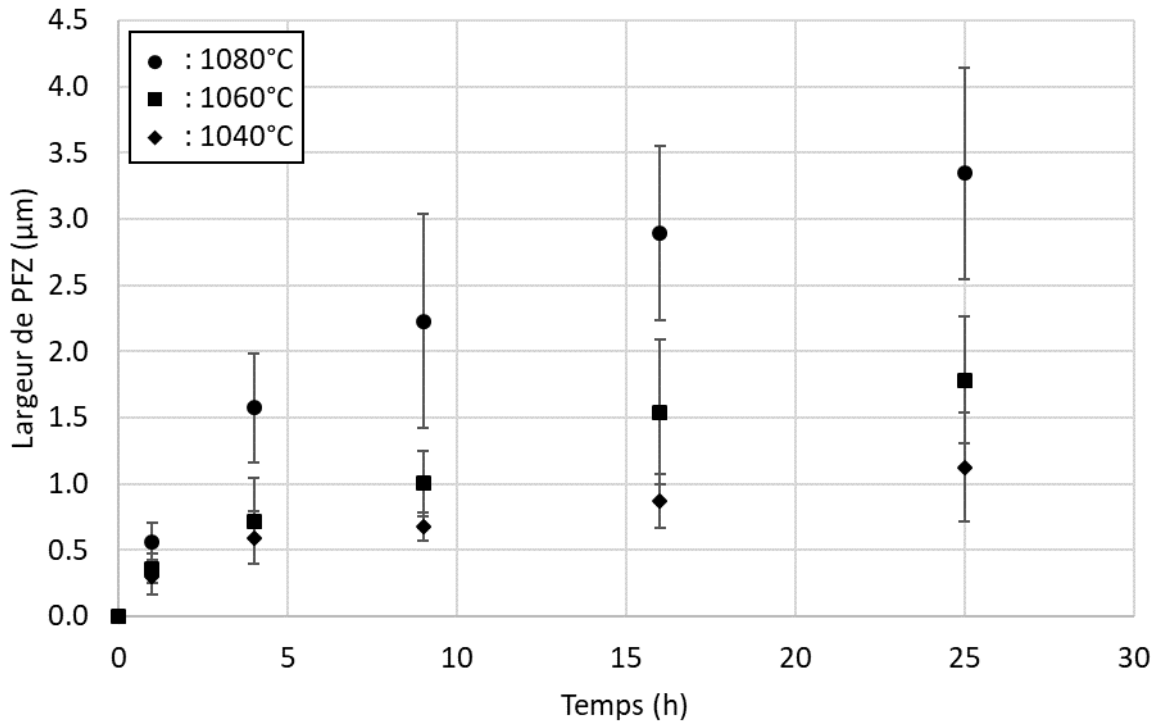


Figure 22 : évolution de la largeur de PFZ en fonction du temps de traitement thermique à 1040 °C, 1060 °C et 1080 °C

Afin de calculer des coefficients de croissance K pour chaque température, ces données ont été tracées sous la forme $w^2 = Kt$ en figure 23. Les valeurs des coefficients de corrélation montrent que cette loi est bien suivie pour les trois températures. Le coefficient K augmente avec la température.

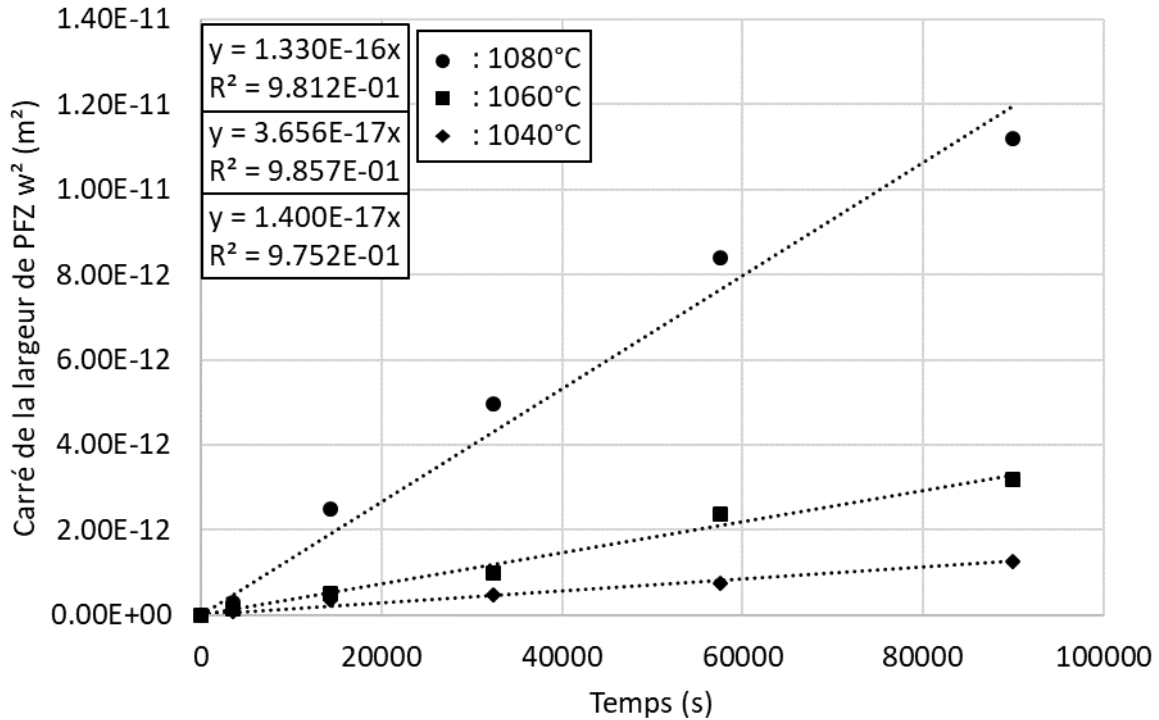


Figure 23 : évolution du carré de la largeur de PFZ en fonction du temps de traitement thermique à 1040 °C, 1060 °C et 1080 °C

De telles évolutions décrivent un phénomène dépendant d'un ou plusieurs mécanismes de diffusion. Il est donc possible de décrire l'évolution des coefficients de croissance K à l'aide d'une loi d'Arrhenius : $K = K_0 e^{\left(\frac{-E}{RT}\right)}$. Il est alors possible de calculer une énergie d'activation E de la croissance des PFZ dans cet alliage en traçant $\ln(K) = f\left(\frac{1}{T}\right)$, ce qui a été fait en figure 24. Une énergie d'activation de 831 kJ/mol est obtenue, ce qui est, comme pour l'AD730™ HC, trop élevé pour être dû à un seul mécanisme de diffusion. Cette énergie est plus probablement représentative de plusieurs mécanismes de diffusion en compétition responsables de la formation et de la croissance des PFZ.

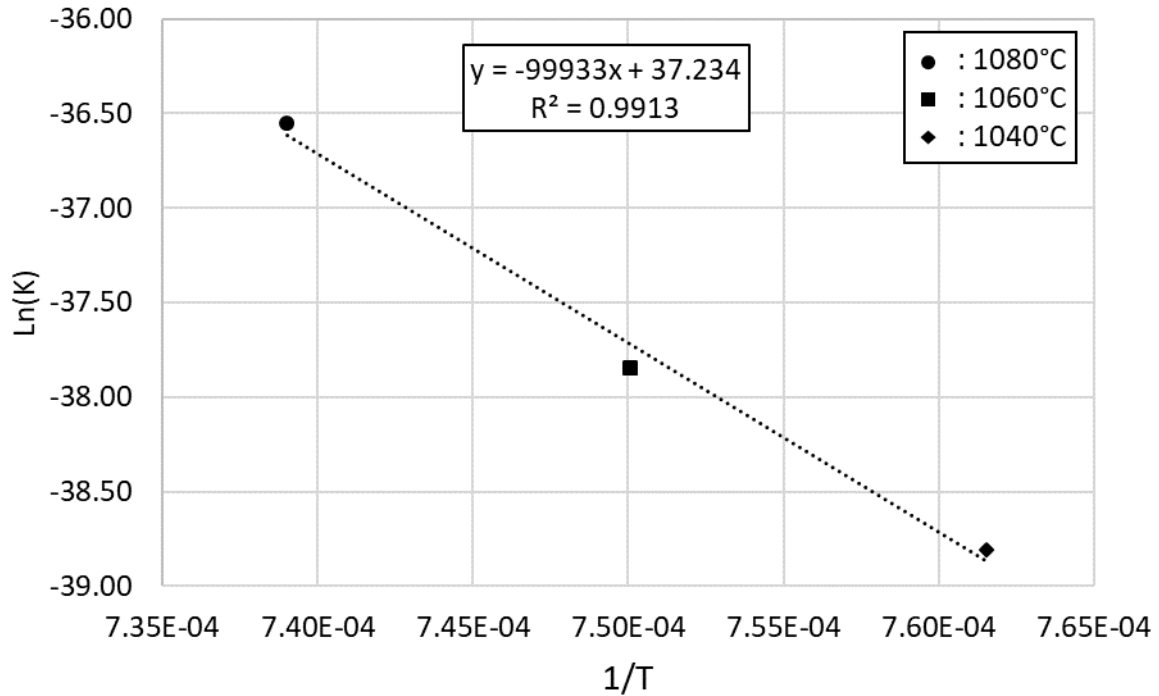


Figure 24 : représentation de la loi d'Arrhenius représentative de la croissance des PFZ en $\ln(K)=f(1/T)$

IV – Evolution de la précipitation secondaire intragranulaire lors de traitements thermiques proche solvus

La précipitation secondaire intragranulaire γ'_{II} a été analysée pour chaque traitement thermique du plan d'expérience à partir de clichés à cœur de grains. Les précipités cubiques ont été assimilés à des sphères afin de pouvoir calculer des rayons équivalents moyens et utiliser la loi LSW descriptive du mûrissement d'Ostwald : $R_{II}^3 = R_{II_0}^3 + K_{II}t$. Comme pour les largeurs de PFZ, les barres d'erreurs présentées sur le graphique de la figure 25 correspondent à plus ou moins un écart-type et rendent compte de la distribution des rayons équivalents moyens de précipités.

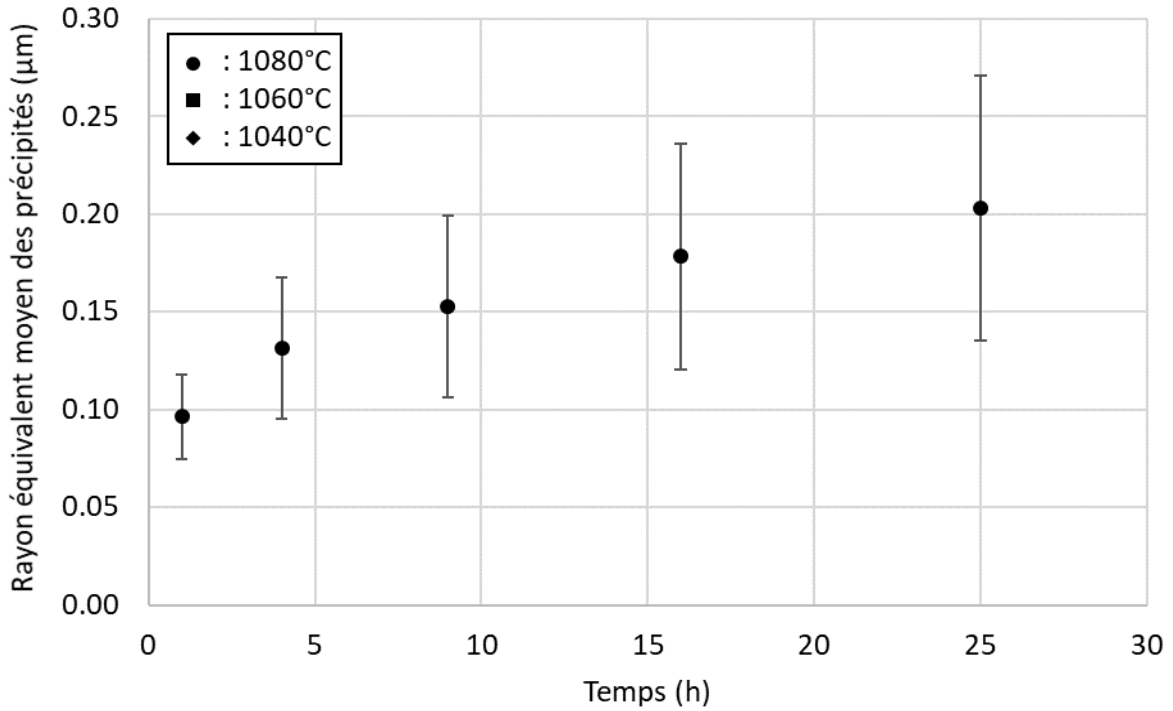


Figure 25 : évolution du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intragranulaires en fonction du temps de traitement thermique à 1080 °C

L'allure de cette courbe semble correspondre à une évolution en racine cubique du temps, tout comme les courbes correspondant aux températures 1040 et 1060 °C présentées figure 26. Les barres d'erreur ont été enlevées sur ce graphique pour des raisons de lisibilité.

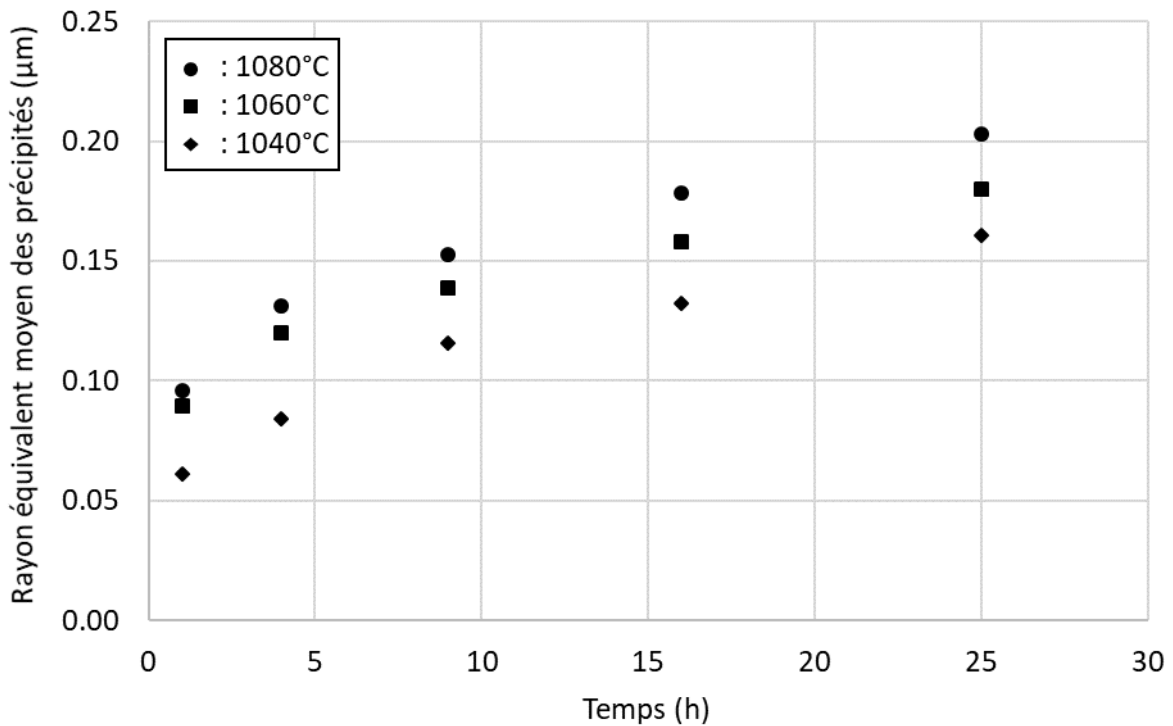


Figure 26 : évolution du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intragranulaires en fonction du temps de traitement thermique à 1040, 1060 et 1080 °C

Afin d'identifier le coefficient de croissance K_{II} des précipités γ'_{II} , les données précédemment présentées ont été tracées sur la figure 27 de manière à être directement identifiable à une loi LSW. Les coefficients de corrélation obtenus étant extrêmement proches de 1, le mûrissement d'Ostwald opère bien à ces températures.

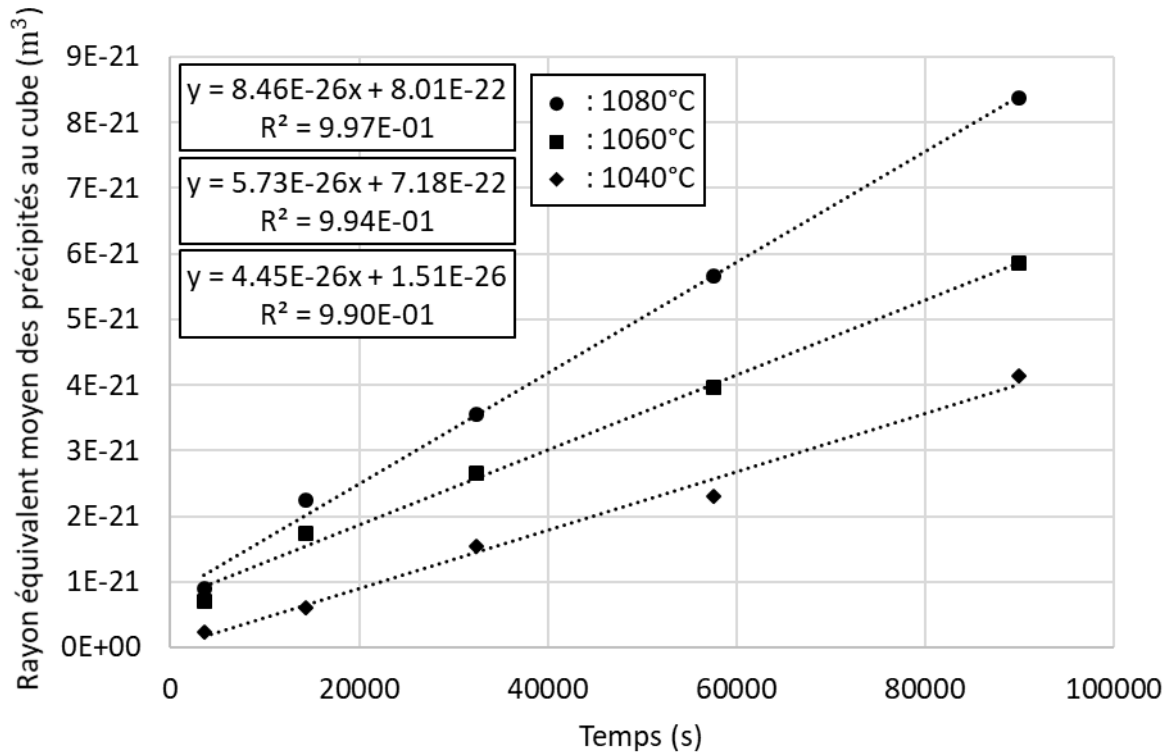


Figure 27 : évolution du cube des rayons équivalents moyens des précipités secondaires intragranulaires pendant des traitements thermiques à 1040, 1060, et 1080 °C

De la même façon que dans l'étude de la largeur de PFZ, il est possible d'utiliser une loi d'Arrhenius afin de calculer l'énergie d'activation de ce mécanisme : 237 kJ/mol, ce qui est cohérent avec les valeurs de la littérature [Masoumi et al. 2016]. Ces données sont présentées en figure 28.

La figure 29 représente les valeurs de fractions surfaciques de précipités secondaires mesurées γ'_{II} . Les valeurs à l'équilibre qui peuvent être estimées grâce à ces données sont 6.1, 9.6 et 12 % respectivement à 1080, 1060 et 1040 °C. Le fait que ces trois courbes atteignent un palier, notamment la courbe à 1080 °C, montre que pour cette microstructure à gros grains dépourvue de précipités primaires γ'_{I} , le solvus des précipités γ'_{II} est supérieur à 1080 °C, ce qui n'est pas le cas pour les microstructures à grains fins, mais logique compte tenu de l'absence de γ'_{I} , dissous lors de la mise en solution supersolvus.

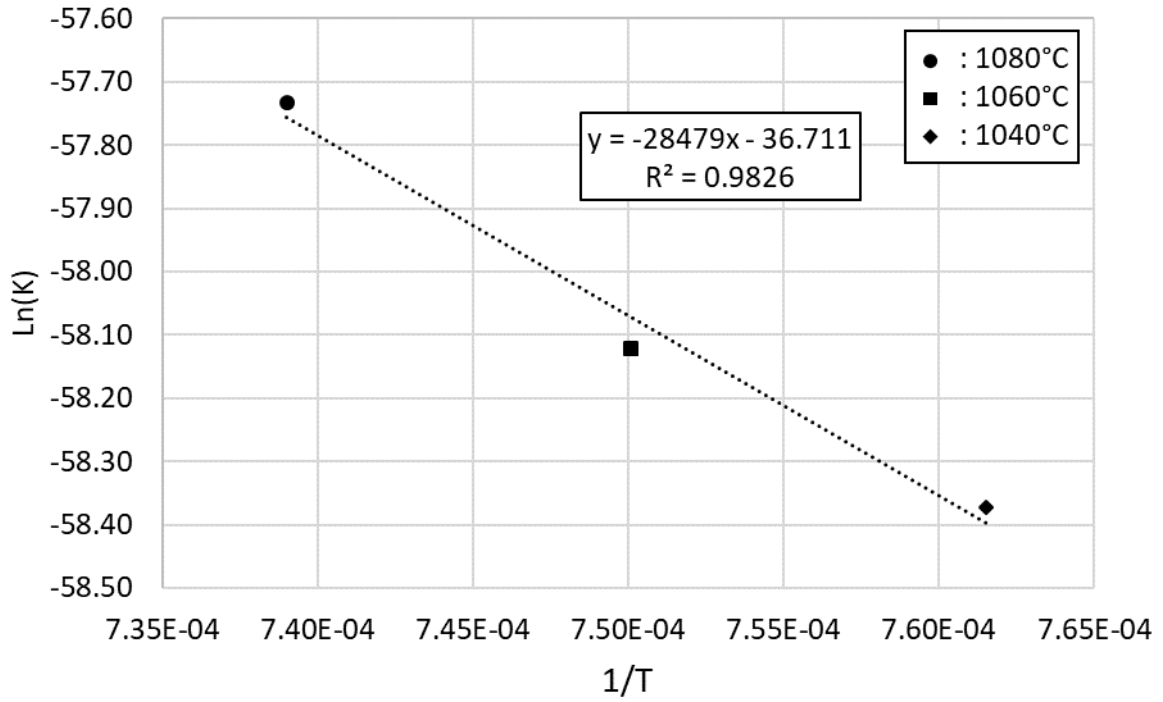


Figure 28 : représentation de la loi d'Arrhenius descriptive du mûrissement d'Ostwald des précipités secondaires intragranulaires en $\ln(K)=f(1/T)$

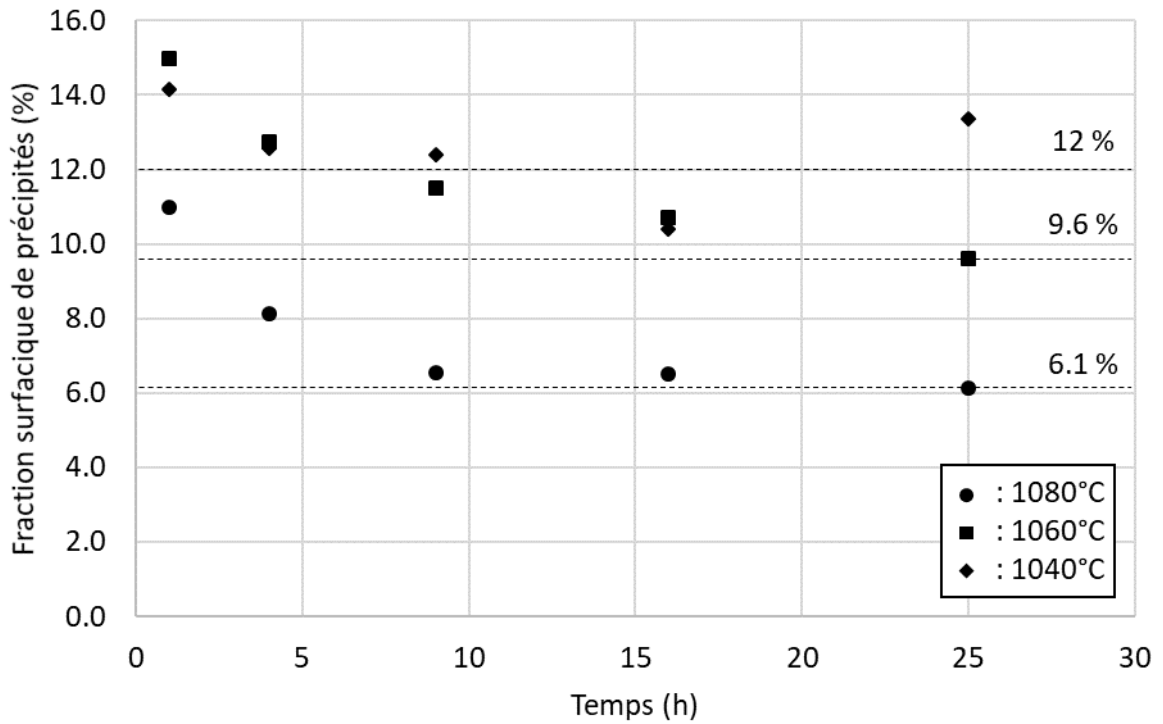


Figure 29 : évolution de la fraction surfacique de précipités secondaires intragranulaires en fonction du temps de traitements thermique à 1040, 1060, et 1080 °C

V – Evolution de la précipitation secondaire intergranulaire lors de traitements thermiques proche solvus

Les précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} ont été analysés de la même façon que les γ'_{II} . Afin de comparer la croissance de ces deux populations de précipités, l'hypothèse d'une croissance suivant une loi LSW a été prise. La figure 30 montre que les coefficients de croissance K_{int} sont plus élevés que les coefficients K_{II} . Les rapports $K_{\text{int}} / K_{\text{II}}$ valent 1,73, 2,27 et 4,18 respectivement pour 1040°C, 1060°C et 1080°C. Cette croissance plus rapide des précipités intergranulaires entraîne donc une perte d'éléments γ' -gènes du cœur de grains vers les joints de grains, responsable de la croissance des PFZ, comme dans le cas de l'AD730 HC. De plus, le rapport $K_{\text{int}} / K_{\text{II}}$ augmente avec la température, ce qui pourrait expliquer l'augmentation du coefficient de croissance des PFZ avec la température.

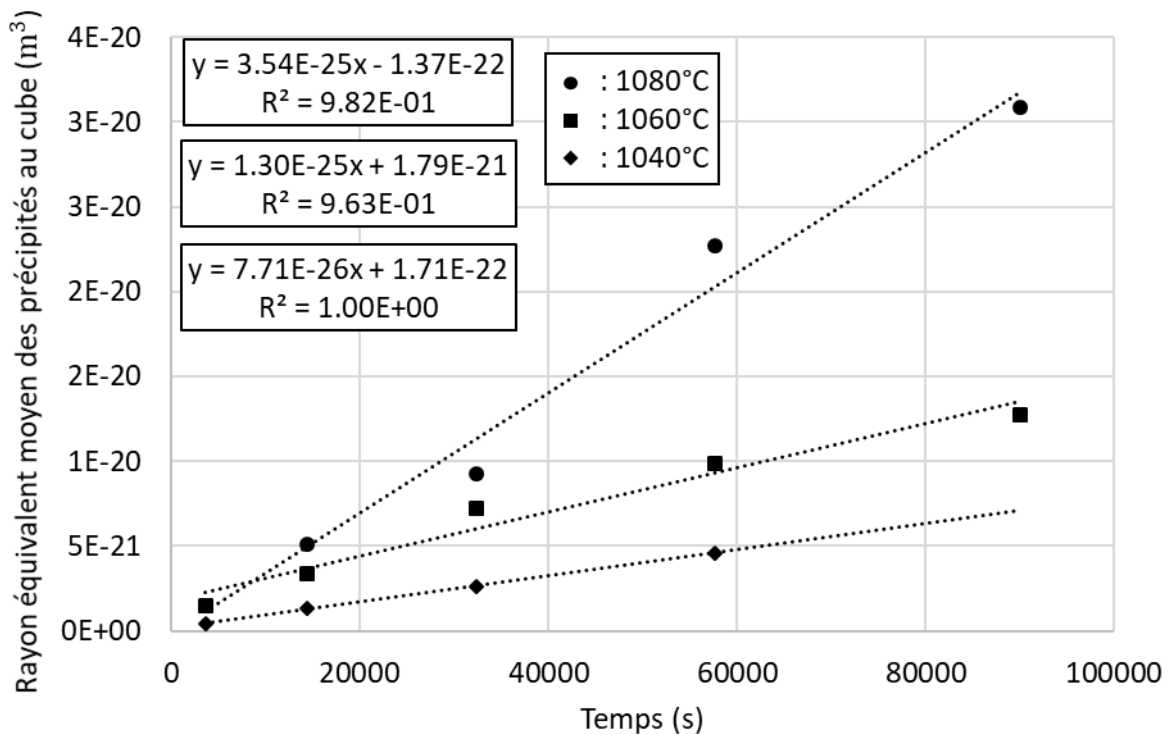


Figure 30 : évolution du cube du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intergranulaires en fonction du temps de traitement thermique

L'énergie d'activation du mécanisme de croissance de ces précipités a été calculé à l'aide d'une loi d'Arrhenius, représentée sur la figure 31. La valeur obtenue de 562 kJ/mol est beaucoup plus élevée que pour les γ'_{II} , ce qui traduit une plus forte sensibilité de la croissance de ces précipités à la température. Cette valeur étant particulièrement haute pour un mécanisme de croissance de précipités, plusieurs mécanismes diffusifs en compétition sont probablement encore une fois mis en jeu.

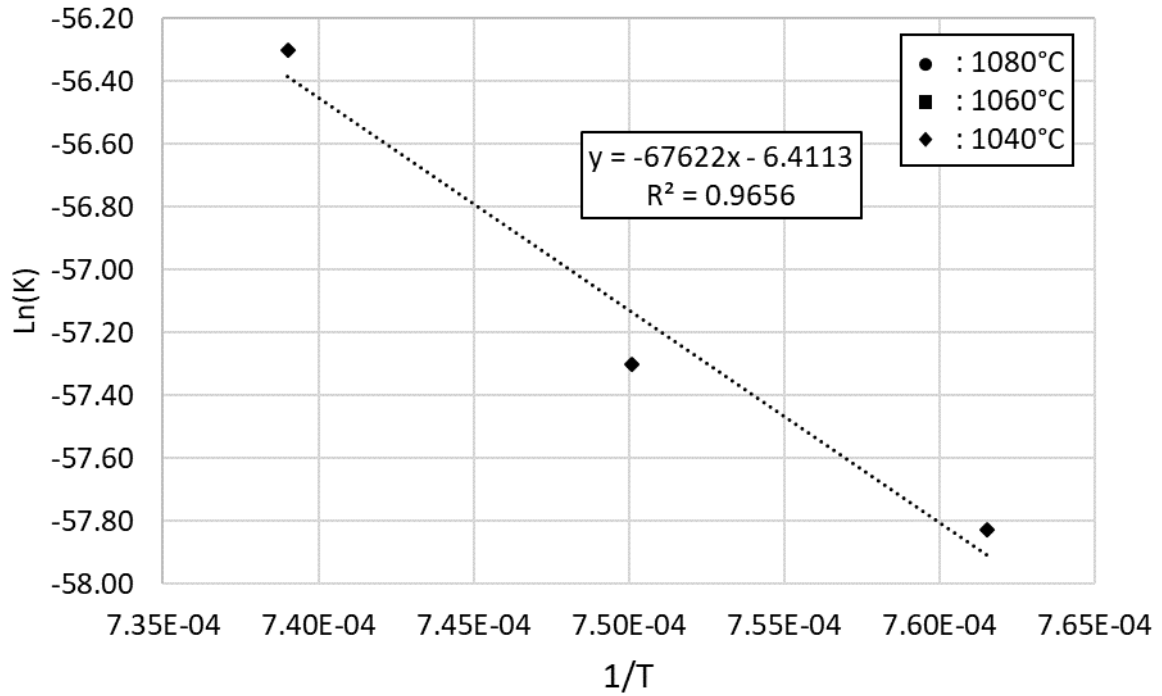


Figure 31 : représentation de la loi d'Arrhenius descriptive de la croissance des précipités secondaires intergranulaires en $\ln(K)=f(1/T)$

Le nombre de précipités aux joints de grains, représenté en figure 32, diminue lorsque le temps et la température de traitement thermique augmentent. Cela traduit probablement un mécanisme de coalescence des précipités.

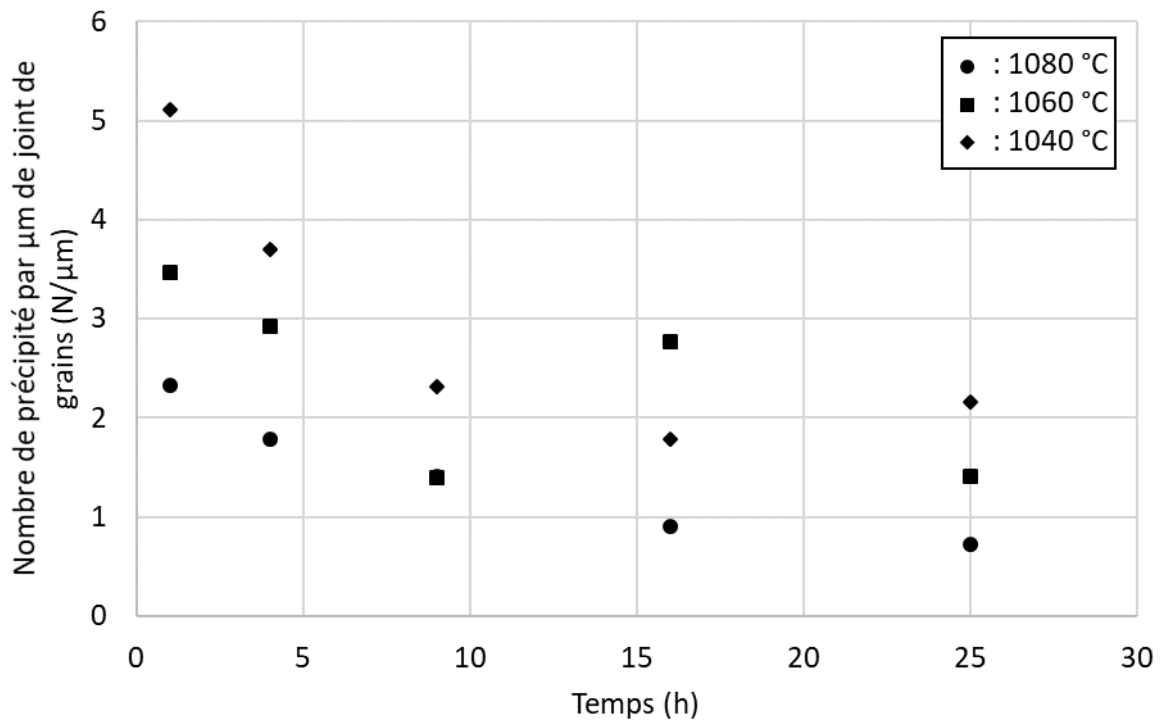


Figure 32 : évolution du nombre de précipités aux joints de grains en fonction du temps de traitement thermique à 1040, 1060 et 1080 °C

La densité de précipités aux joints de grains a également été analysée. Les résultats présentés sur la figure 33 montrent une augmentation de la surface occupée par les précipités aux joints de grains malgré la diminution de leur nombre. Cela montre qu'il y a une augmentation de la « quantité de matière » γ' aux joints de grains et donc, en prenant l'hypothèse que la fraction globale de précipités dans l'échantillon est constante, que de la matière γ' est « perdue » dans la PFZ au profit des joints de grains.

