



HAL
open science

Micromécanismes de déformation et propriétés en traction de superalliages base nickel monocristallins avancés

Benoît Mansoz

► **To cite this version:**

Benoît Mansoz. Micromécanismes de déformation et propriétés en traction de superalliages base nickel monocristallins avancés. Matériaux. Université de Toulouse, 2024. Français. NNT : 2024TLSES016 . tel-04672866

HAL Id: tel-04672866

<https://theses.hal.science/tel-04672866v1>

Submitted on 19 Aug 2024

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.



THÈSE

**En vue de l'obtention du
DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE
Délivré par l'Université Toulouse 3 - Paul Sabatier**

**Présentée et soutenue par
Benoît MANSOZ**

Le 16 janvier 2024

**Micromécanismes de déformation et propriétés en traction de
superalliages base nickel monocristallins avancés**

École doctorale : **SDM - SCIENCES DE LA MATIERE - Toulouse**

Spécialité : **Sciences et Génie des Matériaux**

Unité de recherche :

CEMES - Centre d'Elaboration de Matériaux et d'Etudes Structurales

Thèse dirigée par

Florence PETTINARI et Jonathan CORMIER

Jury

M. Jean-Philippe COUZINIÉ	Professeur des Universités, Université Paris-Est Créteil, ICPME	Rapporteur
M. Vincent MAUREL	Directeur de Recherche, Centre des Matériaux, Mines ParisTech	Rapporteur
M. Marc FIVEL	Directeur de recherche, SIMaP-GPM2, Grenoble INP	Examineur
M. Bernard VIGUIER	Professeur des Universités, Toulouse INP, CIRIMAT	Président
Mme Florence PETTINARI	Professeure des Universités, Université Toulouse III, CEMES	Directrice de Thèse
M. Jonathan CORMIER	Maître de Conférence, ISAE-ENSMA, Institut Pprime	Co-Directeur de Thèse
M. Pierre CARON	Consultant Scientifique	Invité
M. Caspar SCHWALBE	Ingénieur Matériaux Hautes Températures, MTU Aero Engines	Invité
Mme Sandrine CHARLES	Cheffe du service procédés de fonderie, Safran Aircraft Engines	Invitée

Remerciements

Après presque une année passée à l'Institut Pprime à Poitiers puis un peu plus de deux ans au CEMES à Toulouse, il est maintenant temps d'écrire ces quelques lignes. Lorsque j'ai commencé cette thèse, j'étais loin de m'imaginer que je m'étais lancé dans une expérience aussi enrichissante, tant sur le plan professionnel et scientifique que sur le plan personnel. Et ce n'est pas sans émotions que ce chapitre de ma vie se termine.

Je souhaiterais commencer ces remerciements par les membres de mon jury. Je remercie tout d'abord Bernard VIGUIER pour avoir accepté de présider ce jury. Tes cours de métallurgie à l'ENSIACET (l'A7 pour les intimes) sont en partie responsables de mon intérêt pour ce domaine et m'ont grandement influencé dans le choix de ce sujet de thèse. Ce fut donc un réel plaisir de te revoir en tant que parrain de thèse pendant ces trois ans puis de te retrouver dans ce jury.

Merci à M. Jean-Philippe COUZINIÉ et M. Vincent MAUREL pour avoir accepté de rapporter et d'évaluer ce travail. Je les remercie pour les échanges constructifs que nous avons eus. Je remercie également M. Marc FIVEL pour sa lecture détaillée du manuscrit ainsi que pour la discussion intéressante que nous avons eue.

Je remercie Mme Sandrine CHARLES pour avoir accepté de représenter Safran Aircraft Engines dans ce jury. Je remercie également le groupe Safran dans son ensemble, qui a fourni la plupart des matériaux de cette étude et qui a donc rendu ce travail possible.

Je remercie M. Caspar SCHWALBE pour avoir accepté de représenter MTU Aero Engines, ainsi que pour sa collaboration durant cette thèse. Je remercie MTU Aero Engines pour le partage de données Thermo Calc sur la composition chimique des différents superalliages étudiés ainsi que pour avoir fourni l'alliage PWA 1480. Sans cette nuance bien particulière et sans ces données, le visage final de cette thèse aurait été très différent.

Je remercie mes directeurs de thèse Florence PETTINARI-STURMEL et Jonathan CORMIER pour m'avoir donné l'opportunité de réaliser cette thèse. Dès le début, vous m'avez accordé votre confiance, en me laissant rapidement autonome sur les différents équipements (la machine de traction, les microscopes) et en me laissant libre de choisir mes expériences. Merci Florence pour ta gentillesse, ta bienveillance à toute épreuve et bien sûr pour m'avoir formé à la microscopie électronique en transmission. Merci Jonathan d'avoir partagé tes connaissances et surtout ta passion des superalliages. Comme tu le disais, je travaillais sur un sujet « en amont » mais tu as toujours su faire le lien avec des problématiques concrètes dans les turbines à gaz. Cette thèse fut un véritable épanouissement et je vous en suis reconnaissant.

Je remercie Pierre CARON, pour avoir accepté de jouer le rôle de « consultant scientifique » de cette thèse. Ce fut un réel plaisir de profiter de tes anecdotes et de tes connaissances sur les superalliages, et un honneur de bénéficier des retours de celui à l'origine (entre autres) des superalliages AM3, MC2 ou MC-NG !

Je remercie Patrick VILLECHAISE pour m'avoir accueilli pendant un an à l'Institut Pprime dans l'équipe ENDO ; ainsi que pour l'EBSO et les échanges fructueux que nous avons eus. Je remercie Florence HAMON pour ton dynamisme et pour m'avoir formé à l'utilisation du MEB-FEG. Je remercie aussi l'atelier mécanique de l'ENSMA pour son efficacité et pour la qualité des éprouvettes usinées.

Je remercie la direction du CEMES pour m'avoir reçu dans leur structure : Alain COURET, Bénédicte WAROT et Muriel ROUGALLE. Merci à Marc pour ton accueil dans l'équipe PPM. Je remercie Joël pour toutes les discussions (sur les dislocations mais pas

seulement) que l'on a eues au coin café. Je remercie Jean-Philippe pour la tomographie MET. Je remercie aussi Fred et Daniel, notamment pour l'entretien du (capricieux) porte-objet de traction *in situ* en température. Merci à Lise pour les poèmes et les chocolats. Enfin, je n'oublie pas Guy et Muriel du groupe PPM. Je remercie également Cécile pour ta bonne humeur, ton dynamisme et pour toutes les analyses EDS. Merci à Sébastien pour m'avoir formé sur le Jeol 2010 et pour toutes ces petites astuces pour utiliser cette vieille machine ! Je remercie Florent pour avoir tenté de faire du CBED sur mes matériaux. Enfin merci à Dominique pour t'être acharnée sur la préparation des lames MET, avec un TenuPol en fin de vie, et pour avoir réussi à trouver de bonnes conditions de préparation pour le TMS-238. Je souhaite également remercier les stagiaires qui m'ont assisté lors de thèse. Merci à Jules, qui a eu le privilège d'observer le superalliage TROPEA au MET en avant-première, et à Daphnée, pour toutes les analyses EDS réalisées.

Je remercie K.V. Vamsi, pour nos échanges sur le calcul et les effets des énergies de paroi d'antiphase, ainsi que Jérémy RAME pour l'alliage TROPEA.

Cette thèse s'étant déroulée entre deux laboratoires, je continue ces remerciements avec un retour à l'Institut Pprime, où j'ai passé la première année de thèse. Merci à Satoshi pour m'avoir transmis tes connaissances sur les superalliages, les traitements thermiques et le polissage, et ce, dès mon premier jour ! Merci à Luciana pour toutes les discussions (sur les superalliages mais pas que) et ta bonne humeur au quotidien au bureau ! Je remercie évidemment les autres membres du B008. Merci Quentin (malgré nos désaccords évidents à propos du Stade Toulousain et de l'UBB), Prasad et Thomas (qui a pris ma place à mon départ !) pour cette si bonne ambiance au bureau. Merci aux autres membres de l'ATEM'asqué : Marjolaine, Théotime et Julien. Malgré le Covid, on a quand même réussi à gérer les stocks de café et de gaufres, et surtout, à organiser la soirée ATEM ! J'aurais aimé repasser plus régulièrement à Poitiers mais c'était toujours un grand plaisir d'en recroiser certains en conférences. Je pense notamment à Guillaume, Samuel, Tiphaine, Mélanie et Romain.

Je continue ces remerciements en partant maintenant plus au sud à Toulouse. Si ces deux années passées au CEMES furent si marquantes, c'est en grande partie grâce aux acolytes du bureau A203 : Liz, Malo et Nico ! Liz, being your nemesis for two years was an honour! Sorry if I monopolised the mega desk, but now that I'm leaving, you can get another one back for free. But please, don't bully Malo now! Kenya, China and now France! You have such an amazing background, Liz, and it's always a pleasure to hear you talk about cultural differences. I don't know what your future holds, but I know we'll keep in touch! Malo, quel plaisir de partager ces deux années avec toi ! Toujours une activité à faire, toujours un sujet pour discuter : les randonnées et le matos de montagne (c'est quoi l'intérêt d'une veste Arc'teryx Alpha SV en GORE-TEX Pro à 900 € ?), les soirées matchs de rugby, le vélo, l'actualité, etc. ! Bon courage pour ta dernière année de thèse et pour la rédaction ; maintenant il n'y aura plus que des discussions de « filles » au bureau ;) On a fait un certain nombre de conférences ensemble et je suis certain qu'on aura l'occasion de se recroiser. Améliore-toi au basket et au baby-foot d'ici là ! Nico, je te remercie infiniment pour ton investissement dans le laboratoire et le groupe. Tes sens de l'organisation et du pratique ont énormément facilité la vie quotidienne du bureau. Sans toi, TMS 2023 et le *road trip* en Californie auraient été beaucoup moins mémorables. Enfin merci à toi et Colas (et Thor) pour votre bienveillance et votre hospitalité.

Je souhaite mes meilleurs vœux de réussite à Fernanda, pour la fin de sa thèse, et à Élise, qui vient de rejoindre le bureau A203 pour en commencer une. Je souhaite aussi bon courage à Frédéric et à Assya, pour le début et la fin de leur postdoc respectif ! Enfin, je n'oublie pas les anciens thésards et postdocs du coin café PPM : Camille, Adrian, Beatriz, Rachma, Benjamin (merci de m'avoir appris à préparer les éprouvettes pour l'*in situ* !), Sylvia, Romain et Daniela.

Les randonnées, l'escalade et l'alpinisme ont occupé une grosse partie de mon temps libre pendant trois ans. Je remercie Julien LAM pour m'avoir fait découvrir le bloc, moi qui ne voyais pas l'intérêt de grimper des murs hauts de 2-3 m quand on peut grimper des falaises ou des montagnes. Je remercie Quentin, mon camarade de grimpe du mercredi soir, et je te souhaite aussi bon courage pour ta troisième année de thèse. Je n'en ai pas fini avec les Pyrénées et j'espère qu'on aura encore l'occasion de grimper ensemble. Je souhaite remercier plus globalement tous les compagnons de cordée avec qui j'ai eu l'occasion de grimper dans les Pyrénées et les Alpes lors de ces trois dernières années.

Je remercie Bérenger, Maud et PJ. On se connaît depuis si longtemps mais on ne rate jamais une occasion pour se revoir lorsqu'on revient sur Metz. Je remercie aussi les potos de la prépa. Bientôt 10 ans que l'on se connaît et toujours la même complicité ! Merci Franz pour ton soutien lors de ces trois ans, ainsi que pour toutes les parties de Halo, de GeoGuessr et de chasse aux succès Steam ! Mention spéciale pour le Dr Benjamin, on a grandi dans le même village, fait la même prépa et on est tous les deux devenus docteurs ! Et bien sûr, je n'oublie pas Antoine, Corentin et Romby de l'internat du lycée Fabert.

L'A7 fut évidemment un point de passage important. En plus de Bernard, d'autres enseignants de l'A7 sont également responsables de mon intérêt pour la métallurgie et les superalliages. Je remercie notamment Éric ANDRIEU, pour ses cours si passionnants et remplis d'anecdotes. Je remercie aussi tous les anciens du BDA. Pendant ces trois ans de thèse, j'ai eu l'occasion d'en recroiser quelques-uns, en week-end ou même en conférence. Ils se reconnaîtront !

Revenir sur Toulouse fut l'occasion de retrouver avec grand plaisir plusieurs anciens de l'A7, certains d'entre eux aussi en thèse. Je pense en premier lieu à Fabien, toujours là pour une petite Chartreuse (que ce soit en randonnée sur un sommet des Pyrénées ou sur le plancher des vaches après une raclette). Fabien et Luna, c'est aussi le *crew* avec qui j'ai fait le Hellfest 2022. C'était incroyable et j'espère qu'on aura l'occasion de refaire d'autres festivals tous les trois ensemble ! Je pense aussi à Gautier, toujours là pour se faire un petit resto et pour faire des blagues sur ce bon vieux Gégé (mais il faut que tu arrêtes maintenant, tu vas avoir des problèmes). Je remercie Émilie pour ta gentillesse et surtout pour ton sens de l'organisation pour planifier des soirées ou des week-ends à la mer ! Maintenant il ne reste plus qu'à fêter tout ça autour d'une raclette ou d'un barbecue ! Enfin, je souhaite remercier tout particulièrement Deni pour le soutien précieux que tu as su m'apporter lors de la dernière année et de la rédaction de cette thèse. Tu deviendras une brillante enseignante-chercheuse, je le sais !

Pour terminer, je voudrais exprimer toute ma gratitude envers ma famille. Je garde une pensée pour ma mamie qui m'avait demandé pourquoi je voulais devenir docteur alors que j'étais déjà ingénieur ! Je remercie mes parents, ma sœur Émilie et mon frère Antoine pour votre soutien sans faille et pour avoir toujours cru en moi pendant ces trois ans (et même depuis bien avant !). Pendant trois ans, vous avez suivi régulièrement l'avancée de ma thèse, essayé de comprendre mon sujet et le fonctionnement d'un microscope électronique ; et vous êtes même venus me voir en conférence ! Je vous en suis infiniment reconnaissant.

Chacun des grains de cette pierre, chaque éclat minéral de cette montagne pleine de nuit, à lui seul, forme un monde.

Albert Camus
Le Mythe de Sisyphe
1942

Table des matières

Table des matières

Introduction	7
I. Étude bibliographique	14
I.1. Présentation des superalliages monocristallins	14
I.1.1. Développement historique des superalliages	14
I.1.2. Élaboration de pièces monocristallines.....	15
I.2. Microstructure et composition chimiques des superalliages monocristallins	16
I.2.1. Propriétés des phases γ et γ'	16
I.2.2. Composition chimique des superalliages.....	18
I.2.3. Influence des traitements thermiques sur la microstructure	22
I.3. Mécanismes de déformation dans les superalliages	23
I.3.1. Défauts dans la phase γ	23
I.3.2. Défauts dans la phase γ'	24
I.3.3. Autres mécanismes	29
I.3.4. Principaux mécanismes de déformation rencontrés par la suite	31
I.4. Comportement en traction des superalliages monocristallins	32
I.4.1. Modes de durcissement.....	32
I.4.2. Influence de la température sur le comportement en traction et les mécanismes de déformation	37
I.4.3. Influence de la microstructure	45
I.5. Résumé	45
II. Matériaux étudiés et techniques expérimentales.....	50
II.1. Superalliages étudiés	50
II.1.1. Composition chimique.....	50
II.1.2. Élaboration et traitement thermique.....	51
II.1.3. Caractérisation de la microstructure	51
II.2. Propriétés mécaniques des superalliages étudiés	53
II.2.1. Géométrie des éprouvettes.....	53
II.2.2. Essais de traction à haute température	54
II.3. Microscopie électronique en transmission	56
II.3.1. Préparation des échantillons	56
II.3.2. Observations <i>post mortem</i>	57
II.3.3. Essais de traction <i>in situ</i>	58
II.3.4. Analyses chimiques par STEM-EDX	60
II.3.5. CBED.....	61

III.	Comportement en traction à 650 °C.....	64
III.1.	Essais de traction à 650 °C	64
III.2.	Effet de la vitesse de trempe sur l'écrouissage des superalliages.....	71
III.3.	Conclusion.....	73
IV.	Caractérisation de la déformation en traction à 650 °C	76
IV.1.	Traces de glissement à la surface des éprouvettes.....	76
IV.2.	Observations <i>post mortem</i> des micromécanismes de déformation.....	79
IV.2.1.	Micromécanismes de déformation dans l'alliage TROPEA.....	79
IV.2.2.	Micromécanismes de déformation dans le CMSX-4	83
IV.2.3.	Micromécanismes de déformation dans d'autres alliages écrouissant avec un plateau	85
IV.2.4.	Micromécanismes de déformation dans le PWA 1480.....	88
IV.2.5.	Micromécanismes de déformation dans le TMS-238	91
IV.3.	Caractérisation des dipôles dans la phase γ'	93
IV.3.1.	Dipôles de superdislocations.....	93
IV.3.2.	Évolution des dipôles.....	96
IV.4.	Essai de traction <i>in situ</i>	99
IV.5.	Synthèse des observations au MET	101
IV.5.1.	Origine du plateau de déformation	101
IV.5.2.	Conclusion	101
V.	Étude des paramètres influençant la limite d'élasticité dans les superalliages monocristallins.....	104
V.1.	Influence de la microstructure	104
V.1.1.	Influence de la taille de précipités dans le CMSX-4 Plus.....	104
V.1.2.	Retour sur les superalliages étudiés	111
V.2.	Durcissement en solution solide de la phase γ	112
V.3.	Durcissement par effet d'ordre de la phase γ'	114
V.3.1.	Influence de la composition sur le durcissement de la phase γ'	114
V.3.2.	Estimation de l'énergie de paroi d'antiphase dans les plans $\{111\}$	115
V.3.3.	Influence de l'énergie de PA sur la limite d'élasticité	117
V.3.4.	Vérifications expérimentales de l'énergie de PA.....	119
V.4.	Conclusion.....	124
V.4.1.	Contribution du durcissement par effet d'ordre à la limite d'élasticité	124
V.4.2.	Retour sur l'écrouissage des superalliages	124

VI.	Étude de l'écrouissage du TMS-238	128
VI.1.	Comportement en traction et mécanismes de déformation à 650 °C	128
VI.1.1.	Comportement en traction à 650 °C.....	128
VI.1.2.	Influence de la désorientation	130
VI.2.	Influence de la composition chimique	134
VI.2.1.	Analyse de la composition chimique du TMS-238.....	134
VI.2.2.	Énergie de faute d'empilement dans des alliages riches en Re et Ru.....	135
VI.2.3.	Désaccord paramétrique.....	136
VI.3.	Confinement de la déformation plastique dans les couloirs de matrice.....	138
VI.4.	Conclusion.....	141
	Conclusion et perspectives.....	145
	Annexes	151
	Bibliographie	161

Introduction

Les températures élevées de fonctionnement des turbomachines nécessitent des matériaux capables de résister à des conditions environnementales très agressives (corrosion, oxydation) et de conserver de hautes propriétés mécaniques élevées sur une large plage de température (de l'ambiante jusqu'à plus de 1100°C). Les superalliages base nickel, qui possèdent ces caractéristiques, sont rapidement devenus incontournables dans les parties les plus chaudes des turbomachines et sont notamment utilisés pour la fabrication des disques et des aubes de turbines (Fig. 0.1). Ces dernières sont les pièces les plus sollicitées thermo-mécaniquement et sont réalisées en superalliage monocristallin (i.e. sans joint de grains) pour les pièces employées dans les parties les plus chaudes des turboréacteurs.

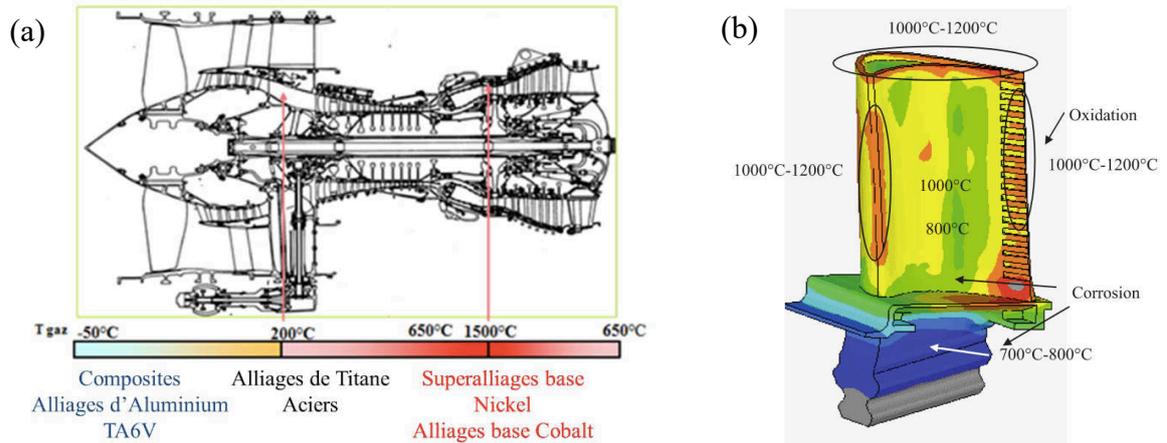


Fig. 0.1. Profil de température dans un turboréacteur (a) [1], et en surface d'une aube de turbine haute pression (b) [2]

Cependant, le rendement des turbomachines, et donc leur consommation, dépendant entre autres de leur température de fonctionnement, les motoristes ont continuellement cherché à augmenter la température d'entrée en turbine (TET). Au cours de ces 40 dernières années, l'amélioration de la TET, et donc du rendement, a été possible, entre autres, grâce à l'évolution de la composition chimique des superalliages monocristallins. Afin d'obtenir des durées de vie en fluage à haute température toujours plus longues, de plus en plus d'éléments réfractaires ont été progressivement rajoutés dans la composition des superalliages monocristallins. Il existe ainsi six générations de compositions chimiques, chaque génération étant plus performante en fluage haute température que la précédente, grâce à des ajouts de plus en plus élevés en rhénium et ruthénium (Fig. 0.2). Cependant, si l'évolution de la composition chimique a permis d'améliorer les durées de vie en fluage à hautes températures, elle s'est accompagnée d'une hausse de la densité, d'une baisse de la résistance environnementale (Fig. 0.3) et d'une diminution de la limite d'élasticité aux températures les plus faibles ($T < 750$ °C, Fig. 0.4).

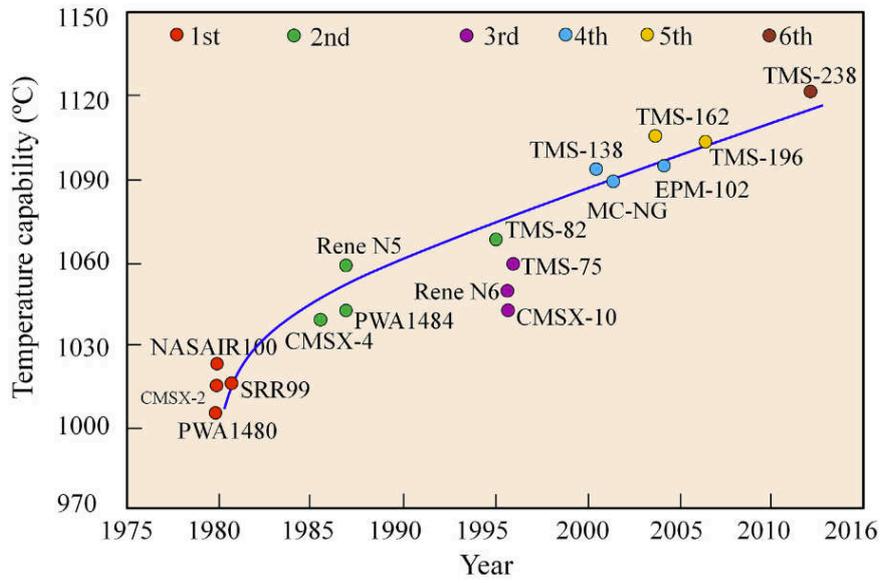


Fig. 0.2. Évolution de la performance en fluage (durée de vie de 1000 heures sous 137 MPa pour une température donnée) des superalliages monocristallins [3]

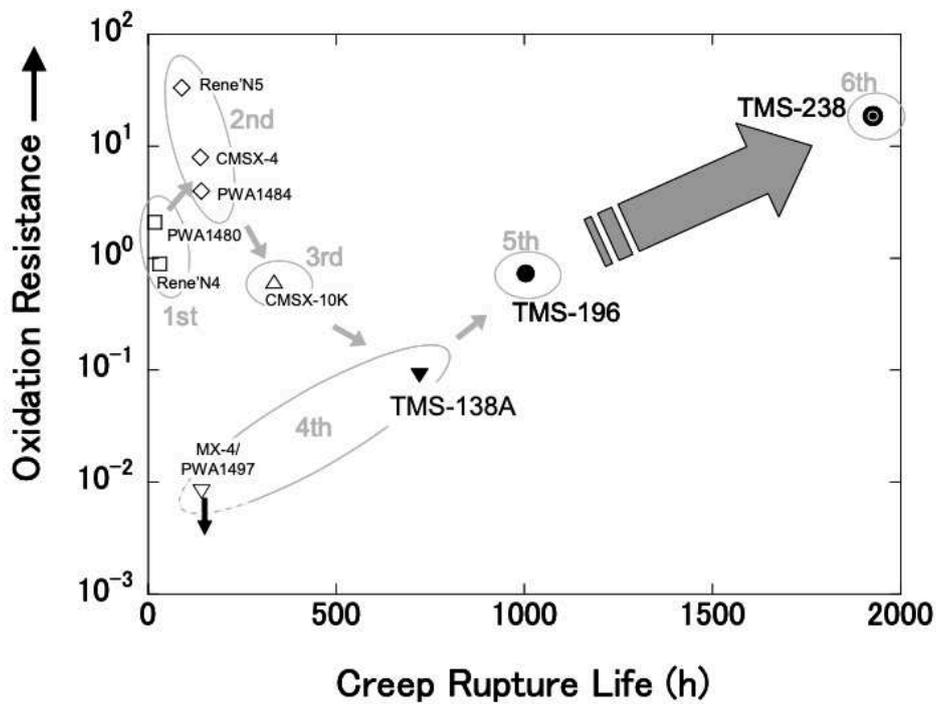


Fig. 0.3. Évolution de la durée de vie en fluage ($\approx 1100^{\circ}\text{C}/137\text{ MPa}$) et de la résistance à l'oxydation de quelques superalliages monocristallins [4]

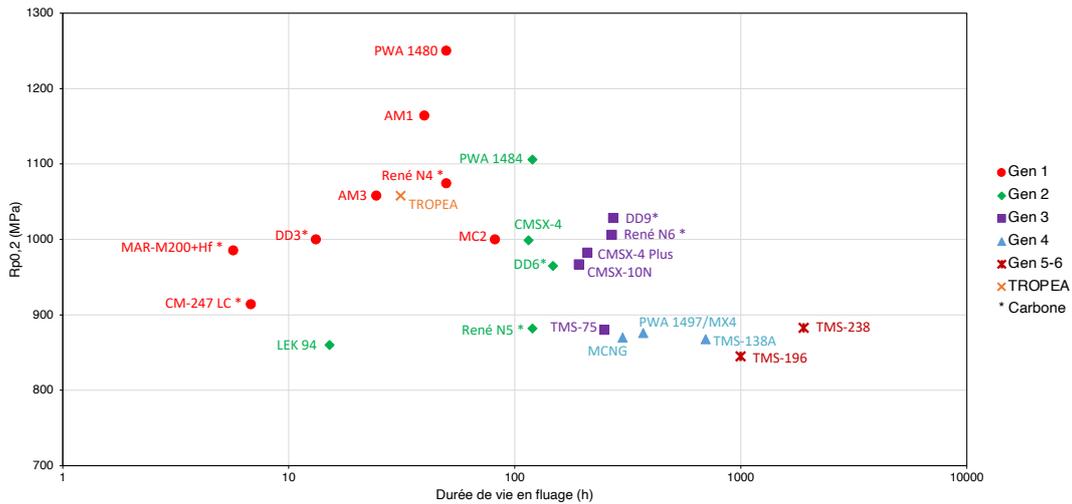


Fig. 0.4. Évolution des propriétés en traction (650°C) et en fluage ($\approx 1100^\circ\text{C}/137\text{ MPa}$) de quelques superalliages monocristallins. Figure réalisée par l’auteur, sur la base de ses propres résultats et de données de la littérature [4–22]

Cette baisse de la limite d’élasticité n’est pas sans conséquence sur les aubes de turbine. En effet, le pied d’une aube de turbine reste relativement froid ($T < 750^\circ\text{C}$). Or, si la limite d’élasticité du matériau est plus faible, il faudra concevoir un pied plus large pour l’aube et adapter le disque de turbine en conséquence. De plus, le pied d’une aube est soumis à de la fatigue oligo-cyclique. Or, il a été montré que les alliages avec les meilleures durées de vie pour ce type de sollicitation et de température étaient ceux avec les limites d’élasticité les plus élevées [5]. Un autre problème engendré par la diminution de la limite d’élasticité concerne plus spécifiquement les aubes refroidies, la cause principale de rupture de ce type d’aube étant la fatigue thermomécanique [23]. La surface des aubes refroidies subit des contraintes complexes qui suivent les cycles d’allumages et d’extinctions des moteurs. Quand la turbine est en fonctionnement, la surface de l’aube côté intrados chauffe et se retrouve mise en compression. Quand le moteur s’arrête et refroidit, la contrainte s’inverse et la surface subit une forte contrainte de traction (Fig. 0.5). Cet effort de traction a lieu à des températures de l’ordre de $400\text{--}500^\circ\text{C}$. Là aussi, il a été montré expérimentalement que les alliages avec les meilleures durées de vie en fatigue thermomécanique sont ceux avec les meilleures limites d’élasticité dans cette gamme de température [24,25].