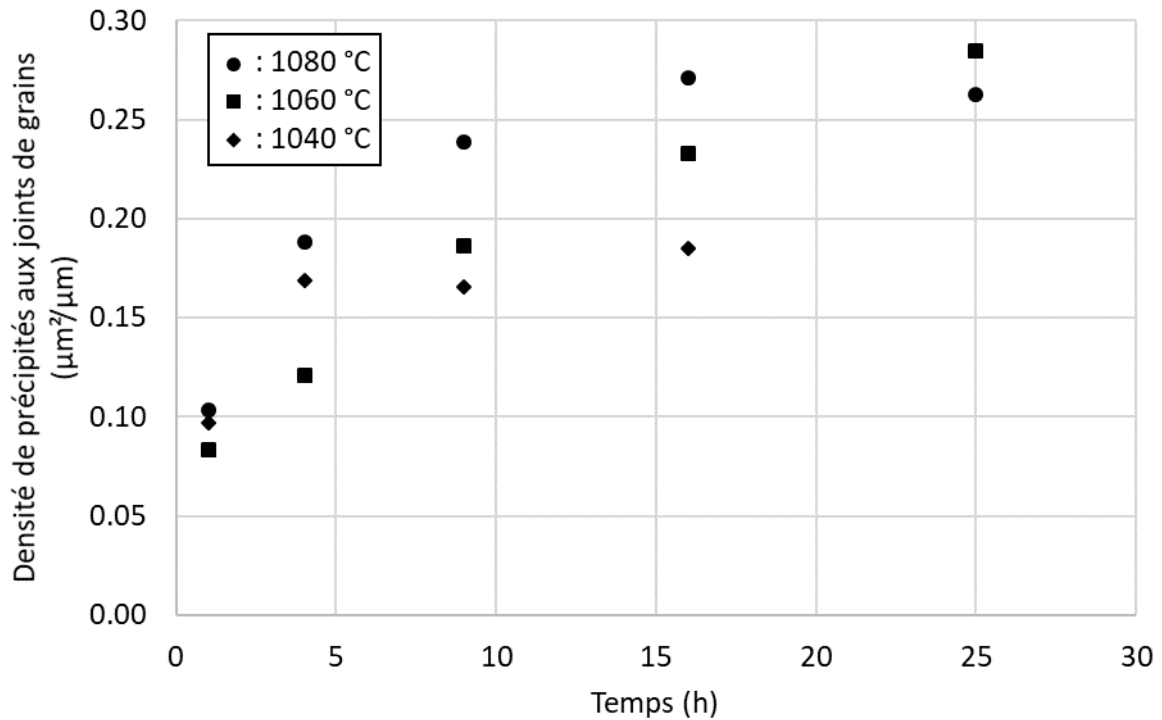


Figure 33 : évolution de la densité de précipités aux joints de grains lors de traitements thermiques à 1040, 1060 et 1080 °C

Les évolutions de microstructures dans l'AD730TM sont donc très similaires à celles ayant lieu dans l'AD730TM HC, que ce soit lors de la gamme de traitement thermique gros grains standard ou lors de traitements thermiques proche solvus.

Annexe 3 : Evolution de Microstructure dans le René 65

Les résultats présentés dans cette annexe ont pour but de confirmer et compléter les résultats présents dans le corps de la thèse mais également d'évaluer l'impact des variations de compositions chimiques globales entre alliages. Dans un premier temps, l'alliage et sa microstructure seront brièvement présentés, puis dans une démarche analogue à celle du chapitre I.3, les évolutions de microstructures lors de traitements thermiques proche solvus seront abordées. Les résultats ne seront pas discutés en détails dans cette annexe, les résultats importants concernant cet alliage étant discutés dans le corps de la thèse.

I – Microstructures et composition de l'alliage

Le René 65 est un superalliage γ/γ' polycristallin obtenu par voie coulée/forgée développé par General Electric à partir du René 88DT. Cet alliage est relativement proche de l'AD730™ par sa composition chimique, disponible dans le tableau 6, et par sa microstructure. Cet alliage a déjà été étudié au laboratoire, et une description plus complète est disponible dans le manuscrit de thèse d'Aude Laurence [Laurence 2016]. La matière utilisée provient du disque brut de forge utilisé dans cette dernière thèse.

Tableau 6 : compositions chimiques de référence [Laurence 2016] et mesurée du René 65 utilisé

Eléments (wt%)	Ni	Co	Fe	Cr	Ti	Mo	Nb	W	Al	Zr	C	Σ
EDS-X	56,8	13,5	1,0	15,7	4,0	3,6	0,5	3,1	1,9	-	-	100
Référence	bal.	13	1	16	3,7	4	0,7	4	2,1	0,05	0,03	

Cet alliage présente principalement trois phases : la matrice γ , différentes populations de précipités γ' , et des borures. La fraction volumique totale de précipités dans cet alliage est d'environ 40 %. Lors de survieillissements, des phases TCP peuvent également se former. Dans cette étude, toutes les microstructures présentées seront des microstructures gros grains obtenues par une mise en solution supersolvus d'1 h à 1120 °C. Les précipités γ' primaires sont donc dissouts et la taille de grains atteint 97 μm . Les températures de traitements thermiques étudiées ne seront pas propices à la formation de phases TCP.

II – Evolution de la largeur de PFZ lors de traitements thermiques proches solvus

La température de solvus du René 65 étant évaluée à 1110 °C, la même matrice de traitements thermiques que pour les deux nuances d'AD730™ a été utilisée pour le René 65.

Les microstructures aux abords des joints de grains après 4 et 25 h aux trois températures de l'étude sont présentées en figure 34.

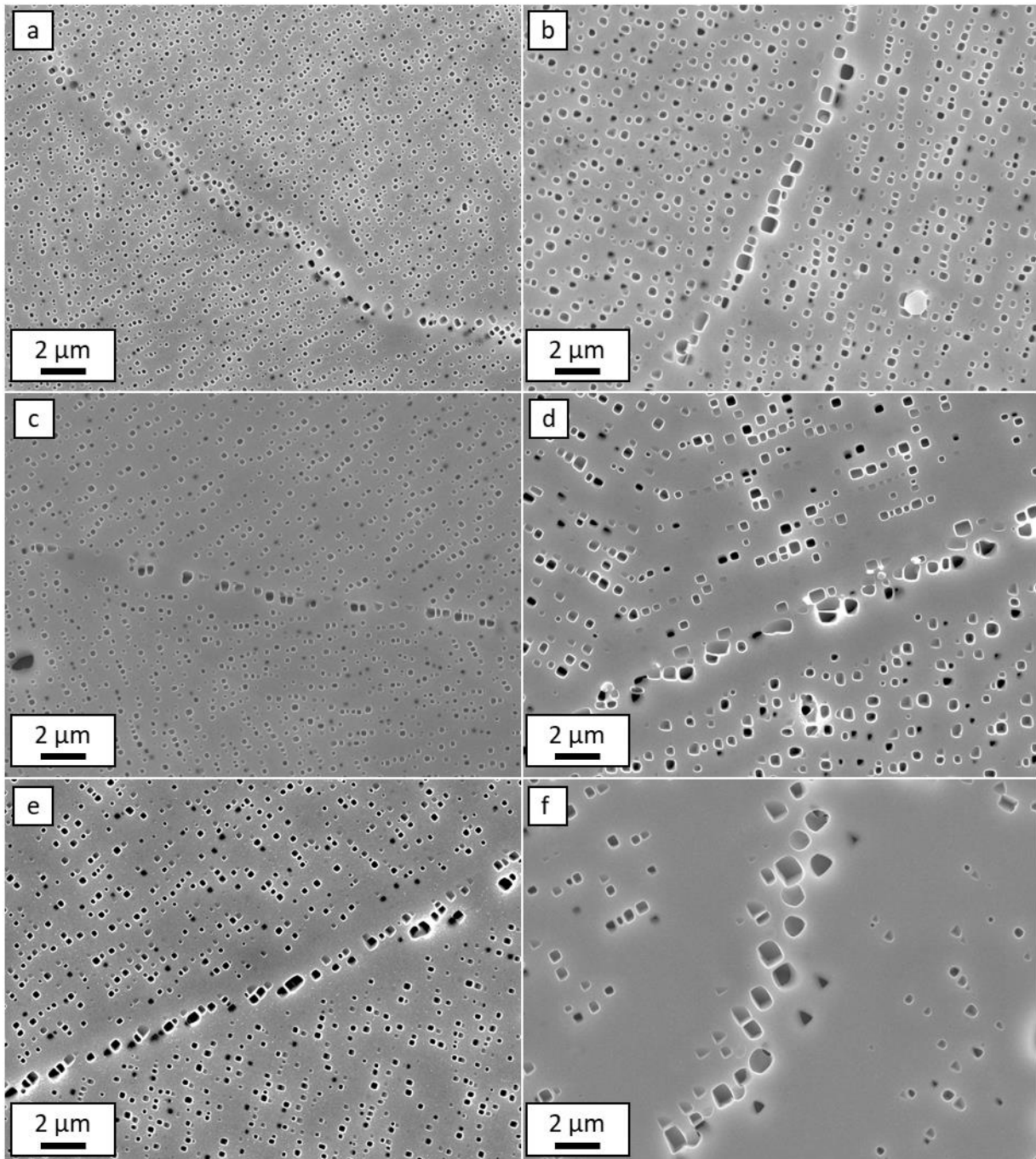


Figure 34 : microstructures aux abords des joints de grains au MEB-FEG en SEI après 1040 °C a) 4 h et b) 25 h, 1060 °C c) 4 h et d) 25 h, et 1080 °C e) 4 h et f) 25 h

Visuellement, les évolutions de microstructure semblent similaires à celles observées sur les autres alliages. La largeur de PFZ augmente avec le temps et la température de traitement thermique, tout comme le rayon moyen de précipités secondaires intragranulaires et intergranulaires. Il semble également que la croissance des précipités intergranulaires est plus rapide que celle des précipités à cœur de grains.

Le carré de la largeur de PFZ a été tracé en fonction du temps de traitement thermique pour 1040 °C, 1060 °C et 1080 °C sur la figure 35.

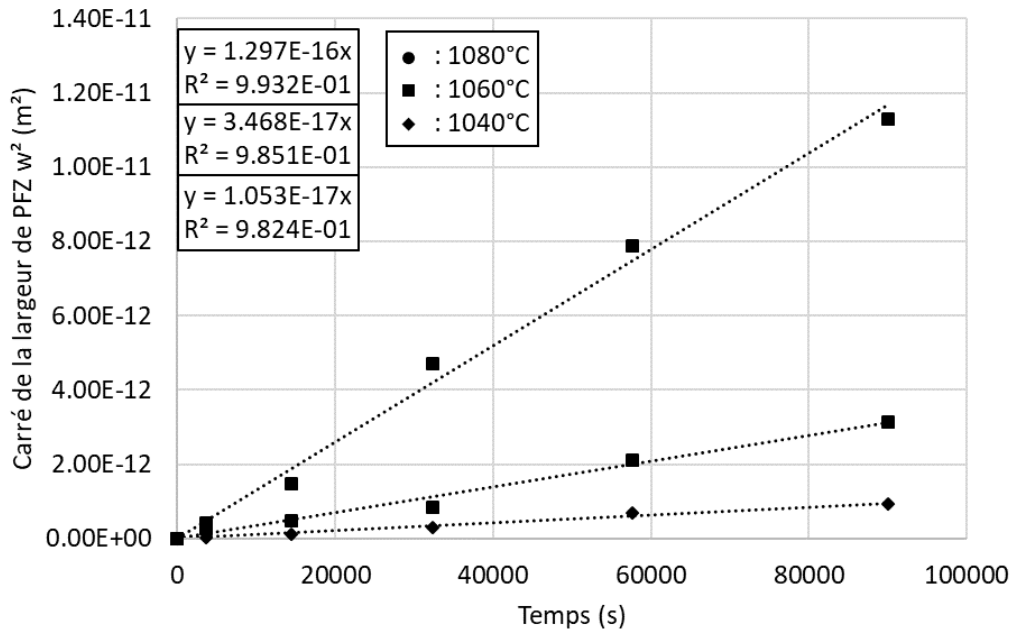


Figure 35 : évolution du carré de la largeur de PFZ en fonction du temps de traitement thermique à 1040, 1060 et 1080 °C

Les coefficients de corrélation des trois courbes de tendances montrent bien que la croissance des PFZ suit une loi parabolique pour chacune des températures étudiées. De plus, comme le montre la figure 36, le coefficient de croissance des PFZ K suit bien une loi d'Arrhenius. L'énergie d'activation apparente calculée à l'aide de cette loi est de 927 kJ/mol. Comme pour les deux nuances d'AD730™, cette valeur est trop élevée pour être due à un seul mécanisme de diffusion.

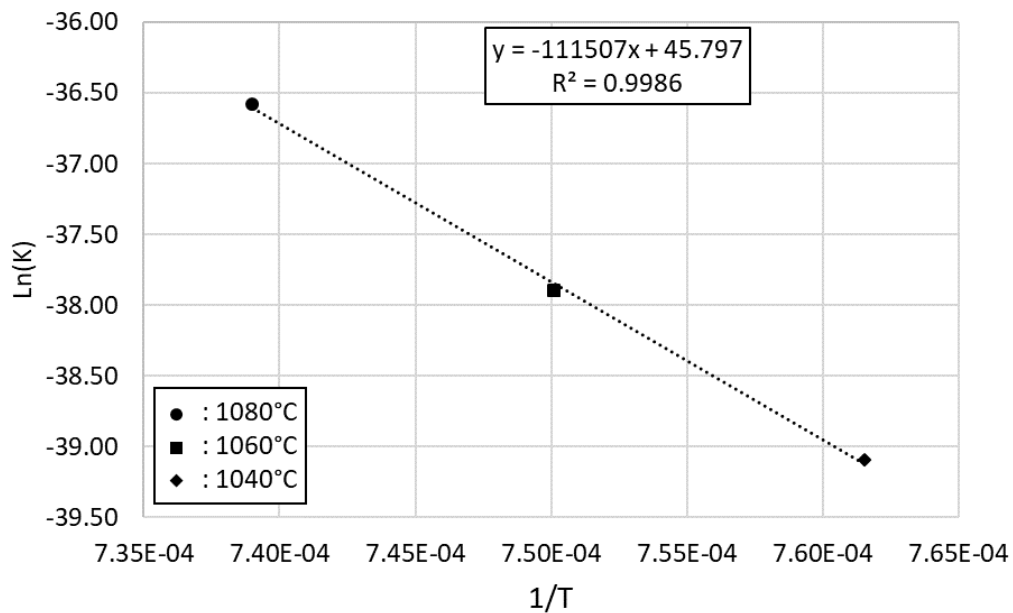


Figure 36 : représentation de la loi d'Arrhenius représentative de la croissance des PFZ en $\ln(K)=f(1/T)$

III – Evolution de la précipitation secondaire intragranulaire lors de traitements thermiques proche solvus

De la même façon que pour les autres alliages de l'étude, la croissance des précipités secondaires intragranulaire γ'_{II} a été modélisée par une loi LSW représentative du mûrissement d'Ostwald. L'évolution du cube des rayons équivalents moyens des précipités au cours des traitements thermiques proches solvus est présentée en figure 37.

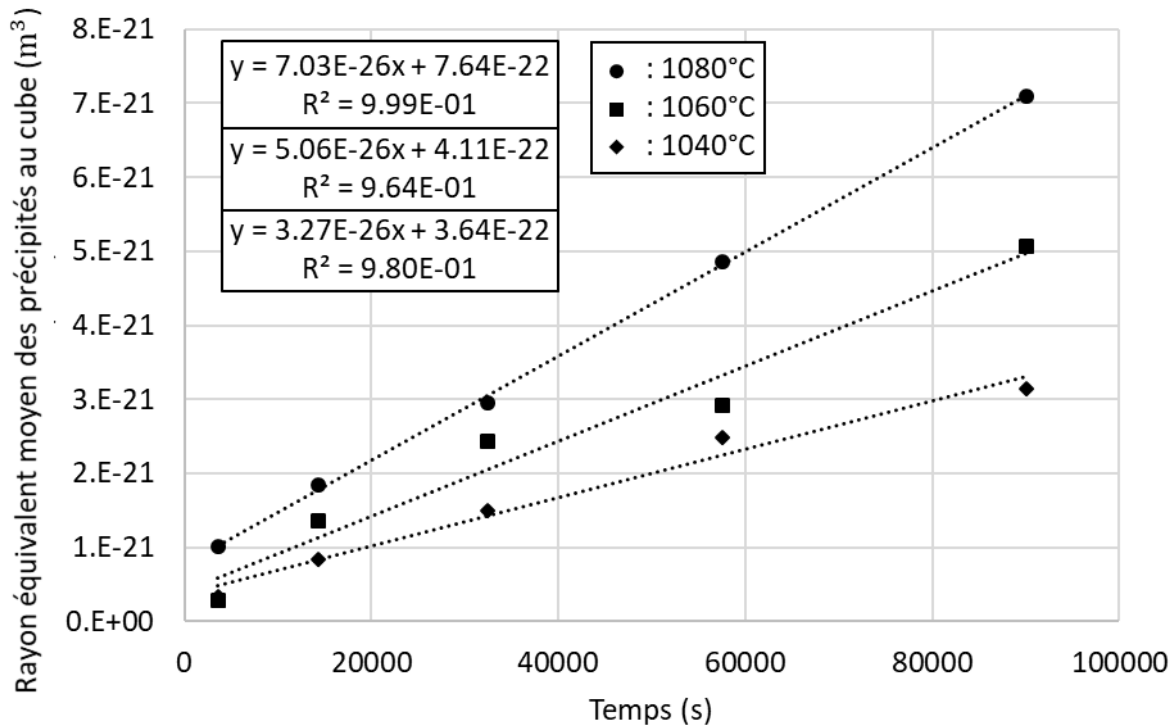


Figure 37 : évolution du cube du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intragranulaires en fonction du temps de traitement thermique.

L'évolution du coefficient de croissance K_{II} des précipités γ'_{II} en fonction de la température a été modélisée à l'aide d'une loi d'Arrhenius, présentée figure en 38. L'énergie d'activation apparente associée vaut 283 kJ/mol, ce qui est assez faible comparé aux valeurs obtenus par Laurence (349 kJ/mol [Laurence 2016]) et Wessman (348 kJ/mol [Wessman 2016]). Comme discuté dans le corps principal du manuscrit, cette différence pourrait s'expliquer par les plus hautes températures étudiées dans l'étude présentée dans ce manuscrit. De plus, cette étude s'intéresse à des microstructures préalablement mise en solution supersolvus, et donc dépourvues de précipités primaires, ce qui n'est pas le cas des microstructures étudiées par Laurence et Wessman. La dissolution des précipités primaires a ainsi modifié la composition chimique du cœur des grains, plus chargée en éléments γ' -gènes.

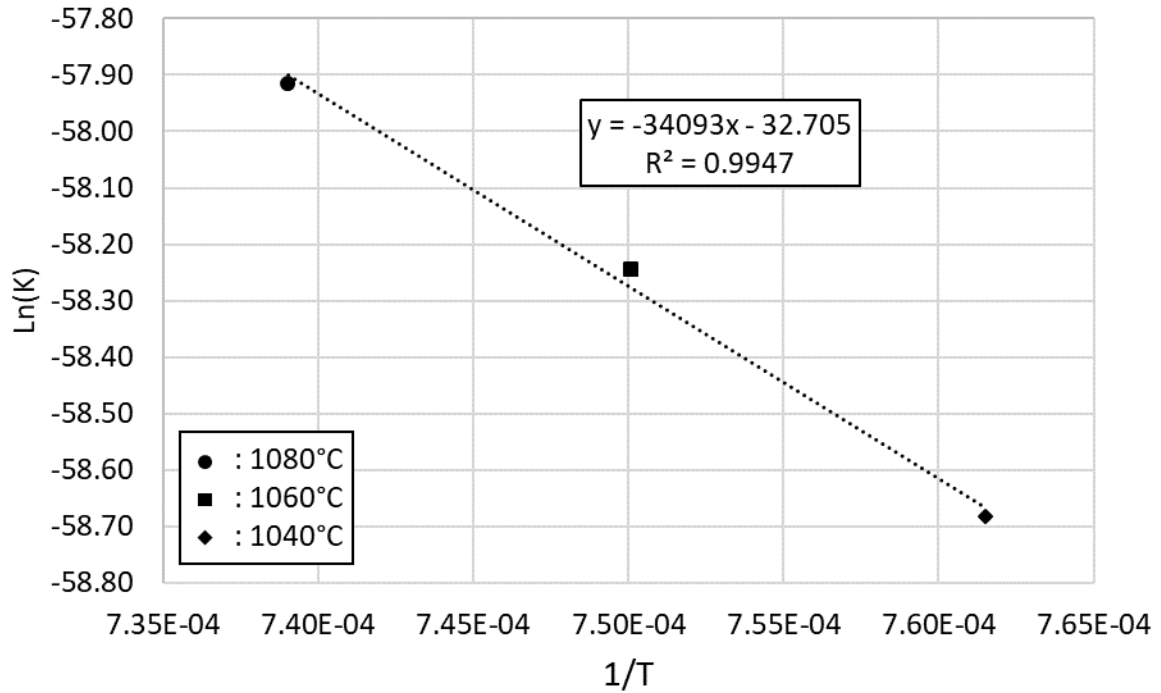


Figure 38 : représentation de la loi d'Arrhenius représentative du mûrissement d'Ostwald des précipités γ'_{II}

Concernant la fraction surfacique de précipités secondaires γ'_{II} , les valeurs estimées à l'aide des données présentées figure 39 sont respectivement de 6,6 %, 9 %, et 13,7 % à 1080 °C, 1060 °C et 1040 °C.

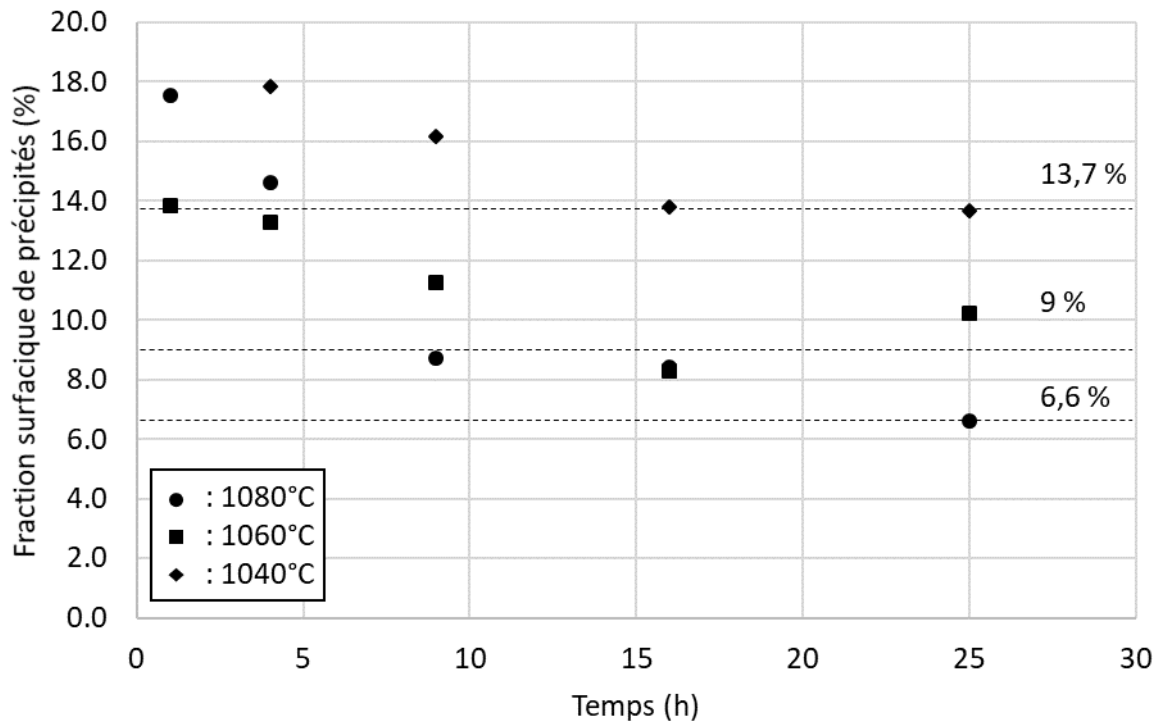


Figure 39 : évolution de la fraction surfacique de précipités secondaires intragranulaires en fonction du temps de traitements thermique à 1040, 1060, et 1080 °C

IV – Evolution de la précipitation secondaire intergranulaire lors de traitements thermiques proches solvus

La croissance des précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} a également été modélisée par une loi de type LSW dont les valeurs sont présentées en figure 40. Malgré les hypothèses faites ne correspondant pas à la réalité et la localisation particulière de ces précipités, les coefficients de corrélation sont assez bons. Des coefficients de croissance K_{int} ont ainsi pu être identifiés et l'évolution de leur valeur en fonction de la température a été modélisée par une loi d'Arrhenius représentée sur la figure 41. L'énergie d'activation apparente correspondante est de 472 kJ/mol. Les commentaires fait sur les deux nuances d'AD730TM sont également valables pour le René 65. Quelques différences sont cependant à noter, elles ont été détaillées dans le corps de ce manuscrit.

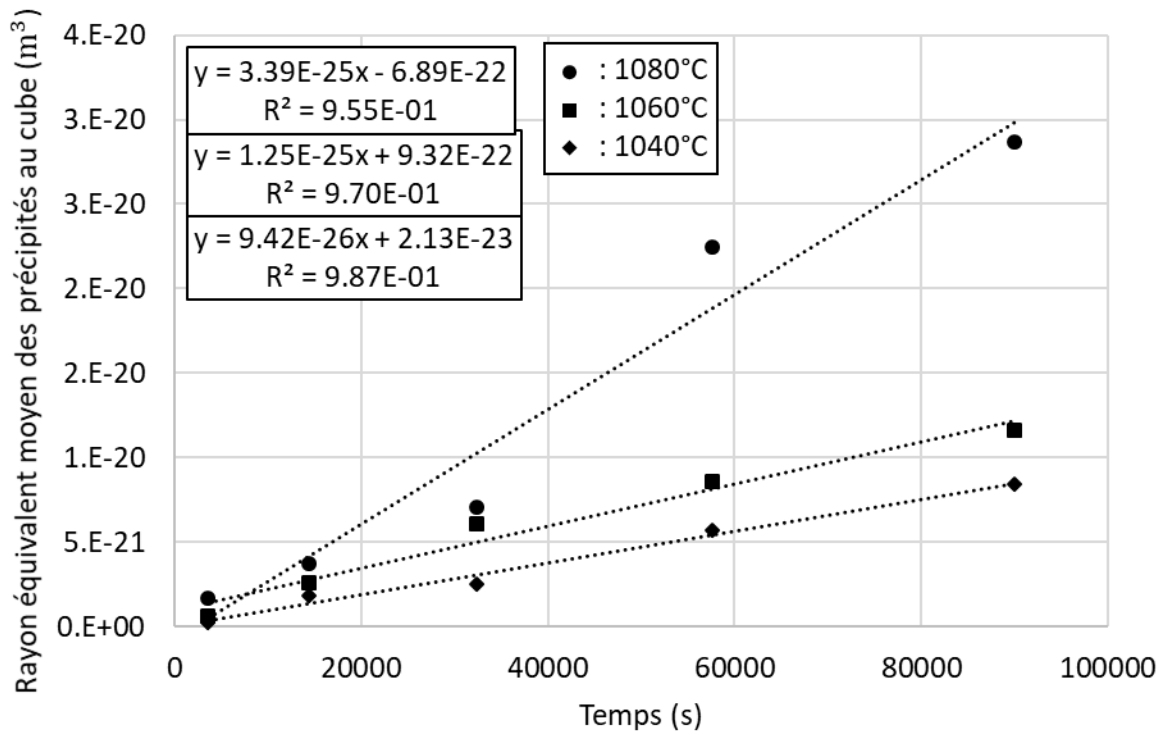


Figure 40 : évolution du cube du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intergranulaires en fonction du temps de traitement thermique

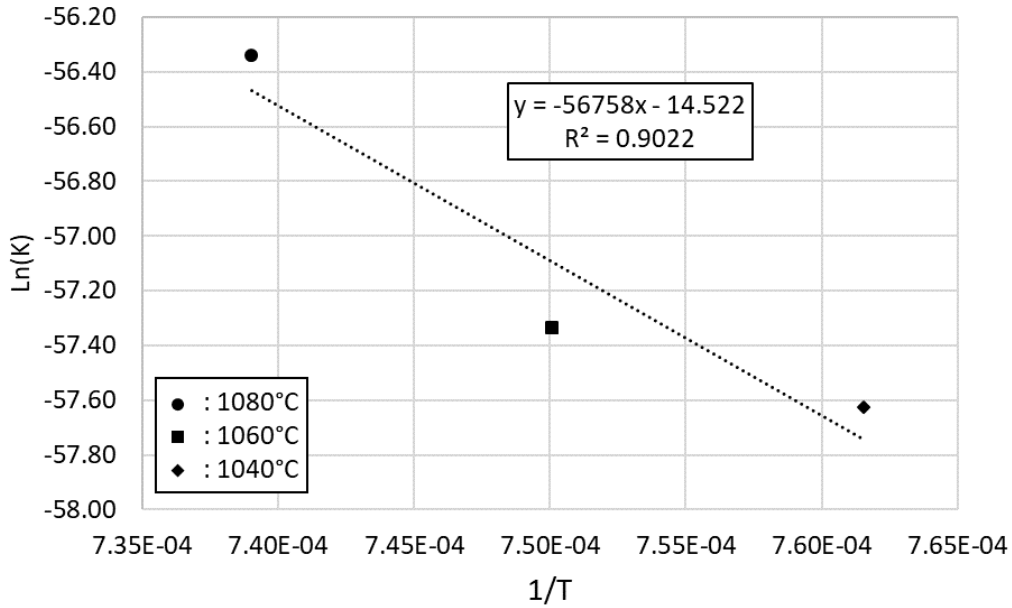


Figure 41 : représentation de la loi d'Arrhenius représentative de la croissance des précipités intergranulaires

Le nombre de précipités le long des joints de grains a également été analysé pour ces traitements thermiques. Comme il est possible de le voir en figure 42, il décroît avec le temps de traitement thermique. Seul la valeur après 1 h à 1060 °C semble dévier de l'allure générale des courbes. Il est probable que cette déviation soit liée à une variation de température du four ou à un artéfact d'échantillonnage plutôt qu'à un phénomène métallurgique.

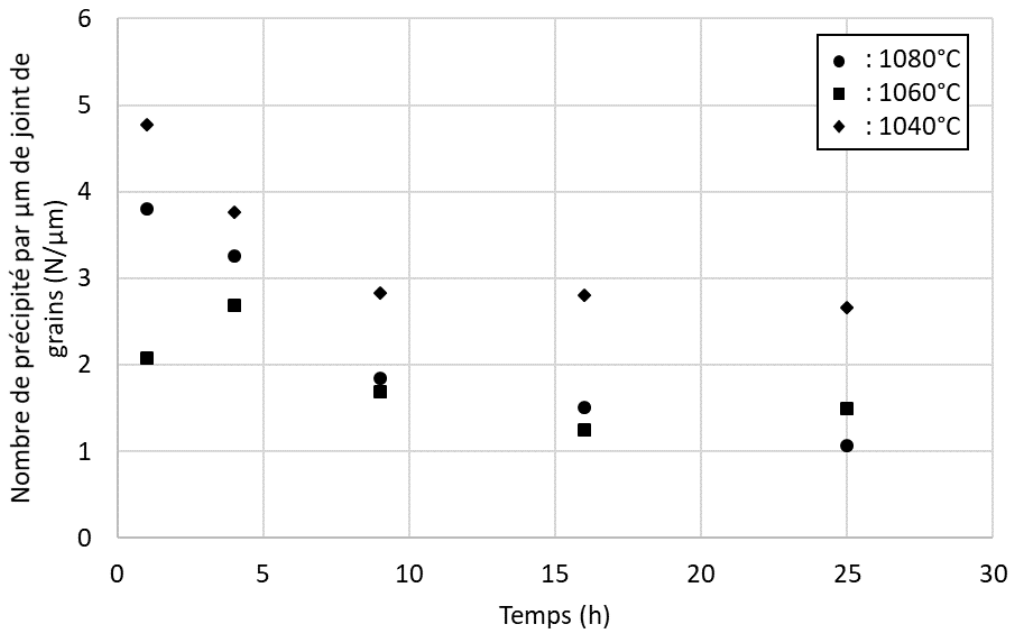


Figure 42 : évolution du nombre de précipités aux joints de grains en fonction du temps de traitement thermique à 1040, 1060 et 1080 °C

La densité de précipités aux joints de grains a également été analysée. Comme pour les autres alliages étudiés, les résultats présentés sur la figure 43 montrent une augmentation de la surface occupée par les précipités aux joints de grains malgré la diminution de leur nombre.

Cela montre qu'il y a une augmentation de la « quantité de matière » γ' aux joints de grains et donc que de la matière γ' est « perdue » dans la PFZ au profit des joints de grains.

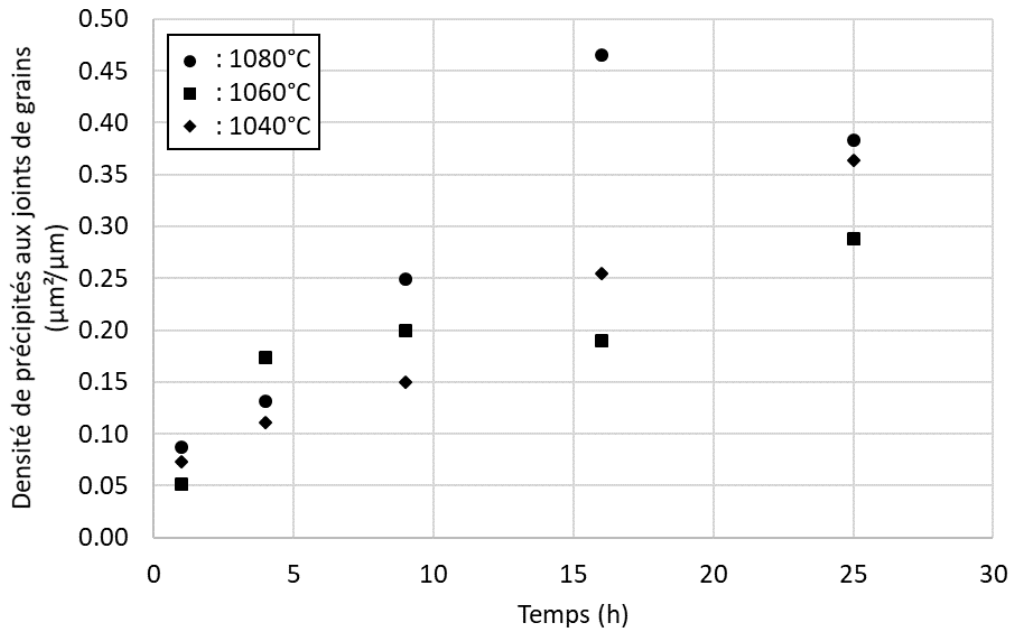


Figure 43 : évolution de la densité de précipités aux joints de grains en fonction du temps de traitement thermique à 1040, 1060 et 1080 °C

Annexe 4 : Evolution de Microstructure dans l'Udimet 720Li

I – Microstructures et composition de l'alliage

L'Udimet 720Li est un alliage γ/γ' polycristallins développé par Special Metals Corporation et dérivé de l'Udimet 720, développé par cette même société. « Li » signifie Low Interstitial, cet alliage ayant été développé afin de limiter les inclusions (clusters de carbures et borures) et la formation de la phase σ . En dehors des différences de compositions chimiques globales, présentées dans le tableau 7, cet alliage diffère principalement des nuances d'AD730™ et du René 65 par sa plus forte fraction volumique de phase γ' , environ 45 %, contre entre 35 et 40 % pour les trois autres alliages. La matière utilisée provient d'une débouchure de disque brute de forge.

Tableau 7 : compositions chimiques de référence [Larrouy 2014] et mesurée de l'Udimet 720Li utilisé

Eléments (wt%)	Ni	Co	Fe	Cr	Ti	Mo	Nb	W	Al	Zr	C	Σ
EDS-X	58,1	15,2	-	15,9	5,3	2,7	-	0,7	2,1	-	-	100
Référence	bal.	15	-	16	5	3	-	1,25	2,5	0,03	0,03	

Cet alliage présente principalement quatre phases : la matrice γ , différentes populations de précipités γ' , des carbures et carbo-nitrures, et des borures. Dans cette étude, toutes les microstructures présentées seront des microstructures gros grains obtenues par mise en solution supersolvus pendant 1 h à 1160 °C. Les précipités γ' primaires sont donc dissouts et la taille de grains atteint 226 μm .

II – Evolution de la largeur de PFZ lors de traitements thermiques proches solvus

Le solvus de la phase γ' est évalué à environ 1154°C [Larrouy 2014], ce qui est environ 40 °C supérieur à celui des deux nuances d'AD730 et du René 65. Pour cette raison, le plan d'expérience a été modifié. Il consistera pour cet alliage à des traitements thermiques de 1, 4, 9, 16 et 25 h à 1080 °C, 1100 °C et 1120 °C afin d'avoir une différence de température entre les traitements thermiques et le solvus comparable entre tous les alliages. Les microstructures proches des joints de grains correspondant à ce plan d'expérience sont présentées en figure 44 et les évolutions du carré de la largeur de PFZ sont reportées dans le graphique de la figure 45.