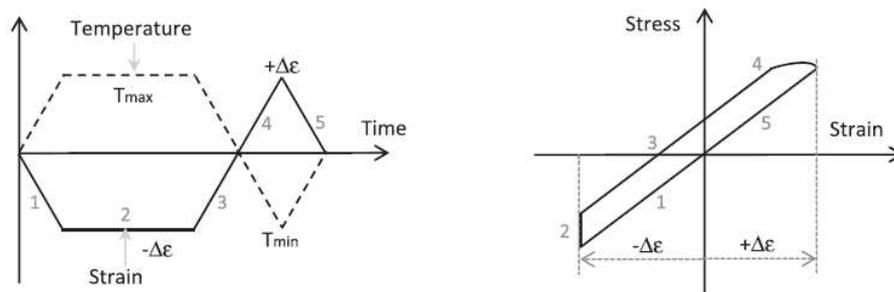


Fig. 0.5. Évolution de la température, de la déformation et de la contrainte d’un point chaud en surface d’aube refroidie lors d’un vol. L’aube subit une forte contrainte de traction lors de son refroidissement (points 3 et 4) [23]

La limite d'élasticité des superalliages à des températures intermédiaires est donc un paramètre important, bien que cette caractéristique mécanique ait été souvent négligée, derrière les propriétés mécaniques en fluage et en fatigue à haute température dans la littérature ouverte. L'objectif de cette thèse consiste donc à mieux comprendre le comportement en traction des superalliages monocristallins base nickel à une température intermédiaire (650 °C dans cette étude), à caractériser les micromécanismes de déformation associés, en particulier au début de la déformation plastique, et à mieux comprendre l'influence de la composition chimique sur ceux-ci. Ce travail tentera notamment d'expliquer les écarts importants de limite d'élasticité ainsi que le durcissement observé dans certains superalliages monocristallins et de relier ces différences de comportement à leur composition chimique.

Pour tenter de répondre à ces questions, ce mémoire s'articule autour des cinq chapitres suivants :

Le chapitre 1 consiste en une revue de la littérature, avec une attention particulière sur les mécanismes de déformation et de durcissement dans les superalliages monocristallins.

Le chapitre 2 résume les caractéristiques des différents matériaux étudiés ainsi que les différents essais mécaniques et techniques de microscopie utilisés.

Le chapitre 3 présente les essais de traction à 650°C réalisés durant la première année de thèse à l'institut Pprime.

Le chapitre 4 est centré sur la caractérisation des micromécanismes de déformation des différents alliages testés, réalisée au CEMES lors de la deuxième et de la troisième année de thèse.

Le chapitre 5 se concentre sur la comparaison des différents modes de durcissement et l'interprétation des écarts de limite d'élasticité observés. Une attention particulière est portée à l'effet de l'énergie de paroi d'antiphase.

Le chapitre 6 aborde le durcissement inhabituel en traction du TMS-238 à 650 °C.

Chapitre I

Étude bibliographique

Les superalliages monocristallins sont issus d'un développement long de près d'un siècle. Après un rappel historique, ce chapitre présente successivement les caractéristiques microstructurales, le rôle des éléments d'addition, l'évolution de la composition chimique et une revue des différents mécanismes de déformation dans les superalliages et des modes de durcissement. Enfin, ce chapitre se termine par une présentation du comportement en traction des superalliages monocristallins à différentes températures.

I. Étude bibliographique

I.1. Présentation des superalliages monocristallins

I.1.1. Développement historique des superalliages

L'histoire des superalliages débute aux États-Unis dans les années 1920 avec une demande industrielle pour produire des aubes de turbine à vapeur plus résistantes. Ces aubes étaient alors traditionnellement élaborées avec des alliages nickel-cuivre ou nickel-chrome. C'est dans ce contexte que fut breveté en 1923 le premier superalliage : le Monel K-500 (Ni 63 %m., Cu 30 %m., Fe 2 %m., Mn 1,5% m., Al 3% m., Ti 0,5% m.). Cet alliage se démarque des alliages bases nickel précédents par des ajouts d'aluminium et de titane, permettant d'améliorer la dureté et la limite d'élasticité. A noter que des travaux similaires sont menés parallèlement en Europe, notamment ceux de Chevenard sur les alliages Fe-Ni-Cr [1,26].

La seconde guerre mondiale permit un développement des superalliages. En effet, leurs propriétés mécaniques et leur résistance environnementale les rendirent incontournables dans les parties chaudes des premiers turbomoteurs. Ils furent ainsi introduits dans les turboréacteurs des premiers avions de chasse à réaction (alliages Nimonic 80 dans le moteur De Havilland Goblin et TiNidur dans le Junker JUMO 004). Le développement des superalliages s'accéléra après-guerre, en suivant celui des turboréacteurs. Ce développement fut possible grâce à plusieurs avancées. Le développement de la microscopie électronique en transmission permit de mettre en évidence la phase durcissante γ' Ni₃(Al,Ti) en 1952 et d'expliquer enfin les propriétés remarquables des superalliages. De nouvelles techniques d'élaboration de lingots (FIV - Four à induction sous vide, RAV - Refusion au four à arc sous vide, RSL - Refusion sous laitier) permirent de mieux maîtriser la propreté du matériau en évitant l'inclusion d'oxydes ou de nitrures. L'introduction d'éléments réfractaires (W, Mo, Nb, Ta), combinée à ces techniques d'élaboration, permit d'améliorer les propriétés mécaniques à hautes températures [27,28].

La production des aubes de turbine bénéficia également de l'amélioration des techniques de fonderie. L'augmentation de la TET nécessita le développement de superalliages avec une fraction volumique de phase γ' plus importante pour les aubes de turbine. Ces alliages ne pouvant être forgés, les aubes furent alors mises en forme par fonderie à la cire perdue. Toujours afin d'améliorer les propriétés mécaniques à haute température, notamment en fluage, l'étape suivante fut la suppression progressive des joints de grains. L'élimination des joints de grains se fit en deux étapes (Fig. I.1). La première avancée fut l'application du procédé de solidification dirigée Bridgman aux superalliages afin d'obtenir des microstructures colonnaires plutôt qu'équiaxes. La deuxième étape fut la suppression totale des joints de grains grâce au développement de systèmes de sélection de grain [27,29,30]. Chacune de ces étapes s'accompagna du développement de nouvelles nuances optimisées pour ces nouveaux procédés. On peut citer par exemple : l'IN100 pour les superalliages à grains équiaxes, le Mar-M200 pour les structures à gains colonnaires ou encore le PWA 1480, le premier superalliage pour application monocristalline [30].

Il est intéressant de noter la vitesse avec laquelle les aubes de turbines ont évolué. En seulement 30 ans, les différentes innovations introduites ont permis de passer d'aubes forgées à coulées, puis à microstructures équiaxes, à colonnaires et enfin monogranulaires.

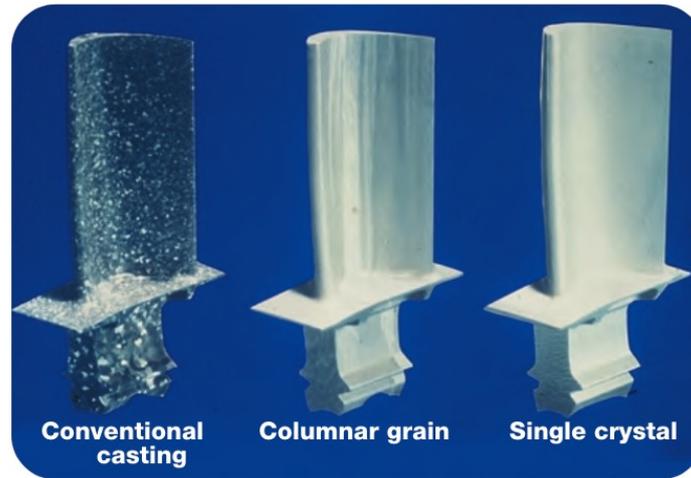


Fig. I.1. Évolution de la microstructure des aubes de turbine [30]

I.1.2. Élaboration de pièces monocristallines

Les aubes de turbine peuvent présenter des dimensions variées et des géométries très complexes en fonction du type de turbomachine et de l'étage de turbine où elles se trouvent. La fabrication de pièces monocristallines combine ainsi des techniques de fonderie avancées : la fonderie à la cire perdue et la solidification dirigée.

La fonderie à la cire perdue consiste à réaliser un modèle en cire de la pièce désirée. Ce modèle est recouvert d'une carapace en céramique, qui une fois la cire retirée et la céramique cuite, servira de moule (Fig. I.2). Ce procédé est particulièrement adapté aux aubes de turbine car il permet d'obtenir des pièces brutes de fonderie aux dimensions proches des produits finis, de réaliser des géométries complexes avec notamment des parois minces et est adapté à la coulée d'alliages avec de hauts points de fusion.

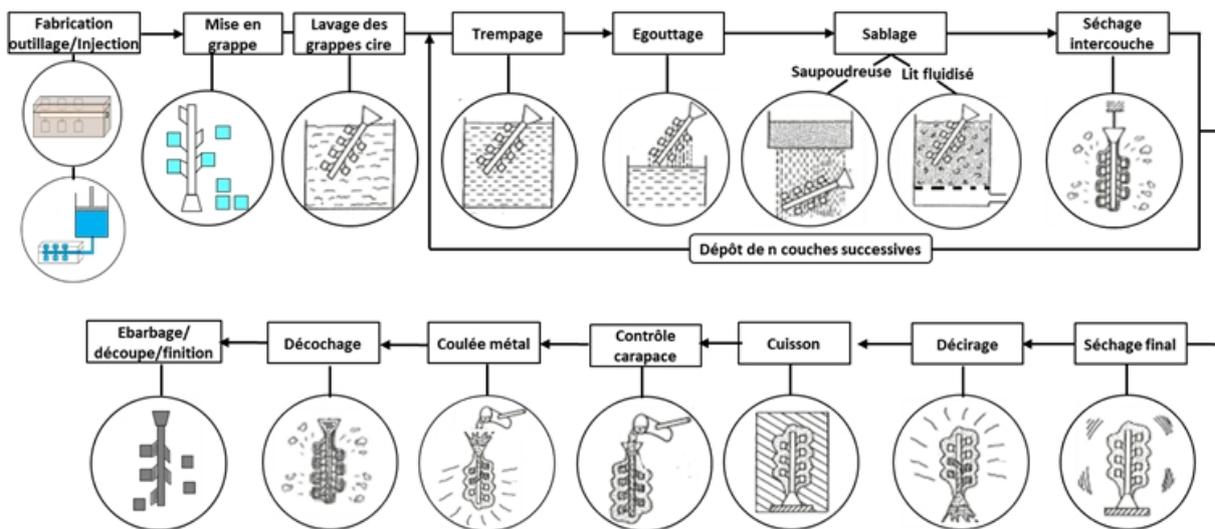


Fig. I.2. Étapes de fabrication d'un moule à la cire perdue [31]

Afin d'obtenir des pièces monocristallines, le procédé de fonderie à cire perdue est combiné au procédé de solidification dirigée Bridgman. Ce procédé permet d'obtenir des pièces à grains colonnaires en imposant un gradient thermique lors de la solidification. Un four Bridgman est composé d'une zone chaude et d'une zone froide, respectivement au-dessus et en-dessous de la température de fusion de l'alliage. Le moule est situé sur un plateau refroidi pouvant se déplacer entre les deux zones. Afin d'obtenir une structure colonnaire, le moule est retiré du four de manière progressive de façon à maintenir le front de solidification entre les deux zones du four (Fig. I.3.a). Deux méthodes existent pour obtenir des monocristaux. La première consiste à utiliser un sélecteur de grain. Le sélecteur de grain est un dispositif qui va venir sélectionner un seul grain colonnaire orienté selon la direction [001] (Fig. I.3.b). La seconde méthode consiste à utiliser un grain préorienté et introduit à la base du moule, la solidification se faisant ensuite en suivant l'orientation cristallographique de ce grain. Industriellement des désorientations jusqu'à 10° de l'axe cristallographique [001] par rapport à l'orientation principale de l'aube peuvent être tolérées.

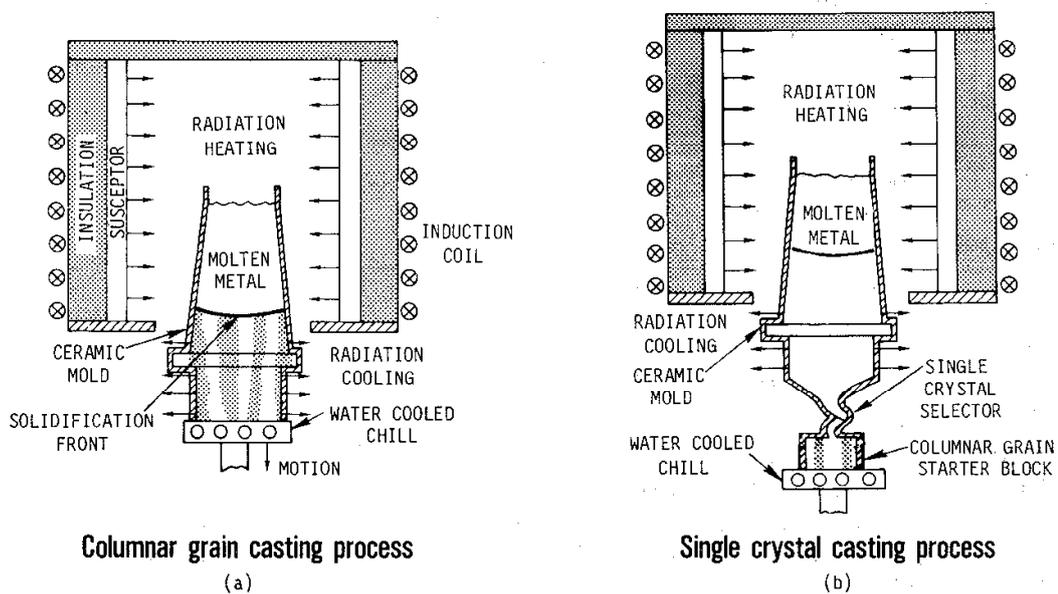


Fig. I.3. Four de solidification dirigée (a), avec sélecteur de grain (b) [30]

I.2. Microstructure et composition chimiques des superalliages monocristallins

I.2.1. Propriétés des phases γ et γ'

La composition chimique des superalliages base nickel est issue du système binaire Ni-Al (Fig. I.4). L'ajout d'environ 10 à 25 % at. d'aluminium dans du nickel entraîne la précipitation d'une phase durcissante de stœchiométrie Ni_3Al appelée γ' dans une matrice de Ni, appelée γ .

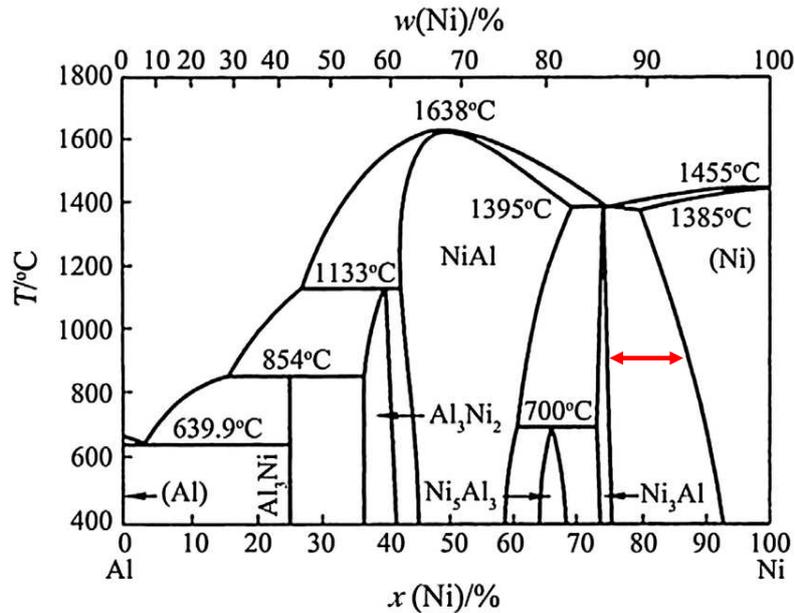


Fig. I.4. Diagramme binaire Ni-Al. La zone indiquée en rouge correspond au domaine de coexistence des phases γ et γ' [32]

La matrice γ est une solution solide à base de Ni de structure cubique à faces centrées (cfc). Cette structure permet l'introduction d'un grand nombre d'éléments se substituant au nickel dans la matrice, avec des rayons atomiques plus grands. Cette phase est souvent décrite comme étant désordonnée cependant, un ordre à courte distance de type $(1 \frac{1}{2} 0)$ a pu être mis en évidence par diffraction de neutrons dans des alliages modèles de phase γ [33,34].

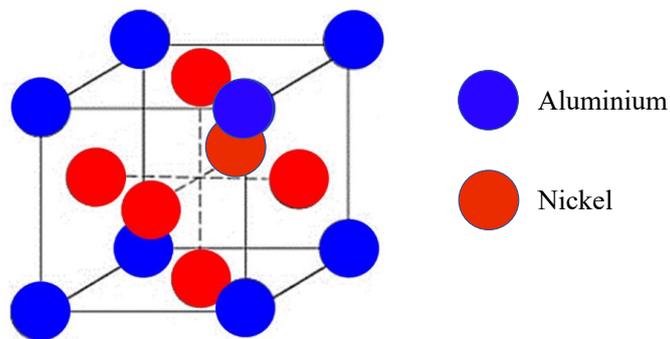


Fig. I.5. Structure L₁₂ de Ni₃Al

La phase γ' est une phase ordonnée de structure L₁₂ et de stœchiométrie Ni₃Al (Fig. I.5). La fraction volumique de phase γ' est fixée par la composition de l'alliage. Elle vaut environ 60-70% à température ambiante dans les superalliages monocristallins et dépend des concentrations en éléments γ' -gènes (principalement Al, Ti, Ta, Nb, W). La phase γ' précipite sous forme de cubes alignés le long des directions $\langle 001 \rangle$ avec une arête généralement comprise entre 300 et 600 nm (après traitement thermique complet, voir paragraphe I.2.3). A noter qu'au-delà de 850-900 °C, la phase γ' commence à se dissoudre et donc sa fraction volumique diminue progressivement jusqu'au solvus de la phase γ' (Fig. I.6).

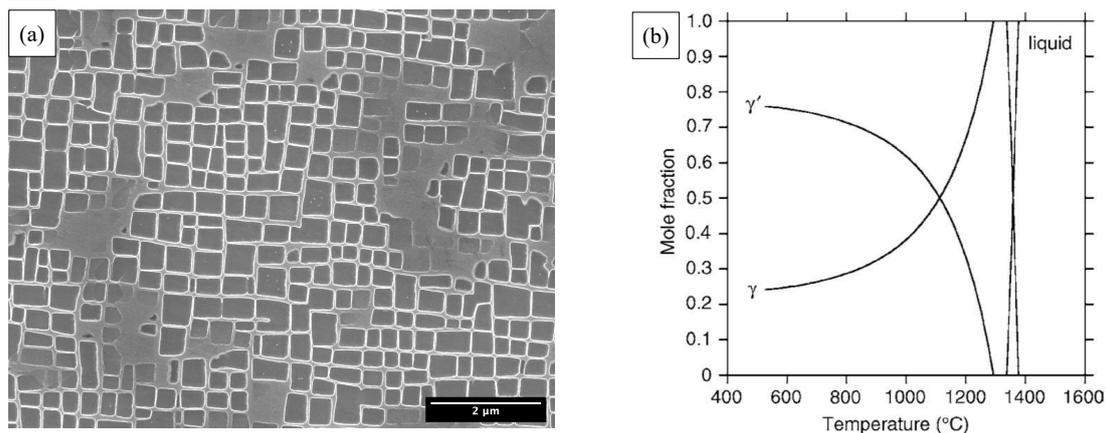


Fig. 1.6. Microstructure du CMSX-4 (a), évolution de la fraction de phase γ' en fonction de la température [35]

Le paramètre de maille de la phase γ' est très proche de celui de la matrice γ , d'où une quasi-cohérence entre les deux phases. Cependant, les paramètres de maille de ces phases ne sont pas rigoureusement les mêmes et dépendent de la composition chimique et de la température. Ce faible écart paramétrique est couramment appelé *misfit* et sa valeur, *mismatch*, est définie de la manière suivante [35,36]:

$$\delta = 2 \cdot \frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma'} + a_{\gamma}}$$

où a_{γ} et $a_{\gamma'}$ correspondent aux paramètres de mailles respectifs des phases γ et γ' .

I.2.2. Composition chimique des superalliages

Les superalliages ne sont cependant pas composés uniquement d'Al et de Ni. La chimie des superalliages est complexe, les compositions de ces alliages ayant souvent plus de 10 éléments d'addition, qui se répartissent entre les deux phases. On définit ainsi le coefficient de partage d'un élément :

$$k_i = c_{\gamma}^i / c_{\gamma'}^i$$

où c_{γ}^i et $c_{\gamma'}^i$ sont les concentrations atomiques d'un élément i dans les phases γ et γ' . Ainsi, le Cr, le Co, le Mo et le Re se placent préférentiellement dans la phase γ tandis que l'Al, le Ti ou le Ta se placent préférentiellement dans la phase γ' . Le W se répartit de manière équilibrée entre les deux phases (Tab. I.1). Les répartitions préférentielles existent aussi dans la phase γ' . En effet, il a été montré que les éléments Ta, Ti, Mo et W se substituent préférentiellement à l'aluminium dans Ni_3Al alors que le Co et le Ru occupent préférentiellement les sites du nickel [37,38].

Tab. I.1. Coefficient de partage k entre les phases γ et γ' dans quelques superalliages (toutes les valeurs présentées ont été déterminées par sondes atomiques ou tomographiques)

Alliage	Co	Cr	Mo	W	Al	Ta	Ti	Re	Ru	Ref
PWA 1480	3,6	15,7	/	1,3	0,18	0,12	0,60	/	/	[39]
AM1	5,3	12,4	3,6	1,2	0,2	0,12	0,06	/	/	[12]
MC2	2,6	14,4	4,7	1,3	0,15	0,14	0,10	/	/	[40]
CMSX-4	3,3	9,4	2,8	1,6	0,10	0,07	0,12	16	/	[41]
MC-NG	/	6,1	2,8	0,9	0,19	0,07	0,18	12,6	4,1	[12]

La définition d'une composition d'alliage est un processus complexe qui nécessite de faire des compromis en fonction des applications envisagées. Même si l'ajout d'un élément permet d'améliorer certaines propriétés (propriétés mécaniques, résistance à la corrosion et l'oxydation, etc.), son addition est contrebalancée par d'autres problèmes (prix de la matière première, hausse de la densité, problèmes de stabilité microstructurale, etc.). Le Tab. I.2 résume les effets des principaux éléments d'addition. Un exemple bien connu est l'ajout d'éléments réfractaires (W, Mo, Re) qui permet de durcir la matrice et d'augmenter le *misfit* mais qui augmente la densité et entraîne possiblement la précipitation de composés intermétalliques fragiles, appelés phases topologiquement compactes (PTC, ou en anglais TPC pour *Topologically Closed-Packed*). Les PTC sont indésirables car leur précipitation peut entraîner un abaissement des propriétés mécaniques. Elles apparaissent lors des traitements thermiques ou lors de l'utilisation des pièces en service.

Les compositions chimiques des superalliages ont évolué en plus de 40 ans et se classent généralement en six générations, chaque génération se caractérisant par des ajouts de plus en plus élevés en éléments réfractaires (Fig. I.7 et Tab. I.3).

- La première génération est assez similaire aux alliages élaborés par solidification dirigée mais avec une fraction de phase γ' plus élevée. Le passage d'une microstructure colonnaire à monogranulaire a aussi permis d'éliminer les éléments Zr, Hf, B et C qui permettaient de renforcer les joints de grains mais abaissaient la température de brûlure [30,42,43].
- La seconde génération se caractérise par l'ajout de rhénium (jusqu'à 3% massique) [44]. L'ajout de Re permet de durcir la matrice γ et d'augmenter le *misfit*, et donc d'améliorer les performances mécaniques à hautes températures. Cependant, l'ajout de Re augmente la densité et le prix de l'alliage et favorise la formation de PTC.
- La troisième génération se caractérise par l'ajout d'encore plus de Re (jusqu'à 7% massique) [45,46]. Autant de Re exacerbe les défauts de la seconde génération et afin de limiter la formation de PTC, ces alliages contiennent généralement peu de Cr (< 4% massique), d'où une résistance environnementale dégradée.
- La quatrième génération est caractérisée par l'ajout de ruthénium (jusqu'à 4% massique) [8,16]. L'ajout de Ru permet d'inhiber la formation des PTC et de durcir la matrice γ . Le principal défaut de cette génération reste son coût. Le Ru étant un élément de la famille des platinoïdes, sa production annuelle est très limitée et son coût est élevé et très variable [28].
- La cinquième génération est une optimisation de la quatrième génération avec jusqu'à 5 % massique de Ru pour améliorer les propriétés en fluage à haute température [47]. La sixième génération est elle-même une optimisation de la cinquième génération avec une meilleure résistance environnementale et de meilleures performances en fluage [4].
- L'incorporation d'autres platinoïdes est également étudiée. Différentes versions de l'alliage de 6^{ème} génération TMS-238 ont ainsi été testées en substituant le Ru par de

l'Ir [48]. Le Platine est également un élément à fort potentiel [15,49]. En effet, l'ajout de Pt pourrait améliorer la compatibilité entre l'aube et un revêtement de type NiAl(Pt).

Tab. I.2. Effet des principaux éléments d'alliage dans les superalliages

Élément	Répartition préférentielle	Effets positifs	Effets négatifs
Co	γ	-Durcissement en solution solide de γ -Inhibition de la formation des PTC	
Cr	γ	-Durcissement en solution solide de γ -Protection contre la corrosion par formation de Cr_2O_3	-Formation de PTC
Mo	γ	-Durcissement en solution solide de γ -Augmentation du <i>misfit</i>	-Formation de PTC -Dégradation de la résistance environnementale
W	γ et γ' (en substitution d'Al dans γ')	-Durcissement en solution solide de γ -Durcissement de γ' -Augmentation du <i>misfit</i>	-Formation de PTC -Hausse de la densité
Al	γ'	-Formation de Ni_3Al -Protection contre l'oxydation par formation d' Al_2O_3	
Ta	γ' (en substitution d'Al)	-Durcissement de γ' -Meilleure coulabilité -Résistance à l'oxydation	
Ti	γ' (en substitution d'Al)	-Durcissement de γ'	-Dégradation de la résistance environnementale
Nb	γ' (en substitution d'Al)	-Durcissement de γ'	
Re	γ	-Durcissement par solution solide de γ -Ralentissement de la coalescence des précipités γ' -Augmentation du <i>misfit</i>	-Formation de PTC -Prix -Hausse de la densité -Résistance environnementale
Ru	γ	-Durcissement par solution solide de γ -Inhibition de la formation des PTC -Augmentation du <i>misfit</i>	-Prix
Pt	γ' (en substitution de Ni)	-Durcissement de γ' -Augmentation de la température de solvus de γ' -Meilleure adhérence des revêtements type NiPtAl	-Prix -Réduction du <i>misfit</i> -Baisse du solidus
Hf		-Formation de carbures -Meilleure coulabilité -Meilleure adhérence des revêtements	
Zr		-Formation de carbures	
B, C		-Formation de carbures/borures	

L'autre avantage du Pt est qu'il se répartit préférentiellement dans la phase γ' et ralentit la dissolution de la phase γ' à haute température. Le Pt permet potentiellement de garder une fraction volumique de phase γ' plus élevée que dans les alliages classiques et donc d'avoir une meilleure durée de vie en fluage à très haute température. Son autre avantage

est que, malgré un coût plus élevé que ceux du Re et du Ru, la production annuelle de Pt est plus élevée et plus stable, limitant ainsi les risques de pénurie. Parmi les alliages expérimentaux contenant du Pt, citons les alliages PX5 et TROPEA [7,8].