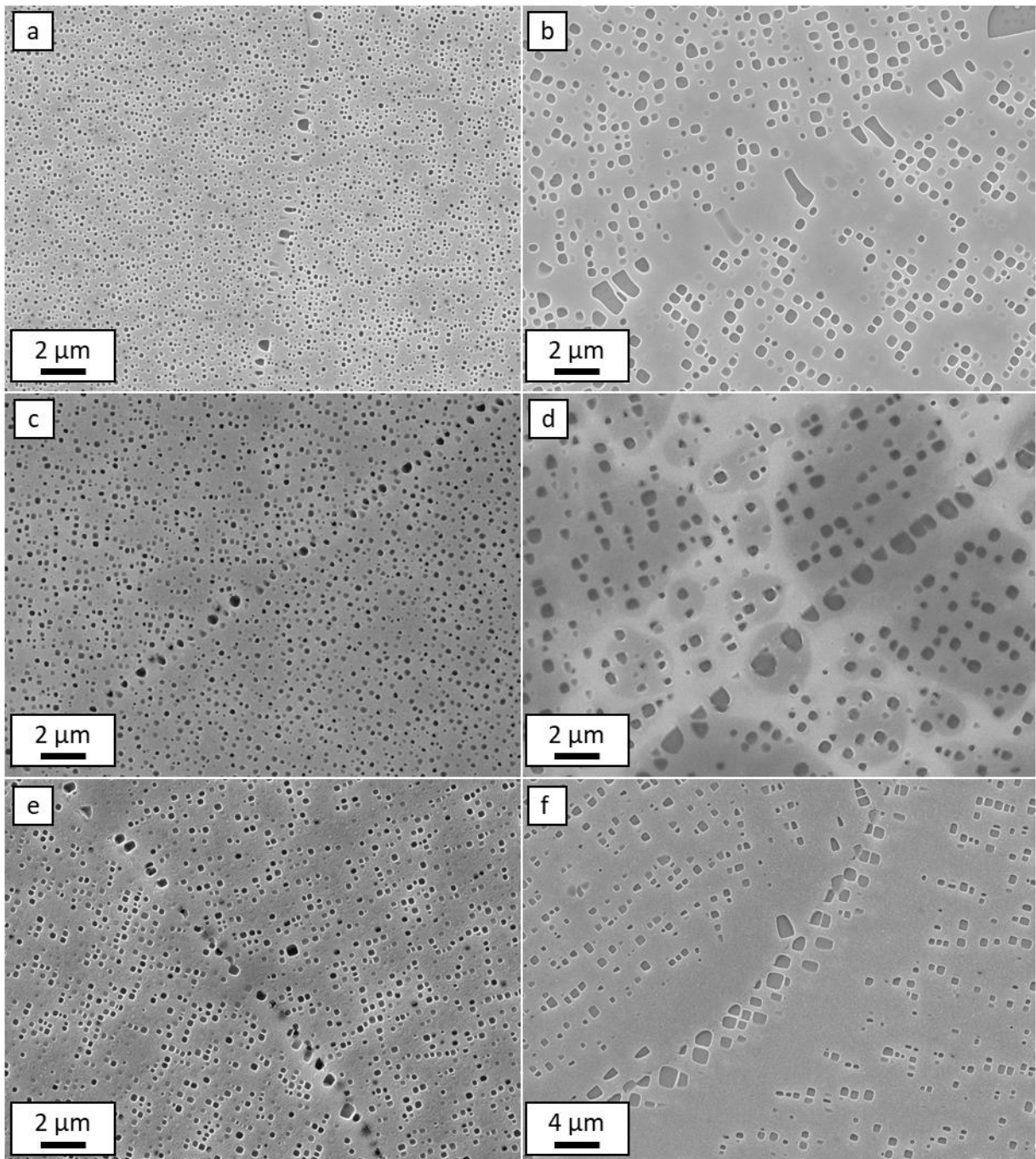


Figure 44 : microstructures aux abords des joints de grains au MEB-FEG en SEI après 1080 °C a) 1 h et b) 16 h, 1100 °C c) 1 h et d) 16 h, et 1120 °C e) 1 h et f) 16 h

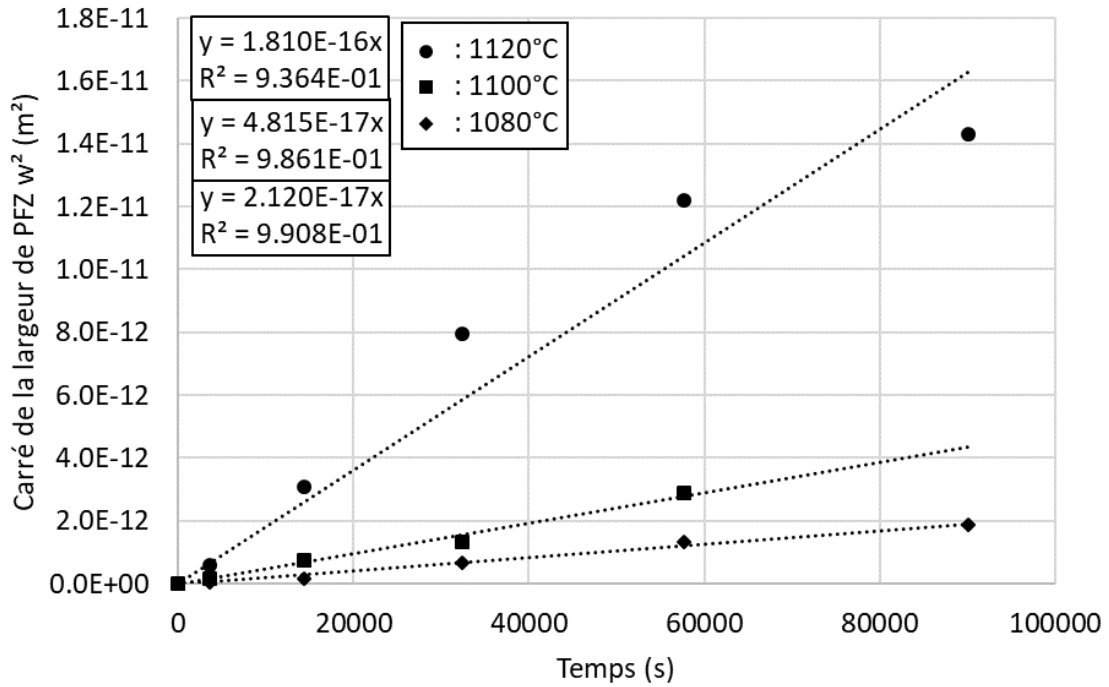


Figure 45 : évolution du carré de la largeur de PFZ en fonction du temps de traitement thermique à 1080, 1100 et 1120 °C

De la même manière que pour les autres alliages, ces valeurs suivent des lois paraboliques et le coefficient de croissance des PFZ augmente avec la température. Ce coefficient a donc été décrit par une loi d'Arrhenius dont la représentation est présentée en figure 46, permettant de calculer une énergie d'activation apparente de 839 kJ/mol.

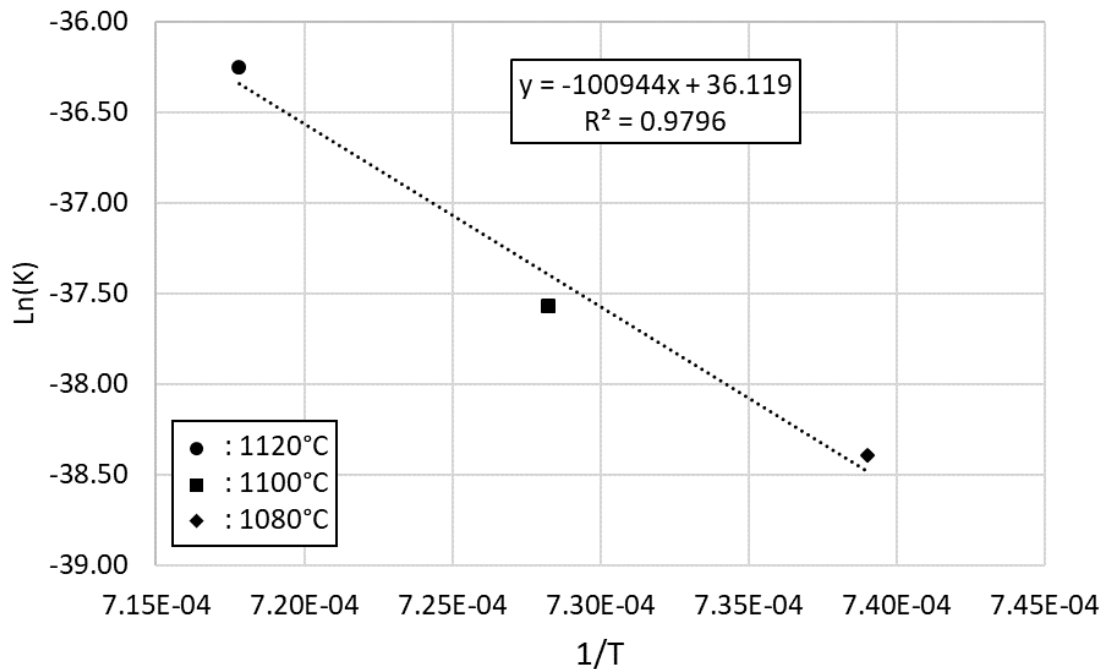


Figure 46 : représentation de la loi d'Arrhenius représentative de la croissance des PFZ en $\ln(K)=f(1/T)$

III – Evolution de la précipitation secondaire intragranulaire lors de traitements thermiques proche solvus

L'évolution des précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} lors de ces traitements thermiques a également été étudiée. Les données sont présentées dans le graphique de la figure 47.

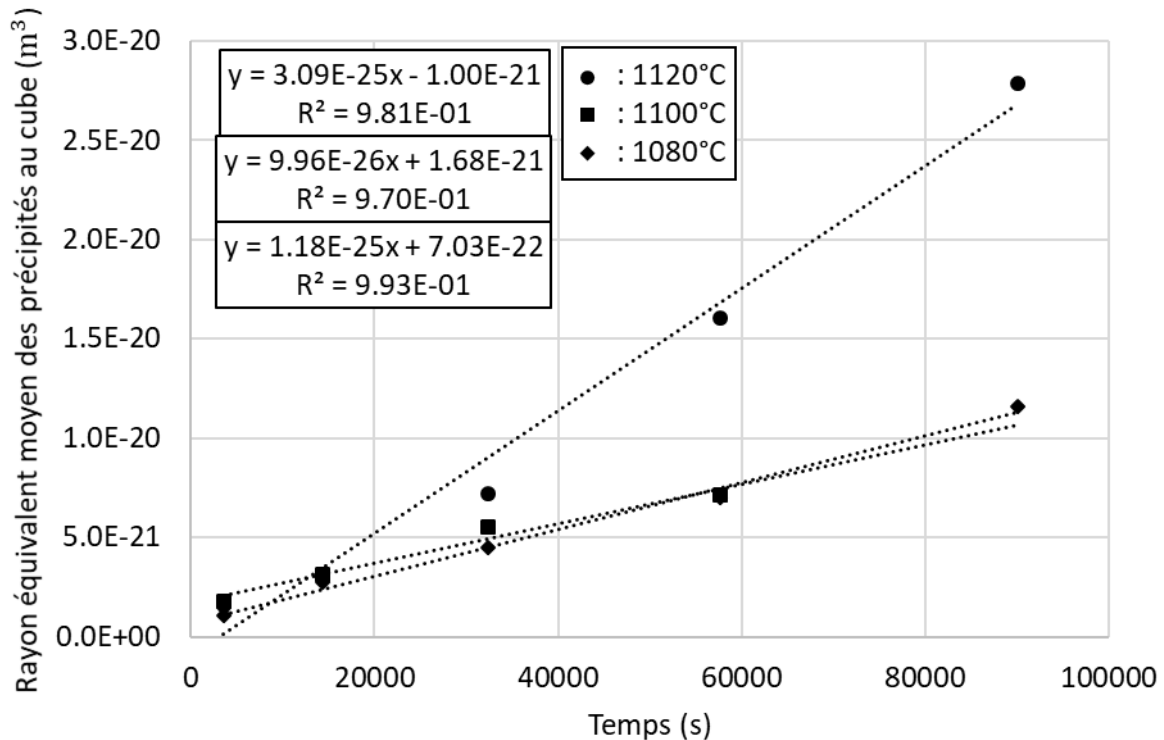


Figure 47 : évolution du cube du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intragranulaires en fonction du temps de traitement thermique

Les courbes aux trois températures de l'étude ont bien une évolution suivant une loi LSW descriptive du mûrissement d'Ostwald. Cependant, l'évolution de la cinétique de croissance des précipités avec la température ne semble pas suivre une loi d'Arrhenius, ce qui est confirmé par la figure 48. En effet, les courbes pour 1100 °C et 1080 °C sont identiques. N'ayant rien détecté de particulier susceptible de mettre en doute la température des traitements thermiques en question concernant les autres paramètres microstructuraux étudiés, il est probable qu'une transition de mécanismes se produisent entre 1080 °C et 1120 °C. Malgré ce constat, l'énergie d'activation apparente a tout de même été calculée, elle vaut 375 kJ/mol. Cette valeur est très élevée, ce qui semble confirmer l'hypothèse précédente.

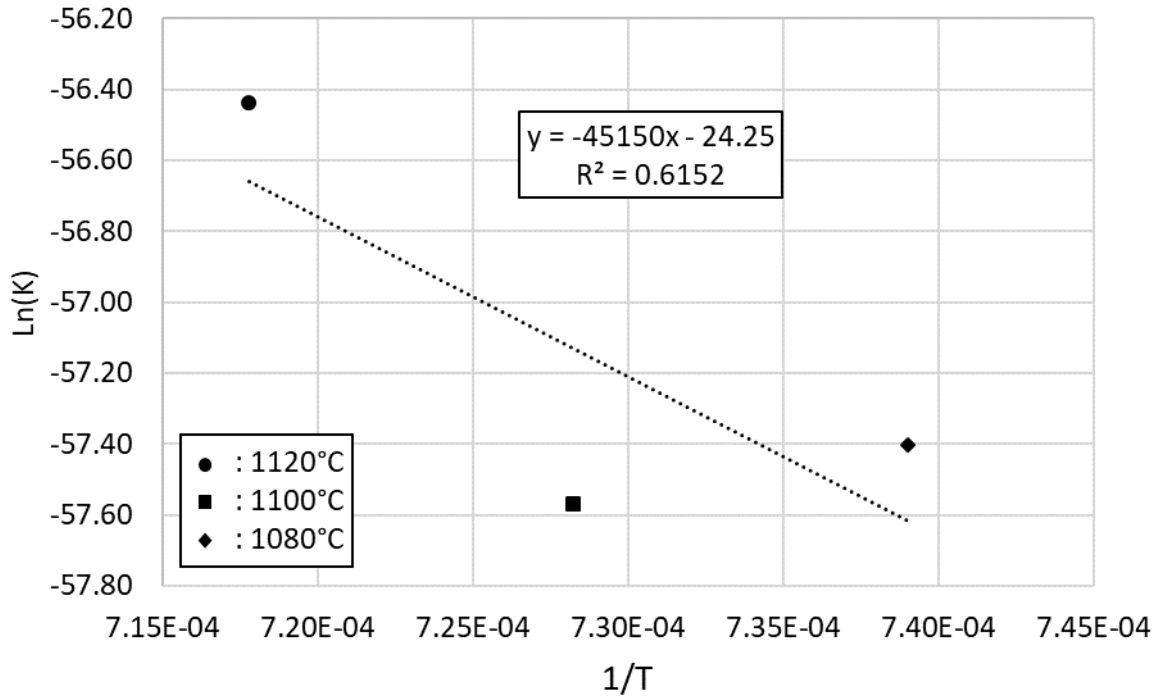


Figure 48 : représentation de la loi d'Arrhenius représentative de la croissance des précipités secondaires intergranulaires en $\ln(K)=f(1/T)$

Les valeurs de fraction surfacique mesurées sont représentées sur la figure 49. Les valeurs obtenues pour le traitement thermique à 1100 °C sont assez basses, mais cela pourrait être cohérent avec les données concernant le rayon des précipités à cette température. En effet la croissance des précipités à cette température est lente par rapport à ce qui est attendu avec une loi d'Arrhenius. Ces deux éléments laissent à penser qu'il pourrait y avoir une perte de matière γ' à cœur de grains vers les joints de grains.

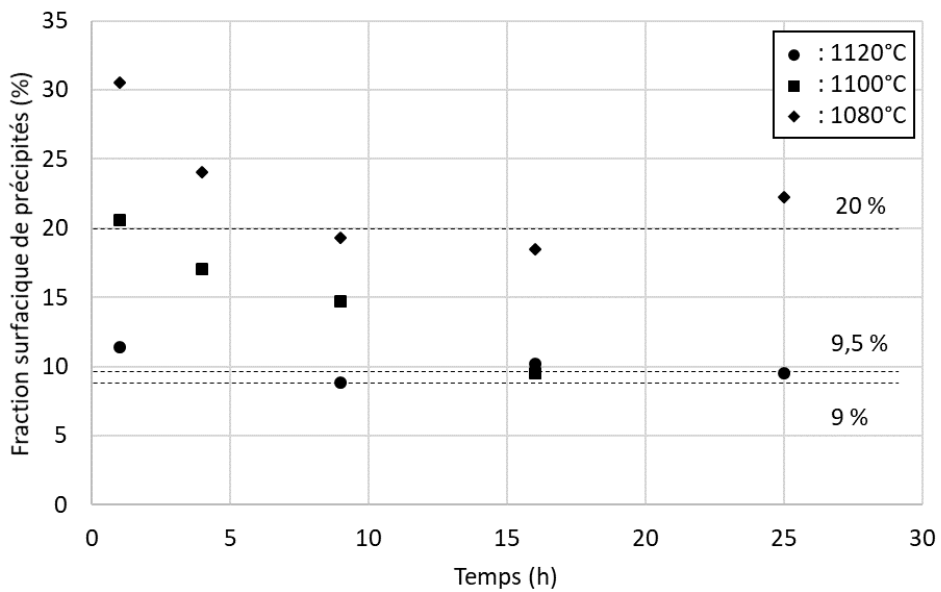


Figure 49 : évolution de la fraction surfacique de précipités secondaires intragranulaires en fonction du temps de traitements thermique à 1080 °C, 1100 °C, et 1120 °C

IV – Evolution de la précipitation secondaire intergranulaire lors de traitements thermiques proche solvus

Le rayon moyen équivalent des précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} a été étudié de la même façon que celui des γ'_{II} . Comme le montrent les données de la figure 50, lors des traitements thermiques à 1080 °C et 1100 °C, la croissance des γ'_{int} suit bien une loi de type LSW. Cependant, à 1120 °C la croissance des précipités cesse après 16 h de traitement thermique et la valeur du rayon équivalent moyen chute légèrement.

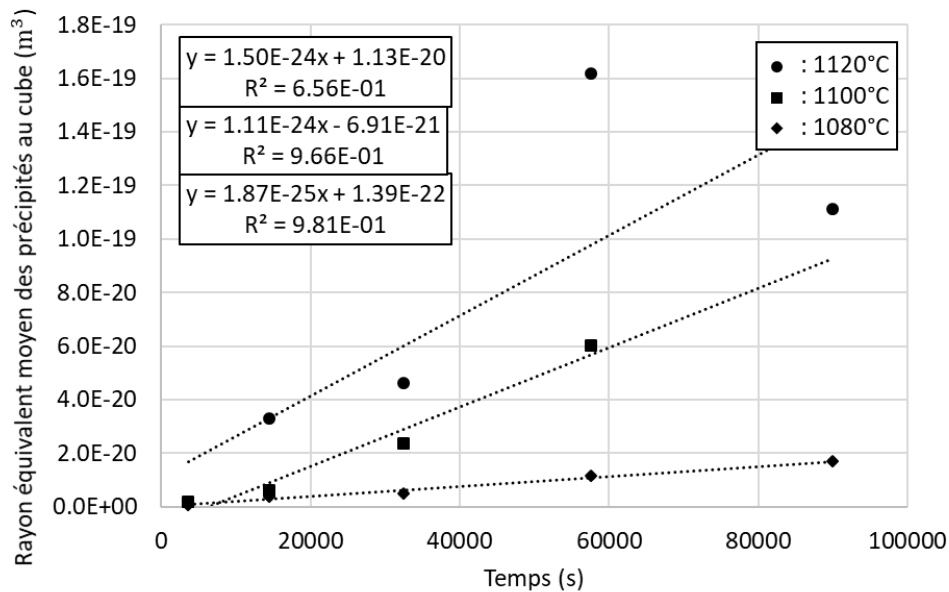


Figure 50 : évolution du cube du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intergranulaires en fonction du temps de traitement thermique

Cette légère chute pourrait s'expliquer par la saturation spatiale des joints de grains en précipités. Comme le montre la figure 51 a, certains précipités adjacents sont collés et ne peuvent donc plus croître dans les directions parallèles au joint de grains. Cela peut également s'expliquer par la subdivision de précipités ayant atteint une taille critique ne permettant plus la cohérence avec la matrice γ . Ce mécanisme est illustré en figure 51 b, où il est possible de voir un précipité en cours de subdivision avec des inclusions de matrice aux coins du précipité. Ces précipités se séparent donc en plusieurs précipités de plus petites tailles, ce qui pourrait contribuer à la chute de taille moyenne.

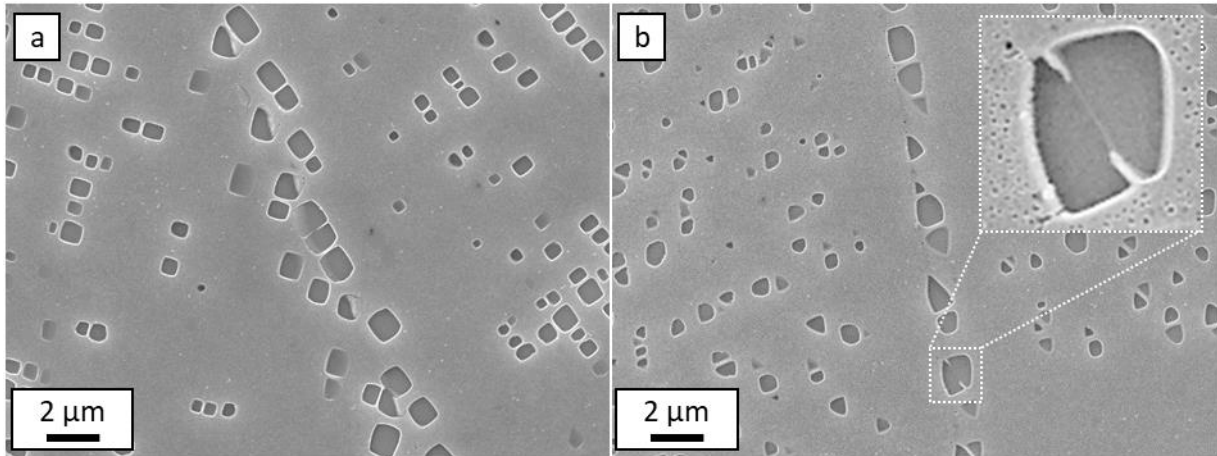


Figure 51 : mécanismes de saturation en précipités a) et de subdivision d'un précipité b) dans de l'Udimet 720Li gros grains après 25 h à 1120 °C

De la même façon que pour les précipités γ'_{II} , l'évolution du coefficient de croissance des précipités γ'_{int} ne semble pas suivre une loi d'Arrhenius comme le montrent les données présentées en figure 52. La valeur d'énergie d'activation apparente calculée est également anormalement haute : 818 kJ/mol.

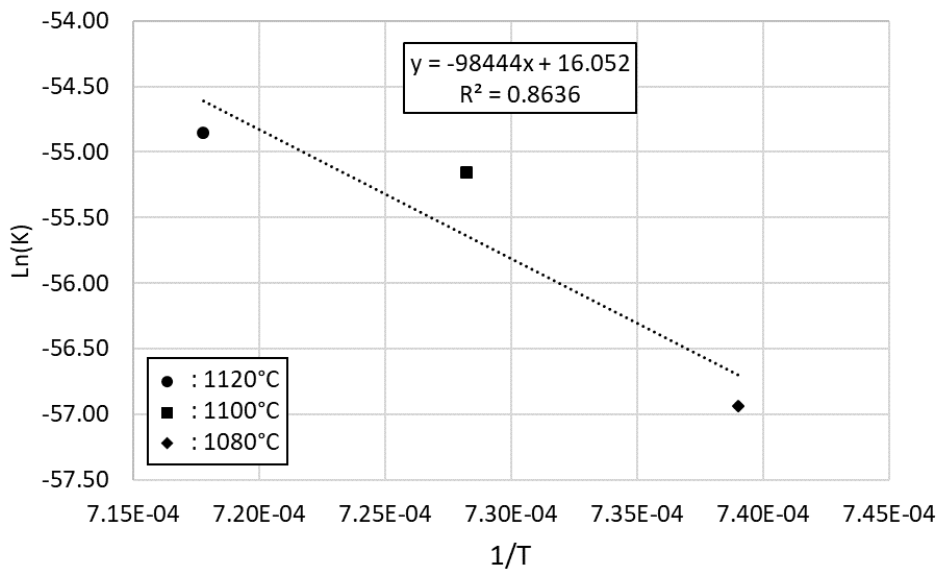


Figure 52 : représentation de la loi d'Arrhenius représentative de la croissance des précipités secondaires intragranulaires en $\ln(K)=f(1/T)$.

La croissance des précipités γ'_{int} à 1100 °C est plus rapide que prévu par une loi d'Arrhenius. Or, à cette même température la croissance des précipités γ'_{II} est plus faible que celle prévue par la loi d'Arrhenius correspondante. Il est donc probable que la faible croissance des γ'_{II} à 1100 °C soit due à la croissance anormalement rapide des précipités intergranulaires γ'_{int} .

L'évolution du nombre de précipités aux joints de grains présenté en figure 53 est cohérente avec les observations pour les autres alliages. Il faut cependant noter que le nombre de précipités augmente à partir de 16 h à 1080 °C, ce qui pourrait être encore une fois un signe de subdivision des précipités.

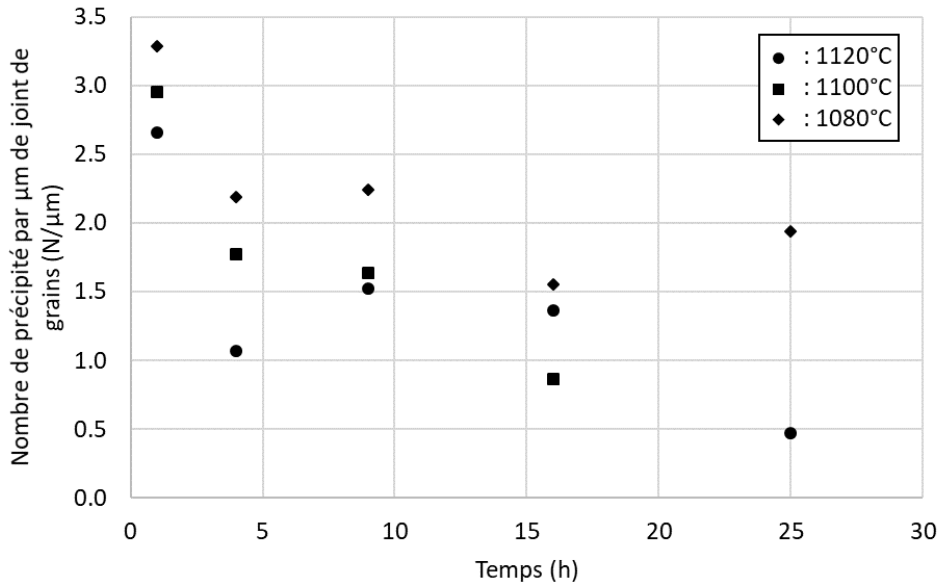


Figure 53 : évolution du nombre de précipités aux joints de grains à 1080 °C, 1100 °C, et 1120 °C dans l'Udimet 720Li gros grains

La densité de précipités aux joints de grains évolue également de la même façon que pour les autres alliages. Cependant, il faut remarquer que la densité chute après 16 h à 1120 °C, ce qui peut s'expliquer par le mécanisme de saturation des joints de grains en précipités présenté précédemment.

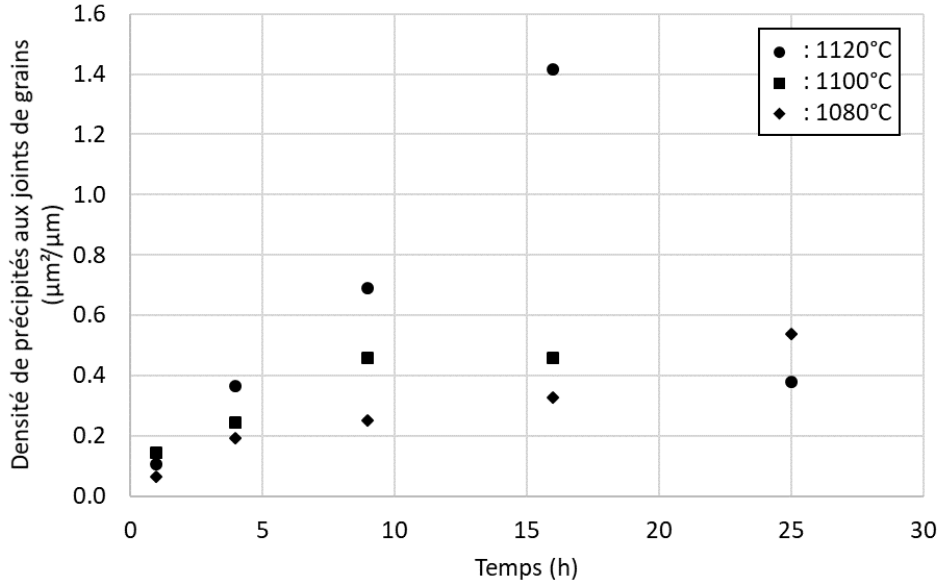


Figure 54 : évolution de la densité de précipités aux joints de grains à 1080 °C, 1100 °C, et 1120 °C dans l'Udimet 720Li

Annexe 5 : Evolution de Microstructure dans le Waspaloy PER3

I – Microstructures et composition de l’alliage

Le Waspaloy n’est pas utilisé pour des applications type disques de turbines dans les moteurs les plus récents, mais plutôt pour des pièces tournantes soumises à de hautes températures, mais avec des sollicitations mécaniques plus faibles, telles que les anneaux labyrinthes, ou pour des pièces statiques telles que des carters. De plus, le Waspaloy peut être utilisé industriellement en version « gros grains », ce qui n’est pas le cas des alliages pour disques. Les évolutions de microstructures étudiées dans la suite de cette annexe seront donc plus susceptibles de se produire en conditions réelles pour cet alliage que pour les alliages pour disques.

Cet alliage diffère également des 4 autres par sa composition chimique, présentée dans le tableau 8 et par sa fraction volumique de précipités plus faible, évaluée à 25 % d’après ThermoCalc. La composition de référence provient de la brochure Aubert & Duval pour la nuance commerciale PER3 et la matière utilisée provient d’une barre forgée brute de forge.

Tableau 8 : compositions chimiques de référence et mesurée du Waspaloy utilisé

Eléments (wt%)	Ni	Co	Fe	Cr	Ti	Mo	Nb	W	Al	Zr	Mg	Mn	C	Σ
EDS-X	58,8	13,9	0,5	18,2	3,3	3,8	-	-	1,3	0,05	0,12	0,05	-	100
Référence	bal.	13,5	1	19	3	4	-	-	1,3	-	-	-	0,06	

II – Evolution de la largeur de PFZ lors de traitements thermiques proche solvus

De la même façon que pour l’Udimet 720Li, les températures de traitements thermiques proches du solvus de la phase γ' , évaluée à 1030 °C d’après ThermoCalc, ont été adaptées afin d’être comparables à celles utilisées pour les autres alliages. Les trois températures utilisées sont alors 960 °C, 980 °C et 1000 °C. Les microstructures aux abords des joints de grains correspondant à ces traitements thermiques sont présentées sur la figure 55. Il est très clair sur ces microstructures que les précipités intergranulaires et intragranulaires grossissent durant ces traitements thermiques, et que cette croissance s’accélère lorsque la température augmente. Cependant la formation et la croissance de PFZ n’est pas évidente et très hétérogène suivant la nature des joints de grains à 960 et 980 °C.

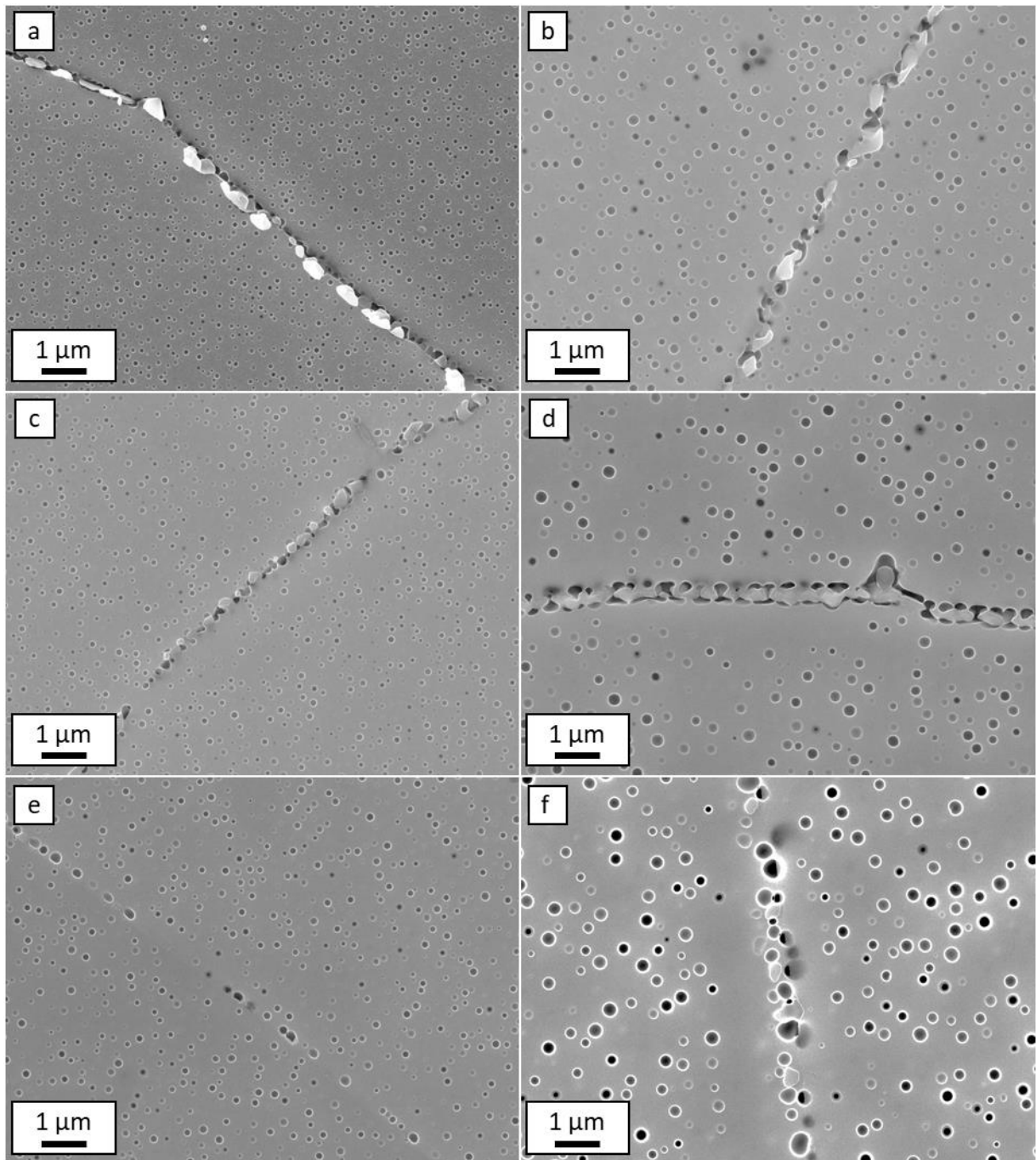


Figure 55 : microstructures aux abords des joints de grains au MEB-FEG en SEI après 960 °C a) 4 h et b) 25 h, 980 °C c) 4 h et d) 25 h, et 1000 °C e) 4 h et f) 25 h

Cela pourrait s'expliquer par la formation et la croissance de carbures secondaires $M_{23}C_6$ aux joints de grains. Ces carbures n'ont pas été analysés en EDS, mais il s'agit probablement de carbures riches en chrome [Jackman et al. 1980] [Chen et al. 2018] [Sazerat et al. 2023]. La formation de ces carbures pourrait donc entraîner un appauvrissement en chrome aux abords des joints. Le chrome étant γ -gène, cela pourrait ralentir ou annihiler la formation et la croissance des PFZ. Cependant, il a été décidé d'analyser ces joints de grains de la même façon que pour les autres alliages. Les résultats des mesures de largeur de PFZ sont présentés sur la figure 56.

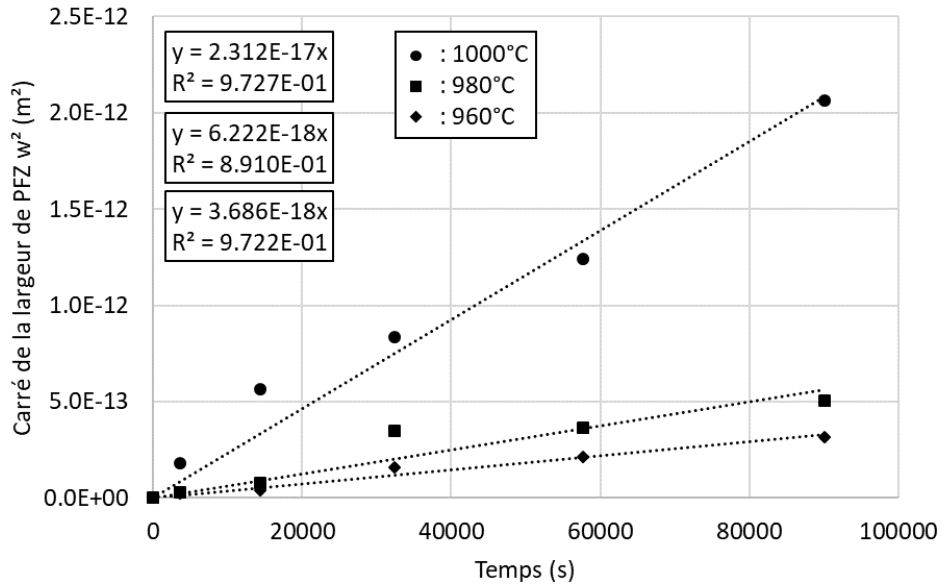


Figure 56 : évolution du carré de la largeur de PFZ en fonction du temps de traitement thermique à 960 °C, 980 °C et 1000 °C

L'allure des courbes est semblable à celle obtenue pour les autres alliages. Cependant les valeurs de largeur de PFZ sont de 2 à 3 fois plus faibles, et les coefficients de croissance sont d'un ordre de grandeur plus faibles. Cela pourrait être dû à plusieurs facteurs : premièrement, comme mentionné précédemment, la formation des carbures à 960 °C et 980°C pourrait altérer les mécanismes de formation des PFZ, mais cela n'explique pas les faibles valeurs obtenues à 1000 °C. La deuxième explication pourrait se trouver dans la plus faible température absolue, malgré la même température relative par rapport au solvus. Enfin, cela pourrait être l'effet de la plus faible fraction volumique de précipités.

Les coefficients de croissance identifiés ont été tracés sur la figure 57 en fonction de l'inverse de la température. Ils semblent suivre une loi d'Arrhenius et l'énergie d'activation apparente vaut 598 kJ/mol, ce qui est toujours très élevé, mais nettement plus faible que pour les autres alliages étudiés. Cela peut également s'expliquer par la plus faible température absolue.

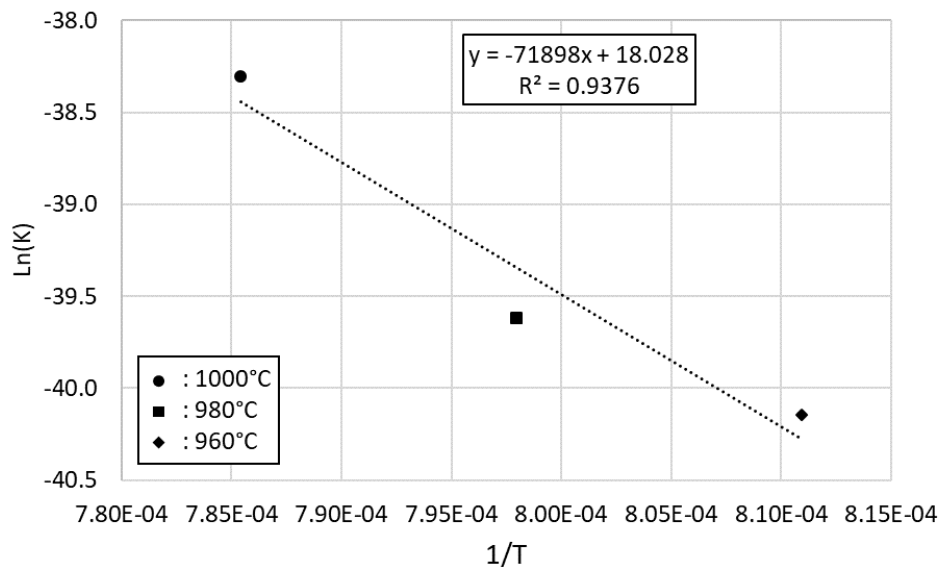


Figure 57 : représentation de la loi d'Arrhenius représentative de la croissance des PFZ en $\ln(K)=f(1/T)$

III – Evolution de la précipitation secondaire intragranulaire lors de traitements thermiques proche solvus

L'évolution des précipités secondaires intragranulaires γ'_{II} présentée en figure 58, est également semblable à celle des autres alliages et suit une loi LSW descriptive du mûrissement d'Ostwald à chacune des températures étudiées. Contrairement aux autres alliages de l'étude, l'hypothèse de précipités sphériques est valide dans le Waspaloy, ce qui pourrait expliquer les coefficients de corrélation tous proches de 1.

Le coefficient de croissance K_{II} semble augmenter avec la température et suivre une loi d'Arrhenius comme présenté en figure 59. L'énergie d'activation apparente du mûrissement d'Ostwald est de 372 kJ/mol, ce qui est en revanche assez élevé, comme dans le cas de l'Udimet 720Li.

Concernant les fractions surfaciques de précipités secondaires présentées sur la figure 60, les valeurs à 980 °C et 1000 °C sont identiques, ce qui se rapproche du comportement observé pour l'Udimet 720Li.

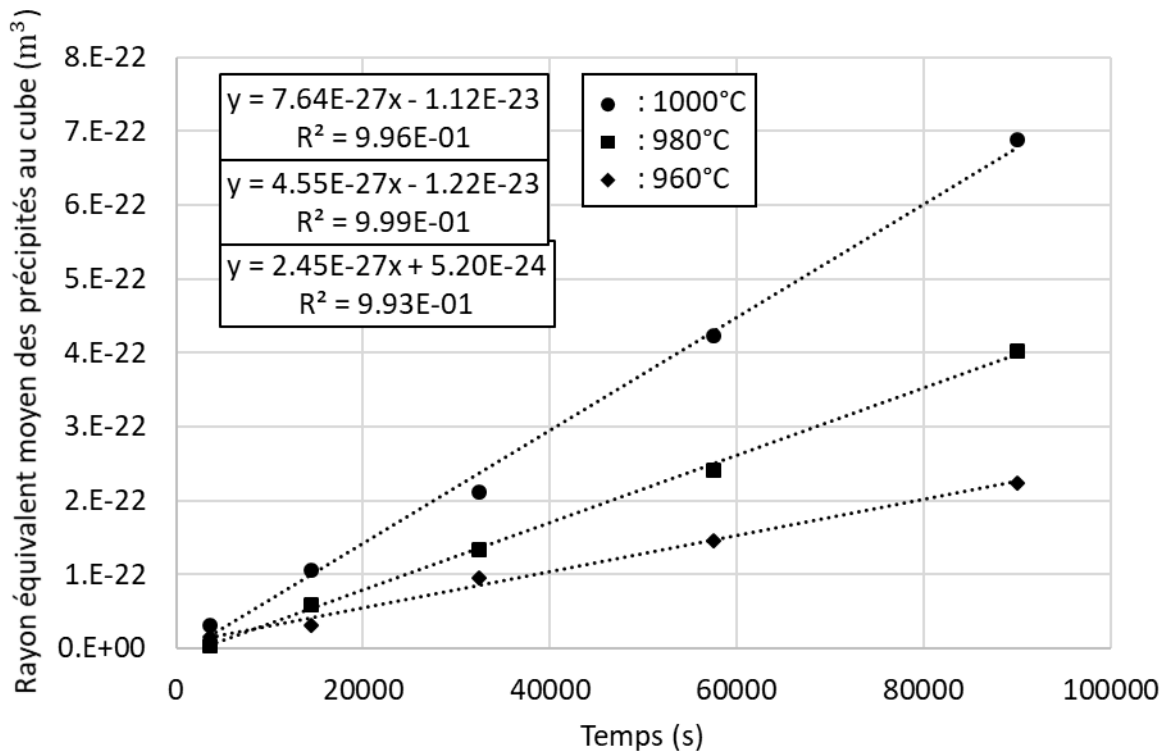


Figure 58 : évolution du cube du rayon moyen équivalent des précipités secondaires intragranulaires en fonction du temps de traitement thermique à 960 °C, 980 °C et 1000 °C

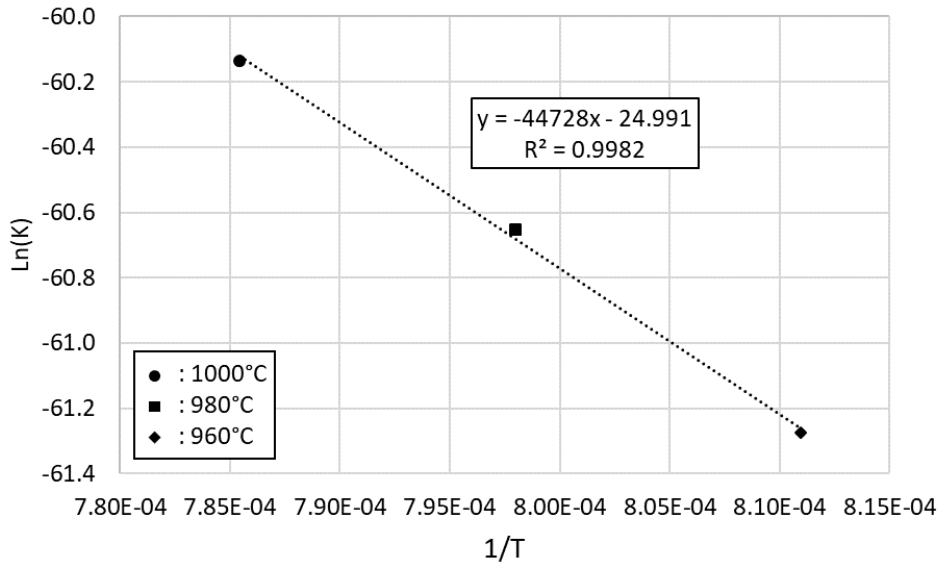


Figure 59 : représentation de la loi d'Arrhenius décrivant la croissance des précipités secondaires intragranulaires en $\ln(K)=f(1/T)$

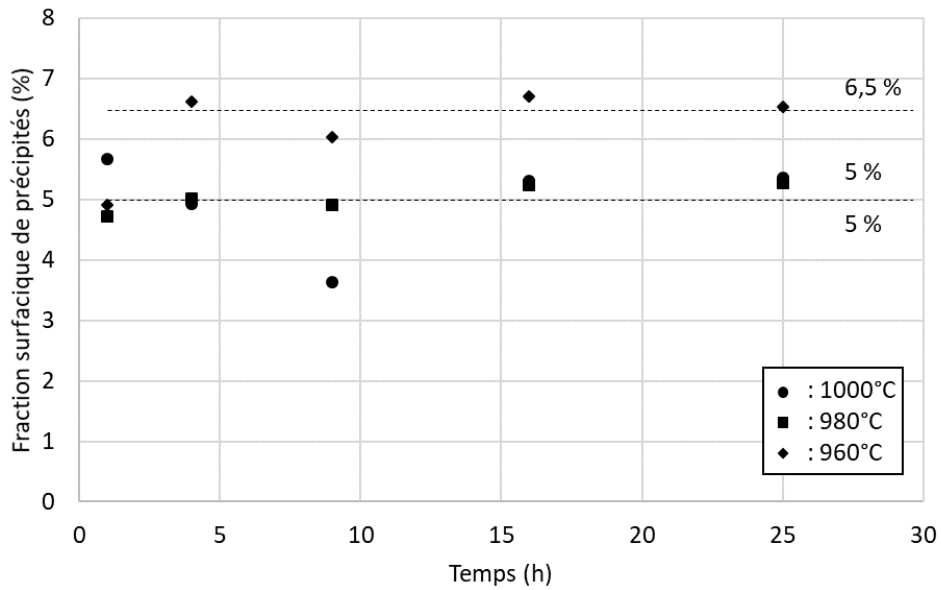


Figure 60 : évolution de la fraction surfacique de précipités secondaires intragranulaires en fonction du temps de traitements thermique à 960, 980, et 1000 °C

IV – Evolution de la précipitation secondaire intergranulaire lors de traitements thermiques proche solvus

Comme présenté sur la figure 61, les précipités secondaires intergranulaires γ'_{int} suivent également une croissance pouvant être décrite par une loi LSW de coefficient de croissance K_{int} supérieur à celui des précipités intragranulaires. Ce coefficient est une nouvelle fois extrêmement bien décrit par une loi d'Arrhenius comme le montre la figure 62.

L'énergie d'activation apparente de la croissance de ces précipités est de 503 kJ/mol. Cette valeur est très proche de l'énergie d'activation apparente de la croissance des PFZ. Ce comportement rejoint une nouvelle fois celui de l'Udimet 720Li.

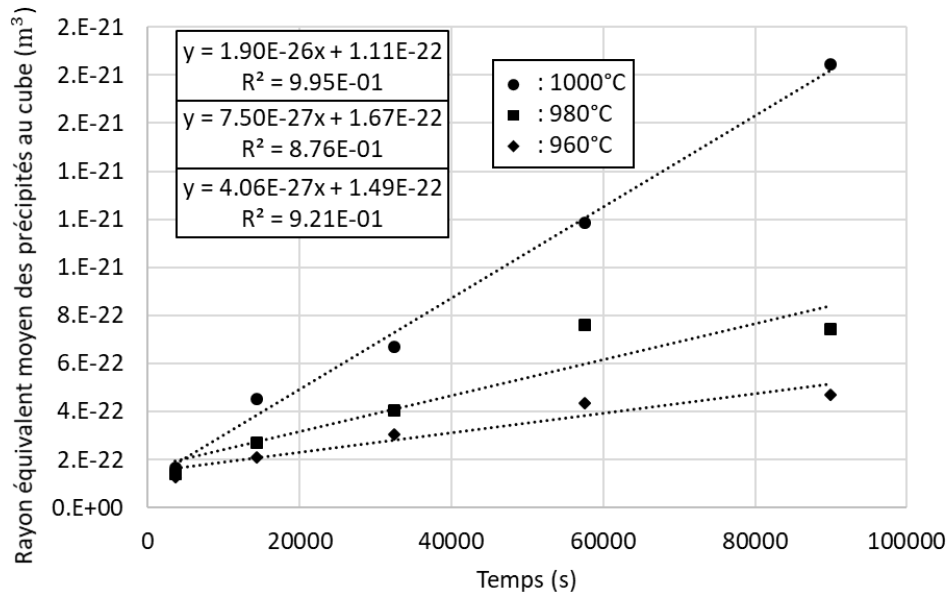


Figure 61 : évolution du cube du rayon moyen équivalent des précipités secondaires intergranulaires en fonction du temps de traitement thermique à 960 °C, 980 °C et 1000 °C

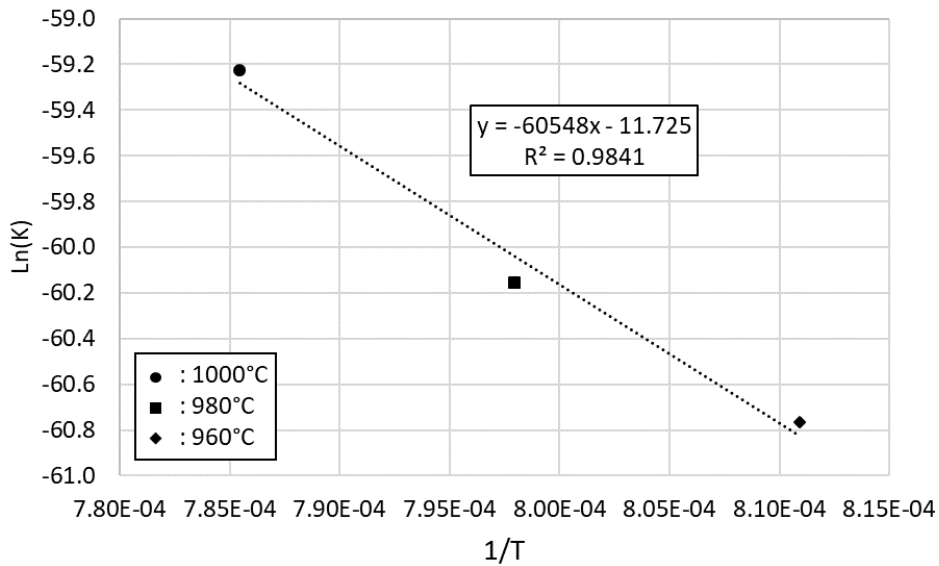


Figure 62 : représentation de la loi d'Arrhenius descriptive de la croissance des précipités secondaires intergranulaires en $\ln(K)=f(1/T)$

L'évolution du nombre de précipités aux joints de grains pendant les traitements thermiques présentée en figure 63 est cohérente avec ce qui a été observé précédemment : le nombre de précipités décroît. Un léger rebond est observé à 960 °C et 980 °C, contrairement au cas de l'Udimet 720Li et de l'AD730™ HC. Il semble peu probable que cela soit dû à des subdivisions

de précipités liés à leur taille, mais plutôt à une altération de la morphologie des précipités liée à la croissance des carbures aux joints de grains, les précipités étant souvent situés de part et d'autres des carbures.

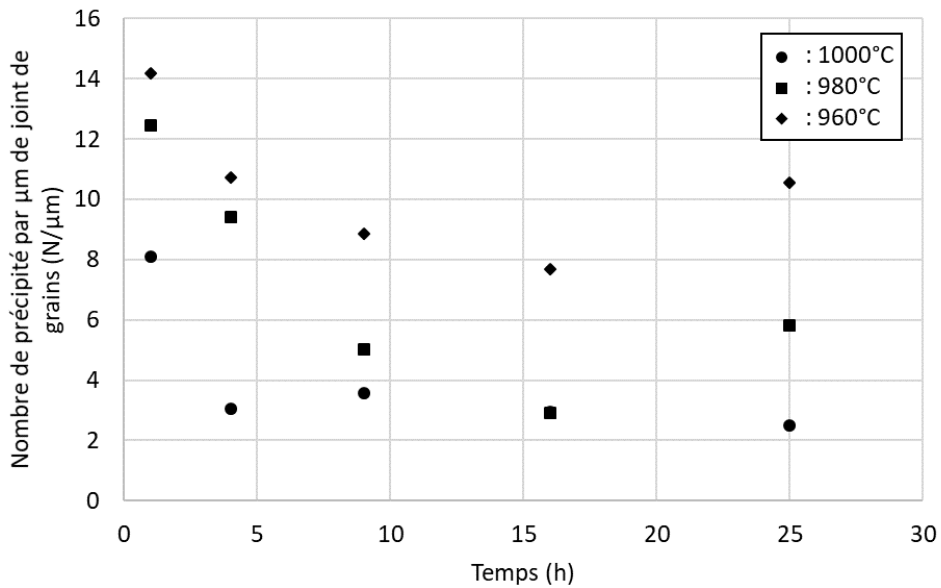


Figure 63 : évolution du nombres de précipités aux joints de grains lors des traitements thermiques

Ce rebond se traduit sur les données présentées en figure 64 par une accélération de l'augmentation de la densité de précipités aux joints de grains à 960 °C. La taille moyenne de précipités n'étant pas impactée, il est possible que ces précipités subdivisés en plusieurs précipités et accolés à des carbures grossissent ensuite plus rapidement que les précipités « classiques ». Des exemples de ce type de précipités sont présentés en figure 65.

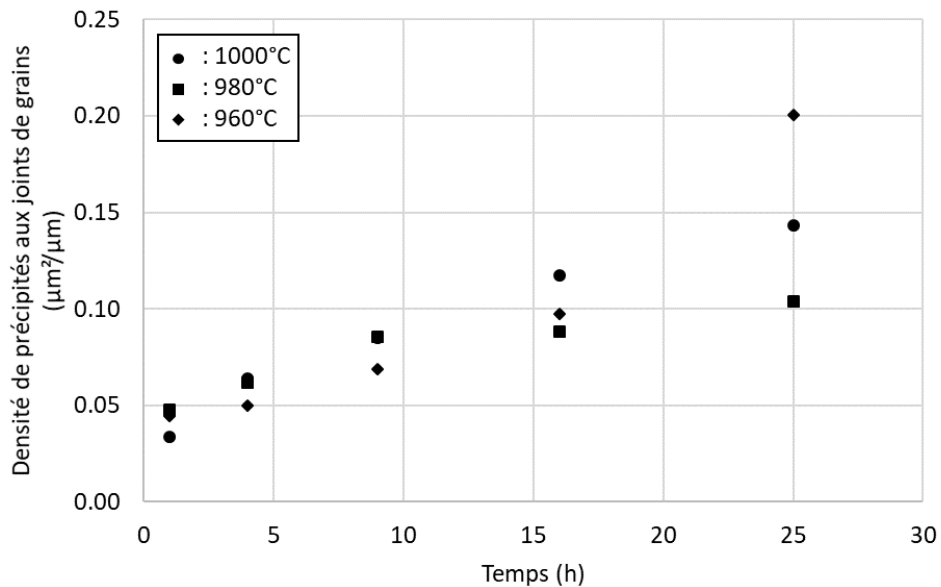


Figure 64 : évolution de la densité de précipités aux joints de grains lors des traitements thermiques

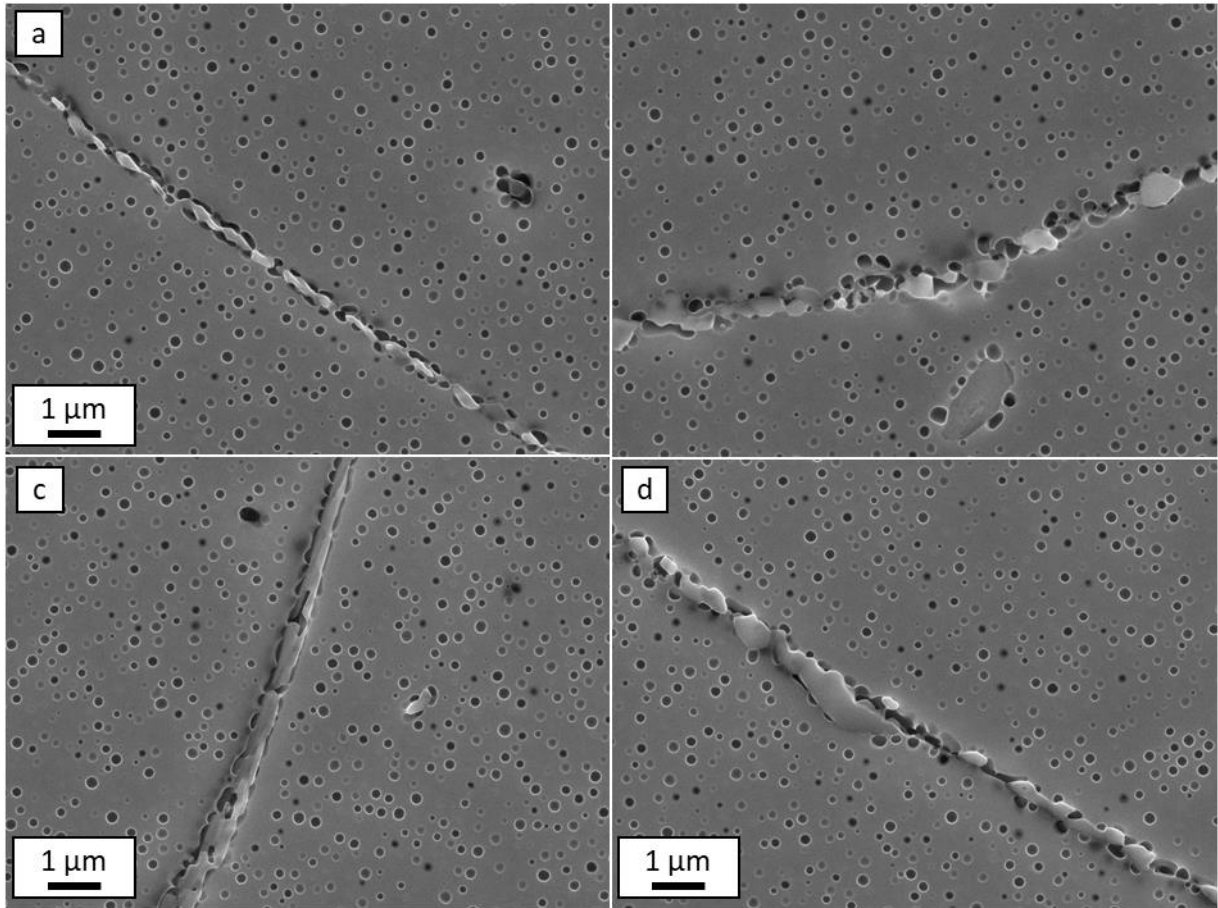


Figure 65 : joints de grains présentant des précipités intergranulaires et des carbures après 25 h à 960 °C

Annexe 6 : Etude des Joints de Grains dans l'AD730TM HC en Sonde Atomique Tomographique

I – Principe de fonctionnement

La sonde atomique tomographique, utilisée dans ces travaux pour des analyses de compositions chimiques locales, est un outil permettant d'analyser en 3D la composition chimique d'échantillons de volume d'environ $100 \times 100 \times 100 \text{ nm}^3$ avec une résolution spatiale inférieure au nanomètre. Son fonctionnement repose sur l'ionisation et l'évaporation par effet de champ des atomes situés en surface de l'échantillon [Blavette et al. 2013]. Les ions A^{n+} ainsi évaporés à la surface de l'échantillon, appelé pointe, sont projetés depuis cette dernière par le champ électrique intense créé puis accélérés en suivant les lignes de champs vers un détecteur. La localisation des points d'impacts des ions sur ce détecteur permet de remonter à leur emplacement d'origine en x et y dans la pointe. La différence de temps entre l'impulsion électrique et l'impact permet de mesurer le temps de vol des ions. Les ions ainsi projetés ont une énergie cinétique $W = neV$ où n est l'état de charge et e la charge d'un électron. L'équation de conservation de l'énergie permet ensuite de relier le temps de vol à la masse des ions projetés :

$$\frac{M}{n} \approx 2eV \left(\frac{t_{vol}}{L} \right)^2$$

où M est la masse de l'ion analysé, V la tension, et L la distance de vol. La reconstruction en z, selon l'axe de la pointe, est effectuée selon un modèle de sphère compacte. Deux schémas de fonctionnement de SAT sont proposés en figure 66.

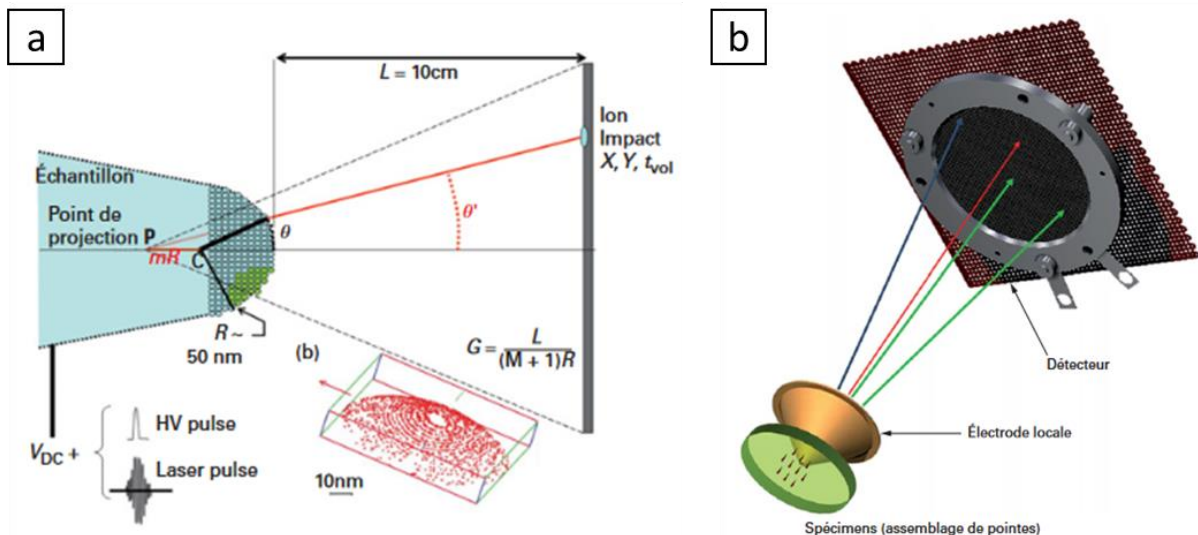


Figure 66 : a) principe de fonctionnement d'une SAT et b) schéma de principe d'une SAT à électrode locale LEAP [Blavette et al. 2013]

Dans le cas des sondes atomiques tomographiques LEAP, des impulsions négatives de plusieurs kV émises à une certaine fréquence sont appliquées à une électrode locale annulaire et superposées au potentiel continu. Cette électrode d'ouverture 50 μm est placée à 50 μm de la pointe.

Finalement, des spectres de masses présentant le nombre d'atomes détectés en fonction des rapports masse/charge sont obtenus. Le spectre non post-traité de la pointe 5974 en AD730™ HC est présenté en figure 67. Ces spectres peuvent être analysés pour la pointe entière, mais également pour des volumes définis au sein de la pointe. L'analyse de ces spectres permet d'établir des compositions chimiques.

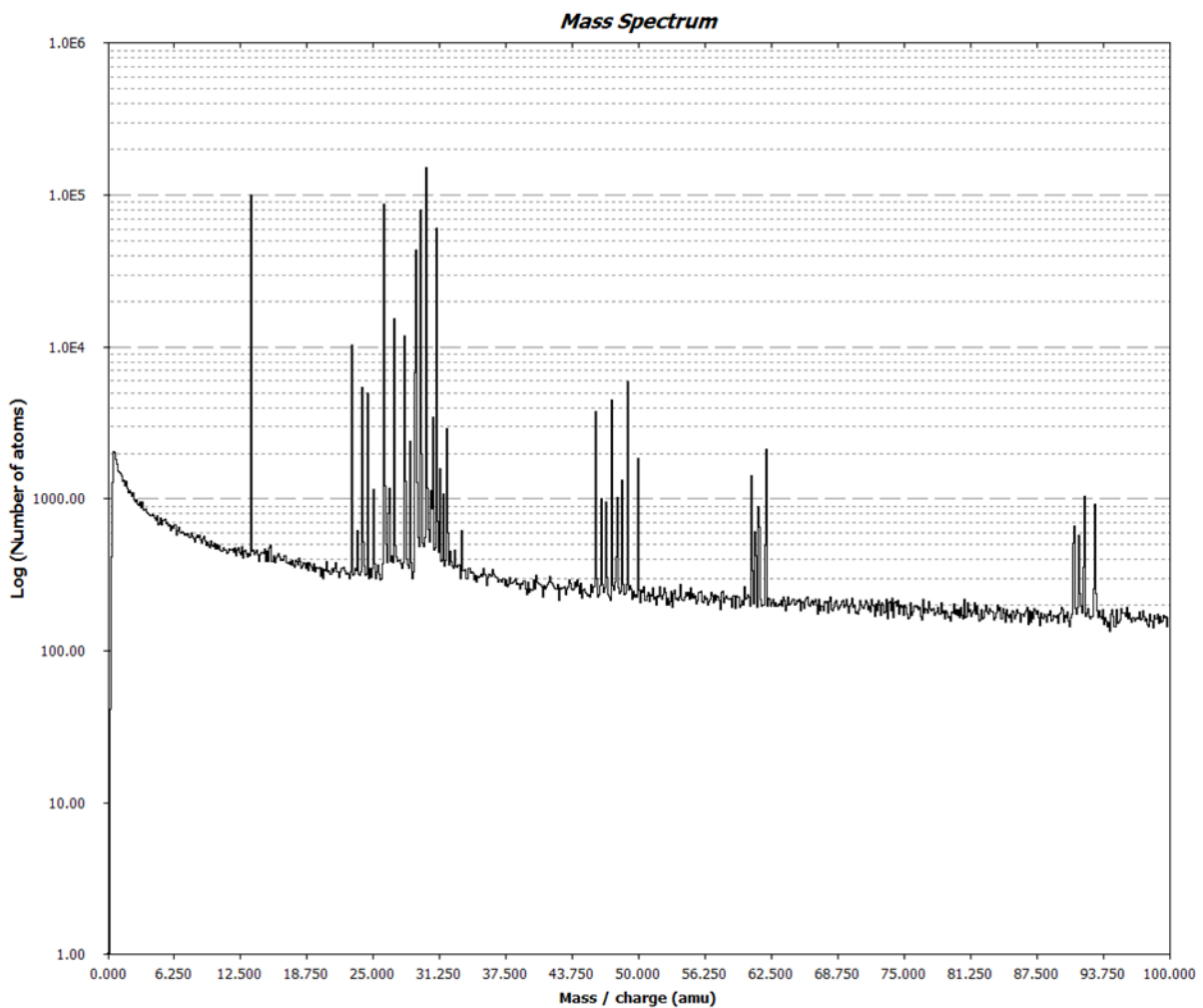


Figure 67 : spectre de masse obtenu pour la pointe 5974 en AD730™ HC

II – Post-traitement des données

Les éléments de la classification périodique peuvent se retrouver à l'état naturel sous différents isotopes d'abondances différentes. Les ions formés pendant l'évaporation peuvent également avoir différents états de charge. Le tableau périodique des éléments en figure 70

présente les différents isotopes de chaque élément, ainsi que les états de charge possibles, et leurs abondances respectives à l'état naturel. A partir de ce tableau, un fichier Excel recensant tous les pics potentiellement détectables dans les spectres de masse de l'AD730™ HC a été construit et a permis d'identifier les différents chevauchements possibles. Le spectre de masse de la pointe 5974 a ensuite été utilisé pour identifier les pics réellement observés. Pour chaque pic observé, une variable recensant le nombre d'atomes dans le pic a été créée. Pour les pics présentant des chevauchements, la proportion d'atomes de chaque élément présent dans ce pic a été déterminée à partir des rapports d'abondance avec d'autres pics de ces mêmes éléments dans le même état de charge ne présentant pas de chevauchement. Dans ce cas, les pics présentant le moins grand nombre d'atomes ont été utilisés afin de limiter l'erreur de mesure.

A titre d'exemple, le pic centré sur le rapport masse/charge 26,9 amu, en jaune sur le spectre en figure 68, est issu des chevauchements des pics des ions Cr_{54}^{2+} , Fe_{54}^{2+} et Al_{27}^{+} . La partie du fichier Excel concernant cette partie du spectre est présentée en figure 69.