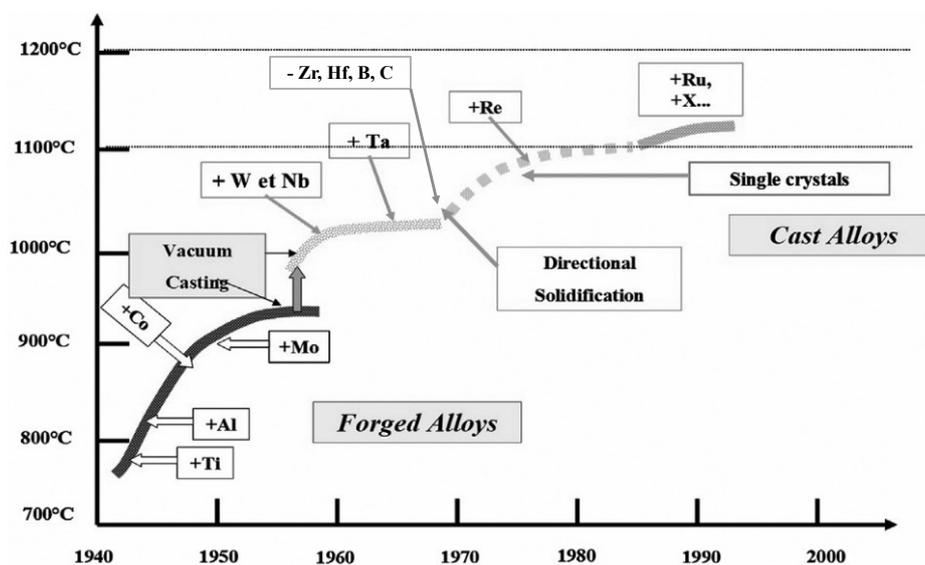


Fig. 1.7. Évolution de la composition chimique des superalliages pour aubes [26]

Tab. I.3. Exemples de compositions chimiques de superalliages monocristallins (%m.)

Alliage	Génération	Ni	Co	Cr	Mo	W	Al	Ta	Ti	Nb	Re	Ru	Pt	Hf	C	B	Zr
MAR-M200 + Hf	Solidification dirigée	Bal	9.5	8.6	/	11.8	4.9	/	1.9	1.00	/	/	/	1.60	0.15	0.02	0.05
CM 247 LC		Bal	9.0	8.0	0.5	10.0	5.6	3.2	0.7	/	/	/	/	1.40	0.07	0.02	0.01
PWA 1480		Bal	5.0	10.0	/	4.0	5.0	12.0	1.5	/	/	/	/	/	/	/	/
CMSX-2		Bal	5.0	8.0	0.6	8.0	5.5	6.0	1.0	/	/	/	/	/	/	/	/
René N4	1	Bal	7.5	9.8	1.5	6.0	4.2	4.8	3.5	0.50	/	/	/	0.1	0.05	0.004	/
AM1		Bal	6.7	7.6	2.0	5.6	5.3	8.0	1.2	/	/	/	/	0.05	/	/	/
MC2		Bal	5.0	8.0	2.0	8.0	5.0	6.0	1.5	/	/	/	/	/	/	/	/
PWA 1484		Bal	10.0	5.0	1.0	5.9	5.7	8.6	/	/	3.0	/	/	0.10	/	/	/
CMSX-4	2	Bal	9.7	6.4	0.6	6.4	5.6	6.5	1.1	/	3.0	/	/	0.10	/	/	/
René N5		Bal	7.5	7.0	1.5	5.0	6.2	6.5	/	/	3.0	/	/	0.15	0.05	0.004	/
CMSX-4 Plus		Bal	10.0	3.5	0.6	6.0	5.7	8.0	0.85	/	4.8	/	/	0.10	/	/	/
CMSX-10N	3	Bal	3.0	1.5	0.4	5.0	5.8	8.0	0.1	0.05	7.0	/	/	/	/	/	/
René N6		Bal	12.0	4.0	1.0	6.0	5.8	7.0	/	/	5.4	/	/	0.15	0.05	0.004	/
TMS-75		Bal	12.0	3.0	2.0	6.0	6.0	6.0	/	/	5.0	/	/	0.1	/	/	/
MC-NG		Bal	/	4.0	1.0	5.0	6.0	5.0	0.5	/	4.0	4.0	/	0.10	/	/	/
PWA 1497	4	Bal	16.5	2.0	2.0	6.0	5.55	8.25	/	/	5.95	3.0	/	0.15	0	/	/
TMS-138A		Bal	5.8	3.2	2.8	5.6	5.7	5.6	/	/	5.8	3.6	/	0.1	/	/	/
TMS-196	5	Bal	5.6	4.6	2.4	5.0	5.6	5.6	/	/	6.4	5.0	/	0.1	/	/	/
TMS-238	6	Bal	6.5	4.6	1.1	4.0	5.9	7.6	/	/	6.4	5.0	/	0.10	/	/	/
PX5	/	Bal	/	6.2	1.5	2.9	5.8	7.8	0.4	/	3	/	7.8	0.3	0.02	0.015	0.2
TROPEA		Bal	9.0	6.5	0.6	6.0	5.6	9.0	1.0	/	1.0	/	2.0	0.08	/	/	/

I.2.3. Influence des traitements thermiques sur la microstructure

Le traitement thermique d'un superalliage est important car il va conditionner la microstructure du matériau et donc une partie de ses propriétés mécaniques. Le traitement thermique d'un superalliage monocristallin se décompose généralement en trois étapes (Fig. I.8) : un traitement de mise en solution, suivie de deux revenus successifs. Le traitement de mise en solution a trois intérêts : éliminer les particules interdendritiques d'eutectique γ/γ' (Fig. I.9), homogénéiser les ségrégations chimiques dendritiques et remettre en solution les précipités γ' qui ont précipité lors de la solidification. La température de mise en solution est choisie de manière à dissoudre les particules d'eutectiques et les précipités γ' tout en évitant de brûler l'alliage. Cette première étape est généralement suivie de deux revenus qui simulent les différents traitements que reçoivent les aubes de turbine avant mise en service (Fig. I.8). Industriellement, le premier revenu permet une bonne interdiffusion entre l'aube et les différents revêtements déposés à sa surface. C'est aussi celui qui va fixer également la taille des précipités γ' . Le second revenu permet d'éliminer les contraintes résiduelles et de faire remonter la fraction volumique de γ' .

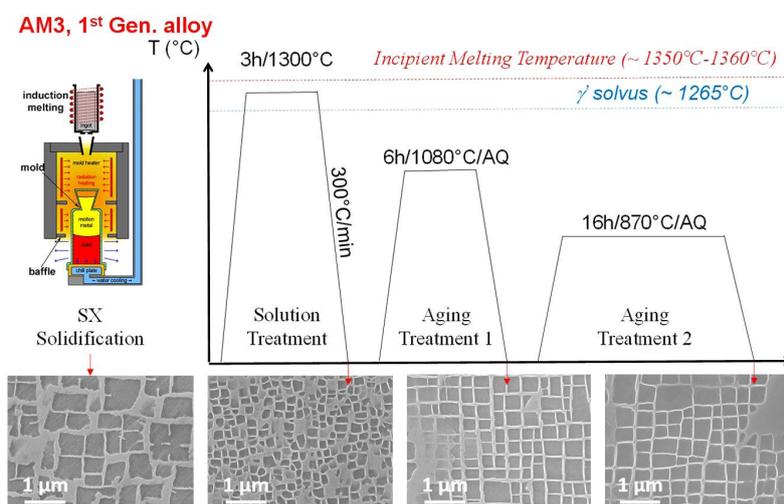


Fig. I.8. Évolution de la microstructure de l'AM3 au cours d'un traitement thermique standard [51]

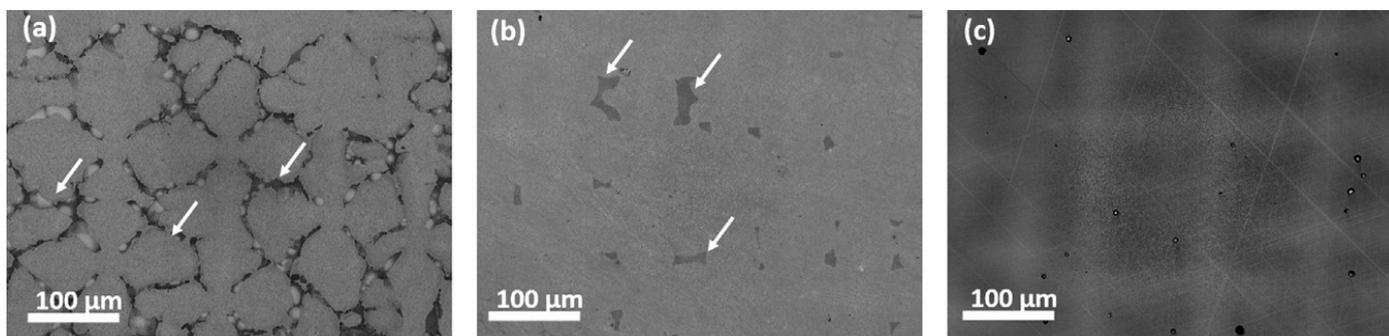


Fig. I.9. Évolution des particules interdendritiques d'eutectique γ/γ' (flèches blanches) dans le CMSX-4 Plus après un traitement de mise en solution : microstructure brute de fonderie (a), après 15h à 1330 °C (b) et après 15h à 1340 °C (c) [50]

I.3. Mécanismes de déformation dans les superalliages

Le comportement en traction des superalliages dépendant à la fois des propriétés des phases γ et γ' , il est nécessaire de s'intéresser au déplacement des dislocations dans ces deux phases et aux défauts planaires engendrés pour comprendre les mécanismes de déformation.

I.3.1. Défauts dans la phase γ

Défauts linéaires

Dans les superalliages, la déformation débute d'abord dans la phase γ , phase considérée comme étant la phase « molle ». La matrice γ des superalliages est de structure cfc et peut donc être décrite comme un empilement de plans compacts $\{111\}$ de type ABCABC. Les dislocations parfaites ont un vecteur de Burgers de type $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle$. Le déplacement de ces dislocations dans la matrice dépend de la largeur des couloirs de matrice et de la tension de ligne des dislocations parfaites. La tension de ligne T décrit la facilité des dislocations à se courber et est donnée par l'équation suivante :

$$T = \frac{\mu \cdot b^2}{2}$$

avec μ , le module de cisaillement et b , le module du vecteur de Burgers.

Plus la tension de ligne est élevée, plus la dislocation est rigide et moins elle peut se courber. Ainsi, les dislocations parfaites sont plus rigides que les dislocations partielles car leur vecteur de Burgers est plus grand. Les dislocations parfaites peuvent donc se dissocier en dislocations partielles appelées partielles de Shockley. Cette dissociation s'accompagne de la création d'une faute d'empilement (FE ou en anglais *Stacking Fault*, SF) :

$$\frac{a}{2} [110] \rightarrow \frac{a}{6} [211] + \text{FE} + \frac{a}{6} [12\bar{1}]$$

Défauts plans

Les fautes d'empilement créées peuvent être de deux natures :

- Faute d'empilement intrinsèque (FEI). Un plan compact est supprimé, l'empilement passe de ABCABCABC à ABCACABC.
- Faute d'empilement extrinsèque (FES). Un plan compact est introduit, l'empilement passe de ABCABCABC à ABCACBCABC.

La dissociation des parfaites en Shockley permet de faciliter le glissement des dislocations en abaissant leur tension de ligne mais aussi en diminuant leur énergie. En effet :

$$|b_{\text{Parfaite}}|^2 > |b_{\text{Shockley 1}}|^2 + |b_{\text{Shockley 2}}|^2$$

L'énergie de défaut d'empilement peut se déterminer en mesurant la distance de dissociation entre les deux partielles de Shockley [52]. L'énergie de faute d'empilement est indépendante de la température mais elle dépend de la composition chimique [52,53]. Dans le nickel pur, l'énergie de faute d'empilement est de 120-130 mJ.m⁻². Cependant, l'étude d'alliages binaires et ternaires de nickel a mis en évidence que des ajouts de Cr et/ou de Co permettait de réduire l'énergie de FE à 75-80 mJ.m⁻² [54-56]. Par la suite, ces observations ont été confirmées et

étendues à d'autres éléments à l'aide de calculs ab initio. L'étude par DFT (*Density Functional Theory*, i.e. théorie de la fonctionnelle de la densité) d'alliages modèles de type Ni₃₁X, où X est un élément d'addition, montre que tous les éléments d'addition classiquement utilisés dans les superalliages diminuent l'énergie de FE [57]. Cette diminution est cependant plus forte avec les métaux de transition 4d et 5d (W, Mo, Re, Ta, Nb) qu'avec les métaux 3d (Co, Cr, Fe, Ti, V). Cet effet de la composition chimique a pu être mesuré expérimentalement dans des alliages modèles de phase γ et dans plusieurs superalliages. Dans tous les cas, l'énergie de FE avoisine les 20-30 mJ.m⁻² dans les superalliages, ce qui est bien plus faible que dans le nickel pur (Tab. I.4).

Tab. I.4. Energie de faute d'empilement de quelques superalliages base nickel

Alliage	Γ (mJ.m ⁻²)	Référence
Ni pur	120-130	[58]
CMSX-2	24	[59]
AM1	20	[60,61]
AM3	20-30	[61]
MC2	31	[62]
Alliage modèle γ (Ni ₆₆ Cr ₂₆ Mo ₂ W ₂ Re ₄)	22-27	[53]
Alliage modèle γ (Ni ₆₆ Cr ₂₆ Mo ₂ W ₂ Ru ₄)	20-26	
UMF30	20	[63]
UMF31	11	
UMF32	11	

I.3.2. Défauts dans la phase γ'

Défauts linéaires

La phase γ' est une phase de structure L1₂ ordonnée chimiquement. Dans les superalliages, le cisaillement des précipités par une parfaite de matrice $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$ n'est donc pas favorisé car le passage d'une parfaite de matrice déplacerait un atome d'Al vers un site Ni (et vice versa) et entraînerait la création de liaisons chimiques interdites. Afin de conserver cet ordre, la dislocation parfaite dans les phases L1₂ est de type $a\langle 110 \rangle$, aussi appelée superdislocation (Fig. I.10). Dans les superalliages, les superdislocations résultent de la combinaison de deux dislocations parfaites de matrice $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$ à l'interface γ/γ' .

Défauts planaires

Comme dans la phase γ , cette superdislocation peut aussi se dissocier en engendrant un défaut planaire comme une paroi d'antiphase, une faute d'empilement de super-réseau ou une faute complexe.

Paroi d'antiphase

La superdislocation est constituée de deux superpartielles (qui sont en fait deux parfaites de matrice) séparées par une paroi d'antiphase (PA ou en anglais *Antiphase Boundary*, APB) :

$$a[\bar{1}01] \rightarrow \frac{a}{2}[\bar{1}01] + \text{PA} + \frac{a}{2}[\bar{1}01]$$

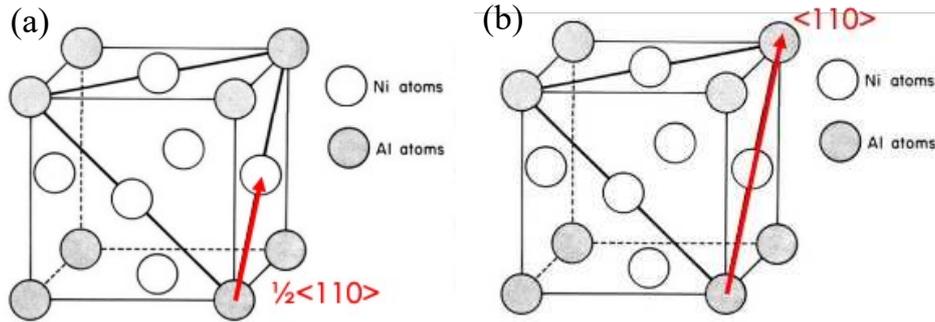


Fig. I.10. Superpartielle (a) et superdislocation (b) dans Ni₃Al (d'après [64])

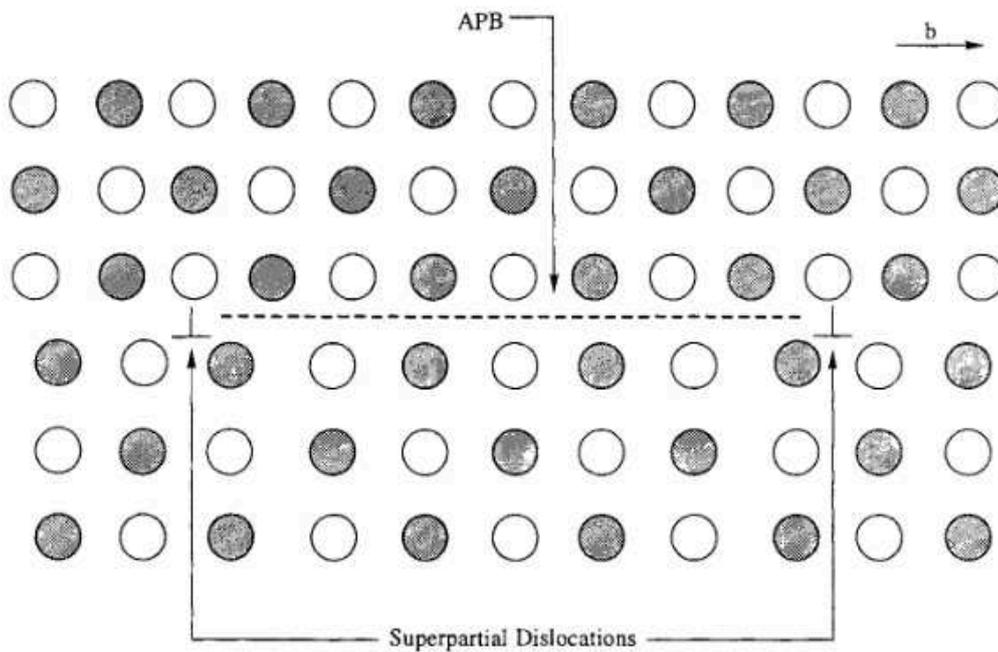


Fig. I.11. Dissociation d'une superdislocation en deux superpartielles séparées par une PA [64]

Lorsqu'une parfaite de matrice (c'est-à-dire la superpartielle de tête) pénètre un précipité, elle fait apparaître des liaisons chimiques interdites Al-Al et Ni-Ni et laisse une PA dans son sillage. Ces liaisons interdites font que les PA sont des défauts planaires avec une énergie élevée. Mais la PA est effacée par le passage de la deuxième superpartielle, permettant à la superdislocation de continuer de se déplacer (Fig. I.11). Il est possible de déterminer l'énergie de PA en mesurant la distance entre les deux superpartielles.

La composition chimique de la phase γ' joue un rôle important dans la valeur d'énergie de PA. En effet, la valeur d'énergie de PA dans Ni₃Al pur est d'environ 180 mJ.m⁻² mais l'ajout d'autres éléments (notamment Ta, Ti et Hf) permet d'augmenter fortement l'énergie de PA jusqu'à environ 250-300 mJ.m⁻² [65–68]. De manière similaire aux énergie de FE dans γ , ces observations ont également été confirmées par la suite par des calculs *ab initio* [69]. Plus récemment, des méthodes ont même été développées pour calculer les énergies de PA dans des phases γ' avec des compositions complexes, en prenant en compte les interactions entre solutés [70–72]. Contrairement à l'énergie de FE qui reste stable, l'énergie de PA diminue avec la température, notamment à cause de la diminution des constantes élastiques. Ainsi, dans un

alliage Ni₃(Al, Hf), une baisse de 20 % de l'énergie de PA a pu être observée entre la température ambiante et 700 °C [65].

Si la dissociation a lieu dans un plan {100}, l'énergie de défaut sera plus faible (Tab. I.5) car une dissociation dans un tel plan ne change pas la nature des premiers atomes voisins. Dans les phases γ' des superalliages, le rapport $\gamma_{\{111\}}/\gamma_{\{100\}}$ entre ces deux énergies vaut environ 1,5 [73]. Cet écart d'énergie est à l'origine d'un mécanisme découvert dans les années 1960 [74] : les verrous de Kear-Wiltsdorf (KW). Ce mécanisme a pu être observé dans les structures ordonnées de type L1₂. Le verrou de Kear-Wiltsdorf est un mécanisme de glissement dévié de la composante vis d'une superdislocation d'un plan octaédrique vers un plan cubique (Fig. I.12) afin de minimiser l'énergie de la superdislocation [64,75]. La dislocation devient alors sessile d'où le nom de verrou. La probabilité de glissement dévié (et donc la fréquence de formation des verrous) augmentant avec la température, ce mécanisme est souvent cité comme étant à l'origine de l'anomalie de limite d'élasticité des composés L1₂ (et par extension, de celle de superalliages).

Tab. I.5. Énergie de PA dans des alliages Ni₃Al et des superalliages (*valeurs déterminées numériquement)

Alliage	T (°C)	$\gamma_{\{111\}}$ (mJ.m ⁻²)	$\gamma_{\{100\}}$ (mJ.m ⁻²)	Référence
Ni ₃ Al		195	160	
Ni ₇₆ Al ₂₄	327	176	135	[76]
Ni ₇₄ Al ₂₆		219	184	
Ni ₃ (Al,3%Hf)	20	300	250	[66]
Ni ₃ (Al,1%Ta)	270	250	225	[68]
PWA 1480	20	118	/	[77]
	750	403*	/	[71]
CMSX-2	20	123	/	[77]
	/	160-200	/	[78]
	750	336*	/	[71]
CMSX-6	550	115	/	[79]
CMSX-4	750	334*	/	[71]
SRR99	550	180	120	[73]
Udimet 720Li	600	280*	/	[80]
	800	275*	/	
Nimonic PE16	-150	350	/	[81]
	20	240	/	[82]
Nimonic 105	20	280	/	[81]

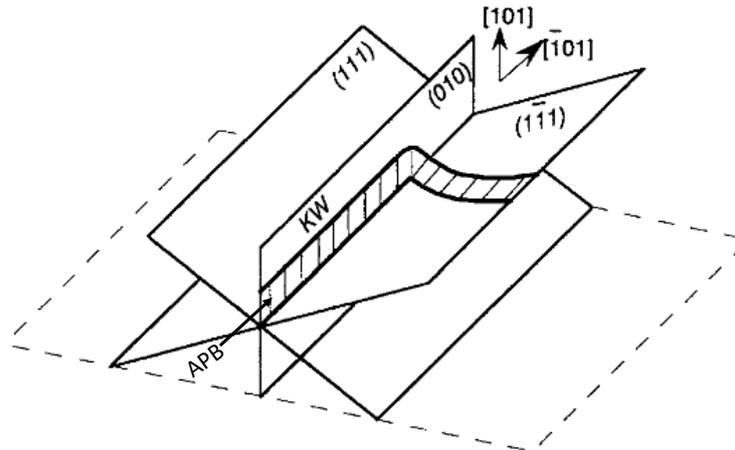


Fig. I.12. Schéma d'un verrou de Kear-Wilford [75]

Faute d'empilement de super-réseau

La dissociation d'une superdislocation peut également entraîner la création de partielles appelées super-Shockley accompagnées d'un défaut d'empilement de super-réseau (FES ou en anglais *Superlattice Stacking Fault*, SSF) :

$$a[\bar{1}01] \rightarrow \frac{a}{3}[\bar{2}11] + \text{FES} + \frac{a}{3}[\bar{1}\bar{1}2]$$

Comme dans la matrice γ , le défaut créé peut être intrinsèque (FEIS, faute d'empilement intrinsèque de super-réseau, ou en anglais *Superlattice Intrinsic Stacking Fault*, SISF) ou extrinsèque (FEES, faute d'empilement extrinsèque de sur-structure, ou en anglais *Superlattice Extrinsic Stacking Fault*, SESF). Dans les deux cas, l'énergie de faute d'empilement de super-réseau est bien plus faible que l'énergie d'APB car aucune liaison interdite n'est créée.

Plusieurs explications ont été proposées pour expliquer le cisaillement des précipités γ' par des super-Shockleys. On peut notamment citer le modèle de Condat et Décamps où le cisaillement d'un précipité par une parfaite de matrice crée une PA. La nucléation d'une partielle de Shockley permet d'abaisser l'énergie du système en supprimant la PA et en formant un défaut d'empilement de super-réseau selon [83] :

$$\frac{a}{2}[\bar{1}01] \rightarrow \frac{a}{3}[\bar{1}\bar{1}2] + \text{FES} + \frac{a}{6}[\bar{1}2\bar{1}]$$

Il en résulte une super-Shockley qui cisaille le précipité en laissant derrière elle une faute d'empilement de super-réseau tandis que le précipité est contourné par une Shockley $\frac{a}{6} < \bar{1}2\bar{1} >$ (Fig. I.13). La nature de la faute semble dépendre du type de sollicitation.

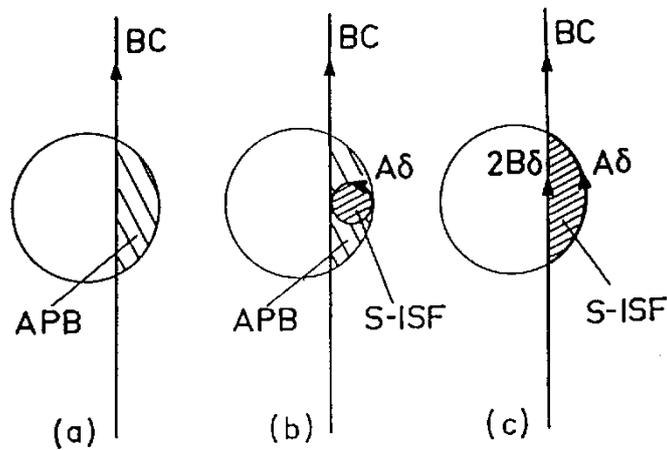


Fig. I.13. Schéma du mécanisme de Condat et Décamps [83] : formation d'une PA (a), nucléation d'une Shockley et formation d'SISF (b), cisaillement du précipité par une super-Shockley (c)

Faute complexe

Une faute complexe (FC, en anglais *Complex Stacking Fault*, CSF) est la superposition d'une faute d'empilement et d'une paroi d'antiphase. Une FC est engendrée par le cisaillement d'un précipité par une partielle de Shockley $\frac{a}{6} \langle 211 \rangle$ résultant de la dissociation d'une parfaite de matrice [84]. Le passage de la partielle de Shockley perturbe non seulement l'ordre chimique mais aussi la séquence d'empilement des plans. La faute complexe étant un défaut de haute énergie, elle sert de point de nucléation pour une FEES qui reste dans le sillage de la partielle (Fig. I.14).

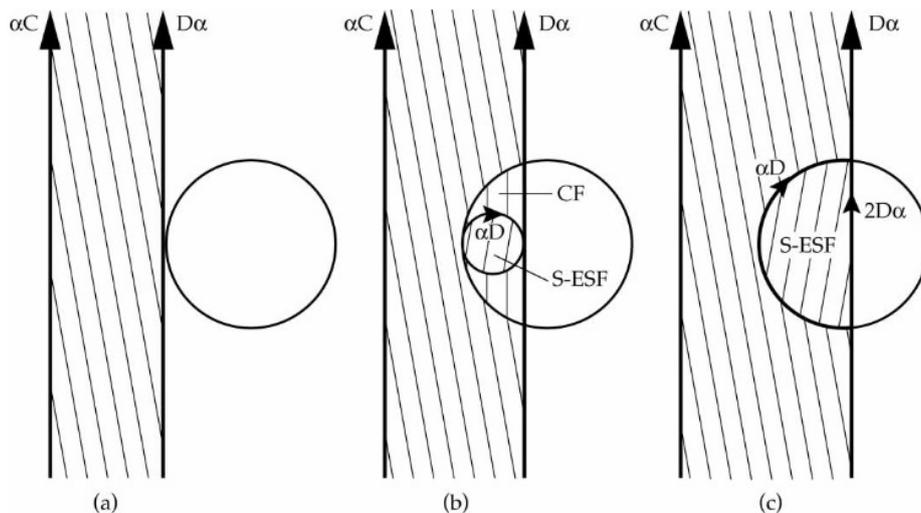


Fig. I.14. Cisaillement d'un précipité par une dislocation $\frac{a}{6} \langle 211 \rangle$ (a) : le passage de la partielle engendre une FC dans le précipité (b) qui se transforme en FEES (c) [84]

I.3.3. Autres mécanismes

Glissement dévié

Nous avons vu précédemment le mécanisme de K-W, qui est un glissement dévié particulier d'une superdislocation vis d'un plan $\{111\}$ vers un plan $\{001\}$. Cependant, dans les matériaux c.f.c. une dislocation glisse habituellement dans les plans denses $\{111\}$. Le glissement dévié (en anglais *Cross-Slip*, *CS*) consiste au passage d'une dislocation vis d'un plan $\{111\}$ à un autre [85]. Dans les superalliages, ces événements ont lieu aux interfaces γ/γ' et donnent un aspect de zig-zag aux dislocations (Fig. I.15). Le glissement dévié permet notamment la propagation des parfaites dans les couloirs et autour des précipités sans les cisailer [86,87].