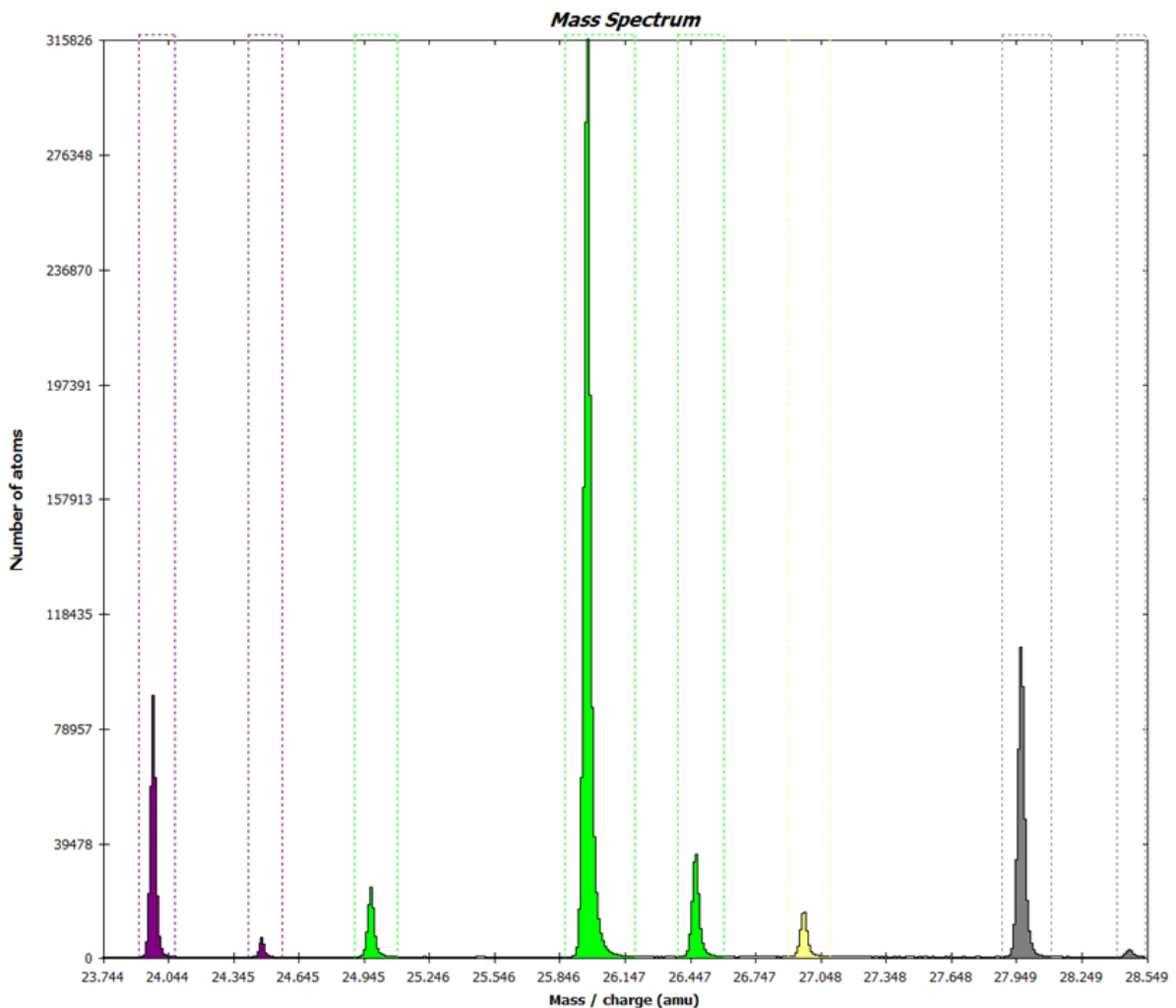


Figure 68 : spectre de masse partiel de la pointe 5974

Element	Mass Number	Mass (g/mol)	Mass ionique	Delta	Charge	Abondance	All	Gamma	Gamma'	Name	Chevauchements
Ti	46	45.953	22.9765	1.667166667		2	8.25 x			Ti	
Ti	47	46.952	23.476	0.4995		2	7.44 x			Ti	
Ti	48	47.948	23.974	0.498		2	73.72 x			Ti	
Ti	49	48.948	24.474	0.5		2	5.41 x			Ti	
Ti	50	49.945	24.9725	0.4985		2	5.18 x			Ti50	Ti,Cr
Cr	50	49.946	24.973	0.0005		2	4.345 x			Ti50	Ti,Cr
Cr	52	51.941	25.9705	0.9975		2	83.789 x			Cr	
Cr	53	52.941	26.4705	0.5		2	9.501 x			Cr	
Cr	54	53.939	26.9695	0.499		2	2.365 x			Al27	Cr,Fe,Al
Fe	54	53.94	26.97	0.0005		2	5.845 x			Al27	Cr,Fe,Al
Al	27	26.982	26.982	0.012		1	100 x			Al27	Cr,Fe,Al
Fe	56	55.935	27.9675	0.9855		2	91.754 x			Fe5	Fe,Si
Si	28	27.977	27.977	0.0095		1	92.22 x			Fe5	Fe,Si
Fe	57	56.935	28.4675	0.4905		2	2.119 x			Fe	

Figure 69 : fichier Excel utilisé pour l'identification et la décorrélation des chevauchements de pics dans les spectres

Afin d'évaluer le nombre d'atomes de chaque élément dans ce pic, le rapport entre l'abondance à l'état naturel du Cr_{53} et du Cr_{54} a d'abord été utilisé pour estimer le nombre d'atomes de Cr_{54} . De la même façon, le nombre d'atomes de Fe_{54} a été déterminé à partir du rapport d'abondance entre le Fe_{57} et le Fe_{54} . Finalement, le nombre d'atome de Al_{27} n'a pas pu être estimé de cette façon, l'Al ne possédant qu'un unique isotope, il a donc été calculé par différence entre le nombre d'atomes total dans le pic et les nombres d'atomes de Fe et Cr estimés. Tous les autres pics présentant des chevauchements ont été traités de cette façon.

Des fichiers « environnements » permettant le comptage des atomes et la visualisation 3D des pointes ont été créés à partir de cette méthode pour la matrice γ seule, pour les précipités γ' seuls ainsi que pour les pointes complètes, contenant à la fois γ et γ' .

Les précipités γ' ont été isolés à l'aide du Logiciel GPM3D, développé au Groupe de Physique des Matériaux. Dans un premier temps, une étape de filtrage des atomes a été menée. Le filtrage des atomes a été effectué avec une grille d'échantillonnage de $2 \times 2 \times 2$ nm, et un filtre à 7,7 % d'Al. L'identification des clusters a ensuite été effectuée en excluant les clusters contenant moins de 50 atomes.

Periodic Table of the Isotopes for Atom Probe Tomography

Atomic Weight (g/mole) Atomic Number Charge State Element Symbol Isotope Abundance (atom%) Isotope Mass (g/mole)

Ionization Energy (eV) Melting Point (°C) Boiling Point (°C)

Atomic Radius (pm) Separation Field (V/mm) Most abundant isotope Most stable isotope Half-life (years)

Color Key: Most abundant isotope Most stable isotope Half-life (years)

Reference: Inert Gases, 2017, 4.0000, 7. H, He, Li, Be, B, C, N, O, F, Ne, Na, Mg, Al, Si, P, S, Cl, Ar, K, Ca, Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, As, Se, Br, Kr, Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Mo, Tc, Ru, Rh, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Te, I, Xe, Ba, La, Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Hf, Ta, W, Re, Os, Ir, Pt, Au, Hg, Tl, Pb, Bi, Po, At, Rn, Fr, Ra, Ac, Th, Pa, U, Np, Pu, Am, Cm, Bk, Cf, Es, Fm, Md, No, Lr.

AMETEK MATERIALS ANALYSIS DIVISION

Figure 70 : tableau périodique des éléments indiquant les différents isotopes existant à l'état naturel pour chaque élément et leurs abondances respectives ainsi que les états de charge possibles. Image issue du site Cameca [Cameca]

III – Résultats des analyses

Les données concernant les pointes 5976, 5977, 5978 et 5979 ayant été disponibles qu'après la rédaction du manuscrit, seuls les résultats obtenus sur la pointe 5974 sont présentés dans le corps du manuscrit. Les données des 4 autres pointes ont donc été brièvement analysées et sont présentées ici. Les reconstructions des 5 pointes sont présentées en figure 71. Seule la pointe 5974 contient avec certitude un joint de grains, les résultats présentés dans le corps du manuscrit n'auraient donc été que très peu impactés si les cinq pointes avaient été traitées. Les pointes 5976, 5977 et 5979 ne contiennent que de la matrice et des précipités tertiaires, elles ont donc probablement cassé avant qu'un joint de grains ne soit analysé. Il est possible qu'un joint soit présent dans la pointe 5978, il n'a cependant pas été mis en évidence avec certitude.

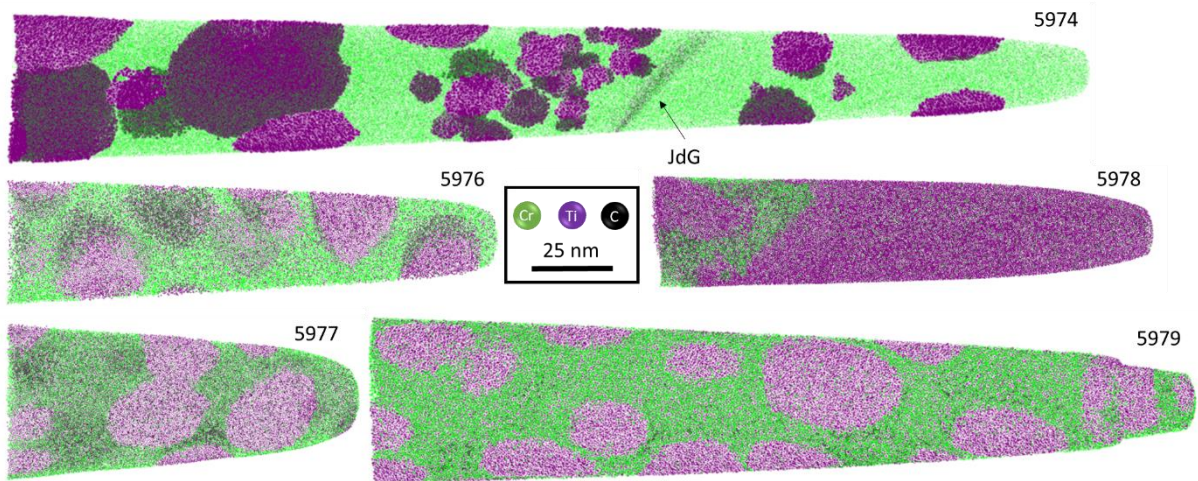


Figure 71 : reconstruction des cinq pointes analysées en sonde atomique tomographique

Les compositions globales des cinq pointes ont été analysées et sont présentées dans le tableau 9. La comparaison des compositions chimiques globales des pointes 5974 et 5976, 5977 et 5979 montre que la pointe 5974, contenant un joint de grains, est légèrement appauvrie en éléments γ' -gènes, et enrichies en γ -gènes, ce qui conforte les résultats du chapitre I.4. La composition de la pointe 5978 ne peut être comparées aux autres car elle contient quasiment uniquement ce qui semble être de la phase γ' .

Tableau 9 : compositions globales des pointes analysées en SAT

Pointe	C	Al	N	O	Ti	Cr	Fe	Co	Ni	Mo	Nb	W	N total (at)	
5974	C (at%)	0.0	5.6	0.1	0.1	4.1	15.5	4.8	8.7	55.7	3.1	0.7	1.5	9.66 E+06
	2 σ (at%)	0.00	0.01	0.00	0.00	0.01	0.02	0.01	0.02	0.03	0.01	0.01	0.01	
5976	C (at%)	0.0	6.6	0.1	0.1	5.3	13.6	4.4	8.1	56.6	2.9	0.8	1.4	3.71 E+06
	2 σ (at%)	0.00	0.03	0.00	0.00	0.02	0.04	0.02	0.03	0.05	0.02	0.01	0.01	
5977	C (at%)	0.0	7.0	0.1	0.1	5.5	12.9	4.3	7.9	57.2	2.8	0.8	1.3	3.53 E+06
	2 σ (at%)	0.00	0.03	0.00	0.00	0.02	0.04	0.02	0.03	0.05	0.02	0.01	0.01	
5978	C (at%)	0.0	19.2	0.2	0.1	19.7	2.5	1.6	3.3	45.2	3.2	2.3	2.3	2.97 E+06
	2 σ (at%)	0.00	0.05	0.00	0.00	0.05	0.02	0.01	0.02	0.06	0.02	0.02	0.02	
5979	C (at%)	0.0	7.0	0.1	0.1	5.3	13.0	4.6	8.4	54.9	3.6	0.9	1.8	1.17 E+07
	2 σ (at%)	0.00	0.01	0.00	0.00	0.01	0.02	0.01	0.02	0.03	0.01	0.01	0.01	

Les compositions de la matrice γ dans les pointes ont également été analysées. Ces résultats sont compilés dans le tableau 10.

Tableau 10 : compositions chimiques de la matrice dans les pointes analysées

Pointe	C	Al	N	O	Ti	Cr	Fe	Co	Ni	Mo	Nb	W	N total (at)	
5974	C (at%)	0.2	3.0	0.1	0.0	1.6	19.8	6.1	10.4	52.8	3.8	0.5	1.7	7.20 E+06
	2 σ (at%)	0.00	0.01	0.00	0.00	0.01	0.03	0.02	0.02	0.04	0.01	0.01	0.01	
5976	C (at%)	0.1	2.6	0.1	0.0	1.4	20.2	6.2	10.9	52.4	3.9	0.5	1.7	2.33 E+06
	2 σ (at%)	0.00	0.02	0.00	0.00	0.02	0.05	0.03	0.04	0.07	0.03	0.01	0.02	
5977	C (at%)	0.1	2.7	0.1	0.0	1.5	20.1	6.4	11.1	52.0	4.0	0.5	1.6	2.08 E+06
	2 σ (at%)	0.01	0.02	0.00	0.00	0.02	0.06	0.03	0.04	0.07	0.03	0.01	0.02	
5978	C (at%)	0.6	2.9	0.2	0.1	2.0	12.8	5.1	9.9	54.6	7.4	0.9	3.4	1.59 E+05
	2 σ (at%)	0.04	0.08	0.02	0.02	0.07	0.17	0.11	0.15	0.25	0.13	0.05	0.09	
5979	C (at%)	0.2	2.8	0.1	0.1	1.5	18.1	6.2	10.9	53.2	4.5	0.5	2.0	7.69 E+06
	2 σ (at%)	0.00	0.01	0.00	0.00	0.01	0.03	0.02	0.02	0.04	0.01	0.01	0.01	

Les résultats pour toutes les pointes sont relativement semblables. Seule la matrice dans la pointe 5978 semble légèrement enrichie en C, Ni, Mo, Nb et W, et légèrement appauvrie en Cr.

Enfin, les compositions des précipités tertiaires pour les pointes 5974, 5976, 5977 et 5979, et des précipités secondaires intergranulaires pour la pointe 5978 ont été analysées. Les compositions chimiques des précipités tertiaires des pointes 5974, 5976 et 5977 sont très proches. Les précipités tertiaires de la pointe 5979 sont légèrement enrichis en Ti et Al, et légèrement appauvris en Ni par rapport à ceux des autres pointes. Cependant, compte-tenu

de la méthode de préparation et de la longueur de cette pointe, il est possible qu'elle contienne un joint de macles qui avait été confondu avec un joint de grains lors de la préparation de la pointe. L'alignement des plans atomiques sous le logiciel IVAS réalisé juste après l'analyse de cette pointe en sonde atomique tomographique avait permis de mettre en évidence ce joint de macle. Cet alignement n'a pu être réalisé de nouveau par la suite avec le logiciel GPM3D. Si cette pointe contient bel et bien un joint de macle, la composition de ces précipités est supposée représentative de leur composition à cœur de grains, les joints de macles étant considérés « inertes » vis-à-vis des mécanismes de formation des PFZ. La composition de ces précipités étant directement représentative de la composition de la matrice à 1080 °C, avant formation des précipités au refroidissement, les différences de compositions observées entre cette pointe et les pointes 5974, 5976 et 5977 sont directement transposables aux différences de compositions de la matrice entre cœurs de grains et PFZ lors de la formation des PFZ.

Tableau 11 : compositions chimiques des précipités dans les pointes analysées en SAT

Pointe	Al	N	Ti	Cr	Fe	Co	Ni	Mo	Nb	W	N total (at)
5974 C (at%) 2σ (at%)	13.1 0.05	0.1 0.00	11.5 0.04	2.5 0.02	1.2 0.01	3.5 0.02	64.6 0.06	1.2 0.01	1.3 0.02	1.1 0.01	2.24 E+06
5976 C (at%) 2σ (at%)	13.2 0.06	0.1 0.00	12.0 0.06	2.5 0.03	1.2 0.02	3.3 0.03	63.8 0.08	1.3 0.02	1.4 0.02	1.1 0.02	1.38 E+06
5977 C (at%) 2σ (at%)	13.1 0.06	0.1 0.00	11.5 0.05	2.4 0.03	1.2 0.02	3.4 0.03	64.8 0.08	1.2 0.02	1.3 0.02	1.0 0.02	1.46 E+06
5978 C (at%) 2σ (at%)	20.2 0.05	0.2 0.00	21.3 0.05	2.0 0.02	1.4 0.01	2.9 0.02	44.5 0.06	3.0 0.02	2.3 0.02	2.2 0.02	2.81 E+06
5979 C (at%) 2σ (at%)	15.0 0.04	0.1 0.00	13.1 0.03	3.3 0.02	1.5 0.01	3.7 0.02	58.3 0.05	1.9 0.01	1.7 0.01	1.5 0.01	4.01 E+06

La composition chimique des précipités secondaires intergranulaires dans la pointe 5978 ne semble pas correspondre à la phase γ' -Ni₃(Al,Ti). En effet ceux-ci sont composés de plus de 20 % de Ti et d'Al, or la somme de ces taux ne peut théoriquement pas dépasser 25 % dans la phase γ' . Trois explications à cette composition sont possibles :

1 – Les paramètres de sonde atomique et/ou de post-traitement utilisés ne sont pas adaptés à une pointe contenant quasiment uniquement la phase γ' , ainsi les résultats finaux sont faussés.

2 – La phase analysée n'est pas la phase γ' -Ni₃(Al,Ti), mais une autre phase, non observée au MEB et au MET, qui pourrait être la phase β -Ni(Al,Ti) de structure B2, ou la phase β' -Ni₂AlTi de structure L2₁. Cependant, compte tenu des nombreuses observations faites au MEB-FEG et des clichés de diffractions effectués au MET sur les précipités secondaires intergranulaires, cette hypothèse semble non valide.

3 – Le joint de grains analysé était en migration lors du traitement thermique à 1080 °C et la microstructure a été figée dans un état métastable lors de la trempe à l'air. Comme expliqué dans le chapitre I.1 du manuscrit, lorsqu'un joint de grains en migration interagit avec des précipités secondaires, ceux-ci peuvent être dissouts par le front, pour reprécipiter derrière le front. Il est donc possible que les précipités analysés dans la pointe 5978 soient de part et d'autres du joint en cours de dissolution, et de reprécipitation, et donc que la structure $L1_2$ et la stœchiométrie de la phase γ' ne soit pas respectée. Lors de ce type d'interaction, la diffusion d'éléments γ' -gènes dans les joints de grains est accélérée, ce qui pourrait expliquer les forts taux de Ti et Al dans ces précipités en cours de dissolution/reprécipitation. Le fort taux de Ti, et donc la quantité de titane, ne pouvant être assimilé par les précipités γ' , cela pourrait également expliquer la formation de carbures secondaires riches en Ti observée dans le chapitre I.2.

Afin d'essayer d'évaluer cette hypothèse, cette pointe a été analysée plus en détails. Deux représentations de la pointe sont proposées en figure 72. Il est notamment possible d'observer une ségrégation en carbone au niveau de l'interface matrice/précipité qui pourrait correspondre à un joint de grains. Aucune ségrégation en carbone n'est observée à la potentielle interface précipité/précipité de ce joint. Cette ségrégation a été quantifiée à l'aide d'un profil de composition chimique tracé perpendiculairement au joint de grains à partir de la base de la pointe. Ce profil est présenté dans le graphique de la figure 73.

De la même façon, un profil de composition chimique a été tracé uniquement dans les précipités en figure 74. Grâce à ce profil, il a été mis en évidence que ce joint correspond au niveau de l'interface entre les précipités de chaque grain à une ségrégation en Ni. Il a également été observé une chute du taux d'Al d'environ 3 % et une hausse du taux de Ti d'environ 5 % d'un coté à l'autre du joint. Le taux de Nb, représenté sur l'échelle de droite, chute lui d'environ 0,8 %. Ce changement de composition de part et d'autres du joint de grains pourrait correspondre à une partie du précipité en cours de dissolution à l'avant du front et une autre en cours de reprécipitation à l'arrière du front.

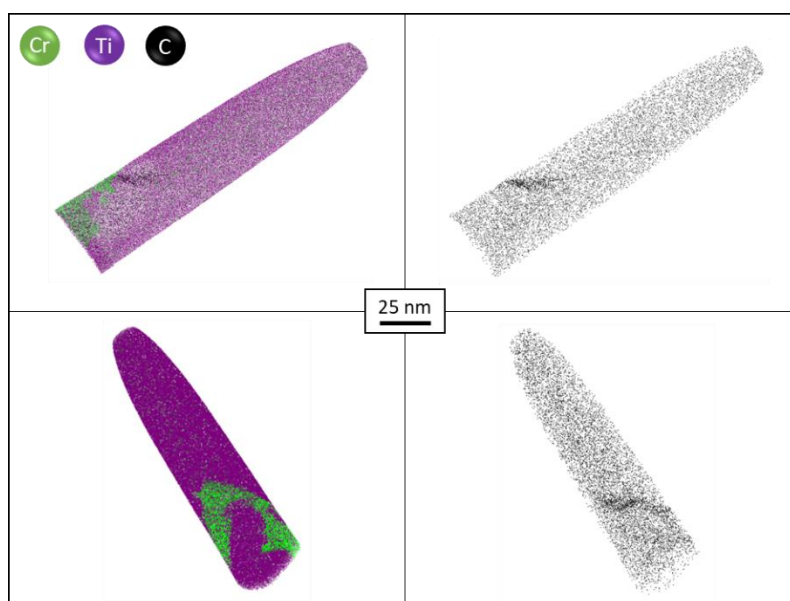


Figure 72 : répartition des atomes de C, Cr et Ti dans la pointe 5978 sous différents angles de vue

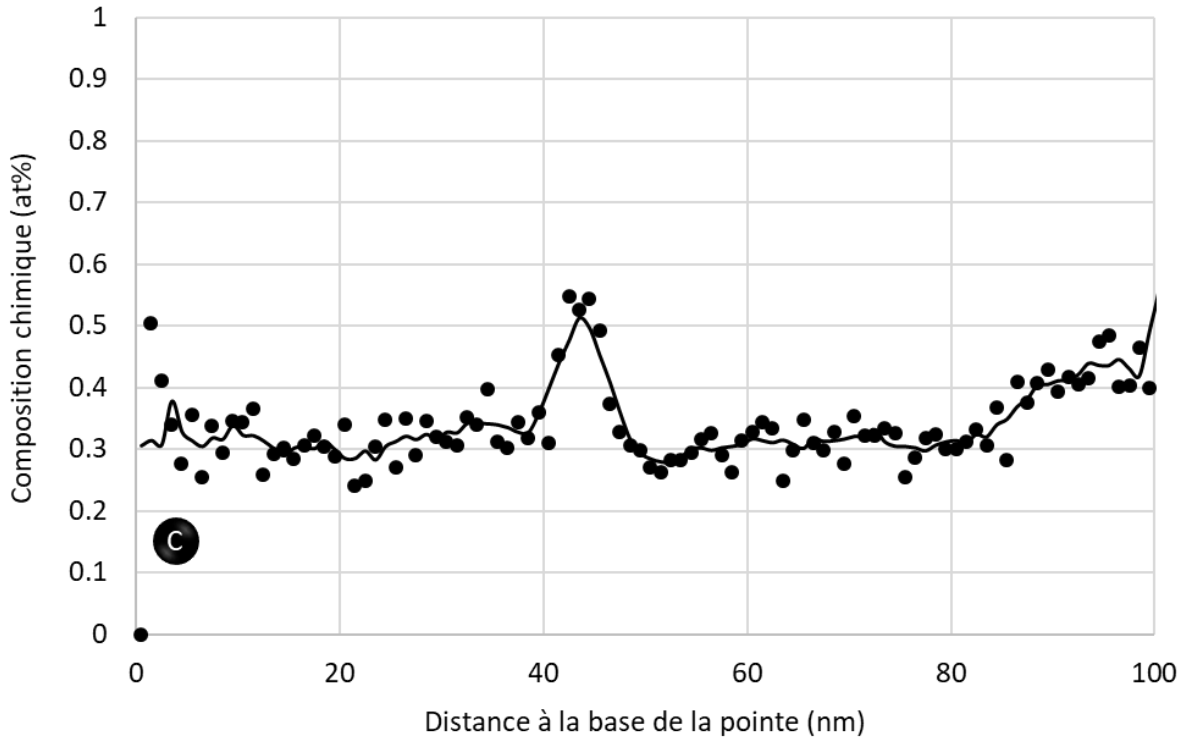


Figure 73 : taux de C le long la pointe 5978 perpendiculairement au joint de grains

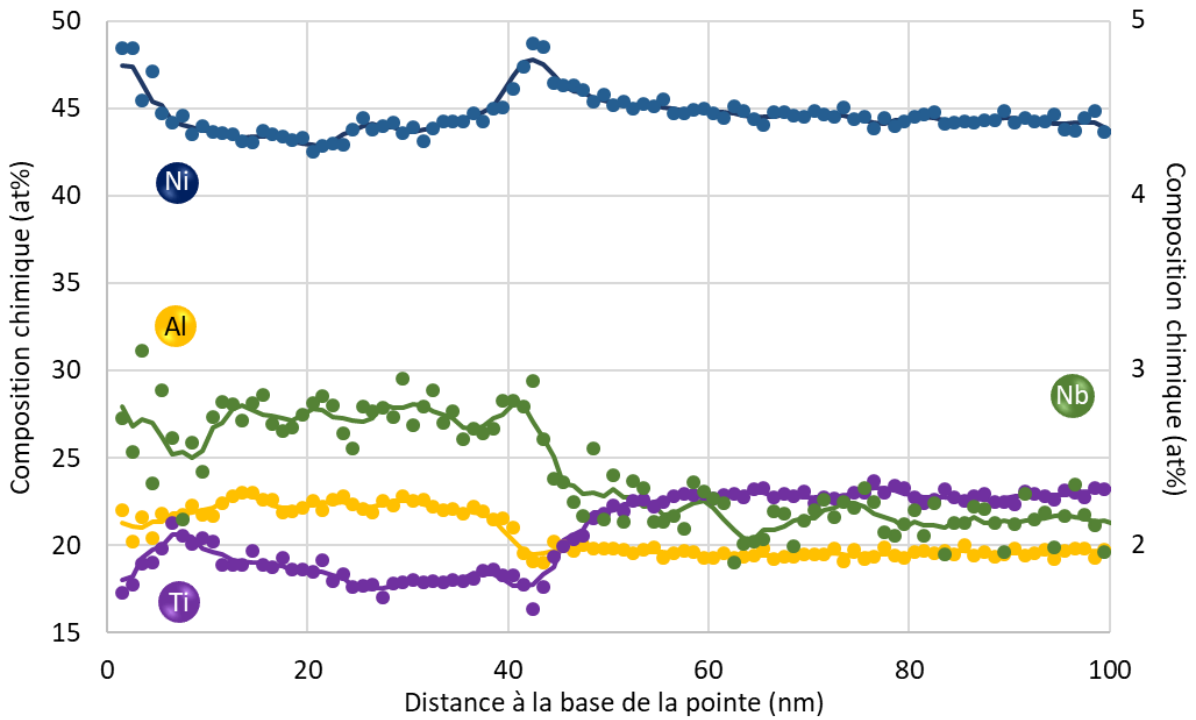


Figure 74 : évolution des taux de Ni, Al, Ti et Nb dans les précipités le long de la pointe 5978 perpendiculairement au joint de grains

Annexe 7 : Propriétés Mécaniques des Superalliages Base Nickel γ/γ'

Cette annexe portera d'abord sur des généralités concernant les superalliages base Nickel γ/γ' , elle présentera ensuite l'influence de la taille de grains sur différentes propriétés mécaniques des alliages étudiés. Les mécanismes de déformations seront ensuite abordés, notamment les mécanismes de franchissement de précipités par les dislocations, et les modèles de Galindo-Nava [Galindo-Nava et al. 2015] et de Panella [Panella 2021] seront présentés plus en détails. Enfin, des mécanismes de plasticité et d'endommagement aux abords des joints de grains seront traités, avec une attention particulière portée sur les micro-volumes.

I : Généralités

La première mention de ce qui s'apparente à un superalliage documentée date du brevet de Merica en 1926 [Merica 1926]. Dans ce brevet, l'auteur révèle qu'en alliant de l'aluminium à du nickel et du cuivre (ou Monel), les propriétés en traction, en érosion et en corrosion des alliages ainsi obtenus sont grandement améliorées ce qui était très intéressant pour des applications de type aube de turbine à vapeur. Dans ce brevet, cette amélioration des propriétés n'est pas expliquée. Il est également rapporté dans le livre de Chester T. Sims que simultanément, ces mêmes observations ont été faites par Bedford et Pilling [Sims 1984]. A la même période, Pierre Chevenard, ingénieur métallurgiste aux aciéries d'Imphy, travaille sur l'optimisation des aciers spéciaux A. T. G. pour ailetage de machine à vapeur. Ces aciers à base de fer, de chrome et de nickel, particulièrement résistants à la corrosion et à haute température et qu'il a brevetés en 1917 [Velluz 1961], sont austénitiques et renforcés par solution solide. Les fruits de ce travail ont mené, par ajout d'aluminium en proportions suffisantes, à la création de nouveaux aciers spéciaux, les A. T. V., dont la matrice austénitique est renforcée à la fois par solution solide et structurellement par la **formation d'une phase riche en nickel et en aluminium** [Chevenard 1931]. Quelques années plus tard, les travaux de Bradley et Taylor ont permis d'attribuer ce durcissement à la phase ordonnée **$L1_2$ Ni_3Al** [Bradley et al. 1937] [Bradley and Taylor 1937]. Plus tard, cette phase non observable directement à l'époque, et décrite plus en détails dans la revue de littérature de la partie I, sera **nommée « γ' »**.

La mise en évidence de la présence de cette phase durcissante a été concomitante au développement de la « propulsion à réaction sur l'air », brevetée en 1922 par l'inventeur français Maxime Guillaume [Guillaume 1922], puis mise en application par les ingénieurs britannique [Whittle 1931] et allemand [Ohain 1952]. Le véritable essor de ces machines intervint lors de la Seconde Guerre Mondiale, avec la production des turboréacteurs allemands Junkers Jumo 004. Cet essor correspond également à celui de l'utilisation des premiers superalliages, ces turboréacteurs étant équipés d'aubes de turbines faites dans un alliage Fe-30Ni-15Cr-2Ti, le « TiNiDur ».

Dès lors, les développements des turbomachines et des superalliages ont toujours été étroitement liés, les avancées technologiques sur les turboréacteurs demandant des alliages toujours plus performants, en terme de température d'usage mais également de résistance aux sollicitations mécaniques. Les avancées scientifiques concernant les superalliages, passant par la chimie et les voies d'élaboration, ont permis d'accroître le rendement et la performance des turboréacteurs. Il devient cependant très compliqué d'améliorer ces alliages ou d'en créer de nouveaux plus performants par simple modification de leur chimie. Sur les turbomachines récentes, comme les moteurs LEAP de CFM international, créée par General Electric et Safran Aircraft Engines, les disques de turbines sont réalisés en superalliages base nickel γ/γ' polycristallins. Un exemple de moteur de ce type est présenté sur la figure 75.

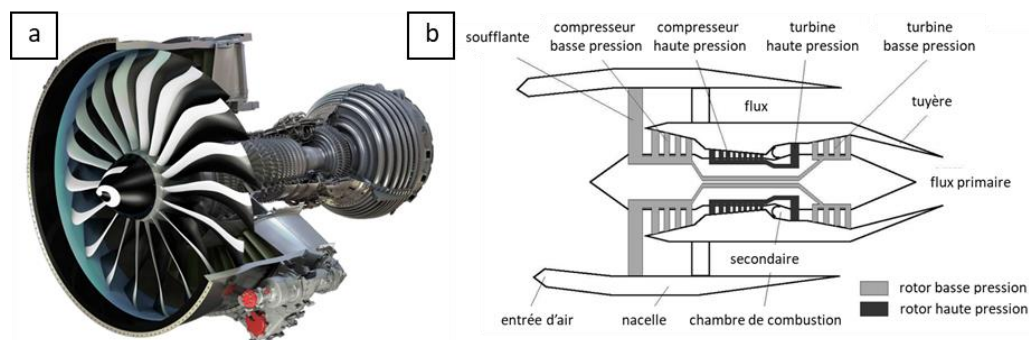


Figure 75 : coupe partielle d'une modélisation 3D du LEAP (a) et schématisation d'un turboréacteur double corps - double flux (b). Adapté de [Parent, 2015]

La fabrication de ces disques passe d'abord par une étape de fusion dans un four à induction sous vide (VIM). Afin de réduire la ségrégation chimique, la présence d'inclusions et la taille des cavités dans le lingot issu de la première fusion, il subit une refusion sous laitier électro-conducteur (ESR). Enfin, le lingot ainsi obtenu subit une refusion par arc sous vide (VAR) en complément de l'ESR afin de réduire drastiquement la ségrégation chimique et d'éliminer les dernières inclusions présentes. Le lingot subi ensuite une homogénéisation. Afin d'obtenir un disque, le lingot est ensuite forgé. La première étape du forgeage est généralement un refoulement à chaud du lingot afin de réduire sa hauteur et augmenter son diamètre, et ainsi obtenir un produit semi-fini appelé billette. Cette étape permet d'introduire dans le matériau de l'énergie de déformation et des dislocations servant de sources à la recristallisation et ainsi de réduire la taille de grain jusqu'à la taille voulue. Les étapes de forge suivantes sont généralement réalisées à chaud également et permettent d'affiner encore la taille des grains. Ces étapes sont parmi les plus critiques de la fabrication d'un disque. Le contrôle des différents paramètres de forge tels que la vitesse de déformations, la température de forge et la vitesse de refroidissement fait l'objet de gros efforts, à la fois industriels et académiques, afin d'optimiser les microstructures obtenues, et ainsi les propriétés mécaniques finales des disques. Enfin, les dernières étapes de forge sont des matriçages, permettant de se rapprocher au plus de la géométrie finale des disques. Une autre voie possible pour la fabrication des disques est la métallurgie des poudres, pour les disques en N18 par exemple. Cette méthode de fabrication ne sera que très peu évoquée dans cette thèse.

Au-delà de tous les efforts permanents pour améliorer les microstructures en volume, une des voies envisagées afin d'améliorer les propriétés mécaniques, la stabilité en température, et la résistance à la corrosion des disques est d'adapter les zones des disques aux sollicitations mécaniques, thermiques et environnementales qu'elles subissent. De manière très simplifiée, il est possible de considérer que la partie du disque la plus proche de l'alésage est principalement sollicitée en fatigue oligocyclique (LCF) à relativement faible température (300 à 450°C), et que la partie proche de la jante est sollicitée en fluage à plus haute température (700 à 750 °C) en conditions de fonctionnement classique. La figure 76 présente deux exemples de disques de turbines. Entre ces deux zones, les sollicitations sont intermédiaires. Cela conduit donc nécessairement à un **gradient de sollicitations thermiques, environnementales, et surtout mécaniques**. Une solution envisagée pour optimiser les propriétés des disques est la création de **disques bimatériaux**. Les travaux de thèse d'Emmanuel Saly [Saly 2024], dans le cadre de la chaire ANR Safran TOPAZE, portent sur ce type de microstructures. Dans ce manuscrit, l'étude se portera plutôt sur les matériaux forgés et sur l'introduction de **gradients de microstructure** dans un seul et même matériau, la version enrichie en carbone de l'AD730™.

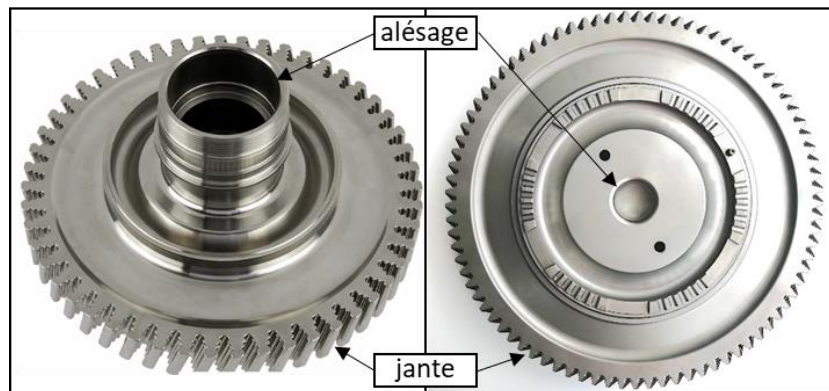


Figure 76 : disque de turbine équipant des moteurs d'hélicoptères en Udimet 720Li (a) (brochure AD730™, Aubert & Duval ; image P. Roussel, SHE) et de turbine terrestre utilisée pour la production d'électricité (b) (Gas Turbine Ressources)

Une collaboration entre Aubert & Duval, l'institut P' et l'ETS Montréal a déjà permis de telles réalisations via un procédé innovant de Dual Microstructure Heat Treatment (DMHT) [Taboada Michel et al. 2016], [Thébaud 2017], [Bridier et al. 2018]. Ce type de traitement thermique à gradient de température permet de dépasser le solvus de la phase γ' proche de la jante et de garder une mise en solution subsolvus au niveau de l'alésage du disque. Cela permet d'**adapter la taille de grains aux sollicitations thermomécaniques**. Une cartographie EBSD présentant la microstructure d'un tel disque est présentée en figure 77.



Figure 77 : cartographie EBSD (IPF codée selon γ) mettant en évidence un gradient de taille de grains dans une ébauche de disque [Taboada Michel et al. 2016]

L'influence de ce type de microstructure sur les propriétés en traction dans l'AD730™ a été étudiée dans la thèse de Marco Panella, dans le cadre de la chaire ANR Safran OPALE [Panella 2021]. Ces études se poursuivent dans le cadre de la chaire ANR Safran TOPAZE avec les travaux de thèse de Julien Prouteau [Prouteau 2024] [Prouteau et al. 2023] sur l'amorçage de fissures en LCF à l'interface entre la zone de transition et la zone à grains fins où quelques grains grossiers sont noyés dans des grains fins, mais également dans les travaux de thèse de Fabio Machado Alves da Fonseca [Machado Alves da Fonseca 2024] portant sur le comportement et la durabilité en fluage de ce type de structure.