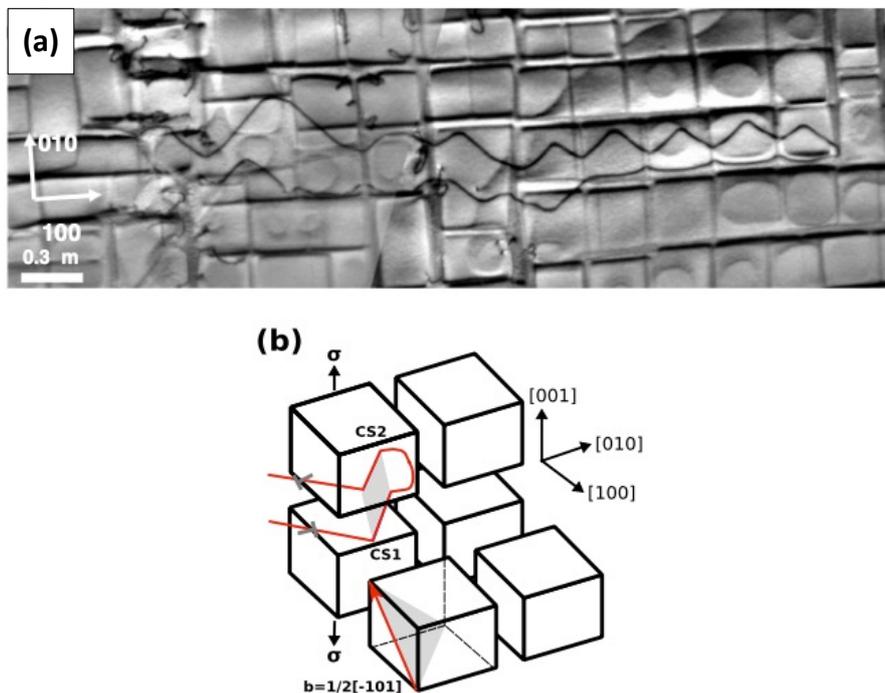


Fig. I.15. Glissement dévié dans un couloir de matrice dans du TMS-138 pendant le fluage primaire (1100 °C, 137 MPa, 2 h, 0.04% [89]) (a) ; Schéma d'une boucle se propageant dans un couloir horizontal. Les glissements déviés (CS1 et CS2) ont lieu à l'interface γ/γ' et donnent un aspect de zig-zag à la dislocation [86] (b)

Montée de dislocations

Le processus de montée de dislocation a lieu lorsqu'une dislocation coin se déplace perpendiculairement à son vecteur de Burgers [85]. Ce processus se fait par la diffusion d'atomes et la diffusion de lacunes de site en site (Fig. I.16). Il est donc nécessaire d'apporter de l'énergie aux atomes pour qu'ils sautent d'une position à l'autre et ce mécanisme n'a donc lieu qu'à haute température (au-delà de $0,6xT_{\text{Fusion}}$ dans la plupart des métaux [88]). Dans les superalliages, la montée de dislocations est un mécanisme particulièrement important à haute et très haute températures pour permettre le mouvement des dislocations le long des interfaces γ/γ' (Fig. I.17) [86,87].

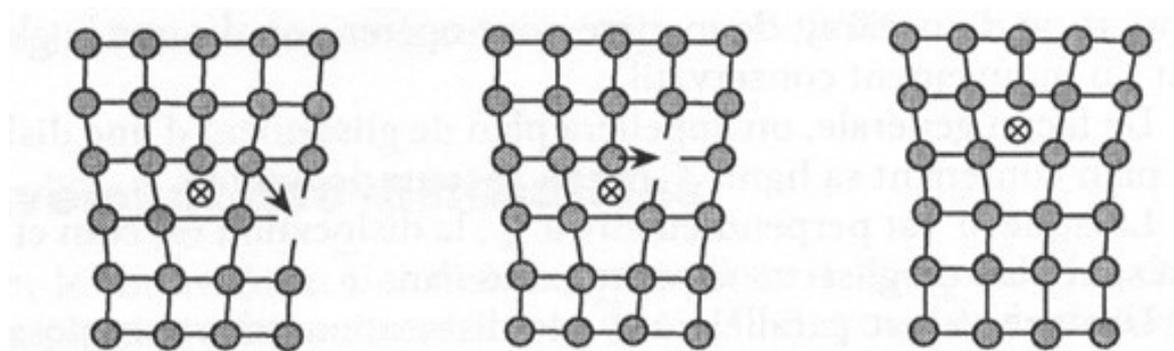


Fig. I.16. Montée d'une dislocation par diffusion de lacunes. La dislocation est montée d'un plan entre la première et la dernière étape [85]

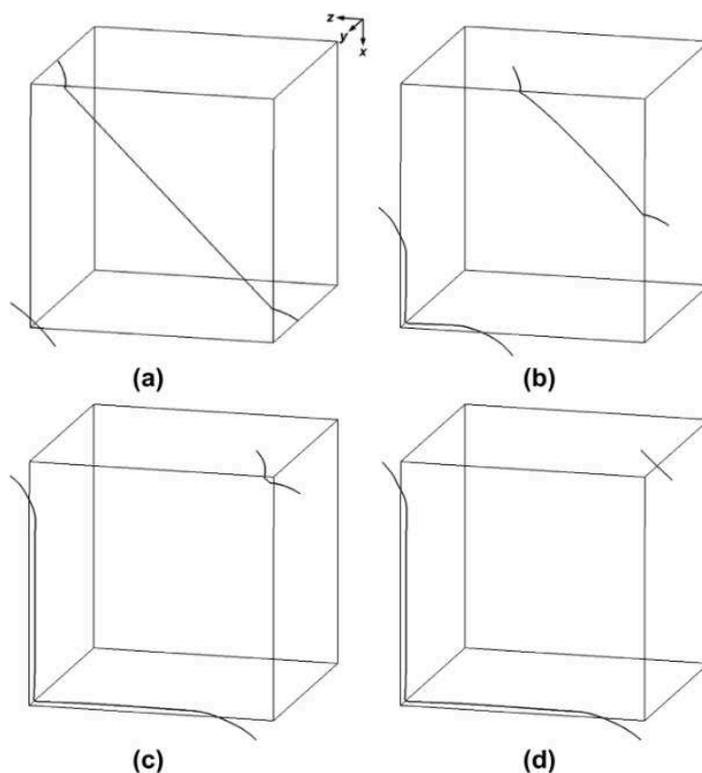


Fig. I.17. Interactions entre une dislocations mixte $\phi = 60^\circ a/2[011](\bar{1}\bar{1}1)$ et un précipité γ' sous une contrainte de 150 MPa selon la direction $y [90]$. Les segments latéraux de la dislocation sont pressés dans les couloirs latéraux quand la dislocation s'approche de l'interface γ/γ' (a). Le segment bloqué par le précipité commence à se déplacer par glissement-montée le long de l'interface (b-c) et finit par se libérer du précipité (d)

I.3.4. Principaux mécanismes de déformation rencontrés par la suite

La Fig. I.18 ci-dessous illustre les principaux mécanismes de déformation rencontrés par la suite dans les superalliages étudiés :

- (1) Cisaillement des précipités par une parfaite de matrice (pas observé dans les faits).
- (2) Glissement et courbure dans un couloir d'une parfaite de matrice.
- (3) Cisaillement des précipités par une paire de parfaites de matrice.
- (4) Cisaillement par une super-Shockley et création d'un défaut d'empilement de super-réseau.
- (5) Dissociation d'une parfaite de matrice en deux partielles de Shockley et création d'une faute d'empilement.

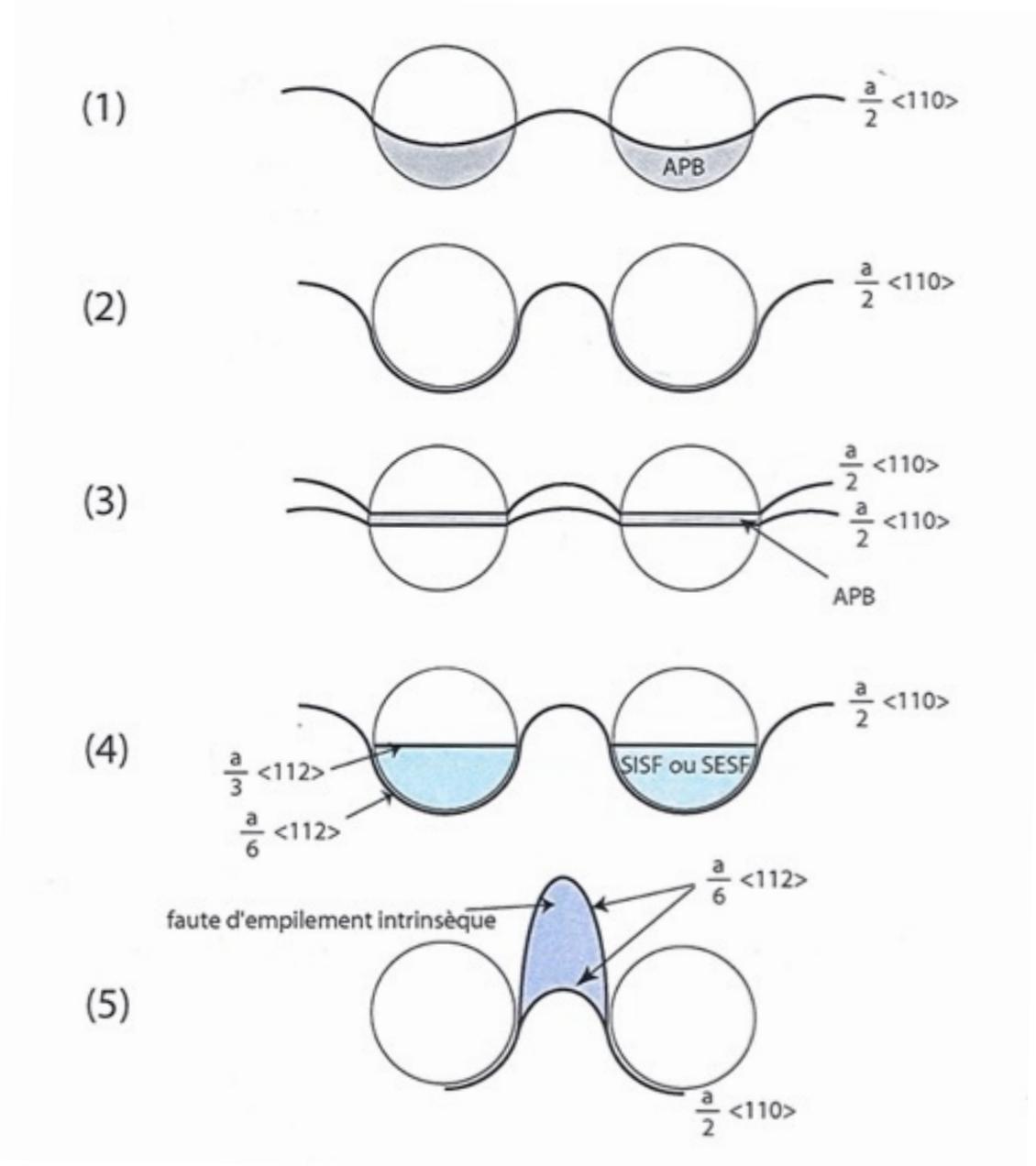


Fig. I.18. Principaux mécanismes de déformation dans les superalliages [91]

I.4. Comportement en traction des superalliages monocristallins

I.4.1. Modes de durcissement

Contrainte d'Orowan et confinement de la plasticité

Dans les superalliages, la déformation débute dans la phase la moins résistante, c'est-à-dire dans la matrice γ . La contrainte d'Orowan correspond à la contrainte minimale à appliquer pour courber les dislocations dans les couloirs de matrice et pour les mettre en mouvement [87,88] :

$$\tau_{Or} = \frac{\mu \cdot b}{L}$$

où b est le vecteur de Burgers de la parfaite, μ le module de cisaillement, L la largeur du couloir. Il apparaît clairement que la morphologie des couloirs de matrice joue un rôle important dans la propagation des parfaites. En effet, plus les couloirs sont étroits, plus la contrainte d'Orowan sera élevée. Des couloirs étroits peuvent également favoriser la dissociation des parfaites et la décorrélation des partielles (Fig. I.19). En effet, la tension de ligne des partielles étant plus faible, une dislocation partielle est plus flexible qu'une parfaite et entre plus facilement dans un couloir de matrice étroit. Dans certains cas, les deux partielles peuvent se déplacer à des vitesses différentes (on parle alors de décorrélation des partielles) et entraîner la formation de larges fautes d'empilement dans la matrice, d'autant plus que l'énergie de faute d'empilement est faible dans les superalliages. Ce mécanisme de mouvement décorrélé a notamment été observé dans les superalliages monocristallins MC2 (Fig. I.19) et MC544 [92,93]. Il a aussi été caractérisé lors d'essais *in situ* dans le superalliage polycristallin NR3 dans des couloirs particulièrement étroits (environ 30 nm de largeur) [91].

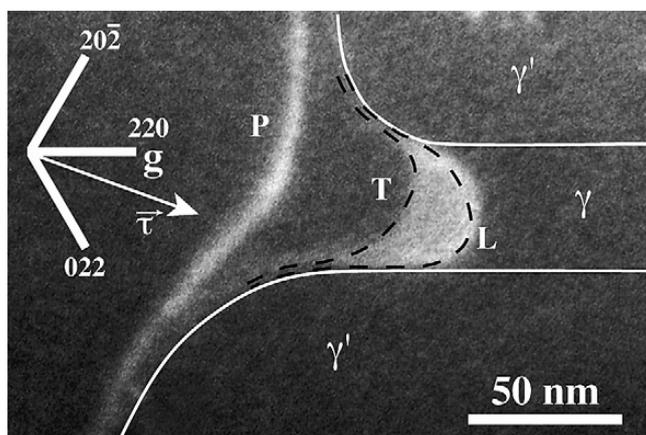


Fig. I.19. Dissociation d'une parfaite (P) en deux partielles (L, Leading, et T, Trailing) et décorrélation des deux partielles à l'entrée d'un couloir de matrice dans du MC2 [92]

L'ajout d'obstacles dans les couloirs de matrice pourrait également venir renforcer le durcissement structural [94]. Ceci peut notamment être fait *via* des traitements thermiques complexes permettant d'obtenir une précipitation bimodale de phase γ' avec des précipités ternaires dans les couloirs de matrice. Cependant, l'étude du CMSX-4 avec des microstructures bimodales a montré qu'entre l'ambiante et 900°C, même si la ductilité était plus importante, la limite d'élasticité était plus faible qu'avec une microstructure classique monomodale [95].

Durcissement par effet d'ordre, rôle de l'énergie de PA

Lorsqu'une dislocation parfaite de matrice cisaille un précipité, elle laisse dans son sillage une PA de haute énergie. Cette PA est effacée par le passage d'une deuxième parfaite, la combinaison des deux parfaites formant une superdislocation. Le durcissement par effet d'ordre résulte ainsi du surcroît d'énergie nécessaire pour que les dislocations pénètrent les précipités. Pour une parfaite de matrice, la contrainte nécessaire équivaut à $\frac{\gamma_{PA}}{b}$ [73]. Pour une paire de parfaites de matrice, la contrainte est divisée par deux et devient $\frac{\gamma_{PA}}{2b}$ [87,96]. En traction à des températures basses ou intermédiaires, le durcissement par effet de PA joue ainsi un rôle majeur [96]. En effet, il a été montré que les alliages avec les plus hautes limites d'élasticité étaient également ceux avec les plus hauts taux en Ta et Ti [5,97], deux éléments connus pour augmenter l'énergie de PA [70,71]. Ce durcissement par effet de PA peut se quantifier *via* la composition chimique. Caron *et al.* ont proposé le rapport $\frac{x_{Ta} + x_{Ti}}{x_{Al}}$ pour quantifier ce durcissement [97]. Plus ce rapport est élevé, plus il y a du Ta et du Ti en substitution d'Al dans Ni_3Al , plus l'énergie de PA est élevée et plus la limite d'élasticité est élevée (Fig. I.20).

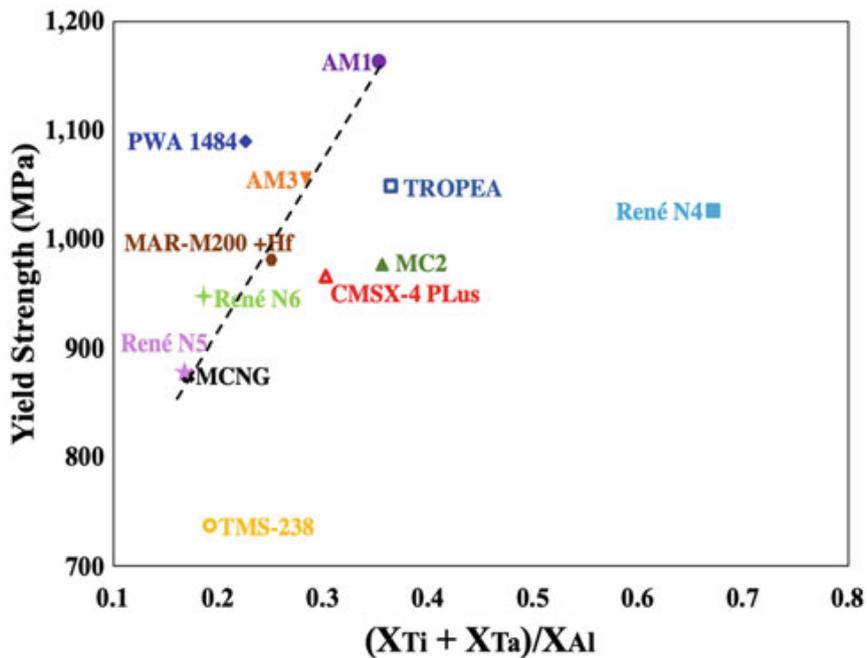


Fig. I.20. Influence du durcissement de γ' sur la limite d'élasticité [5]

Le durcissement par effet d'ordre a également été étudié dans des alliages modèles de phase γ avec différentes teneurs en éléments réfractaires (W, Re et Ru) [33,98]. Des expériences de diffraction de neutrons ont montré l'existence d'un ordre à courte distance de type $(1 \frac{1}{2} 0)$ dans la phase γ des superalliages. L'ordre à courte distance s'oppose aux mouvements des dislocations et ce, jusqu'à 750°C. Les principaux éléments responsables de cet ordre sont Cr, Mo et W, l'influence du Re et du Ru n'étant pas clairement définie [33].

Durcissement en solution solide

Comme vu précédemment, beaucoup d'éléments d'addition servent, entre autres, au durcissement en solution solide de la phase γ . Le durcissement par solution solide a pour origine la différence de rayon atomique entre les atomes de soluté et ceux de la matrice [99–101]. La composition chimique et le paramètre de maille sont reliés par le coefficient de Vegard ε_a :

$$|\varepsilon_a| = \left| \frac{1}{a} \cdot \frac{da}{dc} \right|$$

où a est le paramètre cristallin du nickel et c est la concentration en soluté. Le taux de durcissement $d\sigma/dc$ (c'est-à-dire, la variation de limite d'élasticité pour une concentration donnée en soluté) est lui-même relié linéairement au coefficient de Vegard. La Fig. I.21 montre l'évolution de la limite d'élasticité du nickel à 77 K pour 1% de soluté en fonction du coefficient de Vegard. Il ressort de cette étude le classement des éléments les plus durcissants : Zr > Hf > Ta, Nb > W, Ti, Mo, Ru > Cr > Co

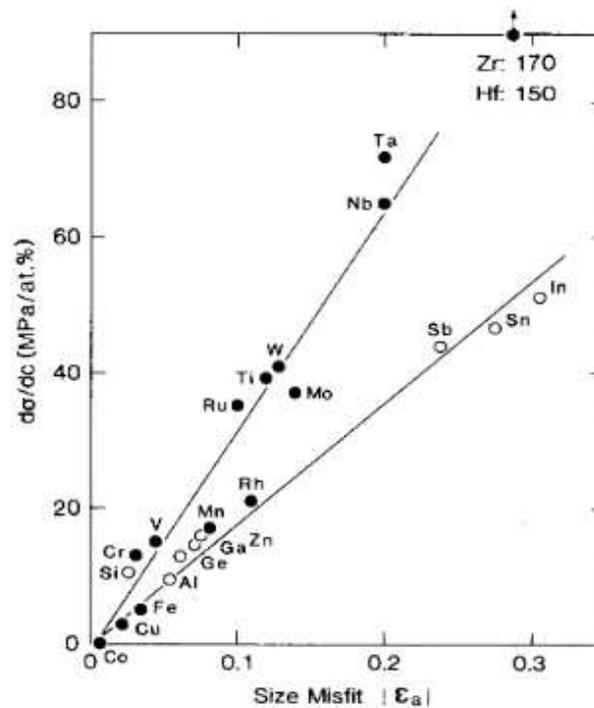


Fig. I.21. Relation entre la hausse de limite d'élasticité et le coefficient de Vegard $|\varepsilon_a|$ pour 1% at. de soluté à 77 K [99]

Il convient de garder à l'esprit les partitions préférentielles qui existent dans les superalliages pour interpréter ce classement. Hf et Zr sont absents ou en très petites quantités dans les superalliages monocristallins. Ta, Nb et Ti se répartissent préférentiellement dans la phase γ' . Ils participent donc peu au durcissement de la matrice. En revanche, W, Mo et Ru participent de manière plus certaine au durcissement de la matrice. L'effet durcissant du Cr est moins marqué mais cet élément est habituellement présent à des teneurs plus élevées dans les superalliages monocristallins. Ces effets sont cependant observés dans des alliages binaires. Dans le cas d'alliages base nickel complexes, le durcissement en solution solide peut être estimé grâce à la relation de Gypen-Deruyttere [101,102] :

$$\Delta\sigma = \left(\sum_i k_i^{1/n} c_i \right)^n$$

où c_i est la concentration en soluté, k_i est le coefficient de durcissement associé à un soluté et n est un coefficient (égal à $\frac{1}{2}$ dans le cas du nickel).

Le durcissement par solution solide s'observe aussi dans la phase γ' , les éléments avec les plus forts taux de durcissement étant : $Hf > Ta > Nb > W > Mo > Ti, V$ [103]. La remarque précédente est aussi valable dans ce cas, ces observations ont été réalisées sur des alliages ternaires. La relation de Gypen-Deruyttere n'a pas été étendue au alliages Ni_3Al mais il est tout de même possible d'estimer le durcissement de la phase γ' à partir des taux de durcissement $d\sigma/dc$ [104,105] :

$$\Delta\sigma = \sum_i c_i \left(\frac{d\sigma}{dc}\right)_i$$

Durcissement dû à l'écart des modules d'élasticité

En plus de durcir les phases γ/γ' , l'ajout d'éléments modifie également leurs constantes d'élasticité respectives. Les travaux de Mishima *et al.* sur des alliages binaires et ternaires indiquent les effets que peuvent avoir les différents éléments dans les superalliages. Des ajouts de Co, W et Ru augmentent le module d'Young du Ni tandis que l'Al, le Ti, le Ta et le Nb le diminuent. Cr et Mo font peu varier le module d'Young du Ni [99]. Concernant Ni_3Al , des ajouts de Ti, de Ta, de W et de Mo augmentent le module d'Young [103].

Le durcissement dû à l'écart des modules d'élasticité résulte de l'écart entre les modules d'Young de la matrice et les précipités. Cependant, comme récapitulé Tab. I.6, les constantes élastiques des phases γ et γ' sont très proches (même à 650 °C). L'effet de l'écart des modules d'élasticité est donc assez faible, en particulier comparé aux autres modes de durcissement [106].

Tab. I.6. Valeurs de constantes d'élasticité de différents superalliages (en GPa)

Alliage	T (°C)	c_{11}^Y	c_{12}^Y	c_{44}^Y	$c_{11}^{Y'}$	$c_{12}^{Y'}$	$c_{44}^{Y'}$	Réf.
Ni	20	252	151	125	/	/	/	[107]
	500	223	146	105				
Ni_3Al	20	/	/	/	225	149	124	[108]
	630				199	136	106	
$Ni_{76}Al_{22}Ta_2$	20	/	/	/	229	150	125	[109]
CMSX-3	20	243	153	129	224	139	123	[110]
	650	216	144	106	192	129	99	
CMSX-4	20	260	165	138	249	160	127	[111]
	650	228	160	109	224	148	108	

Influence de l'écart paramétrique

Le durcissement par le *misfit* (résultant de l'écart paramétrique entre γ et γ') a pour origine les interactions entre les dislocations et les contraintes de cohérence entre les précipités et la matrice. Dans le cas d'un écart paramétrique négatif (ce qui le cas pour la plupart des superalliages base Ni monocristallins), le paramètre de maille de la phase γ' est plus petit que celui de la matrice γ . Les précipités se retrouvent alors en tension alors que la matrice est en compression (Fig. I.22). Comme, la déformation s'initie dans la matrice, il est nécessaire de surmonter cette contrainte de compression pour permettre aux dislocations de passer l'interface γ/γ' . Enfin, l'application d'une contrainte selon $[001]$ combinée au désaccord paramétrique est également susceptible de modifier la déformation, en augmentant la contrainte de compression dans les canaux horizontaux et en la diminuant dans les canaux verticaux (Fig. I.23). Cette différence entre les différents couloirs explique notamment pourquoi la déformation s'initie dans les couloirs horizontaux[32].

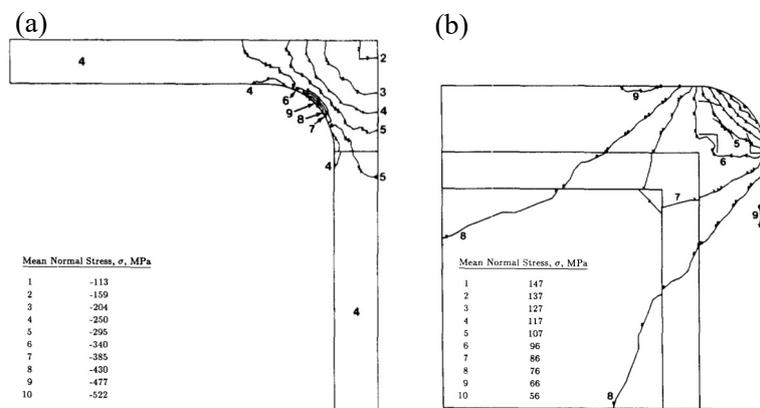


Fig. I.22. Distribution des contraintes dans les phases γ (a) et γ' (b) associées au désaccord paramétrique du CMSX-3 avant déformation $[110]$

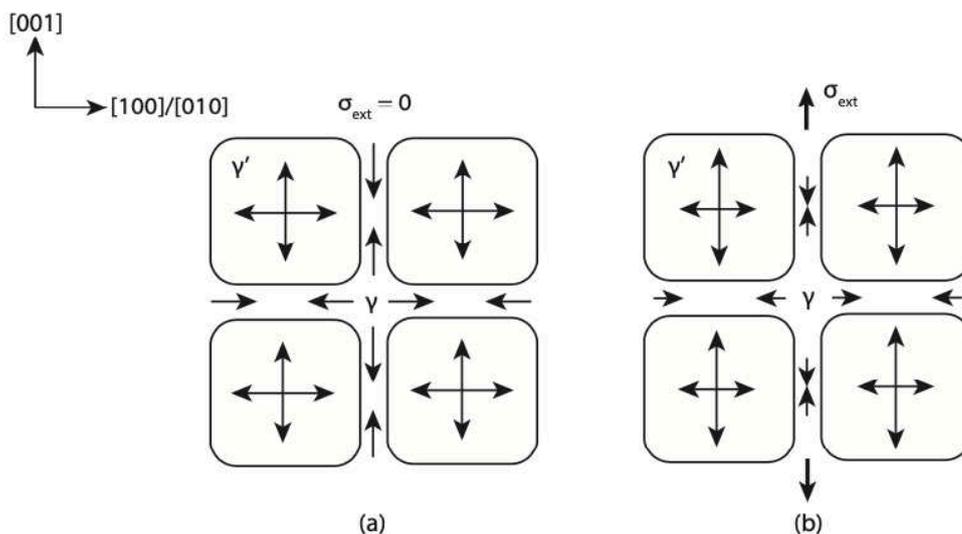


Fig. I.23. Désaccord paramétrique négatif dans un superalliage (a). L'application d'une contrainte externe selon $[001]$ modifie les états de contrainte dans les canaux γ horizontaux et verticaux [32]

I.4.2. Influence de la température sur le comportement en traction et les mécanismes de déformation

Les superalliages montrent une anomalie de comportement en traction lorsque la température augmente depuis l'ambiante. Un pic de résistance maximale est ainsi observé vers 750-800 °C. L'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température peut ainsi se décomposer en trois domaines (Fig. I.24) :

- Entre l'ambiante et 400-500 °C, la limite d'élasticité reste stable voire diminue un peu.
- La limite d'élasticité augmente et atteint un maximum vers 750-800 °C. Pour rappel, la plupart des essais de traction présentés par la suite de ce travail ont été réalisés à 650 °C.
- Au-delà de 800°C et du pic de résistance, la limite d'élasticité diminue rapidement.