Une troisième solution pour adapter les propriétés des disques aux sollicitations subies pourrait être l'introduction de **gradient de précipitation γ'** à plus fine échelle que celui introduit par le DMHT, c'est-à-dire au sein même d'un grain, ou entre grains voisins. La structure de précipitation γ' impactant directement les propriétés mécaniques, un gradient de ces propriétés serait ainsi introduit. Cela pourrait constituer une possibilité à part entière, mais ce type de gradient semble plus prometteur en complément des deux solutions proposées précédemment, et pourrait être également introduit par DMHT à plus faible température. Cette possibilité n'ayant pas encore été étudiée, et étant très compliquée à mettre en place, le gradient de précipitation envisagé dans cette thèse, les PFZ, n'est pas à proprement parler un gradient, mais plutôt une hétérogénéité de précipitation. Cependant prédire et contrôler la présence de ces zones afin de les introduire dans les zones des disques où elles pourraient être bénéfiques, et limiter leur apparition dans les zones où elles seraient néfastes, pourraient être d'un grand intérêt. De plus, ces zones ont été observées sur des alliages pour disques de turbine, mais ne sont pas prises en compte dans la prédiction des propriétés mécaniques des disques, leur impact n'ayant pas été étudié.

II : Influence de la taille de grains

Dans cette section seront présentés brièvement les principaux impacts que peut avoir la taille de grains sur les propriétés mécaniques des alliages pour disques. Ce paramètre, contrôlé à la fois par les gammes de forgeage et les traitements thermiques de mise en solution, impacte les propriétés en traction, en fatigue et en fluage de ce type d'alliage.

La limite d'élasticité en traction d'un alliage métallique polycristallin peut être directement exprimée en fonction de sa taille de grains par la **relation de Hall-Petch** [Hall 1970]:

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{K}{\sqrt{d}}$$

où σ_y désigne la contrainte critique à partir de laquelle la déformation macroscopique sort de l'élasticité, σ_0 et K sont des constantes dépendant de la température et du matériau étudié, et d la taille de grains moyenne. Cependant, de nombreuses déviations à cette loi ont été constatées sur de nombreux alliages, et notamment les matériaux polycristallins. Parmi elles, il a été montré par Bain et al. que dans le cas de l'Udimet 720 à microstructure duplex, c'est-

à-dire une microstructure constituée de quelques gros grains noyés dans une microstructure à grains fins, la limite d'élasticité est dictée non pas par la taille moyenne des grains, mais par celle des grains fins [Bain et al. 1988]. De la même façon, des valeurs anormalement basses de limite d'élasticité ont été observées par Mangen et Nembach dans le Nimonic PE16 [Mangen and Nembach 1989]. Ces valeurs plus basses qu'attendues concernent des microstructures à particulièrement gros grains, et ont été attribuées à la présence de PFZ. Ce point sera discuté en détails dans la section suivante.

Les propriétés en fatigue oligocyclique étant étroitement liées à l'ouverture plastique à chaque cycle, une plus forte limite d'élasticité, obtenue par une plus faible taille de grains moyenne, augmente la durée de vie pour une sollicitation à même niveau de contrainte. Dans le cas d'une microstructure duplex, les observations faites en traction sur l'Udimet 720 ne sont plus valables. En effet, il a été montré par Thomas Billot dans ses travaux de thèse que **les grains grossiers sont des alors sites préférentiels d'amorçage de fissure dans l'Udimet 720Li** [Billot 2010]. Ce constat est valable pour les conditions de chargement et les alliages dont l'amorçage de fissure contrôle la durée de vie. Dans certains cas, la durée de vie en fatigue peut être contrôlée par la propagation des fissures. Dans ces cas, il semble que **les microstructures à grains fins favorisent la propagation intergranulaires** des fissures assistée par l'oxydation des joints de grains [Gayda and Miner 1983] [Pang and Reed 2007], là où cette **propagation est transgranulaire** et donc plus lente **dans les microstructures à grains grossiers**.

Le **glissement des joints de grains**, la **cavitation**, et l'**oxydation des joints de grains** étant les principaux mécanismes d'endommagement en fluage, des microstructures à grains grossiers sont bénéfiques [Reed 2006]. La forte sensibilité de l'endommagement en fluage à la densité des joints de grains est le principal moteur ayant poussé le développement des aubes de turbines d'abord à grains colonnaires puis monogranulaires. Concernant l'AD730TM, le constat est plus complexe. Louis Thébaud a montré dans ses travaux de thèse que les vitesses de déformation et les durées de vie en fluage à 800 et 900°C sont bel et bien meilleures avec des microstructures à grains grossiers qu'à grains fins. En revanche, les résultats obtenus sur des monocristaux d'AD730TM avec un état de précipitation équivalent à celui de la microstructure à grains grossiers sont légèrement moins bons. De plus, il a été montré dans ces travaux qu'en fluage à 700°C, une transition de mécanisme de fluage s'opère aux alentours de 750 MPa, proche de la limite d'élasticité de ce matériau à cette température. Au-delà de cette contrainte, le mécanisme de fluage principal est le « fluage dislocations », et aucune différence n'est observée entre le comportement des microstructures à grains fins et à grains grossiers [Thébaud 2017], [Thébaud et al. 2018].

III : Mécanismes de franchissements des précipités et de déformations dans les superalliages base nickel

Dans cette sous-section, seule la déformation des phases γ et γ' est abordée. Ces deux phases sont respectivement de type cubique à faces centrées et L1₂. Elles ont donc les mêmes

plans et directions denses, qui sont les 6 directions de la famille $\langle 110 \rangle$ et les 4 familles de plans $\{111\}$. Douze systèmes de glissement octaédriques $\{111\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$ sont alors possibles et équivalents. La figure 78 illustre cet aspect pour trois directions coplanaires. Les dislocations parfaites assurant le glissement dans la matrice ont un vecteur de Burgers \vec{b} égal à $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle$. Ces dislocations peuvent se dissocier en deux dislocations partielles de Shockley de type $\frac{a}{6} \langle 112 \rangle$. Par exemple :

$$\frac{a}{2} [1\bar{1}0] \rightarrow \frac{a}{6} [2\bar{1}1] + \frac{a}{6} [1\bar{2}1]$$

Lorsque deux dislocations partielles de Shockley glissant dans la même direction se rencontrent, elles s'associent formant une « super-partielle » de Shockley de type $\frac{a}{3} \langle 112 \rangle$.

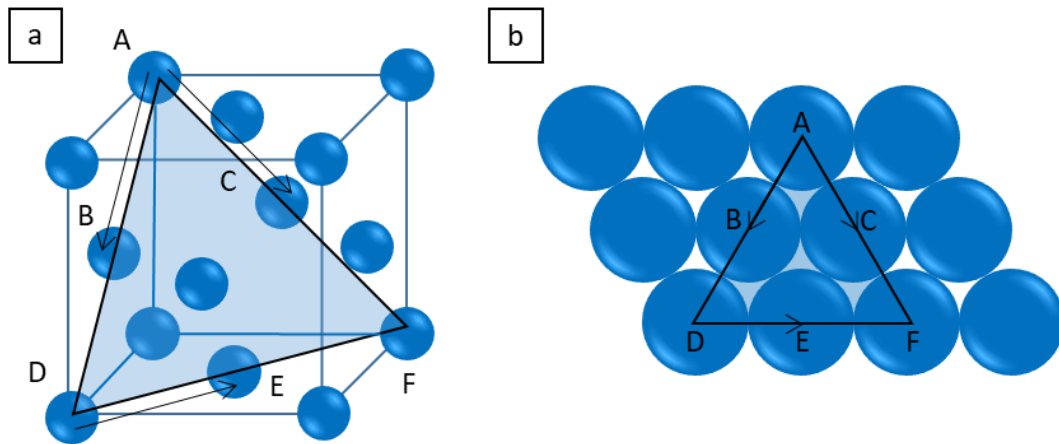


Figure 78 : représentation d'un plan de glissement et des trois systèmes de glissement associés dans la maille CFC en perspective cavalière (a) et perpendiculairement au plan dense (b). Adapté de [Larrouy 2014]

A l'échelle d'un grain, le mouvement des dislocations dans la matrice, dans les premiers stades de la plasticité, se produit lorsque la contrainte de cisaillement τ dépasse une certaine valeur critique τ_c . La contrainte de cisaillement peut s'exprimer de la façon suivante :

$$\tau = \sigma_{app} \cdot \cos \phi \cdot \cos \alpha$$

où σ_{app} est la contrainte de traction macroscopique appliquée, ϕ l'angle formé par la normale au plan de glissement et la direction de traction et α par la direction de glissement et la direction de traction. Le produit $\cos \phi \cdot \cos \alpha$, appelé facteur de Schmid et prenant des valeurs comprises entre 0 et 0,5, permet d'identifier les orientations cristallines favorables au glissement, et donc les grains, susceptibles de développer les premiers stades de la plasticité. La figure 79 représente un système de glissement et un cas de sollicitation en traction ainsi que le calcul des angles associés.

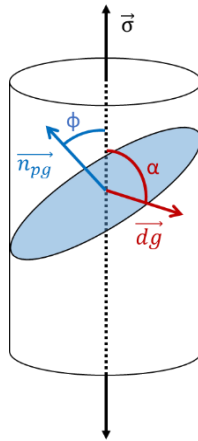


Figure 79 : schématisation du calcul menant au facteur de Schmid. Adapté de [Larrouy 2014]

Les mécanismes d'interactions entre ces dislocations et les précipités varient suivant la sollicitation, la température, et les paramètres descriptifs de la précipitation, tels que leur taille, leur morphologie, la distance inter-précipités, et la fraction volumique de précipités. Deux principaux mécanismes dont l'occurrence dépend de la taille des précipités ont été observés : le contournement d'Orowan des précipités, et le cisaillement par paires de dislocations.

Lorsque les précipités dépassent un certain rayon critique, dépendant de l'alliage, de la morphologie et de la fraction volumique de précipités, les dislocations parfaites de matrice se courbent autour des précipités et laissent derrière elles des boucles d'Orowan autour des précipités. Ce mécanisme appelé **contournement d'Orowan**, illustré en figure 80, intervient lorsque la contrainte dans le grain dépasse la contrainte d'Orowan définie par l'équation suivante :

$$\tau_{\text{Orowan}} = \frac{2T}{bL}$$

où T est la tension de la ligne de dislocation, b la norme du vecteur de Burgers et L la distance inter-précipités dans un plan $\{111\}$. Une seconde formulation basée sur des paramètres microstructuraux et matériaux plus facilement identifiables peut être utilisée :

$$\tau_{\text{Orowan}} = \frac{\mu b}{2R} \sqrt{f_v}$$

où μ est le module de cisaillement, b la norme du vecteur de Burgers, R le rayon équivalent moyen des précipités et f_v la fraction volumique de précipités.

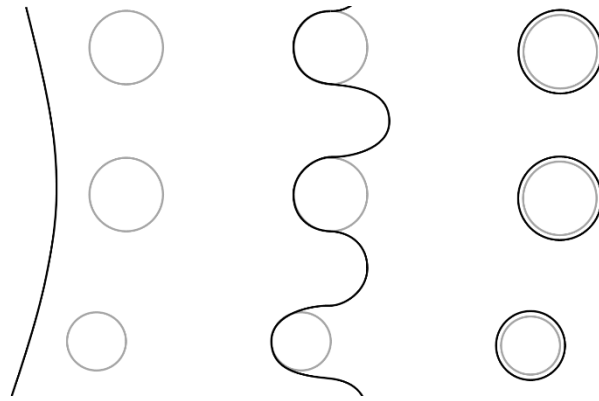


Figure 80 : représentation du mécanisme de franchissement des précipités par contournement d'Orowan. Adapté de [Raujol 2004] et [Billot 2010]

Le cisaillement des précipités par des dislocations parfaites de matrice intervient lorsque ces précipités sont de plus petites tailles. Ce cisaillement implique la formation d'une paroi d'antiphase (APB) au sein des précipités qui sera éliminée par le passage d'une seconde dislocation parfaite de matrice. Ce mécanisme illustré en figure 81 intervient lorsque la contrainte atteint l'ordre de grandeur de γ_{APB}/b , avec γ_{APB} l'énergie de paroi d'antiphase et b la norme du vecteur de Burgers [Reed 2006].

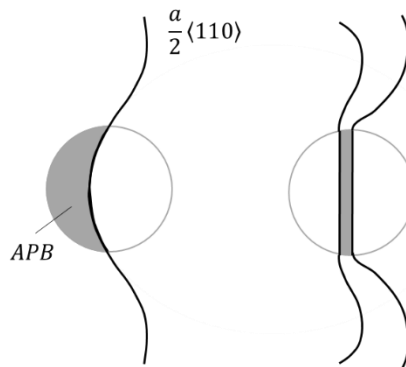


Figure 81 : Cisaillement d'un précipité par une paire de dislocations parfaites de matrice. Adapté de [Raujol 2004] et [Billot 2010]

Deux principaux mécanismes de cisaillement différents peuvent être observés suivant la taille des précipités. Le premier intervient pour les plus petits précipités et est illustré en figure 82 a. Dans ce cas, la distance entre les dislocations est élevée par rapport à la taille des précipités, le **couplage** de ces dislocations est donc dit **faible** [Raynor and Silcock 1970] [Reed 2006] [Liu et al. 2012]. La contrainte nécessaire à cisailier les précipités selon ce mécanisme peut s'exprimer selon [Reppich 1982] [Reppich et al. 1982] [Panella 2021] :

$$\tau_p = \frac{\gamma_{APB}}{2b} \left[\sqrt{\frac{6 \gamma_{APB} f_v r}{\pi T}} - f_v \right] \quad (6)$$

Lorsque les précipités ont un rayon moyen équivalent du même ordre que la distance entre les dislocations, il est possible que la paire de dislocations soit contenue dans un seul et même précipité, le **couplage** entre dislocations est alors dit **fort** [Reed 2006]. Dans ce cas la contrainte de cisaillement nécessaire au cisaillement des précipités vaut [Reppich 1982] [Reppich et al. 1982] [Panella 2021] :

$$\tau_p = \sqrt{\frac{3}{2}} \left(\frac{\mu b}{r}\right) \sqrt{f_v} \frac{w}{\pi^{3/2}} \sqrt{\frac{2\pi\gamma_{APB}r}{w\mu b^2} - 1}$$

où w est un facteur correctif permettant de prendre en compte les incertitudes sur l'estimation de la force de répulsion élastique entre deux dislocations. Ce mécanisme est représenté en figure 82 b.

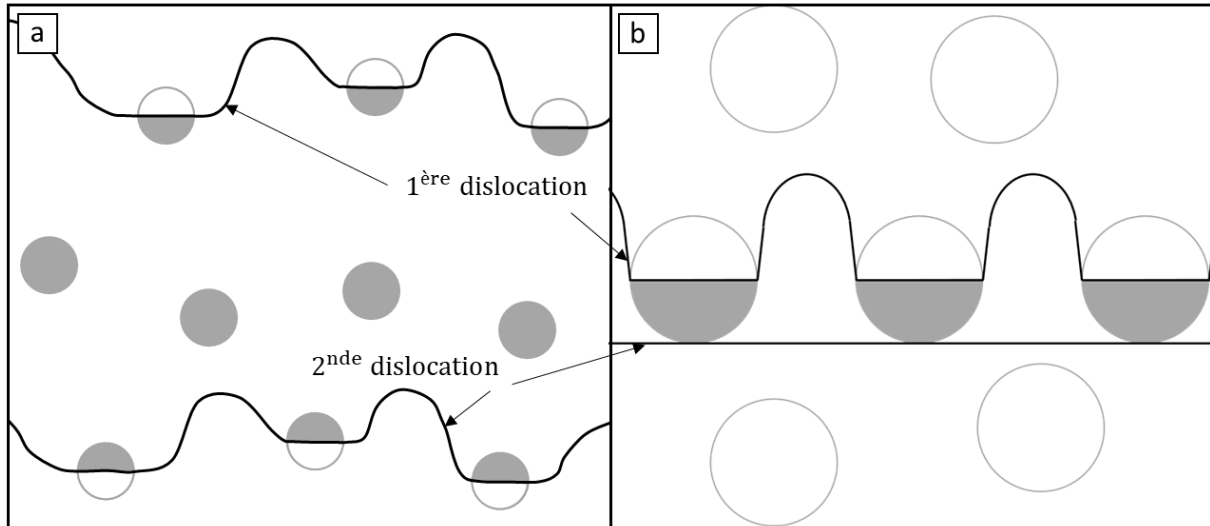


Figure 82 : représentation du mécanisme de cisaillement par paire de dislocations faiblement couplées (a) et fortement couplées (b). Adapté de [Raujol 2004] et [Billot 2010]

L'influence de la précipitation sur la scission résolue critique (CRSS) et donc sur la limite d'élasticité peut être schématisée et divisée en trois régimes distincts correspondant aux trois mécanismes décrits précédemment comme l'illustre la figure 83.

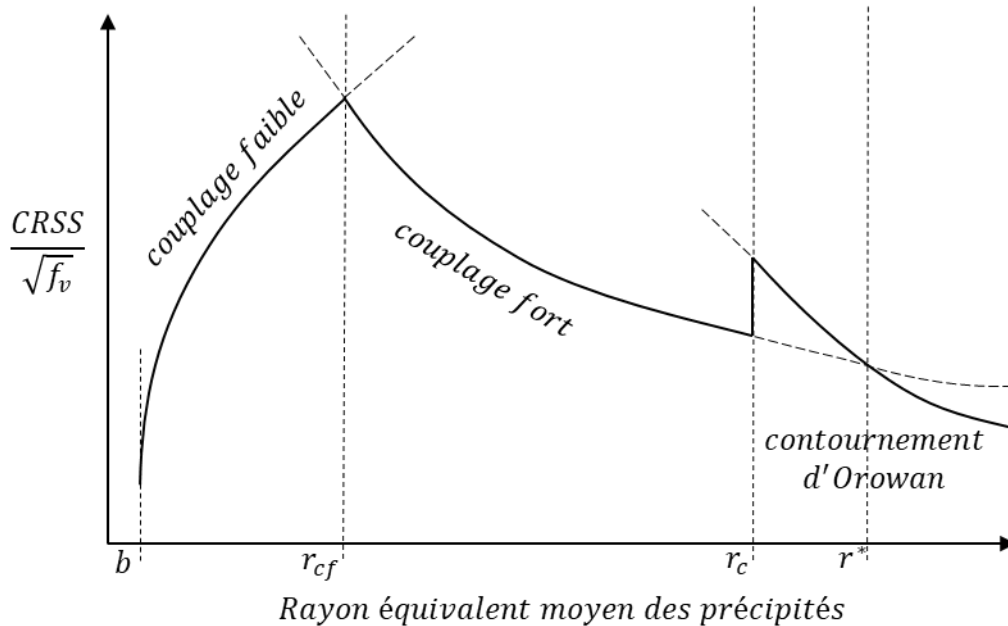


Figure 83 : évolution du rapport $CRSS/\sqrt{f_v}$ en fonction du rayon des précipités et mécanismes de franchissement associés. D'après [Hüther and Reppich 1978] et [Panella 2021]

Une variation à ces modèles dits « classiques » a été proposée par Fang et al. afin de prendre en compte la **position relative du précipité par rapport au plan de glissement** et donc le rayon effectif du précipité à franchir par la dislocation (figure 84). Une dislocation dans un plan correspondant au plan médian de la sphère représentant le précipité aura à franchir un précipité de rayon effectif plus grand qu'une dislocation dans un plan s'éloignant du centre de cette sphère. Les mécanismes de franchissement activés pourraient donc être différents au sein d'un seul et même précipité [Fang et al. 2019]. Ce phénomène pourrait être accentué pour des précipités de morphologie cubique ou dendritique, les variations de section des précipités étant plus brutales.

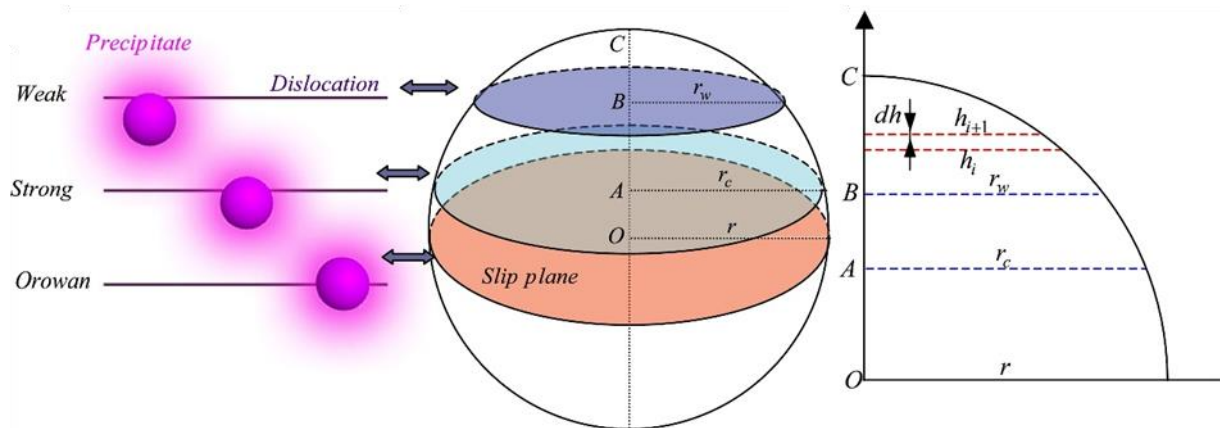


Figure 84 : mécanismes de franchissements possibles d'un précipité suivant l'éloignement du plan de glissement au centre du précipité [Fang et al. 2019]

IV : Modifications apportées aux modèles classiques

Les modèles classiques présentés précédemment ont de nombreuses limitations qui sont principalement dues aux hypothèses à la base de leur formulation. Galindo-Nava, Connor et Rae ont identifié ces principales limitations [Galindo-Nava et al. 2015] :

- Absence de description détaillée de la zone de transition entre couplage faible et fort.
- Durcissement négatif des plus petits précipités en couplage faible.
- Précipités considérés ponctuels (fractions volumiques faibles).
- Contrainte critique surestimée par le couplage fort dans la zone de transition pour des fractions volumiques élevées.
- Applicable uniquement à des distributions unimodales de précipités.

Galindo-Nava et al. ont ainsi proposé une nouvelle formulation unifiée permettant de prendre en compte et de s'affranchir de ces limitations, notamment des **fractions de précipités élevées**, des situations de cisaillement par **couplage intermédiaire** entre couplage faible et fort, ainsi que des **distributions de précipités multimodales**, ce qui correspond aux situations rencontrées dans le cas de la microstructure de l'AD730™ étudiée dans ce travail. Les résultats de ces modifications sont présentés en figure 85. Le détail du modèle et des équations utilisées ne sera pas présenté dans ce manuscrit, seule une synthèse sera présentée en fin de

sous-section. Cependant, il est à noter que ce modèle permet assez directement de calculer une limite d'élasticité σ_y à l'aide d'une formulation additive:

$$\sigma_y = \sigma_D + \sigma_{ss} + \sigma_p + \sigma_{oro}$$

où σ_D , σ_{ss} , σ_p et σ_{oro} sont respectivement les contributions à la limite d'élasticité des durcissements liés à la structure granulaire, par solution solide, et par le cisaillement et le contournement d'Orowan des précipités appartenant aux différentes populations de la distribution multimodale.

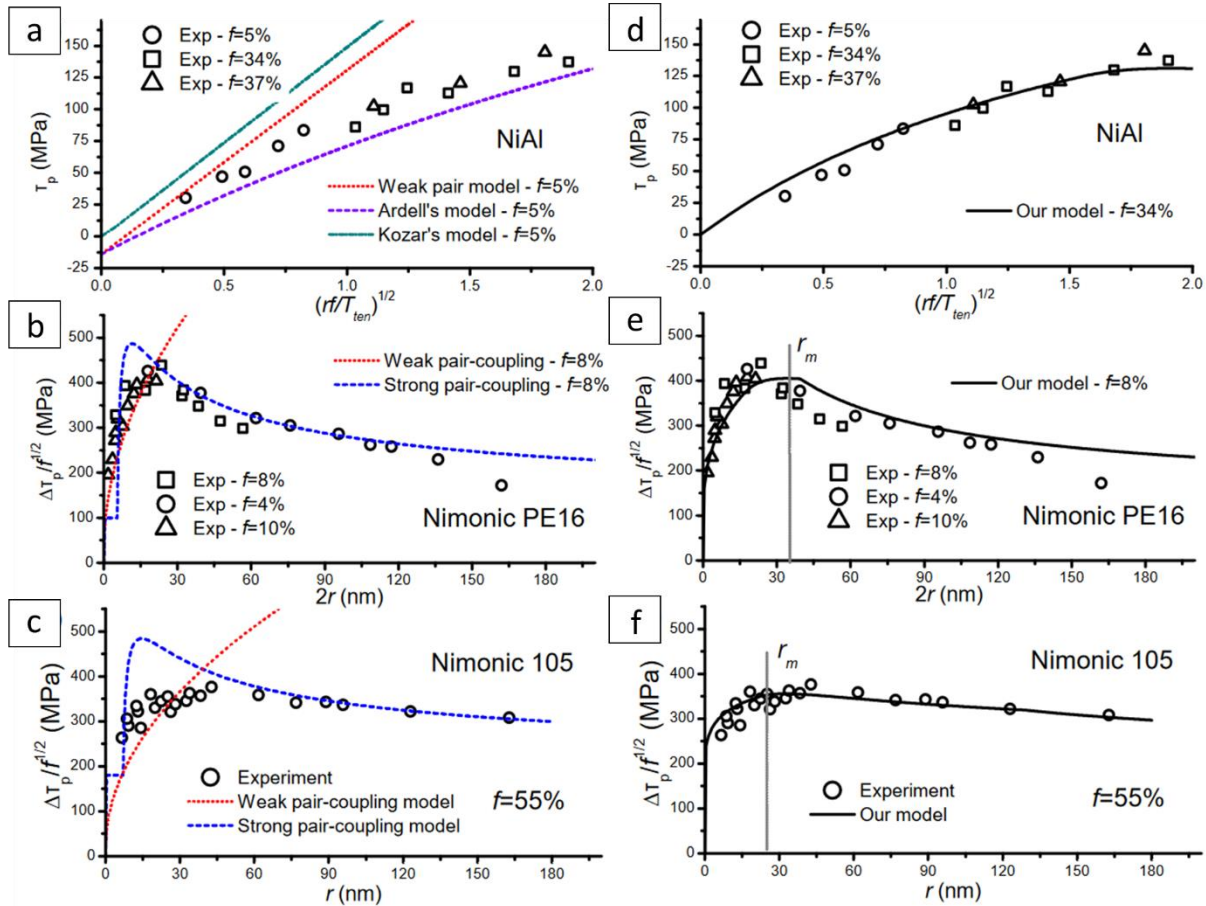


Figure 85 : comparaison de résultats expérimentaux avec ceux obtenus avec des modèles classiques de cisaillement de précipités par couplage de dislocations pour un alliage NiAl (a), le Nimonic PE16 (b), et le Nimonic 105 ((c), et avec les résultats obtenus par le modèle de Galindo-Nava pour ces mêmes alliages (d), (e) et (f). D'après [Galindo-Nava et al. 2015]

Cependant, ce modèle a également des limites, qui ont été étudiées par Marco Panella dans ses travaux de thèse [Panella 2021]. Pour rendre compte de manière plus réaliste de la mobilité des dislocations, il conviendrait de prendre en compte directement le caractère bimodal ou multimodal de la distribution des distances inter-précipités plutôt que de séparer les effets par classe de distance. Par abus de langage et pour alléger l'écriture, l'expression « interactions entre familles précipités » sera utilisée par la suite. De plus, dans le modèle de Galindo-Nava, la détermination du mécanisme de franchissement des précipités se fait en fonction de la taille des précipités. Une manière plus juste de déterminer le mécanisme de franchissement mis en jeu pourrait être implémentée à partir des travaux de Fang et al., c'est-à-dire en fonction du rayon effectif des précipités dans le plan de glissement étudié. Cela peut

être pris en compte en déterminant la distribution en taille des précipités à partir de coupes 2D non corrigées, qui est donc représentative des coupes de précipités par un plan de glissement.

Afin de s'affranchir de ces limitations, des modifications au modèle de Galindo-Nava ont été proposées. La première consiste à prendre en compte dans le modèle un **rapport unique de la longueur totale d'une dislocation cisillant plusieurs précipités de familles différentes à la longueur totale de cette dislocation** l_{cis}/l_{tot} et de pondérer ce rapport par la proportion de chaque population, et non plus d'utiliser des rapports différenciés $\frac{l_i}{\Lambda_i + 2r_i}$ de la longueur de dislocation cisillant des précipités d'une unique famille par la longueur totale de cette dislocation où $\Lambda_i = \max(\lambda_i, L_i - l_i)$. La figure 86 illustre cette première modification.

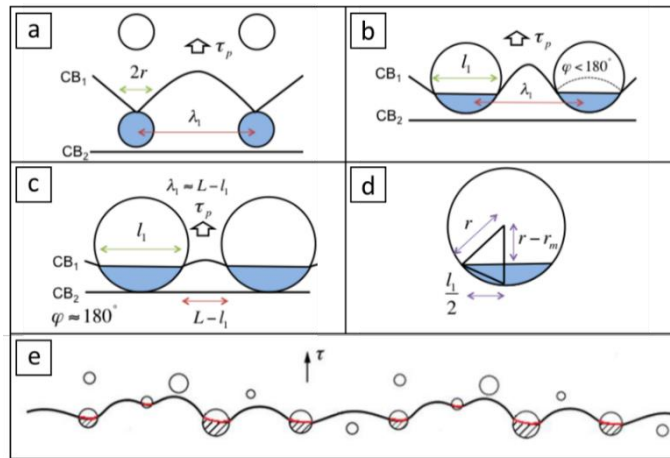


Figure 86 : Précipités cisillés par des dislocations faiblement couplées (a), à couplage intermédiaire (b), fortement couplées (c) et schématisation d'un précipités partiellement cisillé (d) dans le cadre du modèle de Galindo-Nava [Galindo-Nava et al. 2015]. Précipités de tailles différentes et appartenant à des populations différentes cisillés par une dislocation dans le cadre du modèle de Panella [Panella 2021]

La deuxième modification apportée est l'utilisation d'une **distance inter-précipités moyenne** entre toutes les populations \hat{d} et non plus une distance inter-précipités par population d_i dans le calcul de la longueur centre à centre entre précipités L_i .

La troisième concerne la prise en compte des **interactions entre différentes familles de précipités**, qui sont nommées interactions mixtes. Pour chaque type d'interaction possible entre les 4 mécanismes de franchissements : les cisaillements par couplage faible, intermédiaire, fort ainsi que le contournement d'Orowan, des valeurs Λ_{mixte} dépendantes des caractéristiques de chaque famille de précipités ont été définies. Dans le cas d'interactions entre deux précipités appartenant à la gamme de taille susceptible d'être contournées, une valeur $L_{mixte} = 0,5(L_1 + L_2)$ a été définie. Les interactions entre deux précipités cisillés par des dislocations faiblement et fortement couplées, et deux précipités cisillés par des dislocations fortement couplées, mais de tailles différentes, sont présentées dans la figure 87.

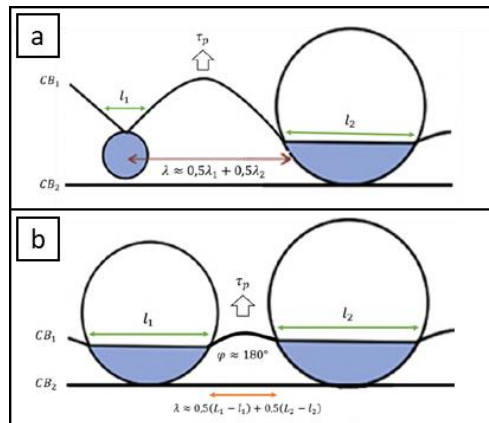


Figure 87 : Interactions mixtes entre deux précipités de tailles différentes franchis selon les mécanismes de cisaillement par paire de dislocations faiblement couplées et à couplage intermédiaire (a) et à couplage intermédiaire et fort (b) d'après [Panella 2021]

Enfin, les différentes familles de précipités sont décrites dans ce modèle par des fonctions de densités de probabilités, permettant de rendre compte des différents mécanismes de franchissement affectant possiblement une même famille de précipités, des interactions entre précipités de différentes tailles au sein d'une même famille, mais également des différentes interactions possibles entre précipités de familles différentes selon leur placement dans la fonction de densité de probabilité.

Les travaux de ce manuscrit n'ayant pas vocation à analyser ou remettre en question ce modèle, seuls les grands principes développés précédemment et la synthèse des modifications de formulation compilées dans le tableau 12 sont présentés dans ce manuscrit. Cette version modifiée du modèle de Galindo-Nava sera dans la suite du manuscrit nommée **modèle de Panella** par souci de simplification. Ce modèle a été utilisé à partir d'un script Python fourni par Marco Panella, sans aucune modification du code source, afin d'estimer des limites d'élasticité. Seul les données d'entrée ont été modifiées, c'est-à-dire les paramètres descriptifs des différentes populations de précipités et la température, d'après les quantifications expérimentales réalisées dans ce travail.

Tableau 12 : Synthèse des formulations des modèles de Galindo-Nava [Galindo-Nava et al. 2015] et Panella [Panella 2021]

Modèle de Galindo-Nava	Communs aux deux modèles	Modèle de Panella
$L_i = \sqrt{\frac{2\pi}{3f}} r_i$	$T_{en} = \frac{\mu b^2}{2}$ $r_m = \frac{\mu b^2}{2\gamma_{APB}}$ $l_i = 2r_i \quad (r_i \leq r_m)$ $l_i = \sqrt{2(r_i^2 - (r_i - r_m)^2)} \quad (r_i > r_m)$ $\lambda_i = \sqrt{\frac{T_{en}}{\gamma_{APB} r_i}} L_i$ $\Lambda_i = \max(\lambda_i, L_i - l_i)$ $w_i = \frac{\frac{f_i}{r_i^2}}{\sum_j \frac{f_j}{r_j^2}}$	$d_i = \sqrt{\frac{2\pi}{3f}} r_i - 2r_i$ $\hat{d} = \sum_i w_i d_i$ $L_i = 2r_i + \hat{d}$
$\tau_p = \sum_{i=1}^N w_i \tau_{pi}$	$\tau_{pi} = \begin{cases} \frac{\gamma_{APB} l_i}{2b(\Lambda_i + 2r_i)} \\ \frac{3\mu b}{2L_i} \end{cases}$	$\tau_p = \frac{\gamma_{APB}}{2b} \frac{\sum_i \sum_j w_i w_j (0,5\Lambda_i + 0,5\Lambda_j)}{\sum_i \sum_j w_i w_j (0,5\Lambda_i + 0,5\Lambda_j + r_i + r_j)}$ $\tau_{oro} = \frac{3\mu b}{2} \sum_i \sum_j \frac{w_i w_j}{0,5(\hat{L}_i + \hat{L}_j)}$

V : Endommagement et plasticité localisés aux abords des joints de grains

Les joints de grains sont des zones ne pouvant être traitées selon les mécanismes précédemment exposés en terme de mécanismes de déformation. En effet, ils sont des **obstacles à la transmission de la plasticité** entraînant l'empilement des dislocations, et faisant augmenter localement la contrainte. Cette concentration locale de la contrainte peut entrainer la formation d'endommagement, sous la forme de fissures aux joints de grains ou à leurs abords, notamment en fatigue et en traction, à froid comme en température [Priester 2011]. Le fluage est également particulièrement affecté par l'endommagement intergranulaire.

La première partie de cette section sera donc dédiée aux mécanismes d'endommagement liés aux joints de grains.

Premièrement, les joints de grains sont des zones particulièrement sujettes à la ségrégation de certains éléments chimiques, pouvant fragiliser les joints de grains et mener à des ruptures brutales. Un des exemples les plus marquant est le naufrage du Liberty Ship, cargo américain construit durant la Seconde Guerre Mondiale. Le trop haut taux de soufre dans l'acier constitutif de sa coque a entraîné une ségrégation en S aux joints de grains, menant finalement à une rupture prématurée de sa coque [Priester 2011]. Ces ségrégations peuvent également apparaître lors de sollicitations à hautes températures, telles que le fluage, par diffusion dans les joints de grains.