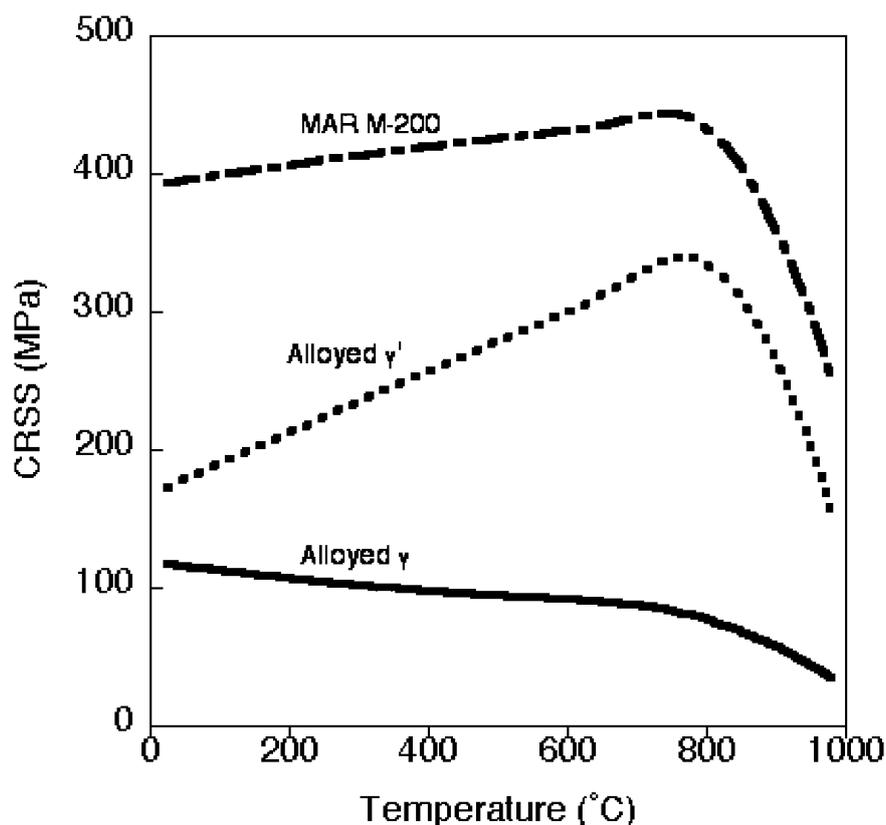


Fig. I.24. Évolution de la scission critique résolue (CRSS) du MAR-M200 et de ses phases γ et γ' en fonction de la température [112]

Comportement à basse température (20°C-500°C)

A température ambiante, la déformation s'initie dans la phase γ avec un glissement de dislocations de type $a/2\langle 110 \rangle \{111\}$. Lorsque la contrainte locale au niveau de l'interface γ/γ' est suffisante, les dislocations parfaites de matrice s'apparient en superdislocations $a\langle 110 \rangle \{111\}$ pour cisailer les précipités. La propagation des dislocations est très localisée, les dislocations se propageant dans des bandes de glissement avec l'activation d'un seul système de glissement. Ce caractère localisé de la déformation s'observe à différentes échelles. L'observation à la loupe binoculaire de la surface d'éprouvettes déformées révèle la présence de traces de glissement correspondant à des plans $\{111\}$.

En traction à basses températures, la déformation se caractérise par un plateau quand la limite d'élasticité est atteinte (Fig. I.26). Ce plateau est causé par le caractère hétérogène de la déformation. Celle-ci se localise dans des bandes de glissement et se propage dans les zones non déformées du matériau à contrainte constante. Quand tout le fut de l'éprouvette a été déformé et qu'un second système (ou plus) de déformation s'active, les interactions entre dislocations entraînent la fin du plateau et la consolidation du matériau. L'étude du CMSX-4 et du TMS-138A à température ambiante à différents stades de déformation a montré que les dislocations commençaient à glisser dans les canaux horizontaux de phase γ avant même que la limite d'élasticité ne soit atteinte (Fig. I.25). Une fois celle-ci dépassée, des dislocations apparaissent dans la phase γ' , ce qui suggère que la limite d'élasticité correspond au moment où les dislocations s'apparient pour pénétrer dans les précipités [32].

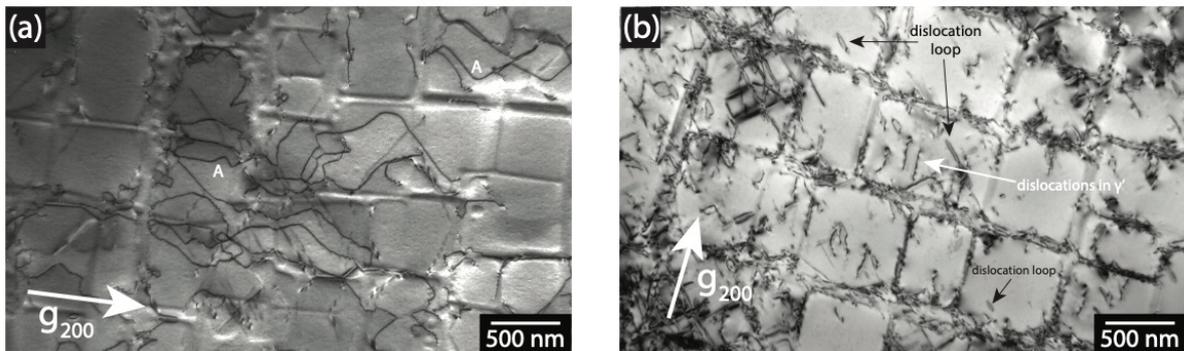


Fig. I.25. Microstructure de déformation du CMSX-4 à température ambiante avant la limite d'élasticité (a) et à la limite d'élasticité (b) [32]

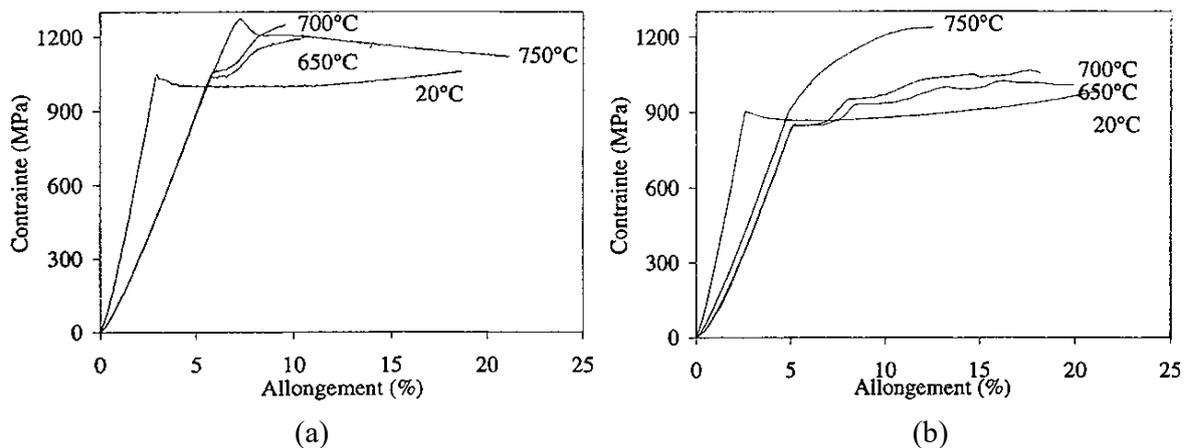


Fig. I.26. Courbes de traction de l'AM1 (a) et du MC-NG (b) à 20 °C, 650 °C, 700 °C et 950 °C [12]

Comportement à des températures intermédiaires (500°C-800°C)

A partir de 500-600 °C, la limite d'élasticité augmente progressivement et atteint un maximum vers 750-800 °C. Comme à basse température, la déformation plastique commence avec un plateau d'écoulement dans la plupart des alliages (Fig. I.26). Mais de manière générale, le plateau est plus court et le durcissement est plus important qu'à température ambiante. C'est aussi dans ce domaine de température que certains alliages présentent un comportement en traction atypique avec un très fort taux de durcissement et une ductilité faible. Le cas du TMS-238 est présenté Fig. I.27. Ce comportement a pu être observé aussi bien sur des alliages de 1^{ère} génération (PWA 1480 et René N4) [5,17] que sur des alliages avancés contenant du ruthénium (MC-NG, TMS-138A, TMS-238) [5,12,32].

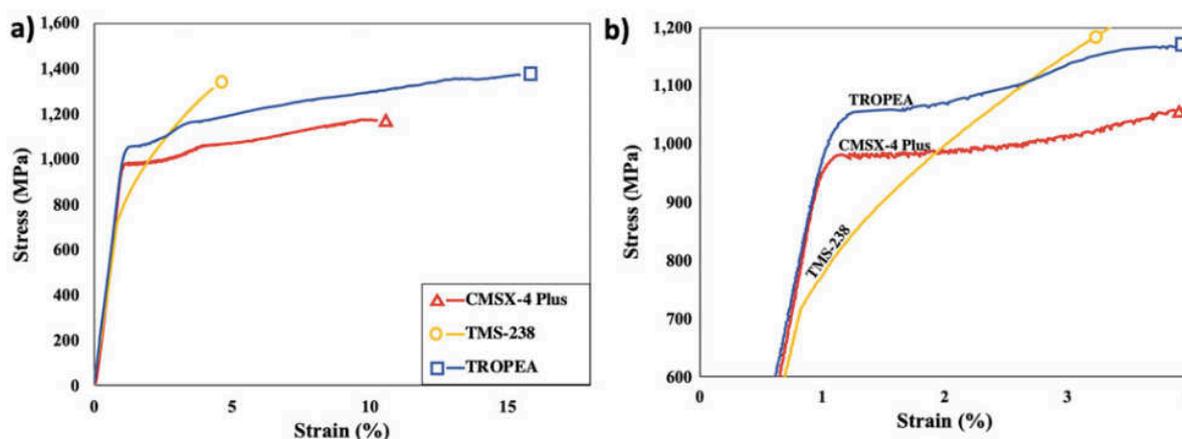


Fig. I.27. Courbe de traction à 650 °C/5.10⁻⁴ s⁻¹ des alliages CMSX-4 Plus, TROPEA et TMS-238 (a), avec un grandissement autour de la limite d'élasticité (b). Le TMS-238 a un comportement atypique comparé aux alliages CMSX-4 Plus et TROPEA [5]

Dans cette gamme de température, les mécanismes de déformation en traction ont principalement été analysés dans des alliages de première génération, en particulier dans le René N4 [113], le CMSX-2 [114], le PWA 1480 [14], le SRR99 [73,115], l'AM1 [12] et plus récemment dans le CMSX-4 [32]. Les mécanismes de déformation dans cette gamme de température sont similaires à ceux rencontrés à plus basses températures : la déformation débute dans la matrice avec des dislocations de caractère vis ou 60° glissant dans des plans {111}. Le caractère des dislocations dans la matrice est imposé par la géométrie des canaux et des précipités. En effet, le glissement des parfaites dans les plans {111} et le long des interfaces γ/γ' contraint celles-ci à prendre un caractère vis ou 60° en fonction de l'orientation du couloir de matrice (Fig. I.28). Lorsque la contrainte locale est suffisante, les dislocations s'apparient ensuite aux interfaces γ/γ' pour cisailer les précipités. La déformation est également localisée dans des bandes de glissement où se concentrent les dislocations et un seul système de glissement est activé (Fig. I.29 et Fig. I.30) [12,32,73]. Des fautes d'empilement de super-réseau peuvent être observées occasionnellement, bien que ce mode de déformation soit plutôt observé en fluage (Fig. I.31) [32,116].

Cependant, des différences existent avec le comportement à plus basse température. L'augmentation de la température s'accompagne d'une augmentation de la fréquence d'activation des verrous de KW dans les précipités γ' . Les verrous de KW sont notamment cités pour être à l'origine de l'anomalie de limite d'élasticité [88]. Les verrous de KW sont également à l'origine des boucles observées dans la phase γ' [32,87]. En pénétrant dans les précipités γ' , les segments vis des superdislocations peuvent se verrouiller *via* un verrou de KW. Ces

segments bloqués peuvent se combiner avec un autre segment de superdislocation, qui serait bloqué dans le même plan derrière le verrou de KW, et ainsi former une boucle, d'après le mécanisme présenté Fig. I.32. Ces boucles constituant des obstacles à l'écoulement, elles forcent les dislocations à se déplacer dans des plans non déformés, élargissant les bandes de glissement. La déformation se propage ainsi pendant tout le plateau de déformation et celui-ci se termine quand tout le volume de matière a été déformé [32,36].

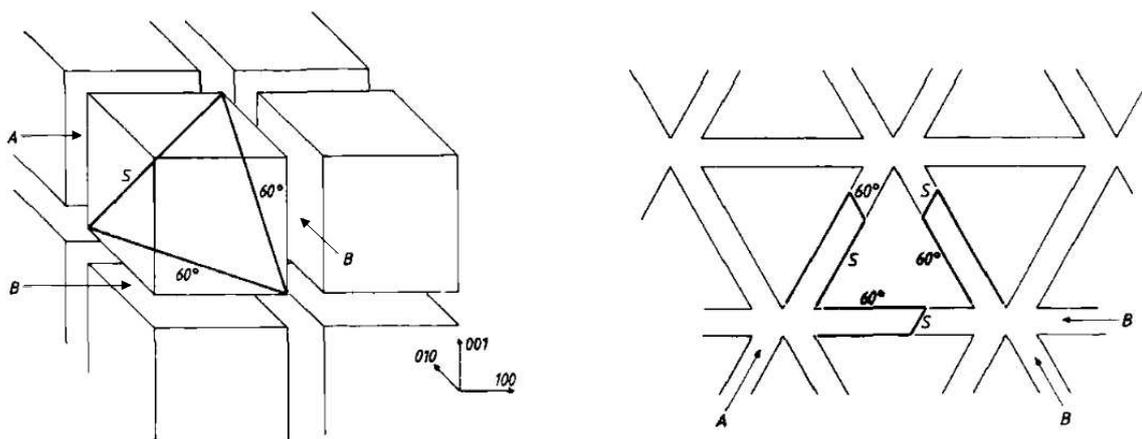


Fig. I.28. Caractère des dislocations parfaites de matrice. Deux types de couloirs de matrice (A et B) sont identifiés. Dans les couloirs B, les dislocations vis peuvent glisser et créent des segments mixtes (60°) le long des interfaces γ/γ' . Dans les couloirs A, les dislocations mixtes peuvent glisser et créent des segments vis le long des interfaces γ/γ' [73]

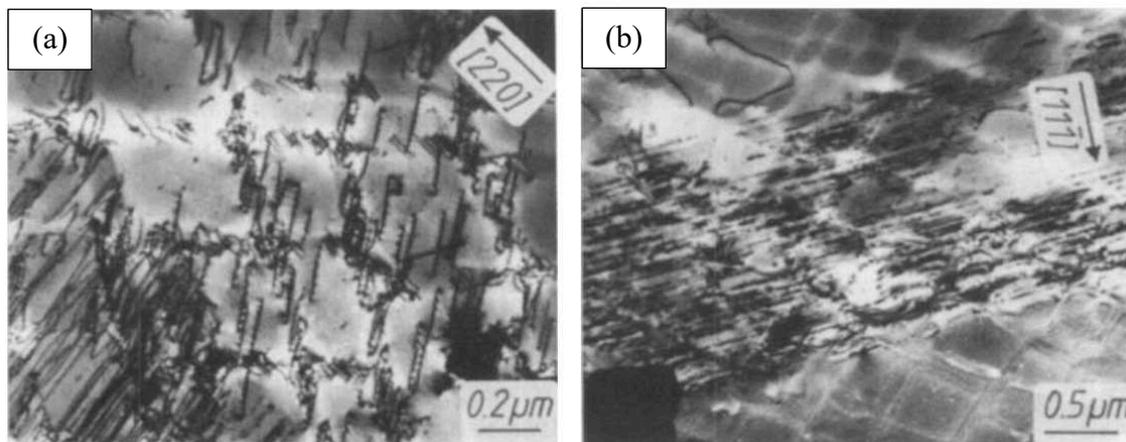


Fig. I.29. Dislocations parfaites vis (a) et bande de glissement (b) dans le SRR99 ($\epsilon_p = 1\%$, 550 °C) [73]

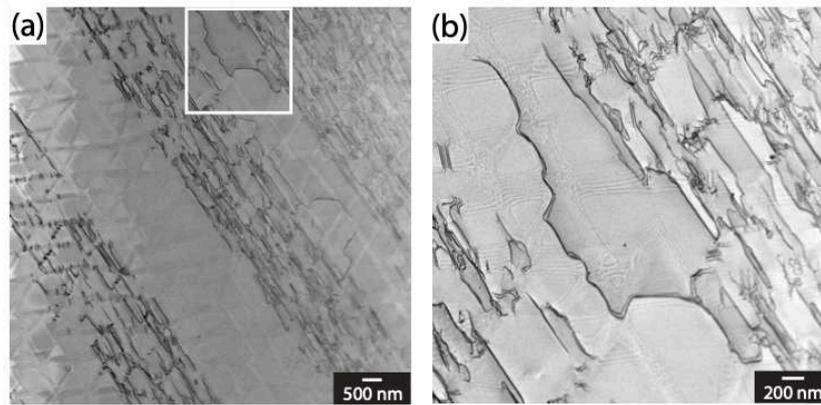


Fig. I.30. Bandes de glissement dans le CMSX-4 (a) avec un grandissement autour de la zone marquée (b) ($\epsilon = 1,8\%$, $750\text{ }^{\circ}\text{C}$, découpe dans un plan $\{111\}$) [32]

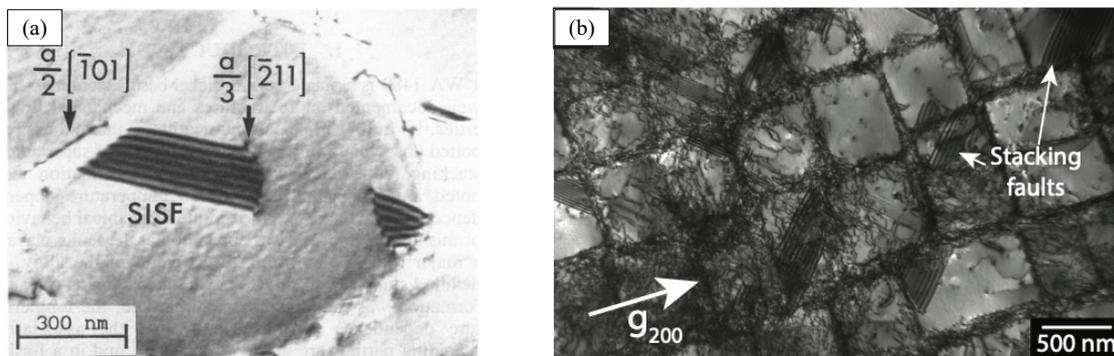


Fig. I.31. Fautes d'empilement de super-réseau dans le PWA 1480 ($\epsilon_p = 0,26\%$, $760\text{ }^{\circ}\text{C}$) (a) et le CMSX-4 ($\epsilon = 7\%$, $750\text{ }^{\circ}\text{C}$) (b) [14,32]

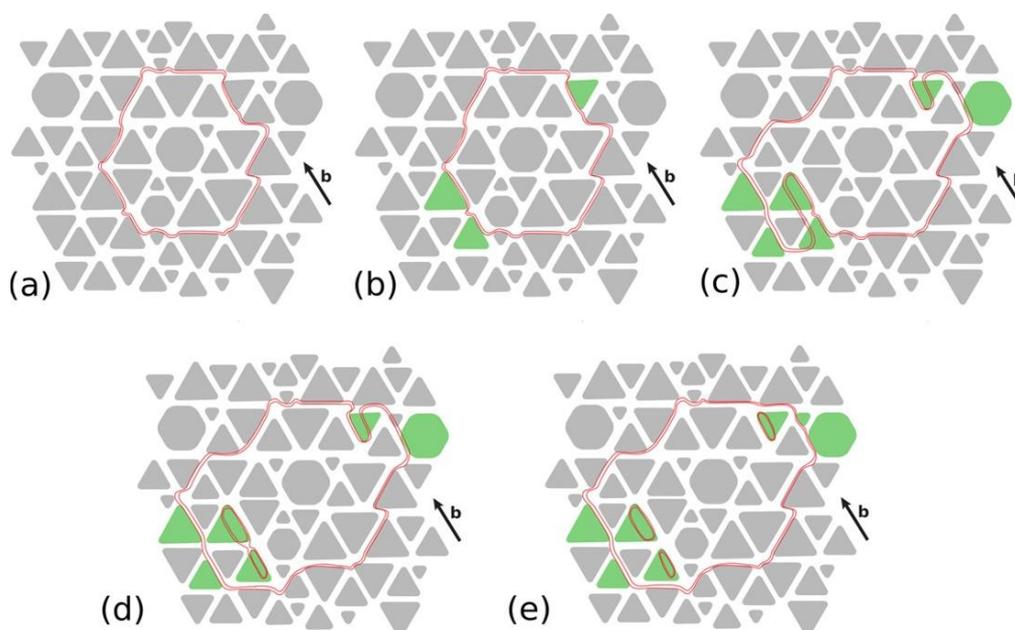


Fig. I.32. Schéma de formation de dipôles. Les précipités verts correspondent à ceux adjacents à des superdislocations vis et sont donc favorables à la formation de verrous de KW et de dipôles [87]

L'origine du durcissement de certains alliages est encore peu comprise, en particulier dans les alliages de 1^{ère} génération. Dans le cas des alliages de 4^{ème}, 5^{ème} et 6^{ème} génération, le durcissement semble être lié à leur composition chimique. En effet, l'analyse des mécanismes de déformation de ces alliages a révélé l'activation de plusieurs systèmes de glissement ainsi que la présence de fautes d'empilement dans la matrice provenant de la dissociation de dislocations parfaites et de la décorrélation des partielles. De telles FE sont présentées Fig. I.33. [63,93,117–119].

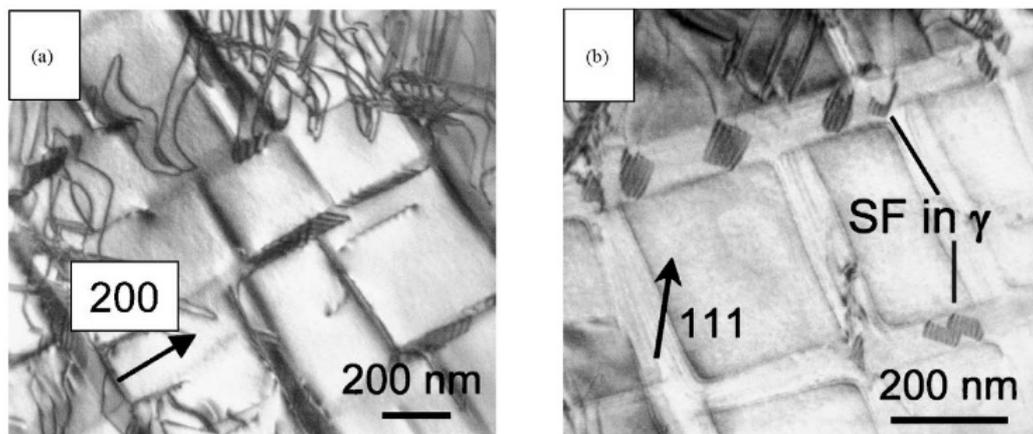


Fig. I.33. Fautes d'empilement (SF) dans le TMS-138 après rupture en fatigue oligocyclique ($\sigma^* = 600$ MPa, 800 °C) [117]

Comportement au-delà du pic de résistance

Au-delà du pic d'anomalie de la limite d'élasticité, cette dernière diminue rapidement avec la température. Le passage du pic de résistance correspond à un changement de mode de déformation en passant d'une déformation de type cisaillement des précipités à contournement des précipités (Fig. I.34). La déformation devient plus homogène dans le matériau et ne se confine plus dans des bandes de glissement. La déformation a lieu majoritairement dans la matrice, même si du cisaillement des précipités peut encore être observé entre 750 °C et 1000 °C (Fig. I.35). Plusieurs facteurs permettent d'expliquer comment l'augmentation de la température entraîne la baisse de la limite d'élasticité et le changement des mécanismes de déformation. L'augmentation de la température facilite la formation de verrous de KW, qui vont rendre le cisaillement des précipités plus difficile, et la montée des dislocations aux interfaces γ/γ' . Elle favorise donc le contournement des précipités. De plus, au-delà de 850°C, la fraction volumique de phase γ' commence à diminuer ce qui entraîne l'élargissement des canaux de matrice γ et donc la diminution de la contrainte d'Orowan. La composition de la phase γ est donc particulièrement importante dans ce domaine de température. En effet, la présence d'éléments réfractaires (en particulier le Re) permet de durcir par solution solide la matrice et d'augmenter le *misfit*, réduisant la mobilité des dislocations et freinant la montée des dislocations. Le *misfit* conditionne en effet le réseau de dislocations qui se forment à l'interface γ/γ' et un *misfit* élevé est susceptible d'engendrer un réseau plus dense et donc de retarder la limite d'élasticité [93].

Les courbes de traction à haute température se caractérisent souvent par une relaxation de la contrainte au début de la déformation plastique, suivie d'un durcissement du matériau (Fig. I.36). Comme à plus basse température, la déformation s'initie dans les couloirs

horizontaux et cette baisse de la contrainte est associée à la montée des dislocations dans les couloirs verticaux et au cisaillement des précipités [32,115].

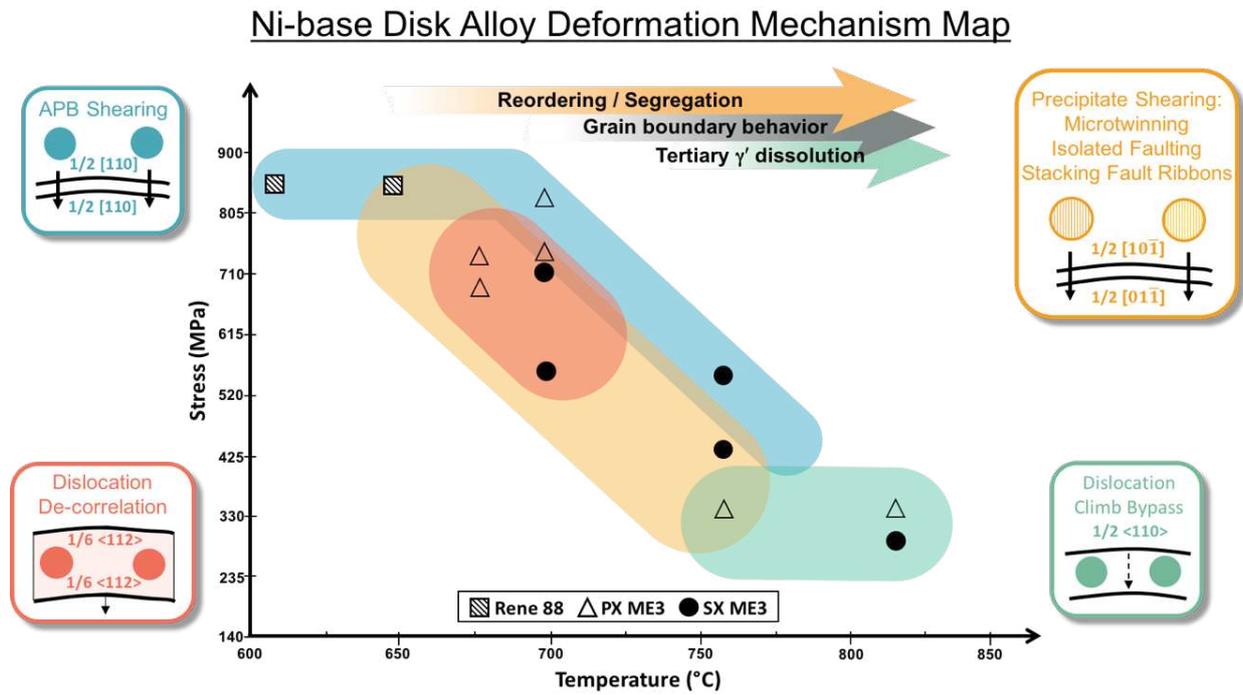


Fig. I.34. Influence de la température et de la contrainte sur les mécanismes de déformation des superalliages pour disques [120]

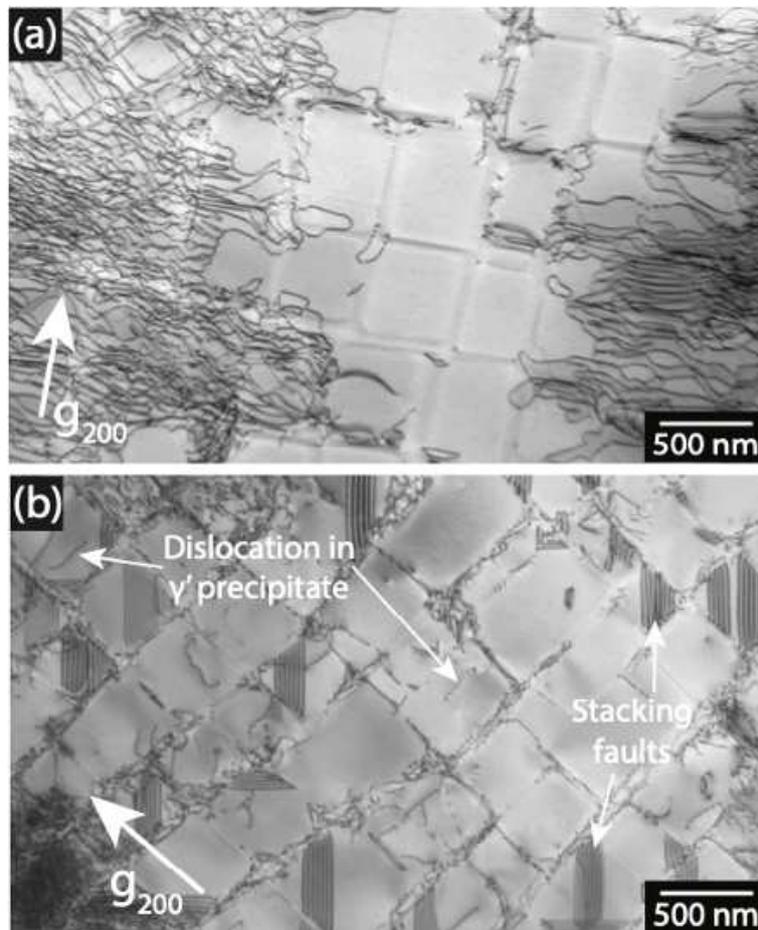


Fig. I.35. Microstructure de déformation du CMSX-4 après essai interrompu avant (a) et à la limite (b) d'élasticité à $850\text{ °C}/\dot{\epsilon} = 10^{-4}\text{ s}^{-1}$. Même si du cisaillement par des superdislocations et par des partielles est observé au début de la plasticité, la déformation reste majoritairement confinée dans la matrice.