Dans les superalliages base nickel γ/γ' polycristallins, il a été montré que le rôle des joints de grains sur l'endommagement est prépondérant en traction monotone à 700°C. Premièrement, Aude Laurence a montré dans ses travaux de thèse [Laurence 2016] que le mode d'endommagement dans le René 65 à grains fins est particulièrement sensible à la vitesse de déformation, les **faciès de rupture étant de plus en plus intergranulaires lorsque la vitesse de déformation diminue**. Ce phénomène pourrait être dû à l'**oxydation des joints de grains** assistée par la contrainte, fragilisant ces joints, l'oxydation étant d'autant plus importante que le temps passé haute température est élevé. Ce même constat a été fait dans l'AD730™ [Thébaud 2017], à la fois sur des microstructures à grains fins et à grains grossiers, l'impact de l'oxydation étant d'autant plus important que la densité de joints de grains est importante, et donc que la taille de grains est faible. Des observations similaires ont également été effectuées à cette température dans l'Udimet 720Li, l'Inconel 718 et le RR1000 [Thébaud 2017]. Ce phénomène appelé « **trou de ductilité** » est associé à des mécanismes de déformation contrôlés par le **glissement intergranulaire**, des bandes de glissement s'accumulant alors au niveau des joints de grains [Rezende et al. 2015][Németh et al. 2016][Németh et al. 2017]. Les processus de diffusion aux joints de grains sont alors accélérés par l'empilement de dislocations, favorisant l'oxydation des joints de grains. Ce mécanisme se retrouve également en fluage, en fatigue, et en fatigue/fluage à des températures similaires dans l'Udimet 720Li [Billot 2010][Larrouy 2014]. Différentes solutions existent pour renforcer les joints de grains et lutter contre le glissement intergranulaire, par exemple par **précipitation de carbures et de borures** aux joints de grains [Venkiteswaran and Taplin 1974], [Zhou et al. 2008], [Fedorova et al. 2010], [Kontis et al. 2017], [Després et al. 2021], de **précipités γ' intergranulaires**, ainsi que par la formation de **joints de grains dentelés** [Danflou et al. 1992]. Cependant, il a été montré lors d'une étude en traction in-situ à 750 °C que les plus fins carbures formés aux joints de grains peuvent également être à l'origine de cavitation à l'interface carbures/matrice et d'amorce de fissures aux joints de grains lorsqu'ils sont orientés à $\sim 45^\circ$ de l'axe de sollicitation, maximisant ainsi la contrainte de cisaillement [Summers et al. 2016]. Ce mécanisme est illustré en figure 88

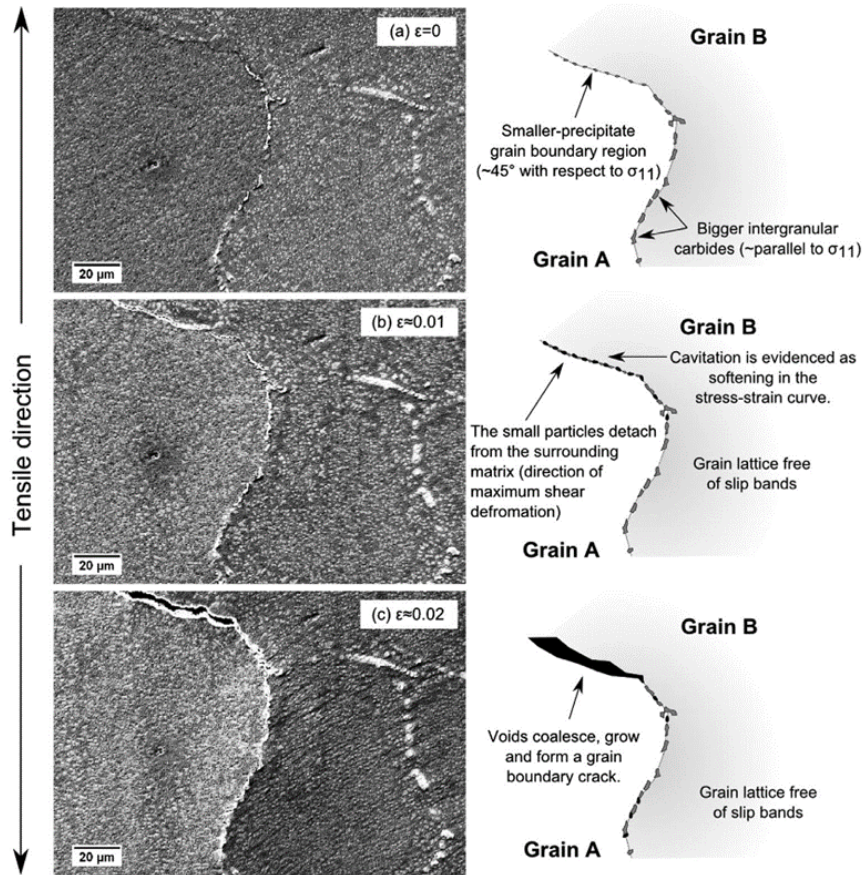


Figure 88 : Mécanisme d’amorçage de fissure intergranulaire en traction à 750 °C dans le superalliage STAL 15-CC [Summers et al. 2016]

Dans cette même étude, il a été montré qu’à température ambiante et jusqu’à 400 °C, la rupture finale provient de la **fissuration des carbures** dans les zones présentant la plus grande déformation, qu’ils soient inter ou intragranulaires. Ce mécanisme est présenté en figure 89.

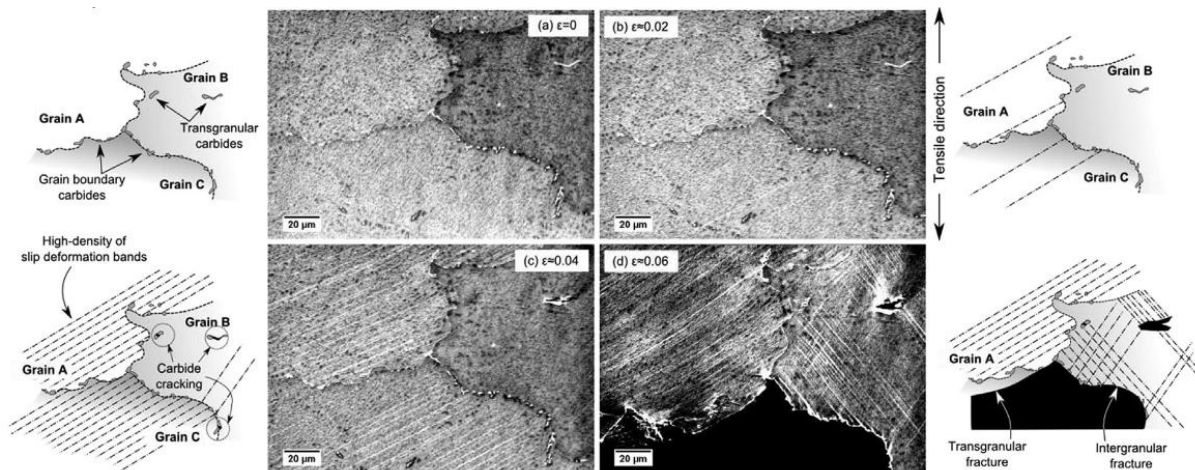


Figure 89 : mécanisme d’amorçage de fissures en traction à 400 °C dans le superalliage STAL 15-CC [Summers et al. 2016]

Des essais du même type ont été mené à température ambiante sur l’Udimet 720Li par Villechaise et al, sans s’intéresser aux mécanismes d’endommagement, mais plutôt à la

plasticité aux abords des joints de grains et à l'interaction entre bandes de glissement et joints de grains.

La seconde partie de cette section sera consacrée à une configuration particulière d'interactions entre joints de grains et bandes de glissements, **les micro-volumes**. Ils ont été mis en évidence par Villechaise et al. dans l'Udimet 720Li [Villechaise et al. 2012] et sont illustrés en figure 90. Ces micro-volumes se forment pour de **faibles niveaux de déformation** plastique macroscopique et sont caractérisés par une **rotation cristalline** de quelques degrés intervenant lorsqu'une bande de glissement formée dans un système de glissement à haut facteur de Schmid ne peut se propager au grain voisin, dont le système de glissement de facteur de Schmid maximal est trop faible pour son activation. L'impossibilité de transmission de la plasticité au joint de grains conduit à une **localisation et à un confinement de l'activité plastique** et de la contrainte dans les micro-volumes. La contrainte localisée à la base des micro-volumes est difficile à évaluer mais peut-être très élevée, de l'ordre de la limite d'élasticité. La figure 90 montre un exemple pour lequel la plasticité a été déclenchée au sein du micro-volume. Compte-tenu de ce très fort niveau de contrainte, les micro-volumes sont considérés comme **néfaste en fatigue** car pouvant potentiellement être à l'origine de l'amorçage de fissures.

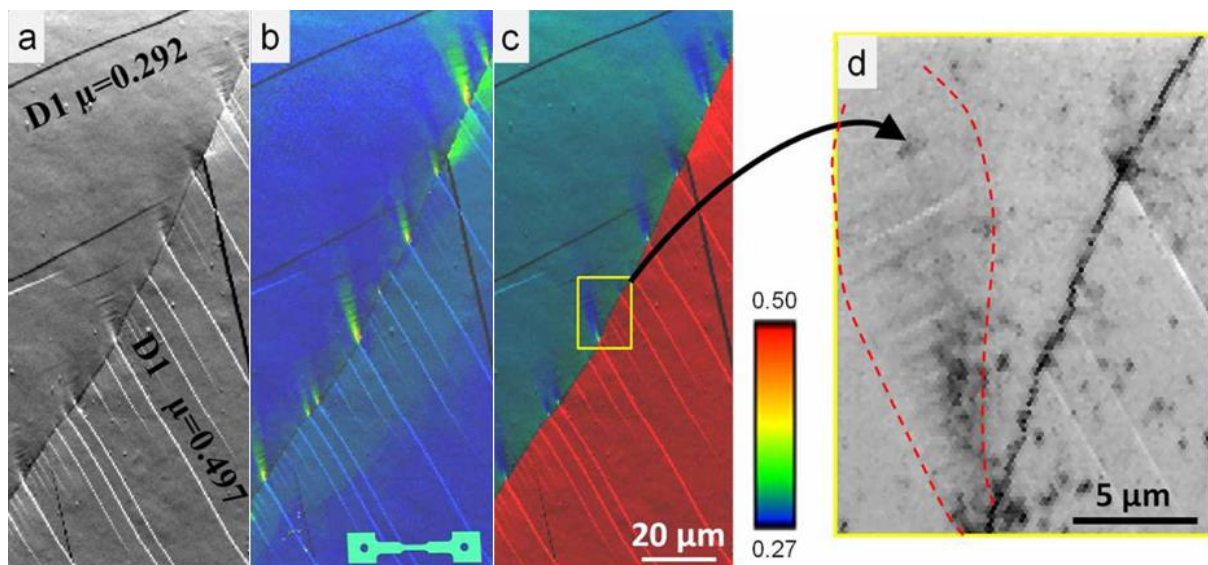


Figure 90 : étude par EBSD des interactions entre des bandes de glissement et un joint de grains : image BSE + identification des systèmes de glissements et de leur facteur de Schmid (a), identification des micro-volumes par mesure de la désorientation relative par rapport au grain de référence (GROD) (b), représentation de la valeur locale du facteur de Schmid (c), fort grandissement sur une zone d'intérêt (d) [Villechaise et al. 2012]

La formation des micro-volumes dans l'Udimet 720Li a par la suite été étudiée plus en détail dans le cadre de la thèse de Baptiste Larrouy, à la fois en fatigue oligocyclique et en traction [Larrouy 2014]. Premièrement, il a été montré dans ces travaux que la formation des micro-volumes n'est pas seulement liée à un contraste de facteur de Schmid maximaux entre grains voisins, mais aux angles de twist, définis en figure 91, entre les différents systèmes de glissement de part et d'autres de joints de grains ou de macles. Ainsi, les paires de systèmes de glissements présentant des **angles de twist supérieurs à 55 °** sont favorables à la formation de micro-volumes lorsque l'activité plastique d'un de ces plans atteint un joint.

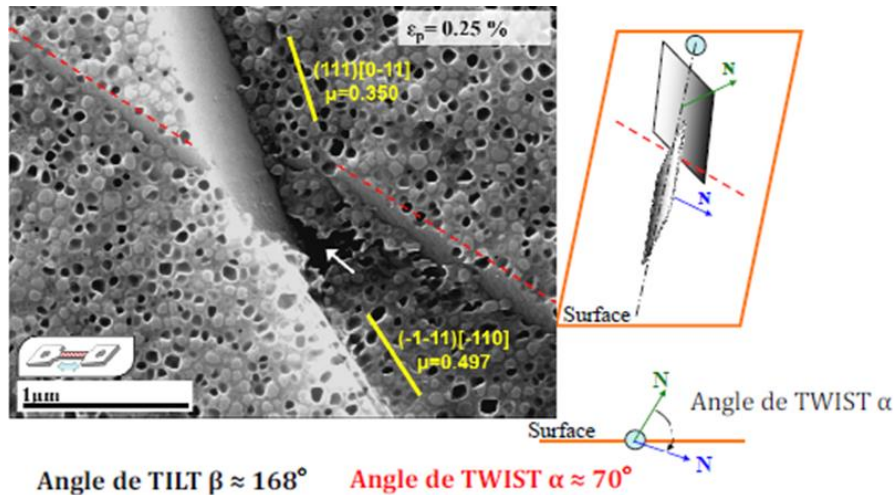


Figure 91 : systèmes de glissements associés à la formation d'un micro-volume [Larrouy 2014]

Il a également été montré que **deux configurations différentes de micro-volumes** existent. La première, lorsque la transmission de la bande de glissement associé au micro-volume dans le grain voisin est possible, mène à la formation d'une bande de glissement particulièrement marquée et confinée dans le micro-volume. L'intensité de cette bande diminue avec l'intensité du micro-volume en s'éloignant du joint de grains. Cette configuration pourrait être particulièrement **favorable à l'amorçage de fissure**, la forte activité plastique conduisant à un fort relief au joint de grains, comme le montre la figure 92.

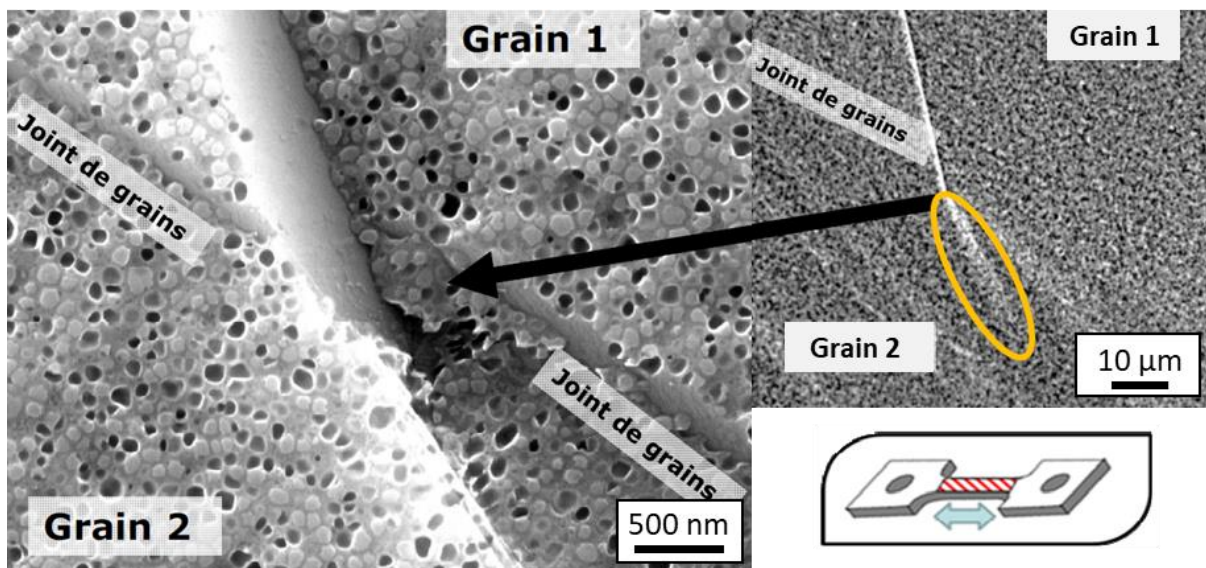


Figure 92 : micro-déchirure à la base d'un micro-volume [Larrouy 2014]

La seconde configuration ne permet pas de transmission directe d'une bande de glissement du grain parent dans le micro-volume, le niveau de contrainte et la rotation cristalline dans le micro-volume augmente donc fortement jusqu'à l'activation d'un système de glissement secondaire. De nombreuses bandes de glissement peu intenses sont donc formées dans le micro-volume ne créant que très peu de relief au joint de grains. Cette configuration est donc **moins néfaste d'un point de vue amorce de fissure**. Une configuration mixte a également été observée et est illustrée en figure 93 c, aux côtés des deux premières configurations.

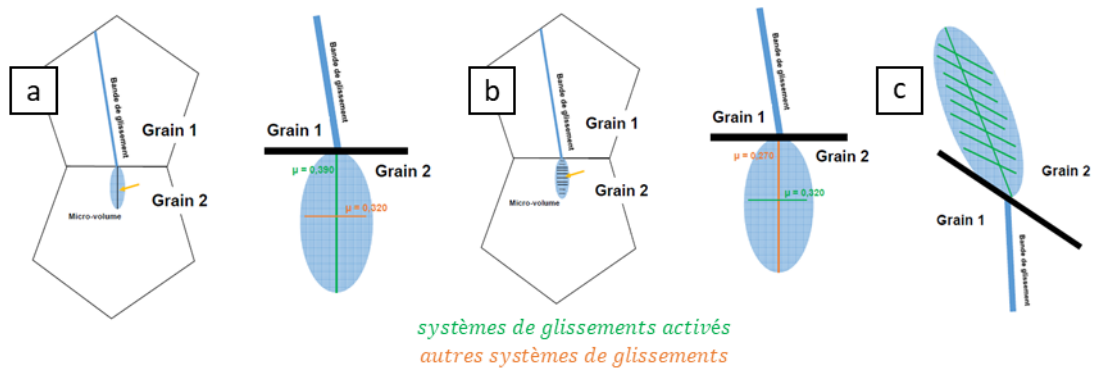


Figure 93 : Schémas des deux configurations possibles de micro-volumes (a) et (b) et de la configuration mixte (c). Adapté de [Larrouy 2014]

Dans le cas de déformations plastiques plus élevées, de nombreuses bandes de glissement sur un même système sont activées et peuvent conduire à la formation de plusieurs micro-volumes de même nature, c'est le cas pour le joint de grains de la figure 90. Lorsque la déformation plastique augmente, **les micro-volumes se rejoignent et coalescent**, il y a alors une redistribution de la densité de dislocations dans cette zone et homogénéisation de la rotation cristalline, créant des zones de quelques dizaines de micromètres d'épaisseurs aux abords des joints de grains où une activité plastique forte et homogène d'un système de glissement secondaire est concentrée. Ce mécanisme, illustré dans la figure 94, pourrait être particulièrement néfaste et mener à la **décohésion de ces joints de grains** [Zhang and Wang 2000].

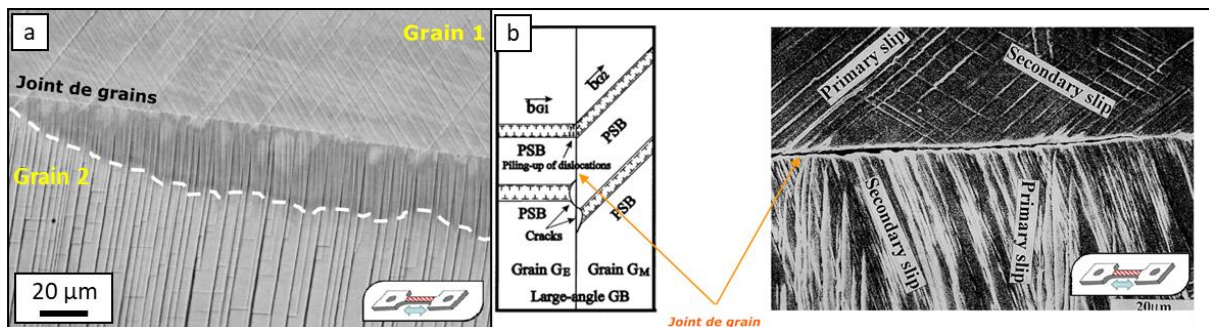


Figure 94 : Activation localisée dans un liseré de micro-volumes coalescés d'un système de glissement secondaire [Larrouy 2014] (a), et amorce d'une fissure intergranulaire dans un bi-cristal de cuivre [Zhang and Wang 2000] (b)

L'effet de la température sur la formation des micro-volumes a également été évaluée, de la température ambiante jusqu'à 750 °C. Deux régimes distincts ont été mis en évidence, comme le montre la figure 95. De 25 °C à 500 °C le nombre et la densité de micro-volumes augmentent, alors que de 500 °C à 750 °C, ces deux paramètres chutent, pour ne quasiment plus former de micro-volumes à 750 °C. Sur cette dernière plage de température, **le glissement dévié devient de plus en plus prépondérant** par rapport au glissement planaire des dislocations, permettant aux dislocations de « s'échapper » de leur plan de glissement et de minimiser la contrainte suivant ces systèmes de glissement à la base des micro-volumes, et ainsi de limiter leur formation [Lee et al. 1990], [Dillamore and Roberts 1964]. Ce phénomène a été observé sur un des micro-volumes formé lors d'un essai à 650 °C et est illustré en figure 96. Le glissement des joints de grains commence également à intervenir à

partir de 650 °C, ce qui pourrait également modifier les états de contraintes locaux aux abords des joints et limiter la formation des micro-volumes [Dahal et al. 2013].

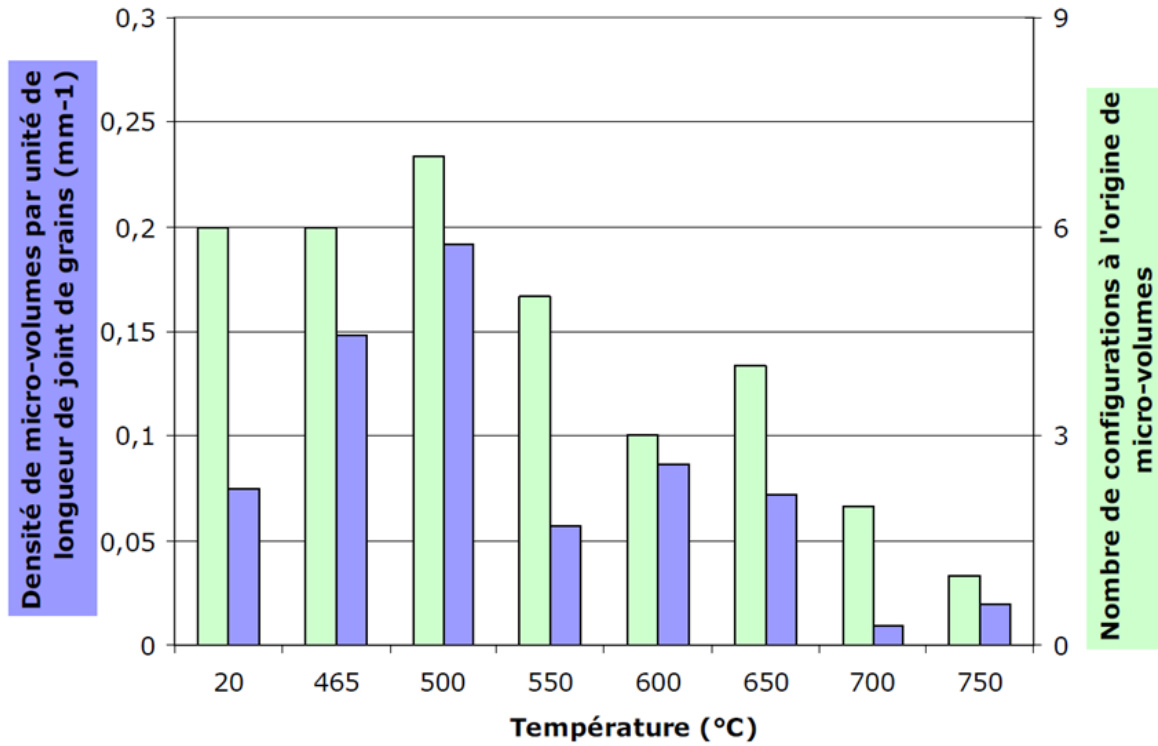


Figure 95 : Densité de micro-volumes et nombre de configurations à l'origine de micro-volumes en traction à 20 °C et après 0,15 % de déformation plastique en fonction de la température [Larrouy 2014]

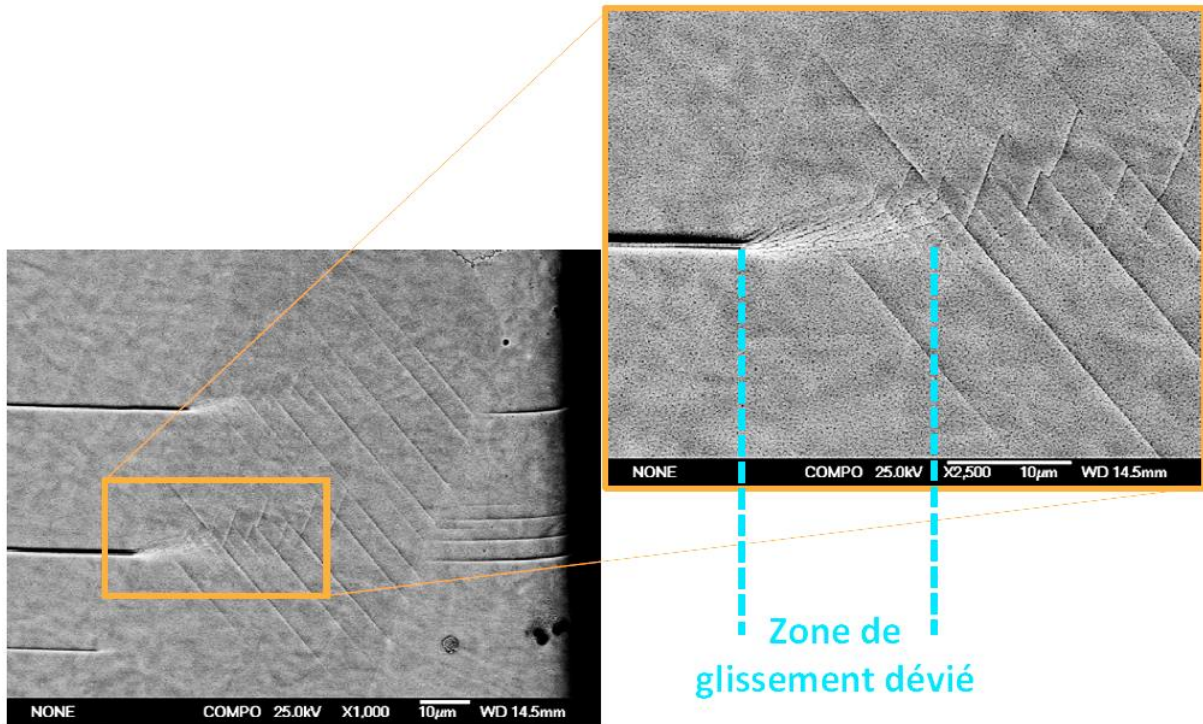


Figure 96 : développement de glissement dévié à 650 °C après 0,15 % de déformation plastique en traction dans un micro-volume [Larrouy 2014]

Enfin, dans ces travaux, l'influence de l'état de précipitation aux abords des joints de grains sur la formation des micro-volumes a été étudiée en faisant varier cet état de précipitation dans l'Udimet 720Li, mais également en étudiant le comportement d'autres alliages : le Ha230, l'Inconel 718 (durci par précipitation et en solution solide), le 316L et l'AD730™. Premièrement, le 316L et l'Inconel 718 durci uniquement par solution solide ne présentent pas de micro-volumes, et ceux présents dans le Ha230, durci uniquement par quelques carbures intragranulaires, sont très peu marqués. En revanche, l'Inconel 718 durci par précipitation γ'' présente des micro-volumes très marqués. Finalement, il a été montré que l'AD730™, alliage très proche de l'Udimet 720Li, est celui qui présente le plus grand nombre de micro-volumes pour une même déformation plastique. Des micro-volumes dans cet alliage sont présentés en figure 97.

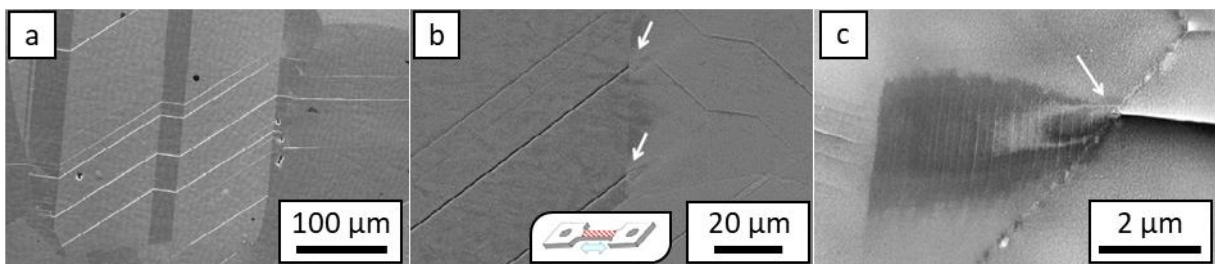


Figure 97 : développement de micro-volumes dans l'AD730™ à grains grossiers post mise en solution en traction monotone à 20 °C après 0,15 % de déformation plastique [Larrouy 2014]

Il a donc été conclu que la formation de micro-volumes est étroitement liée au **confinement des processus de plasticité par la précipitation**, et que plus la **précipitation est fine et dense**, plus la formation de micro-volumes est favorisée. C'est le cas notamment de la précipitation secondaire γ''_{II} après mise en solution et refroidissement très rapide dans l'Udimet 720Li et l'AD730™. Il est donc possible que ce phénomène se produise dans de nombreux alliages, mais n'ai pas été identifié, les études traitant des interactions entre bandes de glissements et joints de grains portant généralement sur des niveaux de déformation plastique plus forts ne permettant pas de détecter ces micro-volumes. C'est le cas par exemple des études de Britton, Wilkinson et Guo sur des alliages de titane où des mécanismes analogues ont été observés [Britton and Wilkinson 2012], [Guo et al. 2014].

Une solution envisagée par Baptiste Larrouy pour éviter la formation de micro-volumes, potentiellement responsables d'amorces de fissures en fatigue dans les alliages durcis par précipitation, serait la réalisation de refroidissements lents après mise en solution afin de faire croître la précipitation secondaire et **créer des zones appauvries en précipitation aux abords des joints de grains, les PFZ**.

Références des Annexes

- BAIN, K.R., GAMBONE, M.L., HYZAK, J.M., AND THOMAS, C. 1988. Development of damage tolerant microstructures in Udimet720. *Superalloys 1988*.
- BILLOT, T. 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. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://theses.hal.science/tel-00545922>.
- BLAVETTE, D., VURPILLOT, F., AND DECONIHOUT, B. 2013. Sonde atomique tomographique SAT. *Techniques d'analyse*.
- BRADLEY, A.J. AND TAYLOR, A. 1937. The crystal structures of Ni₂Al₃ and NiAl₃. *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science* 23, 158, 1049–1067.
- BRADLEY, A.J., TAYLOR, A., AND BRAGG, W.L. 1937. An X-ray analysis of the nickel-aluminium system. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A - Mathematical and Physical Sciences* 159, 896, 56–72.
- BRIDIER, F., BOCHER, P., CORMIER, J., AND VILLECHAISE, P. 2018. Method for Heat Treating by Induction an Alloy Component for Generating Microstructure Gradients and an Alloy Component Heat Treated According to the Method. Brevet n° US11136634B2. https://worldwide.espacenet.com/publicationDetails/biblio?FT=D&date=20181227&DB=&locale=fr_EP&CC=US&NR=2018371564A1&KC=A1&ND=4.
- BRITTON, T.B. AND WILKINSON, A.J. 2012. Stress fields and geometrically necessary dislocation density distributions near the head of a blocked slip band. *Acta Materialia* 60, 16, 5773–5782.
- CAMECA. <https://www.atomprobe.com/keyaptlinks/getyourperiodictable>. .
- CHEN, X., YAO, Z., DONG, J., SHEN, H., AND WANG, Y. 2018. The effect of stress on primary MC carbides degeneration of Waspaloy during long term thermal exposure. *Journal of Alloys and Compounds* 735, 928–937.
- CHEVENARD, P. 1931. Procédé de traitement thermique des alliages à haute teneur en nickel et en chrome. Brevet n° FR698724. https://worldwide.espacenet.com/publicationDetails/biblio?FT=D&date=19310203&DB=EPODOC&locale=fr_EP&CC=FR&NR=698724A&KC=A&ND=6.
- DAHAL, J., MACIEJEWSKI, K., AND GHONEM, H. 2013. Loading frequency and microstructure interactions in intergranular fatigue crack growth in a disk Ni-based superalloy. *International Journal of Fatigue* 57, 93–102.

- DANFLOU, H.L., MARTY, M., AND WALDER, A. 1992. Formation of Serrated Grain Boundaries and Their Effect on the Mechanical Properties in a P/M Nickel Base Superalloy. *Superalloys 1992 (Seventh International Symposium)*, 63–72.
- DESPRÉS, A., ANTONOV, S., MAYER, C., ET AL. 2021. On the role of boron, carbon and zirconium on hot cracking and creep resistance of an additively manufactured polycrystalline superalloy. *Materialia* 19, 101193.
- DILLAMORE, I.L. AND ROBERTS, W.T. 1964. Rolling textures in f.c.c. and b.c.c. metals. *Acta Metallurgica* 12, 3, 281–293.
- FANG, Q., LI, L., LI, J., ET AL. 2019. A statistical theory of probability-dependent precipitation strengthening in metals and alloys. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 122, 177–189.
- FEDOROVA, T., RÖSLER, J., GEHRMANN, B., AND KLÖWER, J. 2010. Influence of B and Zr on Microstructure and Mechanical Properties of Alloy 718. *Superalloy 718 and Derivatives*, 836–846.
- GALINDO-NAVA, E.I., CONNOR, L.D., AND RAE, C.M.F. 2015. On the prediction of the yield stress of unimodal and multimodal γ' Nickel-base superalloys. *Acta Materialia* 98, 377–390.
- GAYDA, J. AND MINER, R.V. 1983. Fatigue crack initiation and propagation in several nickel-base superalloys at 650°C. *International Journal of Fatigue* 5, 3, 135–143.
- GOVAERE, A. 2020. Impact des carbures sur la variabilité des propriétés en fatigue de superalliages pour disques. Thèse de doctorat. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-03232119>.
- GUILLAUME, M. 1922. Propulseur par réaction sur l'air. Brevet n° FR534801 https://worldwide.espacenet.com/publicationDetails/biblio?FT=D&date=19220403&DB=&locale=fr_EP&CC=FR&NR=534801A&KC=A&ND=4.
- GUO, Y., BRITTON, T.B., AND WILKINSON, A.J. 2014. Slip band–grain boundary interactions in commercial-purity titanium. *Acta Materialia* 76, 1–12.
- HALL, E.O. 1970. *Yield Point Phenomena in Metals and Alloys*. Plenum Press, New-York.
- HÜTHER, W. AND REPPICH, B. 1978. Interaction of Dislocations With Coherent, Stress-Free, Ordered Particles. *International Journal of Materials Research* 69, 10, 628–634.
- JACKMAN, L.A., CANADA, H.B., AND SCZERZENIE, F.E. 1980. Quantitative Carbon Partitioning Diagrams for Waspaloy and Their Application to Chemistry Modifications and Processing. *Superalloys 1980 (Fourth International Symposium)*, TMS, 365–374.
- KONTIS, P., ALABORT, E., BARBA, D., COLLINS, D.M., WILKINSON, A.J., AND REED, R.C. 2017. On the role of boron on improving ductility in a new polycrystalline superalloy. *Acta Materialia* 124, 489–500.