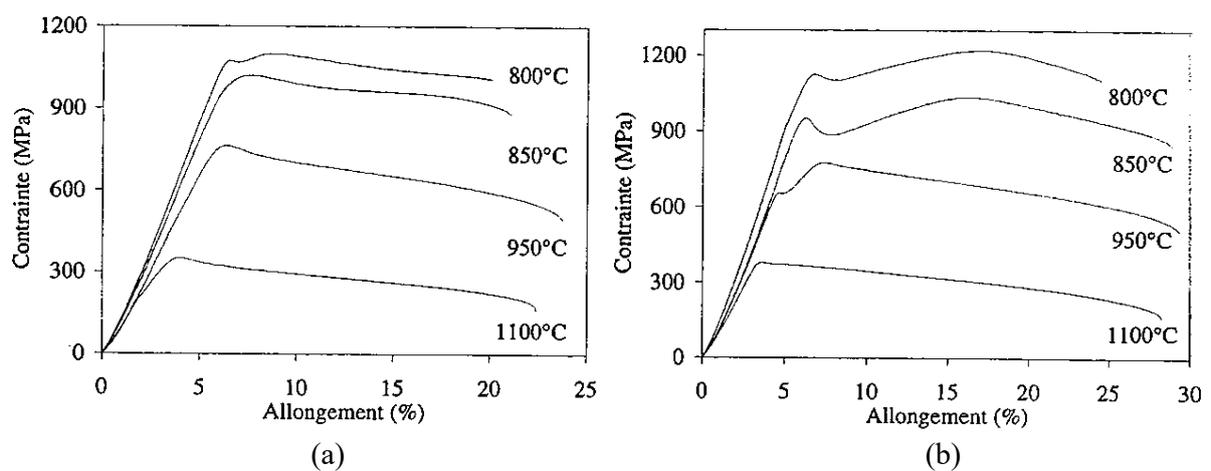


Fig. I.36. Courbes de traction de l'AM1 (a) et du MG-NG (b) à 800 °C , 850 °C , 950 °C et 1100 °C [12]

I.4.3. Influence de la microstructure

La taille des précipités γ' et leur fraction volumique sont des paramètres connus pour influencer les propriétés mécaniques des superalliages monocristallins. Cependant, leurs effets sur les propriétés en traction ne sont pas clairement identifiés dans la littérature. En effet, l'étude des alliages PWA 1480 (Fig. I.37.a), AM1 et THYMONEL 8 a montré qu'une taille de précipités plus petite permettait d'augmenter la limite d'élasticité, et ce de l'ambiante jusqu'à haute température [12,121,122]. De manière similaire, l'étude d'alliages à grains colonnaires à température ambiante a montré qu'une microstructure plus fine permettait d'augmenter la limite d'élasticité [12,123,124]. Des essais de compression à température ambiante et à 750 °C ont également montré sur le SRR99 que des précipités plus fins augmentaient la limite d'élasticité [125]. La principale hypothèse avancée est qu'une taille de précipités plus petite s'accompagne de couloirs de matrice plus fins, d'où une contrainte d'Orowan plus élevée et une limite d'élasticité plus haute.

Cependant, ces résultats s'opposent à ceux de Sengupta *et al.* dans le CMSX-4 et qui ont observé, qu'entre 600 et 900 °C, l'augmentation de la taille des précipités s'accompagnait d'une hausse de la limite d'élasticité (Fig. I.37.b) [126]. L'hypothèse avancée dans leur étude est qu'il est plus simple de former des verrous de KW dans des précipités plus larges. Ils sont alors plus difficiles à cisailer, d'où une limite d'élasticité plus élevée.

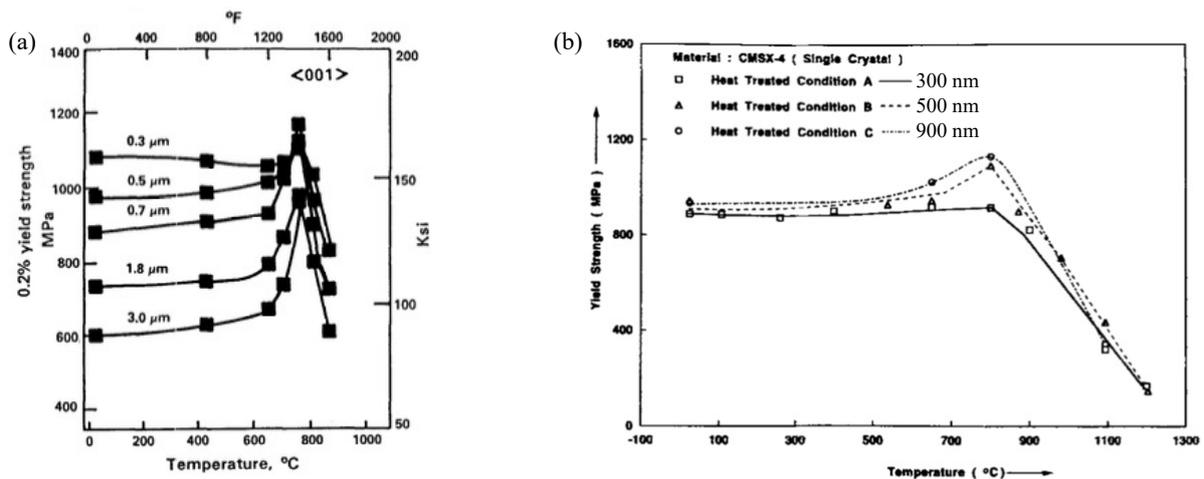


Fig. I.37. Influence de la taille des précipités sur la limite d'élasticité : du PWA 1480 (a), du CMSX-4 (b) [121,126]

I.5. Résumé

Les superalliages monocristallins base nickel sont devenus les matériaux de référence pour l'élaboration des aubes de turbine grâce à leurs excellentes propriétés mécaniques à haute température. Ces matériaux sont caractérisés par une microstructure biphasée γ/γ' . La fraction volumique de phase γ' est élevée (environ 60-70 % à 650 °C) et, après traitements thermiques standards, celle-ci précipite sous forme de cubes de 400-500 nm de côté. La composition chimique des superalliages monocristallins est complexe (en général une dizaine d'éléments) et elle a évolué à travers 6 générations pour incorporer de plus en plus de rhénium, puis de ruthénium.

Les mécanismes de déformation sont nombreux et dépendent notamment de la température, de la vitesse de déformation et de la contrainte appliquée, mais aussi de la composition chimique et de la microstructure. Dans le cas de cette étude, c'est-à-dire en traction

à 650 °C, les mécanismes attendus sont les suivants. La déformation s'initie dans la phase γ avec des dislocations parfaites $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$. Les parfaites s'apparient ensuite à l'interface γ/γ' pour former des superdislocations $a\langle 110 \rangle$ et cisailer les précipités. La déformation est localisée dans des bandes de glissement, séparés par des zones avec quasiment aucune dislocation. Cependant, différents mécanismes, peuvent ralentir le mouvement des dislocations. Dans la matrice, un rétrécissement de largeur des couloirs peut retarder la mise en mouvement des parfaites et, combiné à une faible énergie de FE, favoriser leur dissociation. De plus, la pénétration des précipités par les paires de parfaites dépend de l'énergie de PA et donc de la composition de la phase γ' . Lors d'un essai de traction à 650 °C, la limite d'élasticité apparaît correspondre à l'appariement des parfaites et au début du cisaillement des précipités. Dans la plupart des cas, ce cisaillement est localisé dans des bandes de glissement et leur propagation et leur multiplication s'effectue à contrainte constante, d'où le plateau d'écoulement observé sur les courbes de traction. Cependant, ce plateau n'est pas observé dans tous les alliages, et certains présentent un durcissement important. Différents modes de durcissement influencent la mobilité des dislocations. Les contributions les plus significatives apparaissent provenir du durcissement par effet d'ordre et de l'effet de la microstructure, en particulier de la largeur des couloirs.

Afin de mieux comprendre l'influence de la composition chimique sur les micromécanismes de déformation et donc sur les écarts de limite d'élasticité et sur le durcissement des superalliages à température intermédiaire, 18 superalliages monocristallins ont été testés en traction à 650 °C dans le cadre de cette thèse. Ces différents matériaux, ainsi que les techniques expérimentales employées pour les étudier, sont présentés dans le Chapitre 2. Leurs propriétés mécaniques en traction à 650 °C sont résumées dans le Chapitre 3. Le Chapitre 4 présente une analyse des micromécanismes de déformation observés dans les principaux alliages de cette étude. Les principaux modes de durcissement dans les superalliages sont comparés dans le Chapitre 5 afin d'expliquer les écarts de limites d'élasticité observés dans le Chapitre 3 et dans la littérature. Les contributions du durcissement par effet d'ordre et de la composition chimique de la phase γ' sont notamment développés. Enfin, le Chapitre 6 se focalise sur certaines caractéristiques du TMS-238 (en particulier la composition de sa phase γ , très riche en Re et en Ru) afin d'expliquer son écrouissage particulier.

Chapitre II

Matériaux étudiés et techniques expérimentales

Ce chapitre présente les caractéristiques des superalliages monocristallins étudiés (composition chimique, traitement thermique et microstructure) et la méthodologie utilisée pour réaliser les essais de traction. Ce chapitre se termine enfin par une présentation des techniques de microscopie en transmission utilisées pour caractériser la composition chimique et les micromécanismes de déformation de nos matériaux.

II. Matériaux étudiés et techniques expérimentales

II.1. Superaliages étudiés

II.1.1. Composition chimique

Les propriétés en traction à 650°C de 18 superalliages monocristallins différents ont été étudiées au cours de ce travail de thèse. Leurs compositions sont données Tab. II.1. Ces alliages ont été sélectionnés afin de balayer l'ensemble des différentes compositions chimiques rencontrées dans les superalliages monocristallins et de comparer leurs différences de comportement en traction. Des alliages classiques comme l'AM1, le CMSX-4 et le René N5 ont été testés. Mais des alliages avec des compositions chimiques plus atypiques ont également été étudiés. On peut citer notamment les alliages PWA 1480 (très riche en Ta), RR 2000 (très riche en Ti), TMS-238 (très riche en Re et en Ru) ou bien TROPEA (alliage contenant du Pt).

La plupart de ces alliages sont utilisés dans des turbomoteurs ou dans des turbines terrestres de génération d'énergie actuellement en service. L'alliage MC-NG est un alliage resté au stade expérimental. Les alliages CMSX-4 Plus, TMS-238 et TROPEA sont des alliages récents, encore au stade expérimental mais envisagés pour des applications futures.

Tab. II.1. Composition chimique des superalliages testés en traction (%m.)

Alliage	Génération	Ni	Co	Cr	Mo	W	Al	Ta	Ti	Nb	V	Re	Ru	Pt	Hf	C	B	Zr
MAR-M200 + Hf		Bal 9,50	8,60	/	11,80	4,90	/	1,90	1,00	/	/	/	/	/	1,60	0,15	0,02	0,05
CM 247 LC		Bal 9,00	8,00	0,50	10,00	5,60	3,20	0,70	/	/	/	/	/	/	1,40	0,07	0,02	0,01
AM1		Bal 6,70	7,60	2,00	5,60	5,30	8,00	1,20	/	/	/	/	/	/	0,05	/	/	/
AM3		Bal 5,50	8,00	2,20	5,00	6,00	3,50	2,00	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
RR2000	1	Bal 15,00	10,00	3,00	/	5,50	/	4,00	/	1,00	/	/	/	/	/	/	/	/
PWA 1480		Bal 5,00	10,00	/	4,00	5,00	12,00	1,50	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
René N4		Bal 7,50	9,80	1,50	6,00	4,20	4,80	3,50	0,50	/	/	/	/	/	0,1	0,05	/	/
MC2		Bal 5,00	8,00	2,00	8,00	5,00	6,00	1,50	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
LEK 94		Bal 7,50	6,00	2,10	3,50	6,50	2,30	1,00	/	/	2,50	/	/	/	/	/	/	/
CMSX-4		Bal 9,70	6,40	0,60	6,40	5,60	6,50	1,10	/	/	2,90	/	/	/	0,10	/	/	/
PWA 1484	2	Bal 10,00	5,00	1,0	5,90	5,70	8,6	/	/	/	3,00	/	/	/	0,10	/	/	/
René N5		Bal 7,50	7,00	1,50	5,00	6,20	6,50	/	/	/	3,00	/	/	/	0,15	0,05	/	/
CMSX-4 Plus		Bal 10,00	3,50	0,60	6,00	5,70	8,00	0,85	/	/	4,80	/	/	/	0,10	/	/	/
René N6	3	Bal 12,00	4,00	1,00	6,00	5,80	7,00	/	/	/	5,40	/	/	/	0,15	0,05	/	/
CMSX-10N		Bal 3,00	1,50	0,40	5,00	5,80	8,00	0,10	0,05	/	7,00	/	/	/	/	/	/	/
MC-NG	4	Bal /	4,00	1,00	5,00	6,00	5,00	0,50	/	/	4,00	4,00	/	0,10	/	/	/	
TMS-238	6	Bal 6,50	4,60	1,10	4,00	5,90	7,60	/	/	/	6,40	5,00	/	0,10	/	/	/	
TROPEA	/	Bal 8,90	6,40	0,60	6,10	5,40	9,10	1,00	/	/	1,00	/	1,95	0,08	/	/	/	

II.1.2. Élaboration et traitement thermique

Les matériaux testés ont été obtenus par solidification dirigée par fonderie Bridgman sous forme de barreau avec un diamètre variant de 12 à 18 mm. Dans le cas présent, la désorientation primaire de l'axe [001] par rapport à l'axe des barreaux est inférieure à 7° pour tous les alliages sauf pour le TMS-238. Concernant cet alliage, des désorientations allant de 3° à 19,5° ont été testées.

Chaque superalliage a été traité avec son traitement thermique de référence dans l'industrie, indiqué Tab. II.2. Les matériaux ont été reçus soit totalement traités, soit bruts de fonderie. Dans ce dernier cas, la mise en solution et les revenus successifs ont été effectués à l'aide de fours Nabetherm 1750 et 1800 à l'institut Pprime. La température de traitement thermique est contrôlée à l'aide de thermocouples type S, avec une précision de +/- 3 °C. Des traitements thermiques plus atypiques comprenant des trempes ou des revenus plus longs ont également été réalisés à l'aide de ces mêmes fours.

Tab. II.2. Fournisseur et traitement thermique standard de chaque superalliage testé (AQ, Air Quench i.e. Trempe à l'air/SAE, Safran Aircraft Engine/SHE, Safran Helicopter Engine)

Alliage	Fournisseur	Mise en solution	Revenu 1	Revenu 2
MAR-M200 + Hf	SAE	1240 °C/4h/AQ	1100 °C/5h/AQ	870 °C/16h/AQ
CM 247 LC	MTU Aero Engines	Confidentiel	1080 °C/4h/AQ	870 °C/16h/AQ
AM1	SAE	1300 °C/3h/AQ	1100 °C/5h/AQ	870 °C/16h/AQ
AM3	SHE	1300 °C/3 h/AQ	1080 °C/6 h/AQ	870 °C/16 h/AQ
RR 2000	SHE	1260 °C/4h	1100 °C/1h/AQ	870 °C/16h/AQ
PWA 1480	MTU Aero Engines	1300 °C/10h/AQ	1080 °C/4h/AQ	870 °C/24h/AQ
René N4	GE Research	Confidentiel	1079 °C/4 h/AQ	899 °C/4h/AQ
MC2	SHE	1300 °C/3 h/AQ	1080 °C/6 h/AQ	870 °C/16h/AQ
LEK 94	MTU Aero Engines	Confidentiel	1080 °C/5h/AQ	900 °C/8h/AQ
CMSX-4	SHE	1321 °C/2h/AQ	1100 °C/4h/AQ	870 °C/20h/AQ
PWA 1484	Safran Tech	1338 °C/10h/AQ	1080 °C/4h/AQ	871 °C/32h/AQ
René N5	GE Research	Confidentiel	1080 °C/6h/AQ	900 °C/4h/AQ
CMSX-4 Plus	Cannon-Muskegon	1340 °C/15h/AQ	1163°C/3/AQ +1100°C/4h/AQ	870 °C/20h/AQ
René N6	Safran Tech	Confidentiel	Confidentiel	Confidentiel
CMSX-10N	Cannon-Muskegon	1371 °C/19,1h/AQ	1152 °C/6h/AQ	871 °C/20h/AQ
MC-NG	SHE	1340 °C/10h/AQ	1100 °C/4h/AQ	870 °C/16h/AQ
TMS-238	NIMS	1345 °C/20h/AQ	1150 °C/2h/AQ	870 °C/20h/AQ
TROPEA	Safran Tech	1300 °C/24h/AQ	1200 °C/1h/AQ	870 °C/16h/AQ

II.1.3. Caractérisation de la microstructure

Les observations de microstructures ont été faites sur des échantillons de matière non déformée issus des chutes d'usinage ou découpés dans les têtes des éprouvettes de traction, Les découpes ont été faites perpendiculairement à l'axe [001]. Les échantillons sont d'abord polis avec des papiers abrasifs SiC de plus en plus fins (granulométrie : P180 à P4000) puis avec des solutions diamantées de 3 µm et 1 µm. La microstructure γ/γ' est révélée grâce à une attaque chimique à l'eau régale (1/3 d'acide nitrique pour 2/3 d'acide chlorhydrique). Les observations ont été faites à l'aide d'un microscope électronique à balayage JEOL JSM-7000F équipé d'un

canon FEG (*Field Emission Gun*), sous une tension de 25 kV et avec une distance de travail d'environ 10 mm. Les microstructures en cœur de dendrite et en zone interdendritique ont été caractérisées (Fig. II.1). Les microstructures ont été analysées à l'aide du logiciel FIJI. La méthode utilisée est détaillée en Annexe 1. La plupart des alliages ont une microstructure similaire avec une taille de précipités comprise entre 350 et 500 nm et environ 65% de fraction volumique de phase γ' (Tab. II.3). La présence d'eutectique résiduel a pu être observée dans les alliages PWA 1480, AM1, René N4, René N5, CMSX-4 Plus et TROPEA. Des carbures ont été observés dans les alliages MAR-M200+Hf, CM 247 LC, René N4 et René N5. Des PTC ont été observées en cœur de dendrites dans le CMSX-10N.

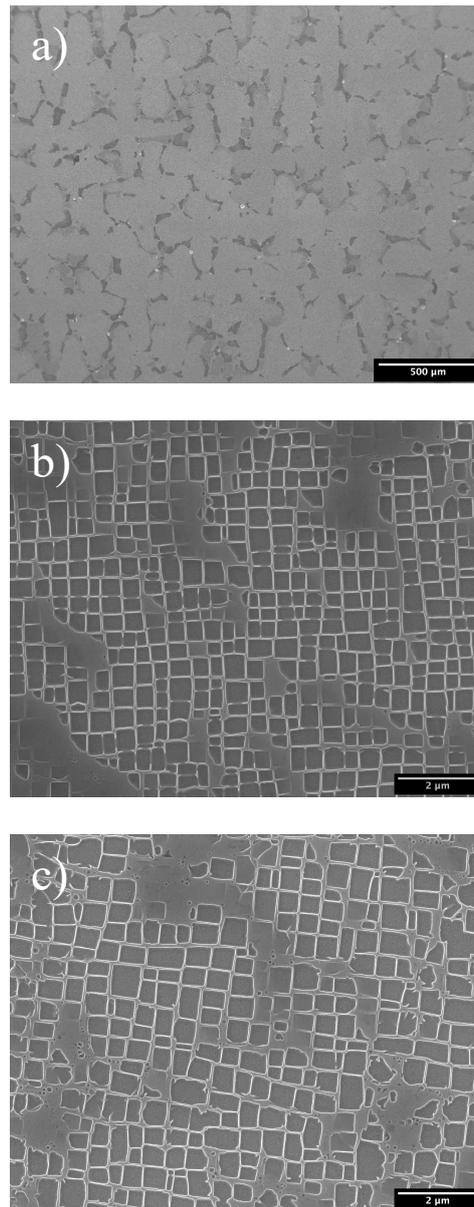


Fig. II.1. Microstructure de TROPEA : structure dendrite/interdendrite (a). Après traitement thermique : microstructure γ/γ' en cœur de dendrite (b) et en zone interdendritique (c)

Tab. II.3. Caractéristiques microstructurales des superalliages étudiés après traitement thermique

Alliage	Taille des précipités γ' (nm)		Largeur de canaux de matrice (nm)	Fraction volumique de phase γ' (%)
	Cœur de dendrite	Zones Interdendritique		
MAR-M200 + Hf	364 ± 111	/	101	0.48
CM 247 LC	385 ± 86	533 ± 113	102	0.49
AM1	330 ± 76	386 ± 114	56	0.62
AM3	363 ± 107	/	79	0.55
RR2000	301 ± 61	324 ± 81	51	0.63
PWA1480	416 ± 131	468 ± 157	74	0.61
René N4	357 ± 142	383 ± 134	80	/
MC2	390 ± 160	451 ± 240	72	/
LEK 94	359 ± 94	481 ± 123	66	0.60
CMSX-4	358 ± 108	408 ± 127	58	0.64
PWA1484	227 ± 65	404 ± 123	43	/
René N5	430 ± 103	441 ± 182	69	0.64
CMSX-4 Plus	504 ± 139	562 ± 180	69	0.68
René N6	311 ± 69	350 ± 95	55	0.63
CMSX-10N	332 ± 86	408 ± 127	48	0.65
MC-NG	299 ± 85	371 ± 131	52	0.62
TMS-238	228 ± 54	263 ± 61	34	0.66
TROPEA	366 ± 101	412 ± 113	57	0.65

II.2. Propriétés mécaniques des superalliages étudiés

II.2.1. Géométrie des éprouvettes

La géométrie des éprouvettes utilisées en traction est la même que celle utilisée classiquement pour les essais de fluage à l'institut Pprime. Les éprouvettes sont prélevées par électroérosion le long de la direction [001] puis usinées par tournage à commande numérique à l'atelier mécanique de l'ISAE-ENSMA. Les fût des éprouvettes a une longueur utile de 14 mm pour un diamètre de 4 mm (Fig. II.2). Avant essai, la surface utile est systématiquement polie avec des papiers abrasifs SiC (de P320 à P4000), de manière à retirer environ 0,15 mm d'épaisseur. Cet enlèvement de matière en surface est nécessaire pour retirer la couche superficielle, écrouie par l'usinage et susceptible d'influencer le comportement en traction (Fig. II.3).

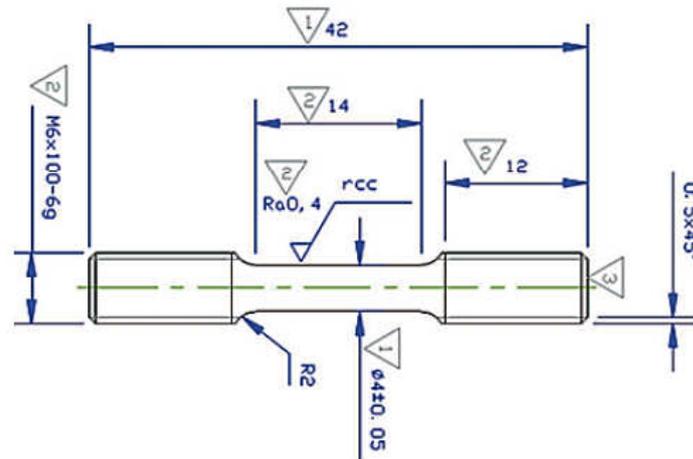


Fig. II.2. Dimensions des éprouvettes de traction/fluage

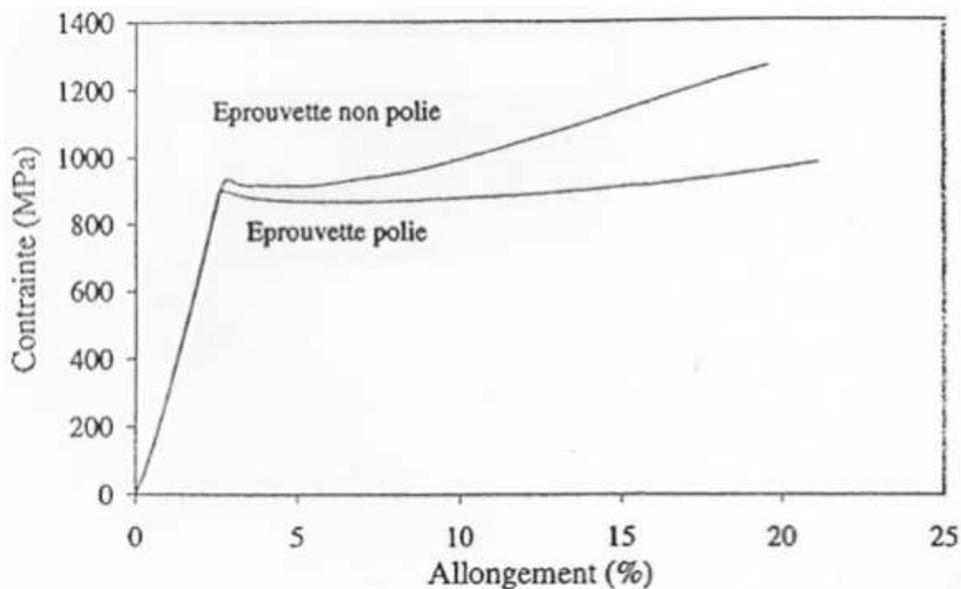


Fig. II.3. Influence du polissage de la surface l'éprouvette sur la courbe de traction du MC-NG à température ambiante [12]

II.2.2. Essais de traction à haute température

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine de traction électromécanique Instron 8562 équipée d'un four à résistance (Fig. II.4). Le four est séparé en deux zones chauffantes, résultant en un écart de ± 2 °C entre le centre et les extrémités de l'éprouvette. La température du four est contrôlée à l'aide de thermocouples type S. La montée en température est effectuée en contrôle de charge (charge de 0,1 kN) afin d'éviter la mise en compression de l'éprouvette lors de la dilatation thermique de l'installation. L'essai de traction est effectué une fois la température stabilisée, à une vitesse de déformation de $5,0 \times 10^{-4}$ s⁻¹. La mesure de déformation est faite à l'aide d'un extensomètre haute température en céramique. Cet extensomètre est positionné avant la chauffe et est retiré avant la fin de l'essai de traction afin de ne pas perturber la rupture de l'éprouvette. La déformation jusqu'à la fin de l'essai est alors suivie avec le déplacement de la traverse de la machine de traction.

Différents types d'essai de traction ont été réalisés : à rupture, interrompu à $\epsilon_p = 1\%$ et interrompu à $\epsilon_p = 0,5\%$. Dans ces deux derniers cas, la méthode consiste à mettre l'essai en pause dès que la limite d'élasticité est atteinte, à calculer le déplacement à atteindre pour obtenir la déformation plastique souhaitée ($\epsilon_p = 0,5\%$ ou 1%), et à relancer l'essai jusqu'au déplacement souhaité. Le refroidissement des essais interrompus s'effectue sous une charge de 5 kN pour minimiser les phénomènes de relaxation. Tous les essais réalisés sont résumés Tab. II.4.

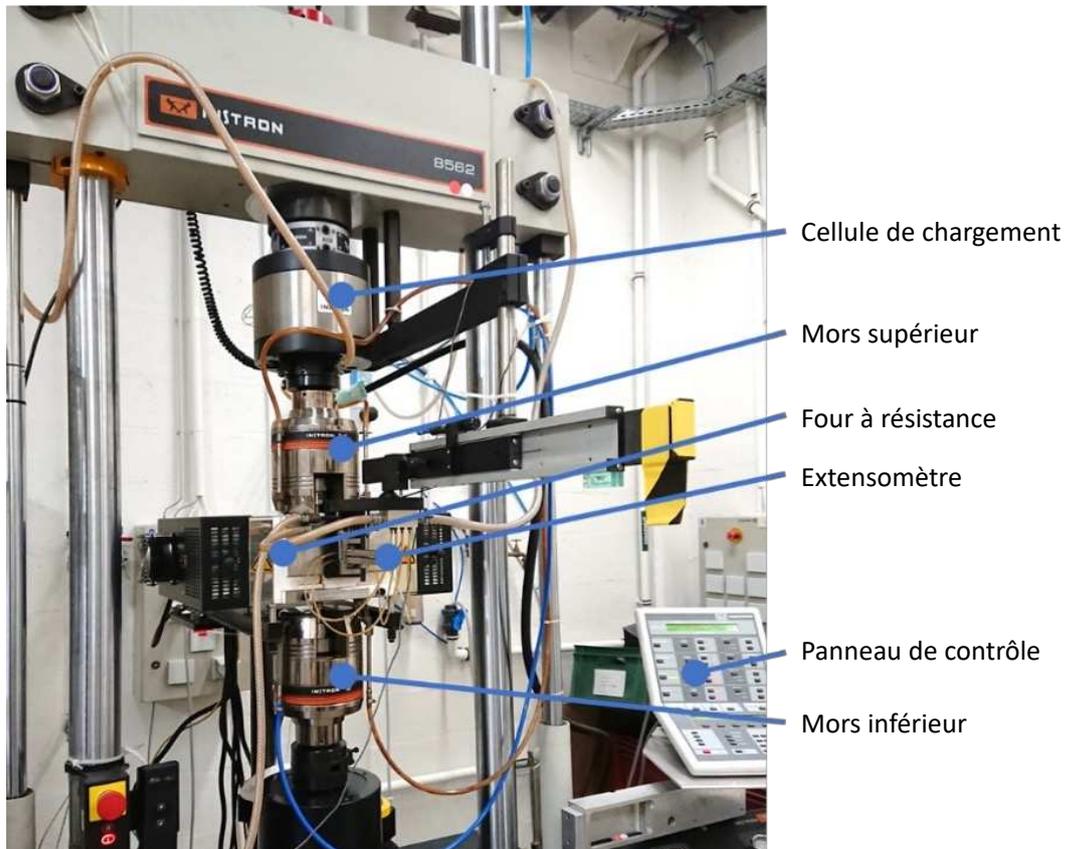


Fig. II.4. Machine de traction électromécanique Instron 8562 [127]

Tab. II.4. Résumé des essais de traction réalisés

Alliage	Essai à rupture	Essai interrompu à $\epsilon_p = 1\%$	Essai interrompu à $\epsilon_p = 0,5\%$
MAR-M200 + Hf	x		
CM 247 LC	x		
AM1	x	x	
AM3	x		
RR2000	x	x	x
PWA 1480	x	x	x
René N4	x		
MC2	x		
LEK 94	x	x	x
CMSX-4	x	x	x
PWA 1484	x		
René N5	x		
CMSX-4 Plus	x	x	
René N6	x		
CMSX-10N	x	x	
MC-NG	x	x	x
TMS-238	x	x	
TROPEA	x	x	x

II.3. Microscopie électronique en transmission

II.3.1. Préparation des échantillons

Les lames minces pour les observations *post mortem* en microscopie en transmission sont préparées à partir de découpes par électroérosion d'environ 1 mm d'épaisseur. Elles sont prélevées dans la zone utile des éprouvettes déformées à 1% et 0,5%, perpendiculairement à l'axe de sollicitation. Les échantillons extraits sont d'abord découpés en morceaux d'environ 2x2 mm puis sont amincis *via* deux polissages successifs.