- LARROUY, B. 2014. Mécanismes de déformation et d'amorçage de fissures dans l'alliage Udimet™ 720Li en relation avec les paramètres microstructuraux. Thèse de doctorat. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://theses.hal.science/tel-01129092>.
- LAURENCE, A. 2016. Impact du sur-vieillessement métallurgique sur le comportement et la durabilité du nouveau superalliage pour disque de turbine René 65. Thèse de doctorat. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://theses.hal.science/tel-01371652>.
- LEE, T.C., ROBERTSON, I.M., AND BIRNBAUM, H.K. 1990. An In Situ transmission electron microscope deformation study of the slip transfer mechanisms in metals. *Metallurgical Transactions A* 21, 9, 2437–2447.
- LIU, C.T., CAHN, R.W., AND SAUTHOFF, G. 2012. *Ordered Intermetallics: Physical Metallurgy and Mechanical Behaviour*. Springer Science & Business Media.
- MACHADO ALVES DA FONSECA, F. 2024. Comportement viscoplastique et durabilité d'un superalliage base-Nickel γ/γ' à gradient de microstructure. Thèse de doctorat en cours. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers.
- MALDONADO, R. AND NEMBACH, E. 1997. The formation of precipitate free zones and the growth of grain boundary carbides in the nickel-base superalloy NIMONIC PE16. *Acta Materialia* 45, 1, 213–224.
- MANGEN, W. AND NEMBACH, E. 1989. The effect of grain size on the yield strength of the γ' -hardened superalloy NIMONIC PE16. *Acta Metallurgica* 37, 5, 1451–1463.
- MASOUMI, F., JAHAZI, M., SHAHRIARI, D., AND CORMIER, J. 2016. Coarsening and dissolution of γ' precipitates during solution treatment of AD730™ Ni-based superalloy: Mechanisms and kinetics models. *Journal of Alloys and Compounds* 658, 981–995.
- MERICA, P.D. 1926. Nickel Alloy and Method of Making the Same. Brevet n° US1572744. https://worldwide.espacenet.com/publicationDetails/biblio?II=0&ND=3&adjacent=true&locale=fr_EP&FT=D&date=19260209&CC=US&NR=1572744A&KC=A#
- MROZOWSKI, N. 2021. Mécanismes de propagation de fissure dans un superalliage base nickel polycristallin en régime d'interaction fatigue-fluage-oxydation-vieillessement métallurgique. Thèse de doctorat. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://theses.hal.science/tel-03092324>.
- NÉMETH, A.A.N., CRUDDEN, D.J., ARMSTRONG, D.E.J., ET AL. 2017. Environmentally-assisted grain boundary attack as a mechanism of embrittlement in a nickel-based superalloy. *Acta Materialia* 126, 361–371.
- NÉMETH, A.A.N., CRUDDEN, D.J., COLLINS, D.M., ARMSTRONG, D.E.J., AND REED, R.C. 2016. Novel Techniques to Assess Environmentally-Assisted Cracking in a Nickel-Based Superalloy. *Superalloys 2016*, 801–810.
- OHAIN, H.J.P.V.D. 1952. Strahltriebwerk, insbesondere fuer Luftfahrzeuge. Brevet n° DE767258(C).

https://worldwide.espacenet.com/publicationDetails/biblio?FT=D&date=19520523&DB=&locale=fr_EP&CC=DE&NR=767258C&KC=C&ND=4.

- PANELLA, M. 2021. Prédiction des propriétés mécaniques de superalliages base nickel en relation avec leur microstructure granulaire de précipitation. Thèse de doctorat. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://theses.hal.science/tel-03477822>.
- PANG, H.T. AND REED, P.A.S. 2007. Microstructure effects on high temperature fatigue crack initiation and short crack growth in turbine disc nickel-base superalloy Udimet 720Li. *Materials Science and Engineering: A* 448, 1, 67–79.
- PRIESTER, L. 2011. *Joints de grains et plasticité cristalline*. Lavoisier.
- PROUTEAU, J. 2024. Amorçage de fissures de fatigue pour une microstructure de grains bimodale dans l'AD730TM. Thèse de doctorat en cours. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers.
- PROUTEAU, J., VILLECHAISE, P., SIGNOR, L., AND CORMIER, J. 2023. Early Stages of Fatigue Crack Initiation in Relation With Twin Boundaries in Polycrystalline Ni-Based Superalloy AD730TM. *Metallurgical and Materials Transactions A* 54, 5, 1998–2010.
- RAUJOL, S. 2004. Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disques d'une turbine. Thèse de doctorat. CEMES. INSA Toulouse. Toulouse. <https://www.theses.fr/2004ISAT0015>.
- RAYNOR, D. AND SILCOCK, J.M. 1970. Strengthening Mechanisms in γ' Precipitating Alloys. *Metal Science Journal* 4, 1, 121–130.
- REED, R.C. 2006. *The Superalloys Fundamentals*. Cambridge University Press.
- REPPICH, B. 1982. Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in γ' precipitating Ni-base alloys—I. Theoretical concept. *Acta Metallurgica* 30, 1, 87–94.
- REPPICH, B., SCHEPP, P., AND WEHNER, G. 1982. Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in γ' precipitating nickel-base alloys—II. Experiments. *Acta Metallurgica* 30, 1, 95–104.
- REZENDE, M.C., ARAÚJO, L.S., GABRIEL, S.B., DILLE, J., AND DE ALMEIDA, L.H. 2015. Oxidation assisted intergranular cracking under loading at dynamic strain aging temperatures in Inconel 718 superalloy. *Journal of Alloys and Compounds* 643, S256–S259.
- SALY, E. 2024. Durabilité d'assemblages dissimilaires en superalliages métallurgie des poudres : vers des propriétés accrues des disques de turbine aéronautique. Thèse de doctorat en cours. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers.
- SAZERAT, M., NAIT-ALI, A., CERVELLON, A., ET AL. 2023. High temperature microstructure stability of Waspaloy produced by Wire Arc Additive Manufacturing. *Journal of Alloys and Compounds* 966, 1716-26.

- SIMS, C.T. 1984. A History of Superalloy Metallurgy for Superalloy Metallurgists. *Superalloys 1984 (Fifth International Symposium)*, TMS, 399–419.
- SUMMERS, W.D., ALABORT, E., KONTIS, P., HOFMANN, F., AND REED, R.C. 2016. In-situ high-temperature tensile testing of a polycrystalline nickel-based superalloy. *Materials at High Temperatures* 33, 4–5, 338–345.
- TABAODA MICHEL, H., BRIDIER, F., CORMIER, J., ET AL. 2016. Mechanical Properties of Cast & Wrought Hybrid Disks. *Proceedings of the 13th International Symposium on Superalloys*, The Minerals, Metals & Materials Society, 539–548.
- THEBAUD, L. 2017. Etude des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau superalliage base nickel AD730™. Thèse de doctorat. Institut Pprime. ISAE-ENSMA. Poitiers. <https://theses.hal.science/tel-01735104>.
- THEBAUD, L., VILLECHAISE, P., CROZET, C., ET AL. 2018. Is there an optimal grain size for creep resistance in Ni-based disk superalloys? *Materials Science and Engineering: A* 716, 274–283.
- VELLUZ, L. 1961. Notice sur les travaux de Pierre Chevenard. *Division des Applications de la Science et de l'Industrie*. Académie Des Sciences. 482-508. https://www.academie-sciences.fr/pdf/eloges/chevenard_notice.pdf
- VENKITESWARAN, P.K. AND TAPLIN, D.M.R. 1974. The Creep Fracture of Inconel X-750 at 700° C. *Metal Science* 8, 1, 97–106.
- VILLECHAISE, P., CORMIER, J., BILLOT, T., AND MENDEZ, J. 2012. Mechanical Behavior and Damage Processes of Udimet 720Li: Influence of Localized Plasticity at Grain Boundaries. *Superalloys 2012*, 13–24.
- WESSMAN, A.E. 2016. Physical Metallurgy of Rene 65, a Next-Generation Cast and Wrought Nickel Superalloy for use in Aero Engine Components. https://etd.ohiolink.edu/apexprod/rws_olink/r/1501/10?clear=10&p10_accession_number=ucin1467126769.
- WHITTLE, F. 1931. Improvements relating to the propulsion of aircraft and other vehicles. Brevet n° GB347206 https://worldwide.espacenet.com/publicationDetails/biblio?FT=D&date=19310416&DB=&locale=fr_EP&CC=GB&NR=347206A&KC=A&ND=4.
- ZHANG, Z.F. AND WANG, Z.G. 2000. Comparison of fatigue cracking possibility along large- and low-angle grain boundaries. *Materials Science and Engineering: A* 284, 1, 285–291.
- ZHOU, P.J., YU, J.J., SUN, X.F., GUAN, H.R., AND HU, Z.Q. 2008. The role of boron on a conventional nickel-based superalloy. *Materials Science and Engineering: A* 491, 1, 159–163.

Table des Illustrations

Figures

Figure 1 : mesure de l'aire d'une PFZ (gauche) et de la longueur de joint de grains (droite) sur un échantillon d'AD730 TM mis en solution supersolvus et revenu 25 h à 1080 °C	200
Figure 2 : cliché de la précipitation à cœur de grain dans un échantillon d'AD730 TM mis en solution supersolvus et revenu 4 h à 1080 °C (à gauche) et l'image binaire finale associée permettant l'analyse de la précipitation (à droite).....	201
Figure 3 : cliché de la précipitation intergranulaire dans un échantillon d'AD730 TM mis en solution supersolvus et revenu 4 h à 1080 °C (à gauche) et les précipités sélectionnés sur l'image binaire finale associée permettant l'analyse de la précipitation (à droite)	202
Figure 4 : distribution des rayons équivalents des précipités γ' secondaires d'un échantillon d'AD730 TM mis en solution supersolvus et revenu 4 h à 1080 °C.....	202
Figure 5 : spectre EDS-X obtenu sur un échantillon d'AD730 TM mis en solution supersolvus et revenu pendant 4 h à 1080 °C à grandissement x100.....	203
Figure 6 : image SEI d'un échantillon d'AD730 TM mis en solution supersolvus et revenu 4 h à 1080 °C (à gauche) et cartographie de la concentration en titane (à droite).....	204
Figure 7 : cartographie d'orientation cristalline d'un échantillon d'AD730 TM après mise en solution supersolvus et revenu 4 h à 1080 °C	205
Figure 8 : plans avec cotations en mm des éprouvettes M12 (à gauche) et M6 (à droite).....	205
Figure 9 : partie élastique de courbes de tractions conventionnelles d'une éprouvette d'AD730 TM HC mise en solution supersolvus et revenue 4 h à 1080 °C.....	207
Figure 10 : courbes de tractions conventionnelles d'une éprouvette d'AD730 TM HC mise en solution supersolvus et revenue 4 h à 1080 °C.....	207
Figure 11 : plan d'une micro-éprouvette de traction, cotations en mm	209
Figure 12 : microstructure initiale de l'AD730 TM utilisé observé au MEB-FEG en SEI à grandissement a) x2000, b) x5000, c) et d) x25000.....	211
Figure 13 : AD730 TM post mise en solution supersolvus observé au MEB-FEG en SEI à grandissement a) x50, b) x5000, c) et d) x25000.....	212
Figure 14 : observations de la microstructure aux abords d'un joint de grains à grandissement x5000 des échantillons ayant subi a) 1080 °C/1 h et b) 1080 °C/3 h.....	213
Figure 15 : observations de la microstructure aux abords d'un joint de grains à grandissement x5000 des échantillons ayant subi a) 800 °C/2 h et b) 800 °C/4 h.....	213
Figure 16 : observations de la microstructure aux abords d'un joint de grains à grandissement x5000 des échantillons ayant subi a) 760 °C/8 h et b) 760 °C/16 h.....	214
Figure 17 : évolution de la largeur de PFZ w lors des quatre traitements thermiques composant la gamme standard gros grains de l'AD730 TM	214
Figure 18 : évolution du carré de la largeur de PFZ en fonction du temps de traitement thermique à 1080 °C .	215
Figure 19 : évolution du carré de la largeur de PFZ en fonction du temps de traitement thermique à 800 °C ...	216
Figure 20 : évolution du carré de la largeur de PFZ en fonction du temps de traitement thermique à 760 °C ...	216
Figure 21 : microstructures aux abords des joints de grains au MEB-FEG en SEI après 1040 °C a) 4 h et b) 25 h, 1060 °C c) 4 h et d) 25 h, et 1080 °C e) 4 h et f) 25 h.....	217
Figure 22 : évolution de la largeur de PFZ en fonction du temps de traitement thermique à 1040 °C, 1060 °C et 1080 °C.....	218
Figure 23 : évolution du carré de la largeur de PFZ en fonction du temps de traitement thermique à 1040 °C, 1060 °C et 1080 °C.....	219
Figure 24 : représentation de la loi d'Arrhenius représentative de la croissance des PFZ en $\ln(K)=f(1/T)$	220
Figure 25 : évolution du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intragranulaires en fonction du temps de traitement thermique à 1080 °C.....	221
Figure 26 : évolution du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intragranulaires en fonction du temps de traitement thermique à 1040, 1060 et 1080 °C.....	221

Figure 27 : évolution du cube des rayons équivalents moyens des précipités secondaires intragranulaires pendant des traitements thermiques à 1040, 1060, et 1080 °C	222
Figure 28 : représentation de la loi d'Arrhenius descriptive du mûrissement d'Ostwald des précipités secondaires intragranulaires en $\ln(K)=f(1/T)$	223
Figure 29 : évolution de la fraction surfacique de précipités secondaires intragranulaires en fonction du temps de traitements thermique à 1040, 1060, et 1080 °C.....	223
Figure 30 : évolution du cube du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intergranulaires en fonction du temps de traitement thermique.....	224
Figure 31 : représentation de la loi d'Arrhenius descriptive de la croissance des précipités secondaires intergranulaires en $\ln(K)=f(1/T)$	225
Figure 32 : évolution du nombre de précipités aux joints de grains en fonction du temps de traitement thermique à 1040, 1060 et 1080 °C	225
Figure 33 : évolution de la densité de précipités aux joints de grains lors de traitements thermiques à 1040, 1060 et 1080 °C.....	226
Figure 34 : microstructures aux abords des joints de grains au MEB-FEG en SEI après 1040 °C a) 4 h et b) 25 h, 1060 °C c) 4 h et d) 25 h, et 1080 °C e) 4 h et f) 25 h.....	229
Figure 35 : évolution du carré de la largeur de PFZ en fonction du temps de traitement thermique à 1040, 1060 et 1080 °C.....	230
Figure 36 : représentation de la loi d'Arrhenius représentative de la croissance des PFZ en $\ln(K)=f(1/T)$	230
Figure 37 : évolution du cube du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intragranulaires en fonction du temps de traitement thermique.	231
Figure 38 : représentation de la loi d'Arrhenius représentative du mûrissement d'Ostwald des précipités γ' II	232
Figure 39 : évolution de la fraction surfacique de précipités secondaires intragranulaires en fonction du temps de traitements thermique à 1040, 1060, et 1080 °C.....	232
Figure 40 : évolution du cube du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intergranulaires en fonction du temps de traitement thermique.....	233
Figure 41 : représentation de la loi d'Arrhenius représentative de la croissance des précipités intergranulaires	234
Figure 42 : évolution du nombre de précipités aux joints de grains en fonction du temps de traitement thermique à 1040, 1060 et 1080 °C.....	234
Figure 43 : évolution de la densité de précipités aux joints de grains en fonction du temps de traitement thermique à 1040, 1060 et 1080 °C	235
Figure 44 : microstructures aux abords des joints de grains au MEB-FEG en SEI après 1080 °C a) 1 h et b) 16 h, 1100 °C c) 1 h et d) 16 h, et 1120 °C e) 1 h et f) 16 h.....	237
Figure 45 : évolution du carré de la largeur de PFZ en fonction du temps de traitement thermique à 1080, 1100 et 1120 °C.....	238
Figure 46 : représentation de la loi d'Arrhenius représentative de la croissance des PFZ en $\ln(K)=f(1/T)$	238
Figure 47 : évolution du cube du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intragranulaires en fonction du temps de traitement thermique.....	239
Figure 48 : représentation de la loi d'Arrhenius représentative de la croissance des précipités secondaires intergranulaires en $\ln(K)=f(1/T)$	240
Figure 49 : évolution de la fraction surfacique de précipités secondaires intragranulaires en fonction du temps de traitements thermique à 1080 °C, 1100 °C, et 1120 °C	240
Figure 50 : évolution du cube du rayon équivalent moyen des précipités secondaires intergranulaires en fonction du temps de traitement thermique.....	241
Figure 51 : mécanismes de saturation en précipités a) et de subdivision d'un précipité b) dans de l'Udimet 720Li gros grains après 25 h à 1120 °C.....	242
Figure 52 : représentation de la loi d'Arrhenius représentative de la croissance des précipités secondaires intragranulaires en $\ln(K)=f(1/T)$	242
Figure 53 : évolution du nombre de précipités aux joints de grains à 1080 °C, 1100 °C, et 1120 °C dans l'Udimet 720Li gros grains	243
Figure 54 : évolution de la densité de précipités aux joints de grains à 1080 °C, 1100 °C, et 1120 °C dans l'Udimet 720Li.....	243

Figure 55 : microstructures aux abords des joints de grains au MEB-FEG en SEI après 960 °C a) 4 h et b) 25 h, 980 °C c) 4 h et d) 25 h, et 1000 °C e) 4 h et f) 25 h.....	245
Figure 56 : évolution du carré de la largeur de PFZ en fonction du temps de traitement thermique à 960 °C, 980 °C et 1000 °C.....	246
Figure 57 : représentation de la loi d'Arrhenius représentative de la croissance des PFZ en $\ln(K)=f(1/T)$	246
Figure 58 : évolution du cube du cube du rayon moyen équivalent des précipités secondaires intragranulaires en fonction du temps de traitement thermique à 960 °C, 980 °C et 1000 °C.....	247
Figure 59 : représentation de la loi d'Arrhenius décrivant la croissance des précipités secondaires intragranulaires en $\ln(K)=f(1/T)$	248
Figure 60 : évolution de la fraction surfacique de précipités secondaires intragranulaires en fonction du temps de traitements thermique à 960, 980, et 1000 °C.....	248
Figure 61 : évolution du cube du cube du rayon moyen équivalent des précipités secondaires intergranulaires en fonction du temps de traitement thermique à 960 °C, 980 °C et 1000 °C.....	249
Figure 62 : représentation de la loi d'Arrhenius descriptive de la croissance des précipités secondaires intergranulaires en $\ln(K)=f(1/T)$	249
Figure 63 : évolution du nombres de précipités aux joints de grains lors des traitements thermiques	250
Figure 64 : évolution de la densité de précipités aux joints de grains lors des traitements thermiques.....	250
Figure 65 : joints de grains présentant des précipités intergranulaires et des carbures après 25 h à 960 °C.....	251
Figure 66 : a) principe de fonctionnement d'une SAT et b) schéma de principe d'une SAT à électrode locale LEAP [Blavette et al. 2013].....	252
Figure 67 : spectre de masse obtenu pour la pointe 5974 en AD730 TM HC.....	253
Figure 68 : spectre de masse partiel de la pointe 5974.....	254
Figure 69 : fichier Excel utilisé pour l'identification et la décorrélation des chevauchements de pics dans les spectres	255
Figure 70 : tableau périodique des éléments indiquant les différents isotopes existant à l'état naturel pour chaque élément et leurs abondances respectives ainsi que les états de charges possibles. Image issue du site Cameca [Cameca].....	256
Figure 71 : reconstruction des cinq pointes analysées en sonde atomique tomographique	257
Figure 72 : répartition des atomes de C, Cr et Ti dans la pointe 5978 sous différents angles de vue.....	260
Figure 73 : taux de C le long la pointe 5978 perpendiculairement au joint de grains.....	261
Figure 74 : évolution des taux de Ni, Al, Ti et Nb dans les précipités le long de la pointe 5978 perpendiculairement au joint de grains.....	261
Figure 75 : coupe partielle d'une modélisation 3D du LEAP (a) et schématisation d'un turboréacteur double corps - double flux (b). Adapté de [Parent, 2015].....	263
Figure 76 : disque de turbine équipant des moteurs d'hélicoptères en Udimet 720Li (a) (brochure AD730 TM , Aubert & Duval ; image P. Roussel, SHE) et de turbine terrestre utilisée pour la production d'électricité (b) (Gas Turbine Ressources).....	264
Figure 77 : cartographie EBSD (IPF codée selon y) mettant en évidence un gradient de taille de grains dans une ébauche de disque [Tabaoda Michel et al. 2016]	264
Figure 78 : représentation d'un plan de glissement et des trois systèmes de glissement associés dans la maille CFC en perspective cavalière (a) et perpendiculairement au plan dense (b). Adapté de [Larrouy 2014].....	267
Figure 79 : schématisation du calcul menant au facteur de Schmid. Adapté de [Larrouy 2014].....	268
Figure 80 : représentation du mécanisme de franchissement des précipités par contournement d'Orowan. Adapté de [Raujol 2004] et [Billot 2010]	269
Figure 81 : Cisaillement d'un précipité par une paire de dislocations parfaites de matrice. Adapté de [Raujol 2004] et [Billot 2010].....	269
Figure 82 : représentation du mécanisme de cisaillement par paire de dislocations faiblement couplées (a) et fortement couplées (b). Adapté de [Raujol 2004] et [Billot 2010].....	270
Figure 83 : évolution du rapport $CRSS/fv$ en fonction du rayon des précipités et mécanismes de franchissement associés. D'après [Hüther and Reppich 1978] et [Panella 2021].....	270
Figure 84 : mécanismes de franchissements possibles d'un précipité suivant l'éloignement du plan de glissement au centre du précipité [Fang et al. 2019]	271

Figure 85 : comparaison de résultats expérimentaux avec ceux obtenus avec des modèles classiques de cisaillement de précipités par couplage de dislocations pour un alliage NiAl (a), le Nimonic PE16 (b), et le Nimonic 105 ((c), et avec les résultats obtenus par le modèle de Galindo-Nava pour ces mêmes alliages (d), (e) et (f). D'après [Galindo-Nava et al. 2015].....	272
Figure 86 : Précipités cisailés par des dislocations faiblement couplées (a), à couplage intermédiaire (b), fortement couplées (c) et schématisation d'un précipité partiellement cisailé (d) dans le cadre du modèle de Galindo-Nava [Galindo-Nava et al. 2015]. Précipités de tailles différentes et appartenant à des populations différentes cisailés par une dislocation dans le cadre du modèle de Panella [Panella 2021].....	273
Figure 87 : Interactions mixtes entre deux précipités de tailles différentes franchis selon les mécanismes de cisaillement par paire de dislocations faiblement couplées et à couplage intermédiaire (a) et à couplage intermédiaire et fort (b) d'après [Panella 2021]	274
Figure 88 : Mécanisme d'amorçage de fissure intergranulaire en traction à 750 °C dans le superalliage STAL 15-CC [Summers et al. 2016]	277
Figure 89 : mécanisme d'amorçage de fissures en traction à 400 °C dans le superalliage STAL 15-CC [Summers et al. 2016]	277
Figure 90 : étude par EBSD des interactions entre des bandes de glissement et un joint de grains : image BSE + identification des systèmes de glissements et de leur facteur de Schmid (a), identification des micro-volumes par mesure de la désorientation relative par rapport au grain de référence (GROD) (b) , représentation de la valeur locale du facteur de Schmid (c), fort grandissement sur une zone d'intérêt (d) [Villechaise et al. 2012]	278
Figure 91 : systèmes de glissements associés à la formation d'un micro-volume [Larrouy 2014].....	279
Figure 92 : micro-déchirure à la base d'un micro-volume [Larrouy 2014]	279
Figure 93 : Schémas des deux configurations possibles de micro-volumes (a) et (b) et de la configuration mixte (c). Adapté de [Larrouy 2014]	280
Figure 94 : Activation localisée dans un liseré de micro-volumes coalescés d'un système de glissement secondaire [Larrouy 2014] (a), et amorce d'une fissure intergranulaire dans un bi-cristal de cuivre [Zhang and Wang 2000] (b).....	280
Figure 95 : Densité de micro-volumes et nombre de configurations à l'origine de micro-volumes en traction à 20 °C et après 0,15 % de déformation plastique en fonction de la température [Larrouy 2014].....	281
Figure 96 : développement de glissement dévié à 650 °C après 0,15 % de déformation plastique en traction dans un micro-volume [Larrouy 2014].....	281
Figure 97 : développement de micro-volumes dans l'AD730™ à grains grossiers post mise en solution en traction monotone à 20 °C après 0,15 % de déformation plastique [Larrouy 2014]	282

Tableaux

Tableau 1 : protocoles de préparation des échantillons	199
Tableau 2 : plan de polissage manuel des éprouvettes M6.	208
Tableau 3 : plan de polissage automatique des éprouvettes M12.	208
Tableau 4 : plan de polissage manuel des éprouvettes M12.	208
Tableau 5 : compositions chimiques de référence [Panella 2021] et mesurée de l'AD730™ utilisé	210
Tableau 6 : compositions chimiques de référence [Laurence 2016] et mesurée du René 65 utilisé	228
Tableau 7 : compositions chimiques de référence [Larrouy 2014] et mesurée de l'Udimet 720Li utilisé	236
Tableau 8 : compositions chimiques de référence et mesurée du Waspaloy utilisé	244
Tableau 9 : compositions globales des pointes analysées en SAT	258
Tableau 10 : compositions chimiques de la matrice dans les pointes analysées	258
Tableau 11 : compositions chimiques des précipités dans les pointes analysées en SAT	259
Tableau 12 : Synthèse des formulations des modèles de Galindo-Nava [Galindo-Nava et al. 2015] et Panella [Panella 2021]	275

Formation des zones appauvries en précipitation γ' secondaire aux abords des joints de grains et impact sur les propriétés mécaniques des superalliages base nickel γ/γ'

Les disques de turbines en superalliages base Nickel γ/γ' polycristallins équipant les turbomachines d'avions et d'hélicoptères modernes sont soumis à de très hautes températures (jusqu'à 750°C) et à des sollicitations mécaniques pouvant engendrer des endommagements par fluage ou en fatigue à faible nombre de cycles.

Les bonnes propriétés mécaniques de ces alliages à haute température sont obtenues grâce à la précipitation durcissante γ' cohérente avec la matrice γ .

Le contrôle de la morphologie, de la taille, et de la répartition des précipités γ' secondaires est donc un enjeu majeur dans les problématiques actuelles d'augmentation de la température de fonctionnement des turbomachines et de réduction de la consommation des moteurs.

La formation de zones appauvries en précipitation (PFZ) a déjà été observée dans plusieurs superalliages pour disques de turbine, tels que le René 65, l'Udimet 720Li, et l'AD730™ [1–3]. De plus ces zones ont été étudiées plus en détails par le passé dans le Nimonic PE16 [4, 5], un superalliage à faible fraction de précipitation γ/γ' . Il a été montré dans ce dernier cas que ces zones non durcies par précipitation sont néfastes pour les propriétés en traction de ce superalliage. Elles pourraient donc l'être également dans les superalliages modernes pour disques de turbine.

Afin de pouvoir introduire de manière contrôlée des PFZ dans des éprouvettes, la première partie de cette thèse est dédiée à l'identification et à la modélisation des mécanismes de formation de ces zones dans cinq superalliages γ/γ' : L'AD730™, une version enrichie en carbone de cet alliage, l'AD730™ HC, le René 65, l'Udimet 720Li, et le Waspaloy.

Dans un premier temps, l'étude s'est portée sur la gamme de traitements thermiques dits « standards » de l'AD730™. Il a ainsi été montré que les PFZ se forment par épuisement en solutés lors de traitements thermiques proche du solvus de la phase γ' . La formation et la croissance de précipités γ' aux joints de grains a été identifiée comme la source principale de cet épuisement en solutés.

La croissance des PFZ dans les cinq alliages de l'étude a ensuite été étudiée lors de traitements thermiques de différentes durées et à différentes températures proches du solvus de la phase γ' . Sur la base de ces résultats, un modèle phénoménologique liant les paramètres de traitement thermique à la largeur de PFZ mesurée a été mis au point. Ce modèle, basé sur des lois de croissance parabolique de la largeur de PFZ et sur des lois d'Arrhenius, a permis de mettre en évidence de très fortes énergies d'activations apparentes. Plusieurs mécanismes diffusifs, simultanés ou en compétition, pourraient être à l'origine de ces valeurs particulièrement hautes. La comparaison entre les comportements des différents alliages étudiés semble indiquer une influence de la diffusion du Nb et du Ti sur le mécanisme de formation des PFZ.

Afin d'approfondir ce point, des analyses de chimie locale ont été réalisées par EDS-X sous Microscope Electronique à Transmission (MET) sur un échantillon d'AD730™ HC. Elles ont permis de mettre en évidence des différences de compositions chimiques entre les précipités γ' à cœur de grains et aux joints de grains. Des mesures réalisées dans la matrice γ , au sein d'une PFZ et à son voisinage, ont révélées des gradients en Nb et en Ti, et un modèle descriptif de la croissance des PFZ basée sur la diffusion du Nb a été défini. Les analyses sous MET ayant également montrées des signes de ségrégation en Ti et Nb aux joints de grains, des analyses en Sonde Atomique Tomographique (SAT) ont également été menées afin d'évaluer l'éventuelle participation de la diffusion dans les joints de grains à la croissance des PFZ. Elles n'ont pas permis de statuer définitivement sur ce point.

A l'aide du modèle phénoménologique de croissance des PFZ établi, des éprouvettes contenant des PFZ de différentes largeurs ont été fabriquées, et des essais de traction, à température ambiante et à 700°C, ont été effectués. Ainsi, la seconde partie de cette thèse est consacrée à l'étude de l'influence des PFZ sur les propriétés macroscopiques en traction de l'AD730™ HC, mais également

aux différents mécanismes de déformations et d'endommagements pouvant être affectés par la présence de PFZ.

Les essais à température ambiante n'ont pas montré d'influence de la largeur de PFZ sur les propriétés macroscopiques en traction. Les résultats expérimentaux ont été comparés aux résultats obtenus en utilisant le modèle de Panella [6], un modèle permettant de calculer la limite d'élasticité à partir de paramètres microstructuraux tels que la taille de grains et la fraction volumique, la taille et la distribution des précipités γ' . Cette comparaison a montré que les valeurs de limite d'élasticité expérimentales en présence de PFZ sont plus faibles que celles obtenues par le calcul pour des microstructures équivalentes sans PFZ. Ce résultat a été analysé plus en détails par des essais in-situ sous MEB ayant permis de mettre en évidence une activation précoce de la plasticité dans les PFZ, caractérisée par la présence de micro-volumes et de zones à glissement multiple dans les PFZ.

A 700 °C, l'influence de la largeur de PFZ sur propriétés en traction est plus marquée. Tout d'abord la déformation à contrainte maximale, et dans une moindre mesure l'allongement à rupture, semblent décroître linéairement lorsque la largeur de PFZ augmente. Ce comportement traduit probablement un début d'endommagement de plus en plus précoce lorsque la largeur de PFZ augmente. Ces microstructures présentent également une forte tolérance au dommage caractérisée par une très forte chute de contrainte avant rupture. Cette caractéristique est cependant perdue pour des PFZ très larges. Les analyses de coupes longitudinales semblent indiquer que cette chute est due au développement de fissures secondaires non fatales. Ces analyses ont également montré que lorsque des revenus sont appliqués à ces microstructures, les borures et carbures secondaires formés aux joints de grains bloquent la propagation de ces fissures, empêchant ainsi la chute de contrainte.

Références :

1. Laurence A (2016) Impact du sur-vieillessement métallurgique sur le comportement et la durabilité du nouveau superalliage pour disque de turbine René 65. PhD Thesis, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique. <https://theses.hal.science/tel-01371652>
2. Larrouy B (2014) Mécanismes de déformation et d'amorçage de fissures dans l'alliage Udimet™ 720Li en relation avec les paramètres microstructuraux. PhD Thesis, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique. <https://theses.hal.science/tel-01129092>
3. Mrozowski N (2021) Mécanismes de propagation de fissure dans un superalliage base nickel polycristallin en régime d'interaction fatigue-fluage-oxydation-vieillessement métallurgique. PhD Thesis, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique. <https://theses.hal.science/tel-03092324>
4. Maldonado R, Nembach E (1997) The formation of precipitate free zones and the growth of grain boundary carbides in the nickel-base superalloy NIMONIC PE16. *Acta Materialia* 45:213–224. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(96\)00139-5](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(96)00139-5)
5. Krol T, Baither D, Nembach E (2004) The formation of precipitate free zones along grain boundaries in a superalloy and the ensuing effects on its plastic deformation. *Acta Materialia* 52:2095–2108. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.01.011>
6. Panella M (2021) Prédiction des propriétés mécaniques de superalliages base nickel en relation avec leur microstructure granulaire de précipitation. PhD Thesis, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique. <https://theses.hal.science/tel-03477822>

Formation des zones appauvries en précipitation γ' secondaire aux abords des joints de grains et impact sur les propriétés mécaniques des superalliages base nickel γ/γ'

Les disques de turbines en superalliages base Ni γ/γ' polycristallins équipant les turbomachines d'avions et d'hélicoptères modernes sont soumis à de très hautes températures (jusqu'à 750°C) et à des sollicitations mécaniques de fluage et de fatigue oligocyclique. Les bonnes propriétés mécaniques de ces alliages à haute température sont obtenues grâce à la précipitation durcissante γ' cohérente avec la matrice γ . Le contrôle de la morphologie, de la taille, et de la répartition des précipités γ' secondaires est donc un enjeu majeur pour optimiser la microstructure de ces alliages. La formation de zones appauvries en précipitation (PFZ) a déjà été observée et étudiée dans le Nimonic PE16, un superalliage à faible fraction de précipitation. Ces zones non durcies par précipitation sont néfastes pour les propriétés mécaniques de ce superalliage, elles pourraient donc l'être également dans les superalliages pour disques de turbines de dernière génération. Dans ce contexte, la formation des zones appauvries en précipitation γ' secondaire au voisinage des joints de grains a été étudiée dans cinq superalliages pour disques de turbines, en portant une attention particulière à une version enrichie en carbone de l'AD730™. Tout d'abord les conditions de formations des PFZ ont été définies, puis l'évolution de leur largeur a été étudiée lors de traitements thermiques proches du solvus de la phase γ' . Ce phénomène pourrait être différent de celui observé dans le Nimonic PE16 et être liée à la croissance de précipités γ' aux joints de grains de composition proche des précipités présents à cœur de grains. Un modèle phénoménologique liant les conditions de traitements thermiques à la largeur de PFZ a ainsi été développé. Des analyses de compositions chimiques locales ont été menées et ont permis d'identifier la diffusion volumique et dans les joints de grains du Nb comme responsables de la formation et de la croissance des PFZ. L'influence de la largeur de PFZ sur les propriétés en traction, à température ambiante et à 700°C, a ensuite été étudiée. A température ambiante, ce paramètre ne semble pas influencer le comportement macroscopique de l'alliage, cependant les valeurs expérimentales de limite d'élasticité sont plus faibles que celles obtenues par le calcul pour des microstructures équivalentes sans PFZ. Des essais de traction in-situ sous MEB ont permis d'expliquer ce résultat par une activation précoce de la plasticité dans les PFZ. Enfin, à 700°C, la largeur de PFZ affecte directement l'allongement à rupture. Ce résultat pourrait s'expliquer par la formation et la propagation plus rapides de fissures intergranulaires en présence de PFZ larges.

Mots-clés : Alliages réfractaires--Propriétés mécaniques; Durcissement par vieillissement; Endommagement, Mécanique de l' (milieux continus); Joints de grains; Microscopie électronique à balayage; Microstructure (physique); Nickel--Alliages--Effets des hautes températures; Plasticité; Précipitation γ' ; Zones appauvries en précipitation.

Secondary Precipitate Free Zones formation at grain boundaries and their impact on mechanical properties of γ/γ' nickel based superalloys

Aero-engine turbine disks made of polycrystalline γ/γ' Ni-based superalloys used in modern aircraft and helicopter engines are subjected to high temperatures (up to 750°C) and significant mechanical loads involving creep and low-cycle fatigue damages. The excellent mechanical properties of these high-temperature alloys are achieved through the precipitation of the hardening γ' phase within the γ matrix. Therefore, controlling the morphology, size, and distribution of secondary γ' precipitates is a major concern in order to optimize the microstructure of these alloys. The formation of Precipitate Free Zones (PFZ) has been observed and studied in Nimonic PE16, a low γ' fraction superalloy. These zones, which are denuded of hardening γ' precipitation, have a detrimental effect on the mechanical properties of this superalloy. A similar effect may be expected for last generation turbine disks superalloys as well. Within this context, the formation of secondary γ' PFZ near grain boundaries was investigated in five superalloys, with a particular focus on a carbon-enriched version of AD730™. First, the conditions for PFZ formation were determined, and the evolution of PFZ width during heat treatments at close-to- γ' -solvus temperatures was studied. This phenomenon could be different from what was observed in Nimonic PE16 and may be related to the growth of γ' precipitates at grain boundaries with compositions similar to those in the bulk of grains. A phenomenological model linking heat treatment conditions to PFZ width was developed accordingly. Local chemical composition analyzes were conducted, identifying bulk and grain boundary diffusion of Nb as responsible for PFZ formation and growth. The influence of PFZ width on tensile properties at room temperature and 700°C was then examined. At room temperature, this parameter appears to have no significant effect on the alloy's macroscopic behavior, although experimental yield strength values are lower than those predicted for equivalent microstructures without PFZ. SEM in-situ tensile tests explained this result by an earlier activation of plasticity within the PFZ. Finally, at 700°C, PFZ width directly affects the elongation at fracture. This result could be explained by the faster formation and propagation of intergranular cracks in the presence of very wide PFZ.

Keywords : Heat resistant alloys--Mechanical properties; Precipitation hardening; Continuum damage mechanics; Grain boundaries; Scanning electronic microscopy; Microstructure; Nickel alloys--Effect of high temperatures on; Plasticity; γ' precipitation; Precipitate free zones.