Le premier amincissement est un polissage mécanique avec un papier abrasif jusqu'à obtenir une épaisseur de 20 μm . Les lames sont ensuite collées entre deux diaphragmes en Pt et amincies jusqu'à formation d'un trou dans la lame. Cette deuxième étape est réalisée par un polissage électrolytique réalisé dans un Struers TenuPol. Pour la plupart des alliages, l'électrolyte utilisé est une solution de 5% d'acide perchlorique dans du méthanol. L'amincissement se fait à -30 °C sous une tension de 20-40 V. Pour les alliages contenant du ruthénium (MC-NG et TMS-238) un autre électrolyte a été utilisé : 10% d'acide perchlorique et 45% d'acide acétique dans du méthanol, à -10 °C sous 35 V.

II.3.2. Observations *post mortem*

Les observations des dislocations et des mécanismes de déformation ont été réalisées sur un microscope JEOL 2010 équipé d'un filament LaB₆ sous une tension d'accélération de 200 kV (Fig. II.5). La détermination du vecteur de Burgers des dislocations nécessite de prendre plusieurs images sous différents vecteurs diffractants g en champ clair et en champ sombre-faisceau faible. L'indexation des dislocations est réalisée en se basant sur le critère d'invisibilité : $|g \cdot b| = 0$ où g est le vecteur diffractant et b le vecteur de Burgers étudié [128]. L'analyse des dislocations partielles se base sur les critères d'invisibilité suivants : $|g \cdot b| = 0, \pm 1/3, -2/3$ et $4/3$ [129,130]. La détermination du plan de glissement s'appuie sur l'analyse de la projection stéréographique de l'échantillon examiné (Fig. II.6) et sur la détermination de la trace des dislocations sur les clichés.

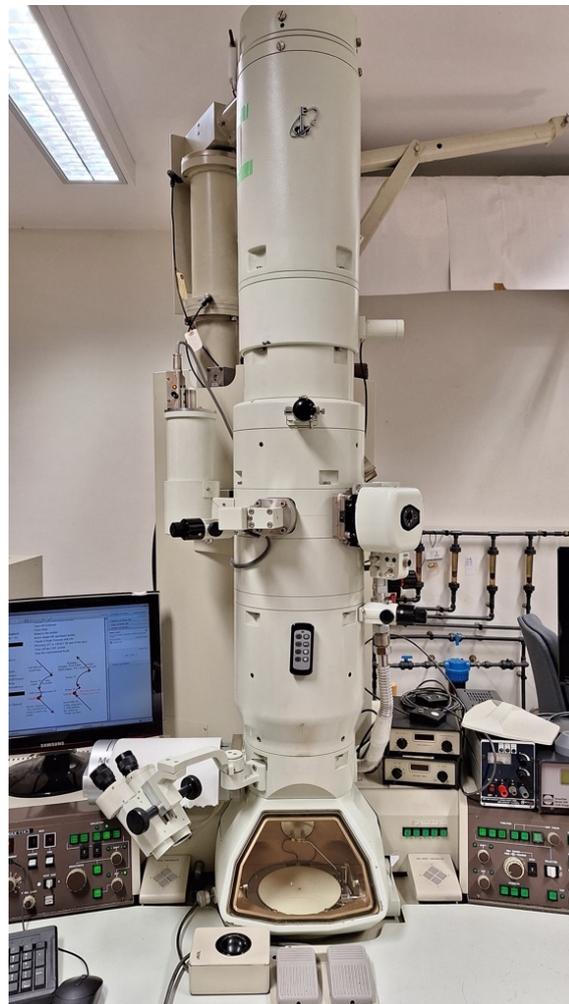


Fig. II.5. Microscope électronique à transmission JEOL 2010

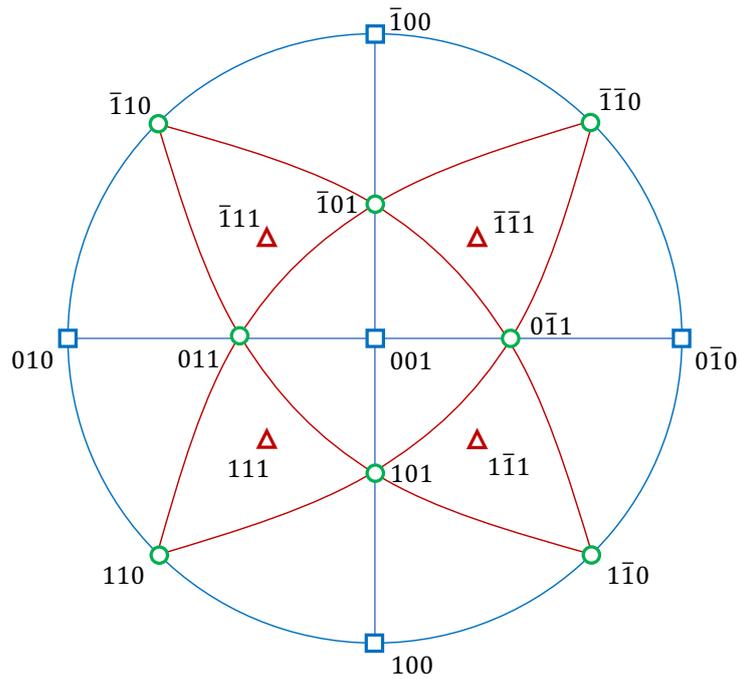


Fig. II.6. Exemple de projection stéréographique d'un échantillon découpé perpendiculairement à l'axe de traction

II.3.3. Essais de traction *in situ*

Les essais de traction à chaud *in situ* ont été réalisés avec un porte-objet chauffant issu d'une collaboration entre le CEMES et GATAN. Ce porte-objet est constitué d'un mors fixe et d'un mors mobile, relié à un moteur électrique permettant de régler la vitesse de déplacement, et de résistances chauffantes (Fig. II.7). Des essais de traction *in situ* allant de l'ambiante jusqu'à 1200°C sont possibles. Les températures d'essai sont calibrées grâce à des matériaux étalons dont la température de fusion est connue.

Les éprouvettes pour essais *in situ* sont prélevées dans des lots de matière non déformée (en général dans les chutes d'usinage) le long de la direction [001]. Ces éprouvettes sont des rectangles de dimensions 3 mm x 1 mm x 1 mm. Leur préparation est similaire à celle des échantillons *post mortem*. Elles sont amincies mécaniquement puis polies électrochimiquement en leur centre. Les éprouvettes sont ensuite fixées sur un support à l'aide d'un ciment pour collage à haute température *Resbond 908*, à base d'alumine. Ce support se compose d'une grille ou de deux rondelles en tantale ou en molybdène sur lesquelles on vient coller la lame mince (Fig. II.8).

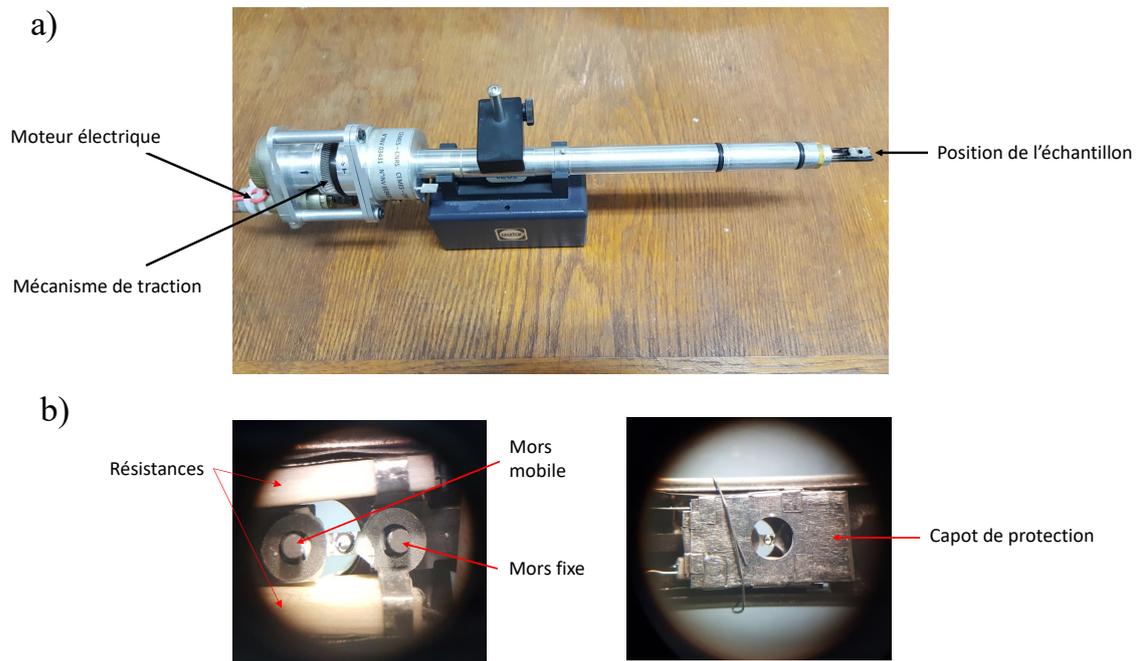


Fig. II.7. Porte-échantillon de traction in situ à chaud (a) et détails de la zone d'essai du porte-échantillon (b)

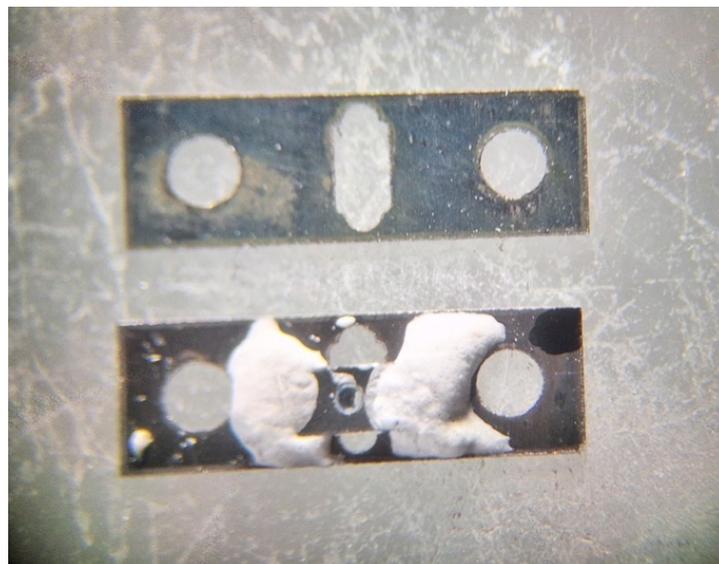


Fig. II.8. Grille en molybdène et éprouvette d'essai in situ collée sur une grille en Ta

II.3.4. Analyses chimiques par STEM-EDX

La composition chimique de certains superalliages a été analysée à l'aide d'un MET Phillips CM20-FEG en mode STEM. En mode STEM, le faisceau d'électrons est focalisé en une sonde très fine (2 nm sous 200 kV) sur l'échantillon. Cette sonde balaye l'échantillon point par point afin de former une image, un spectre EDX étant associé à chaque pixel. Il est ainsi possible de cartographier chimiquement une large zone (Fig. II.9). Les données acquises sont traitées avec le logiciel Esprit développé par Bruker [131]. Cependant, des limites existent quant à la quantification de certains éléments (Fig. II.10) :

- Les pièces polaires du microscope étant faites d'un alliage FeCo, une surestimation du taux de Co est possible.
- Certains éléments comme le rhénium ou le molybdène peuvent être présents en faible quantité (1% massique ou moins). Cela conduit sur le spectre EDX à l'absence d'un pic bien marqué et à la présence d'un fond continu.
- Le tantale peut être mal quantifié car ses raies caractéristiques se superposent avec celle du nickel, du tungstène, du rhénium (présents dans nos échantillons) et du cuivre (les lames MET sont classiquement collées avec de la laque d'argent sur une rondelle en cuivre)

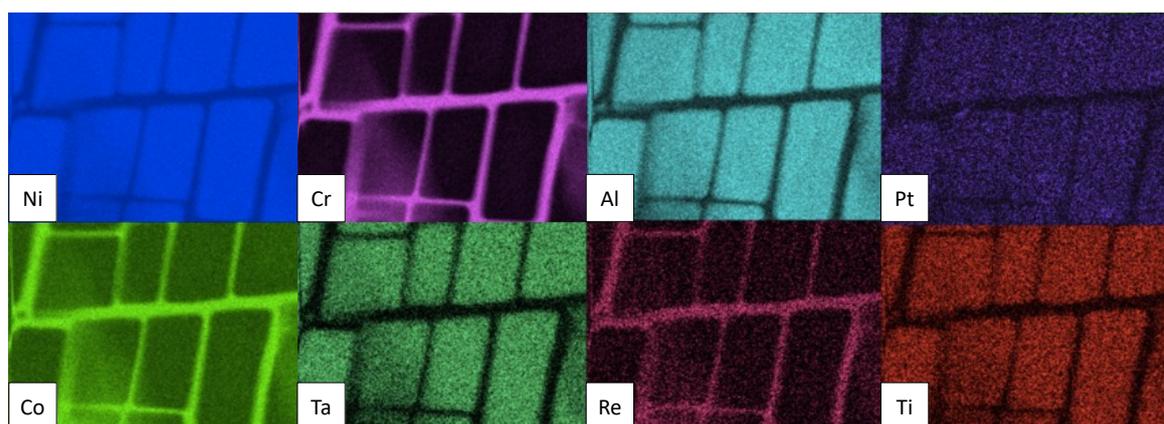


Fig. II.9. Ségrégations chimiques de différents éléments dans le superalliage TROPEA

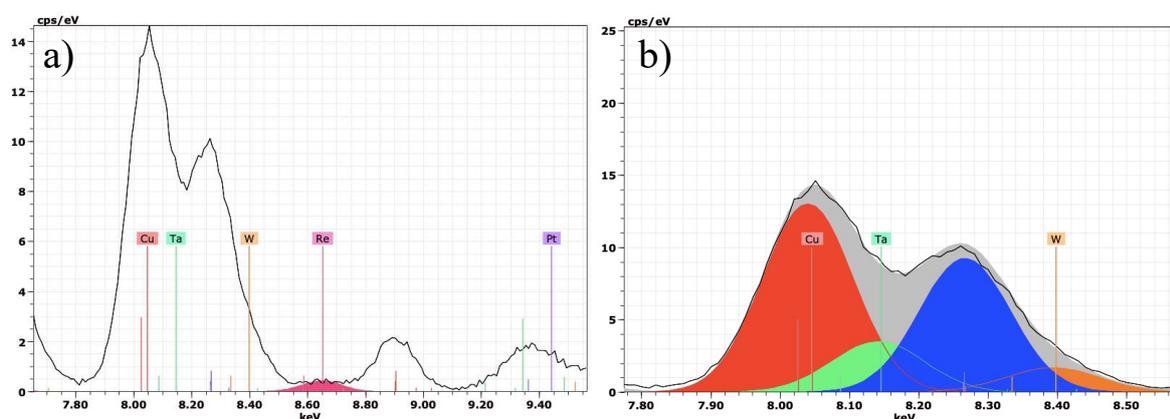


Fig. II.10. Problème de déconvolution des pics du spectre EDX du superalliage TROPEA : le pic du Re est peu marqué (a), le pic du Ta se superpose avec ceux du Cu, du Ni et du W (b)

II.3.5. CBED

Les mesures des paramètres de mailles des phases γ et γ' du TMS-238 ont été réalisées par diffraction électronique en faisceau convergent (ou CBED, *Convergent Beam Electron Diffraction*) sur un MET Phillips CM20-FEG afin de déterminer le *misfit* de cet alliage. Ces mesures n'ont pas été concluantes mais le principe de cette méthode est tout de même détaillé ici. Le CBED consiste à focaliser le faisceau d'électrons sur l'échantillon mais avec une ouverture angulaire importante. Les taches du cliché de diffraction deviennent alors des disques, avec un disque transmis et plusieurs disques diffractés. Lorsqu'un plan réticulaire vérifie les conditions de Bragg, la diffraction crée une ligne dans les disques transmis (appelée ligne de défaut) et diffractés (appelée ligne d'excès) (Fig. II.11). Cependant, lorsque la distance interréticulaire d_{hkl} varie, elle entraîne une variation de l'angle de Bragg. Cela se traduit sur le cliché CBED par un déplacement des lignes dans les disques transmis et diffractés. L'analyse des clichés de disque et la comparaison des positions des lignes permettent alors de déterminer le paramètre de maille. Une précision de 10^{-4} nm est généralement admise [128,132].

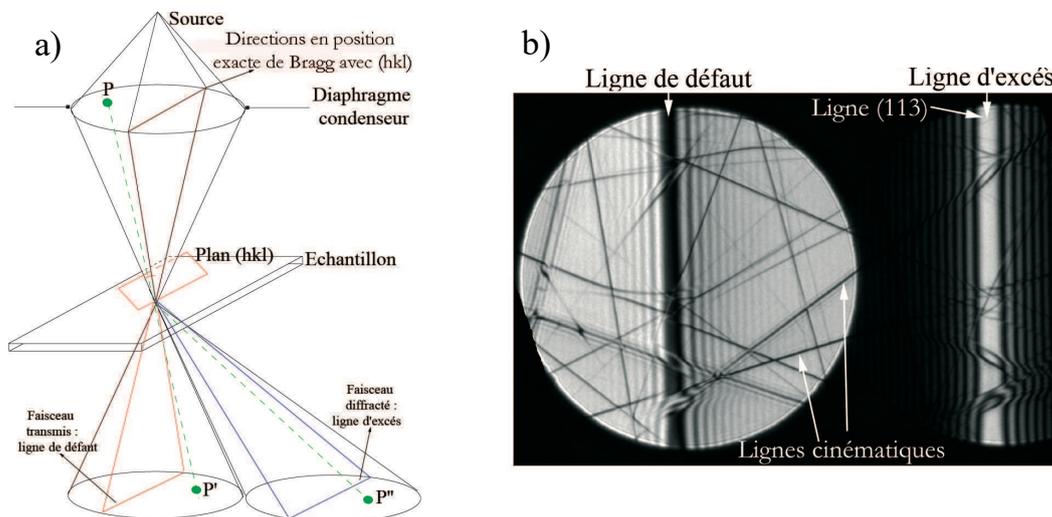


Fig. II.11. Schéma de principe de formation d'une ligne d'excès dans le disque diffracté et d'une ligne de défaut dans le disque transmis (a) ; cliché CBED expérimental dans du silicium contenant la ligne (113) [132]

Chapitre III

Comportement en traction à 650 °C

Il ressort de la littérature qu'il existe une grande variété de comportements en traction autour de 650°C. Afin de pouvoir comparer ces différents comportements, dix-huit superalliages monocristallins différents, de la première à la sixième génération, ont été testés. Afin d'étudier les premiers stades de la déformation plastique, des essais interrompus à 0,5 et 1% de déformation plastique ont été réalisés sur certains alliages, en plus des essais en traction jusqu'à rupture. Les microstructures et les micro-mécanismes de déformation de différents alliages ont été caractérisés par MET à partir de ces essais interrompus.

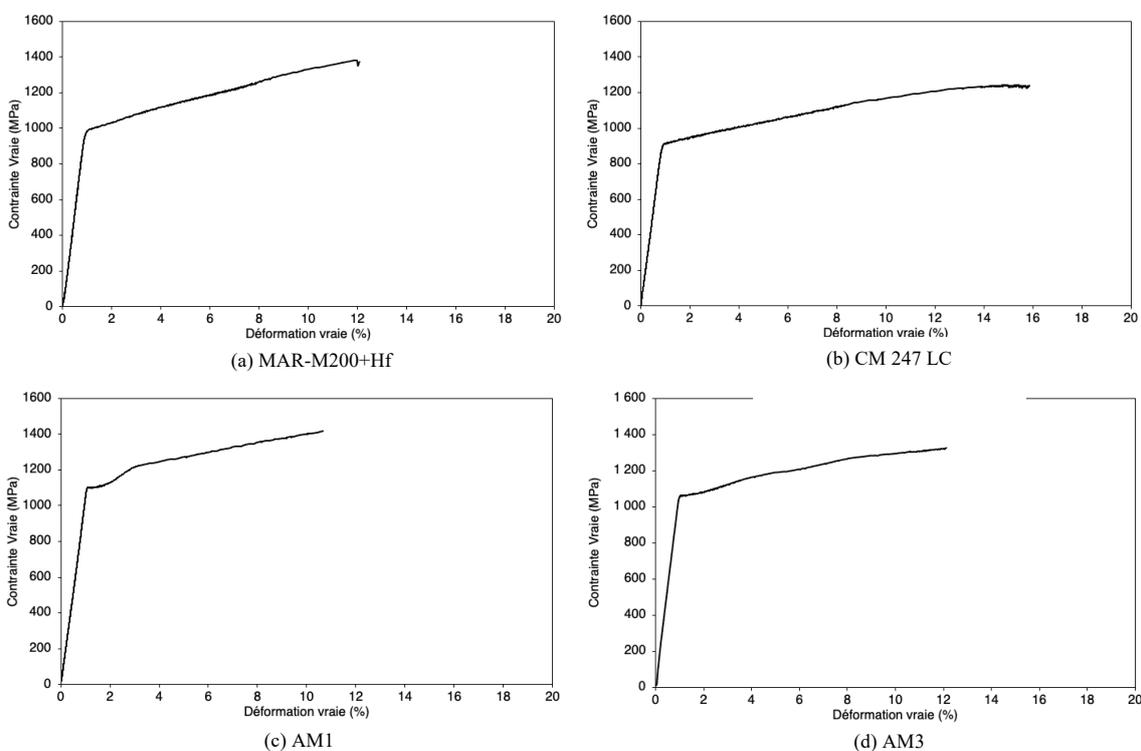
III. Comportement en traction à 650 °C

III.1. Essais de traction à 650 °C

Les essais de traction ont été réalisés à 650 °C avec une vitesse de déformation de $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ sur des éprouvettes monocristallines d'orientation $\sim\langle 001 \rangle$. Tous les matériaux ont été traités avec leur traitement thermique de référence dans l'industrie. Chaque alliage a été testé en traction jusqu'à rupture. Les courbes de traction des différents essais sont représentées Fig. III.1 à Fig. III.5. Des essais interrompus à $\varepsilon_p = 0,5\%$ et 1% ont été réalisés sur certains superalliages pour étudier par la suite les mécanismes de déformation au début de la déformation plastique. Les résultats de chaque essai sont résumés dans les Tab. III.1 à Tab. III.5.

A 650 °C, la plupart des alliages montrent un comportement similaire. Le début de la déformation plastique est marqué par la présence d'un plateau d'écoulement. Ce plateau est suivi par la consolidation du matériau. Cependant, des différences existent entre les différents matériaux comme montré en Fig. III.6.

La principale différence observée entre les divers alliages étudiés concerne la limite d'élasticité. En effet, jusqu'à 250 MPa d'écart de limite d'élasticité ont pu être observés entre les différents alliages ($R_{p0,05} \approx 1100 \text{ MPa}$ pour le PWA 1480 et l'AM1, $R_{p0,05} \approx 850 \text{ MPa}$ pour le MC-NG ou le TMS-238). De manière générale, les alliages de première génération ont une limite d'élasticité plus élevée que ceux des générations plus avancées (Fig. III.7). Cependant, cette tendance n'est pas toujours vérifiée. En effet, les alliages RR 2000 (1^{ère} génération), LEK 94 (2^{ème} génération) et MC-NG (4^{ème} génération) sont similaires en termes de propriétés en traction à 650 °C mais possèdent des compositions chimiques très différentes. On peut aussi remarquer que les alliages de la série CMSX ont un comportement en traction et une limite d'élasticité proches malgré des teneurs en rhénium différentes.



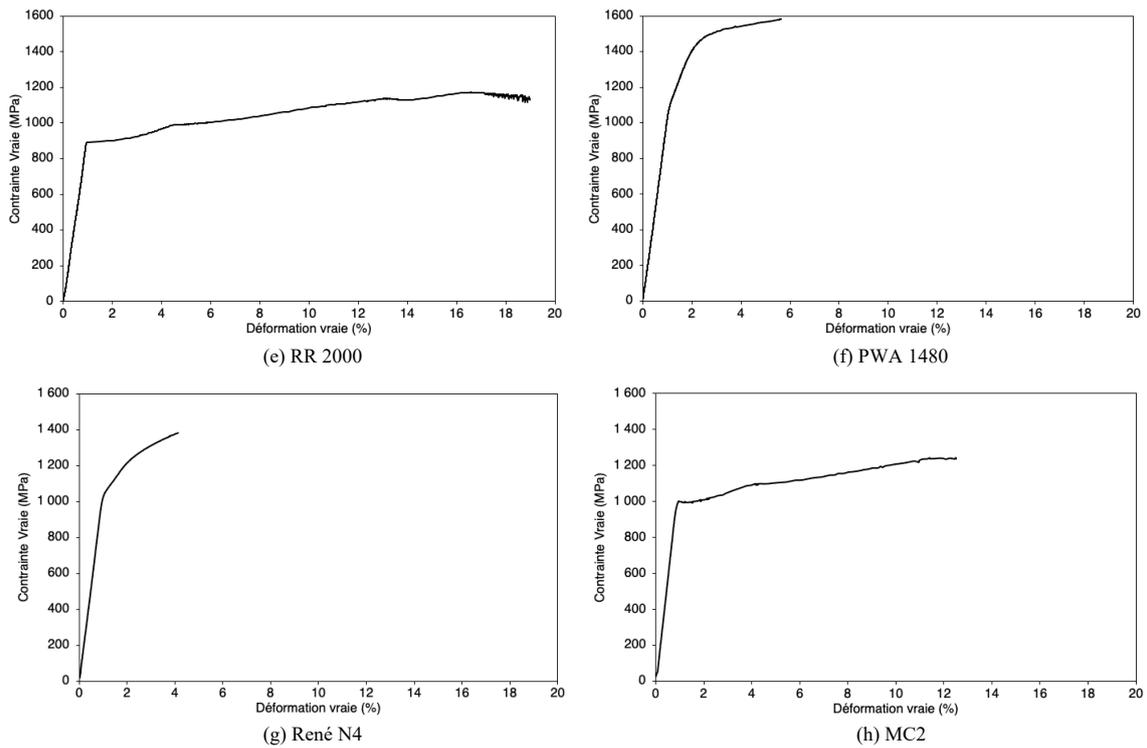


Fig. III.1. Courbes de traction à 650 °C des superalliages de première génération MAR-M-200+Hf (a), CM 247 LC (b), AM1 (c), AM3 (d), RR 2000 (e), PWA 1480 (f), René N4 (g) et MC2 (h)

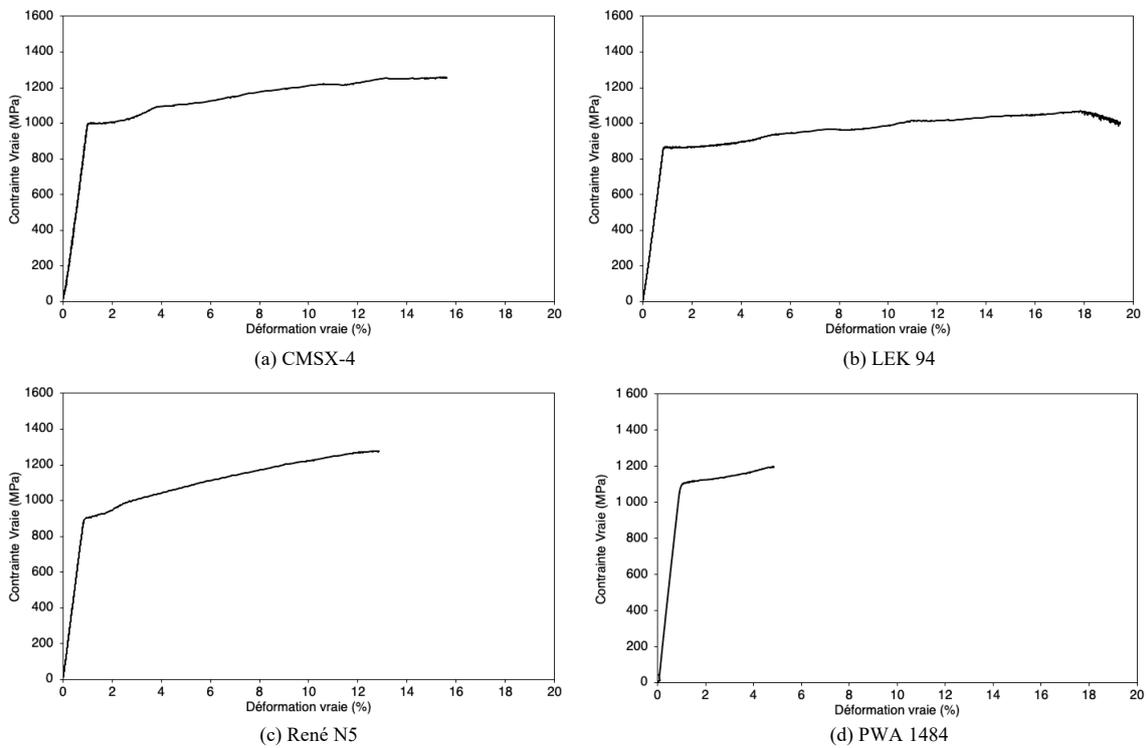


Fig. III.2. Courbes de traction à 650 °C des superalliages de seconde génération CMSX-4 (a), LEK 94 (b), René N5 (c) et PWA 1484 (d)

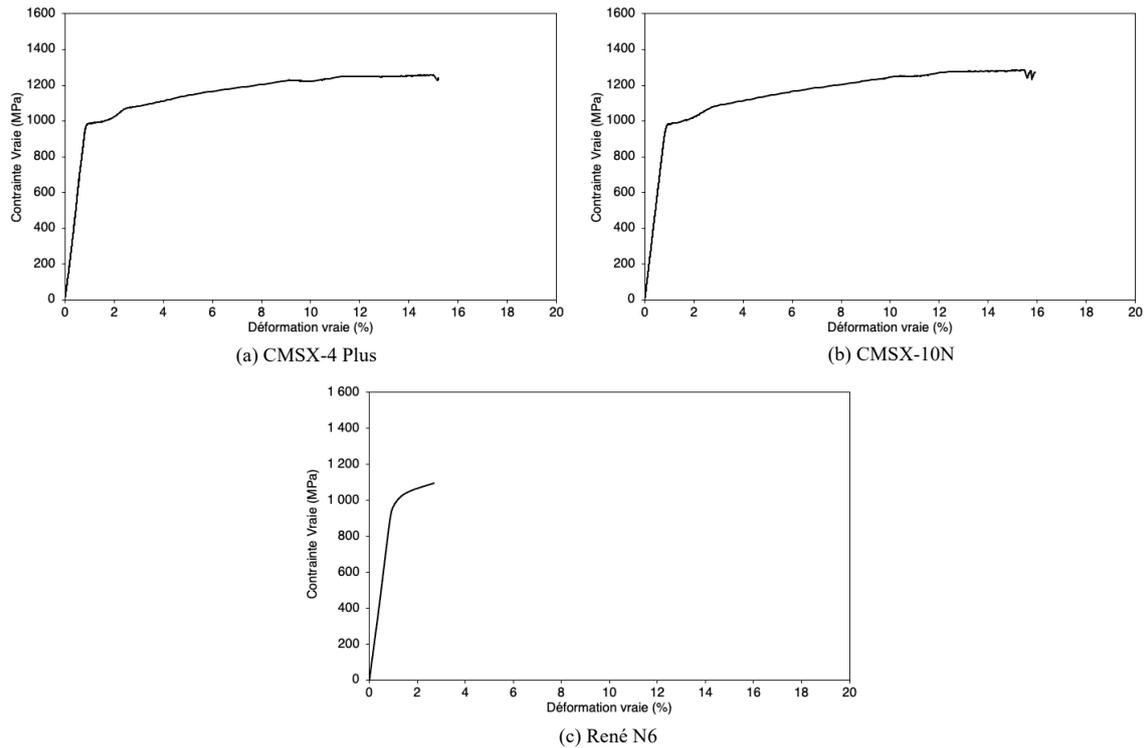


Fig. III.3. Courbes de traction à 650 °C des superalliages de troisième génération CMSX-4 Plus (a), CMSX-10N (b) et René N6 (c)

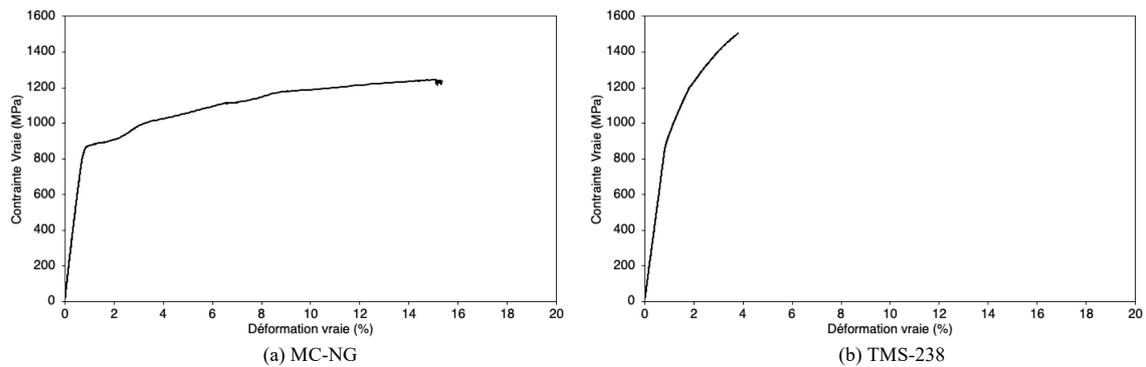


Fig. III.4. Courbes de traction à 650 °C des superalliages de quatrième génération MC-NG (a) de sixième génération TMS-238 (b)

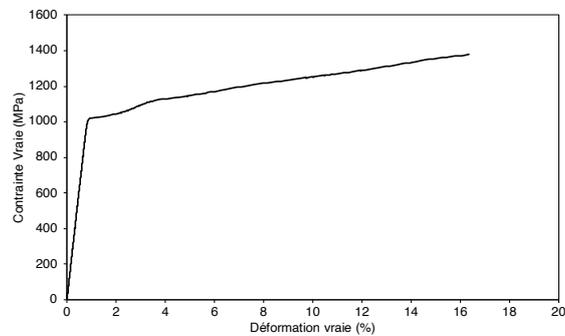


Fig. III.5. Courbe de traction à 650 °C du superalliage expérimental TROPEA

Tab. III.1. Résultats des essais de traction sur les superalliages monocristallins de 1^{ère} génération. Les essais à rupture marqués par une astérisque indiquent les essais réalisés dans le cadre de la thèse de Luciana Maria Bortoluci Ormastroni [5]. Ces essais ont été réalisés dans les mêmes conditions expérimentales que celles employées dans ce travail de thèse.

Alliage	Essai	R _{P 0,05} (MPa)	R _{P 0,2} (MPa)	R _m (MPa)	A _R (%)
MAR-M200 + Hf	Rupture	965	985	1383	11,2
	Rupture*	981	991	1400	12,0
CM 247 LC	Rupture	904	914	1242	15,0
AM1	Rupture	1098	1102	1417	9,4
	Rupture*	1162	1164	1460	7,5
	1%	1076	1082	/	/
AM3	Rupture*	1056	1058	1320	10,0
RR2000	Rupture	891	893	1173	17,8
	1%	874	875	/	/
	0,5%	876	877	/	/
PWA 1480	Rupture	1107	1193	1582	4,5
	1%	1087	1164	/	/
	0,5%	1095	1189	/	/
René N4	Rupture*	1024	1074	1385	2,5
MC2	Rupture*	975	1000	1240	10,5

Tab. III.2. Résultats des essais de traction sur les superalliages monocristallins de 2^{nde} génération

Alliage	Essai	R _{P 0,05} (MPa)	R _{P 0,2} (MPa)	R _m (MPa)	A _R (%)
LEK 94	Rupture	865	865	1068	19,3
	1%	836	837	/	/
	0,5%	878	878	/	/
CMSX-4	Rupture	997	999	1258	14,5
	1%	1022	1027	/	/
	0,5%	1029	1033	/	/
PWA 1484	Rupture*	1089	1106	1095	3,5
René N5	Rupture	898	904	1279	12,0
	Rupture*	876	882	1220	10,0

Tab. III.3. Résultats des essais de traction sur les superalliages monocristallins de 3^{ème} génération

Alliage	Essai	R _{P 0,05} (MPa)	R _{P 0,2} (MPa)	R _m (MPa)	A _R (%)
CMSX-4 Plus	Rupture	987	991	1258	14,5
	Rupture*	965	979	1160	8,5
	1%	971	976	/	/
René N6	Rupture*	947	1006	1095	1,5
CMSX-10N	Rupture	981	986	1287	14,9
	1%	944	947	/	/

Tab. III.4. Résultats des essais de traction sur les superalliages monocristallins de 4^{ème} et 6^{ème} génération

Alliage	Essai	R _{P 0,05} (MPa)	R _{P 0,2} (MPa)	R _m (MPa)	A _R (%)
MC-NG	Rupture	862	871	1247	14,5
	Rupture*	874	876	1230	15,0
	1%	845	847	/	/
	0,5%	846	849	/	/
TMS-238	Rupture	919	1004	1506	2,9
	Rupture	897	944	1366	3,7
	Rupture*	736	883	1310	3,0
	1%	841	890	/	/

Tab. III.5. Résultats des essais de traction du superalliage monocristallin expérimental TROPEA

Alliage	Essai	R _{P 0,05} (MPa)	R _{P 0,2} (MPa)	R _m (MPa)	A _R (%)
TROPEA	Rupture	1018	1022	1378	15,3
	Rupture*	1047	1058	1370	13,5
	1%	1025	1027	/	/
	0,5%	1005	1009	/	/

Les autres différences concernent le durcissement des matériaux. La longueur de ce premier plateau est aussi différente en fonction des alliages. Il est en effet plus long dans les alliages avec une faible limite d'élasticité (LEK 94, RR 2000). La consolidation après le plateau varie également en fonction de l'alliage. En effet, dans certains cas, d'autres plateaux ont pu être observés au cours de la phase de consolidation (RR2000, LEK 94, CMSX-4, MC-NG). A l'inverse, dans les cas des superalliages contenant du carbone, le plateau de déformation est peu marqué et se confond avec le stade de durcissement du matériau (MAR-M200+Hf, CM 247 LC, René N5). Enfin, les alliages PWA 1480, René N4, René N6 et TMS-238 montrent un comportement atypique qui se caractérise par une absence de plateau, un taux de durcissement très élevé et une ductilité faible.

Dans certains alliages (AM1, CMSX-4, LEK 94, MC2), des instabilités sont observées durant le premier plateau (Fig. III.8), associées à de l'émission acoustique. Ces instabilités d'écoulement ont déjà été observées dans d'autres superalliages monocristallins (MAR-M200 [96], CMSX-2 [114], AM1, AM3 [133]). Elles sont associées à du glissement octaédrique simple et à du cisaillement des précipités dans des bandes de glissement très localisées. Elles dépendent de plusieurs facteurs (traitement thermique et microstructure, température, vitesse de déformation et orientation du monocristal) et ont pour origine une compétition entre les mécanismes de déformation, les instabilités apparaissent lorsque le cisaillement des précipités devient plus facile que leur contournement [133,134]. Lors de l'activation d'une source de dislocations, si la contrainte de cisaillement est inférieure à la contrainte d'Orowan, la déformation ne reste pas confinée dans la matrice et se propage sur une grande distance dans tout le plan {111}. Les instabilités plastiques peuvent donc s'interpréter par une étape de génération difficile de la source de dislocations suivie par une propagation facile et brutale des dislocations [133]. Des couloirs plus fins augmentant la contrainte d'Orowan, une microstructure plus fine est susceptible de favoriser l'apparition de ces instabilités [133,134].

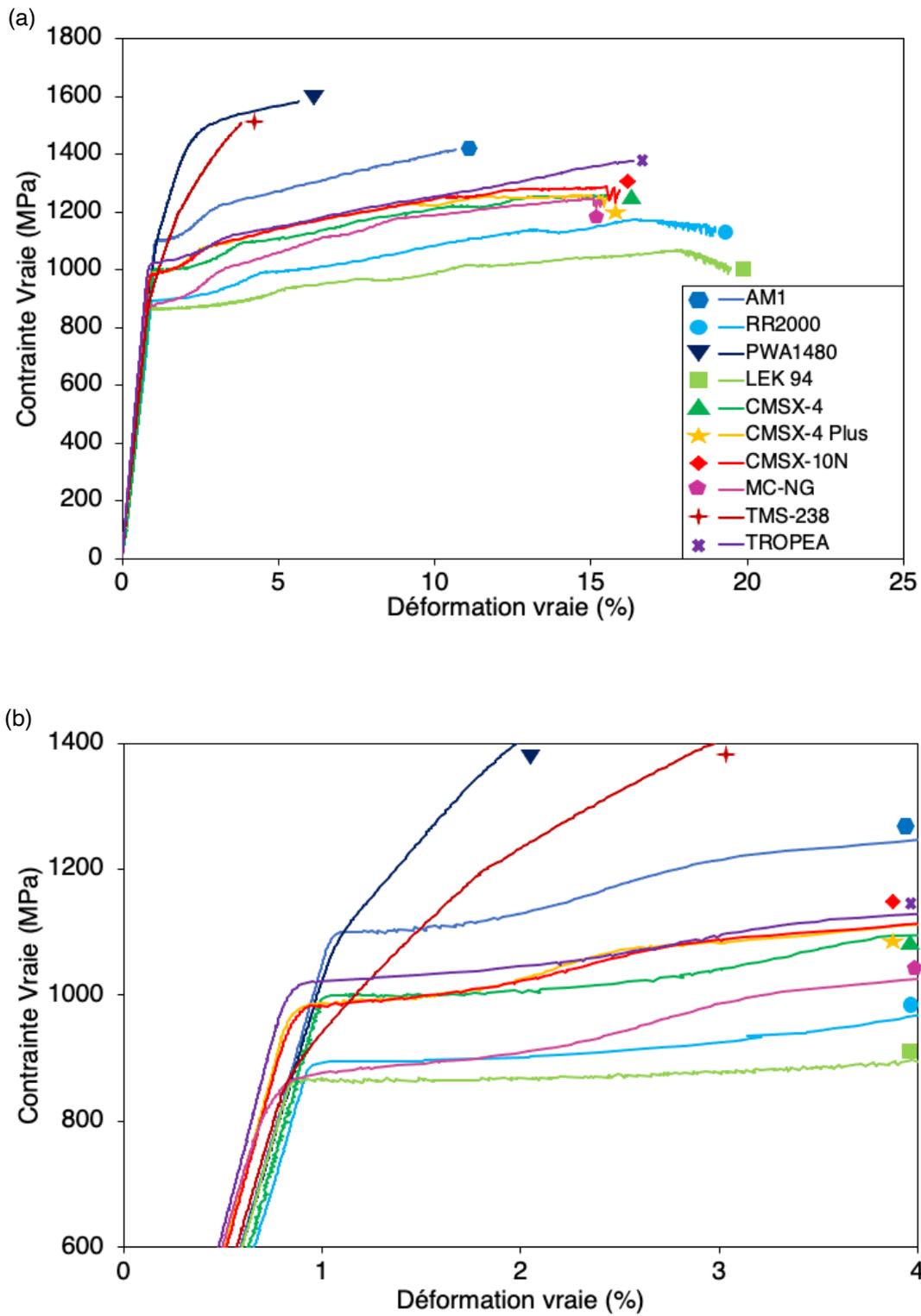


Fig. III.6. Différences de limite d'élasticité et d'érouissage entre différents superalliages monocristallins (a) avec un agrandissement autour de la limite d'élasticité (b)

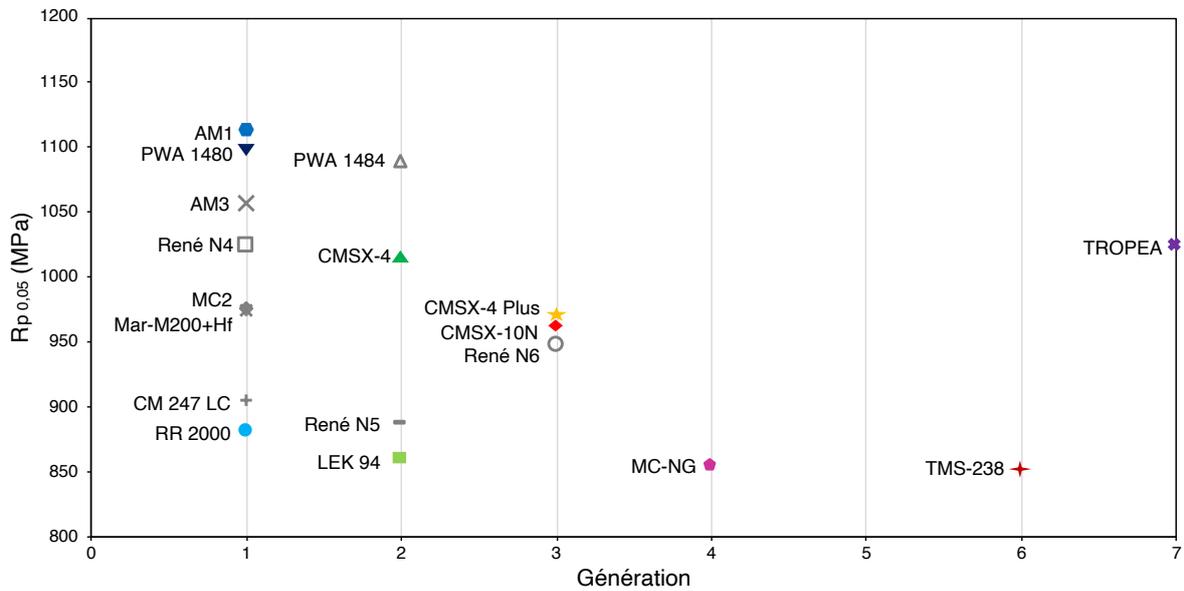


Fig. III.7. Évolution de la limite d'élasticité au fil des générations de superalliages monocristallins (TROPEA a été placé arbitrairement à la 7^{ème} génération)

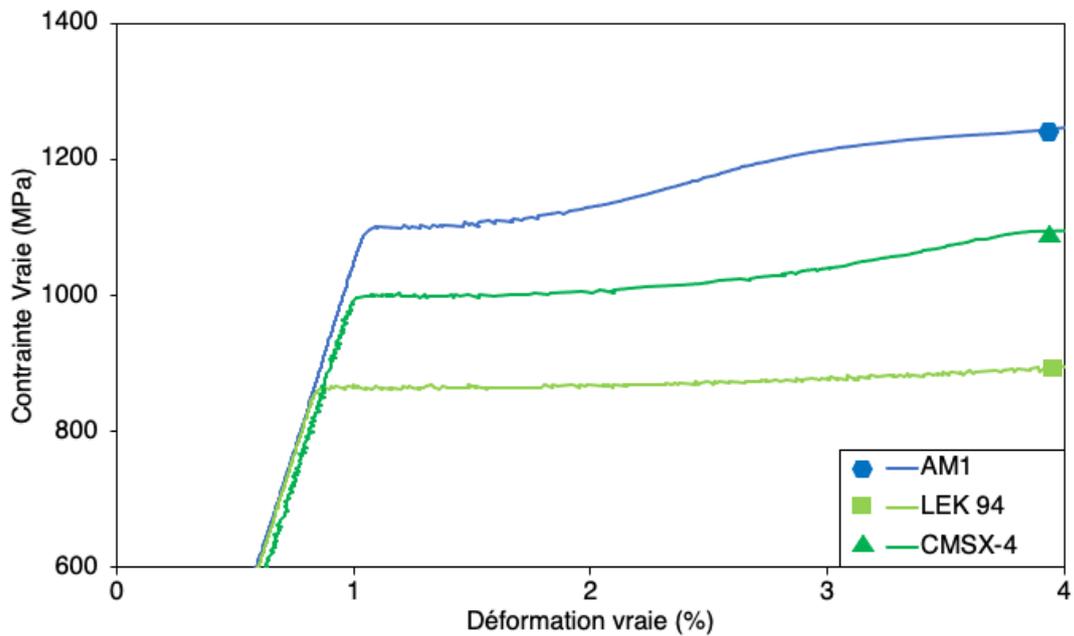


Fig. III.8. Instabilités plastiques lors du plateau de déformation de quelques superalliages

III.2. Effet de la vitesse de trempe sur l'écrouissage des superalliages

Afin d'expliquer le comportement du René N4 et du TMS-238, Bortoluci Ormastroni *et al.* ont proposé comme hypothèse que l'écrouissage des superalliages pouvait être causé par l'existence de contraintes importantes aux interfaces dendrites/interdendrites [5]. Du fait de leur composition chimique différente, les dendrites et les zones interdendritiques ont des coefficients de dilatation thermique différents qui sont à l'origine de contraintes résiduelles lors du refroidissement depuis la dernière étape de la mise en solution [135]. Un refroidissement très rapide à la fin de ce traitement permettrait de générer des contraintes résiduelles importantes, ce qui expliquerait le durcissement et la faible ductilité [5]. Cet effet serait notamment exacerbé dans le TMS-238 à cause de sa très forte teneur en Re (6,40 %m.) et d'un écart de composition chimique important entre les dendrites et les zones interdendritiques.

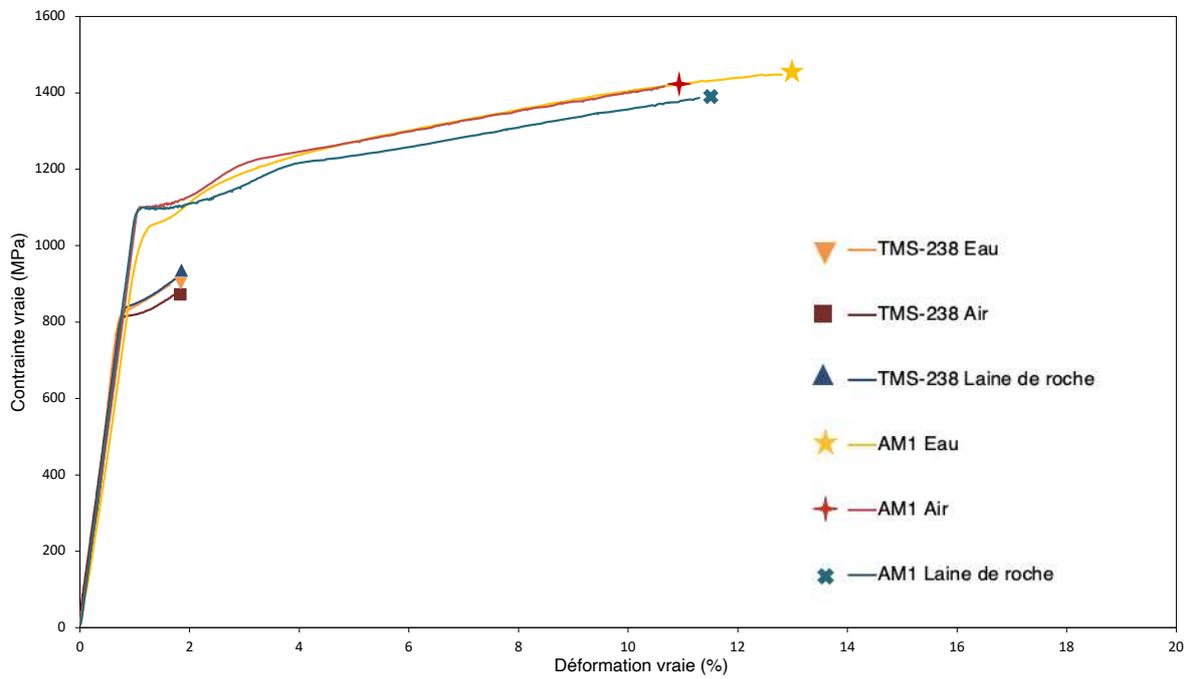
Afin d'étudier la possible influence de la vitesse de refroidissement, des éprouvettes d'AM1 (1^{ère} génération) et de TMS-238 (6^{ième} génération) ont reçus trois trempes différentes : une trempe à l'eau (refroidissement rapide), une trempe à l'air (refroidissement de référence) et un refroidissement lent dans de la laine de roche (Tab. III.6). Afin d'éliminer les effets de désorientation, les éprouvettes d'AM1 et de TMS-238 sont issues des deux même barreaux (3,5° de désorientation par rapport à [001] pour l'AM1 et 12,5° pour le TMS-238). Les éprouvettes ont été testées dans les mêmes conditions que les autres essais de tractions (650 °C/5.10⁻⁴ s⁻¹). Des essais à rupture et interrompus à $\varepsilon_p = 1\%$ ont été réalisés sur l'AM1. Pour le TMS-238, seuls des essais interrompus à $\varepsilon_p = 1\%$ ont été réalisés. Les courbes de traction sont présentées Fig. III.9.

Tab. III.6. Traitements thermiques appliqués à l'AM1 et au TMS-238 avec les trois trempes différentes après la mise en solution (eau, air, laine de roche)

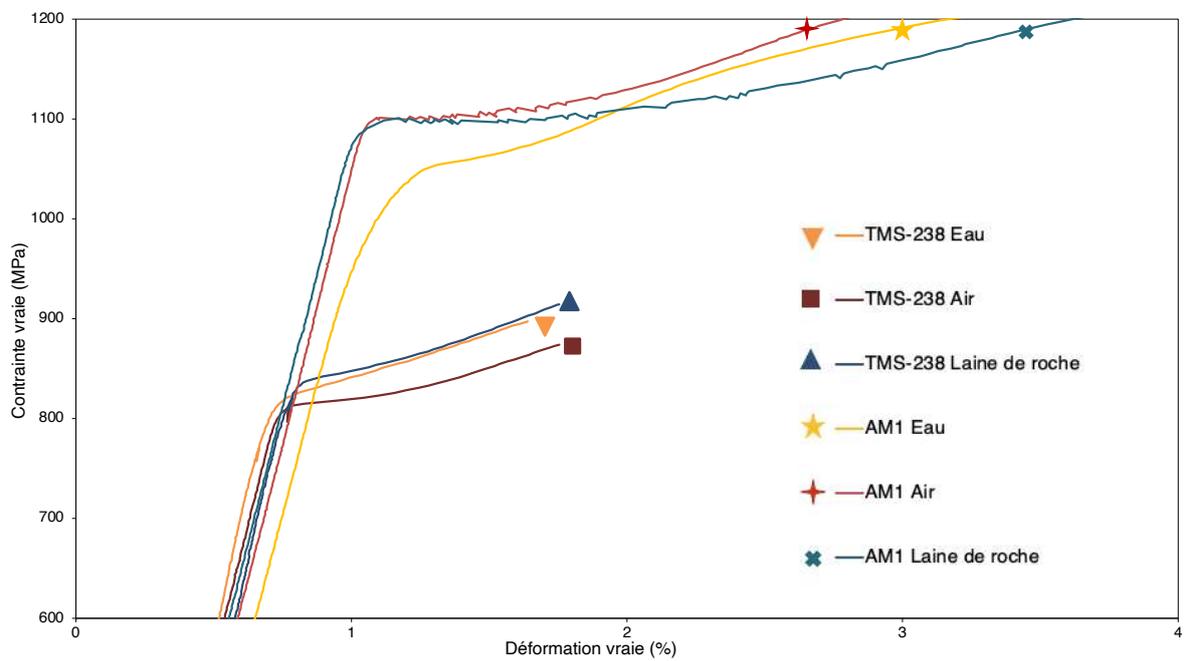
Alliage	Mise en solution	Revenu 1	Revenu 2
AM1	1300 °C / 2h / Eau	1100 °C / 5 h / Air	870 °C / 16h / Air
	1300 °C / 2h / Air	1100 °C / 5h / Air	870 °C / 16h / Air
	1300 °C / 2h / Laine de roche	1100 °C / 5h / Air	870 °C / 16h / Air
TMS-238	1345 °C / 20h / Eau	1150 °C / 4h / Air	870 °C / 20h / Air
	1345 °C / 20h / Air	1150 °C / 4h / Air	870 °C / 20h / Air
	1345 °C / 20h / Laine de roche	1150 °C / 4h / Air	870 °C / 20h / Air

Dans le cas du TMS-238, la vitesse de refroidissement lors de la trempe ne semble pas avoir d'influence notable. Les trois éprouvettes partagent un comportement similaire. Dans le cas de l'AM1, les matériaux trempés à l'air et dans la laine de roche ont des comportements similaires. La trempe à l'eau engendre un léger écrouissage au début de la déformation plastique, le plateau d'écoulement est moins marqué et les instabilités plastiques ont disparu. Cependant, l'allure globale de la courbe reste proche de celle de l'AM1 trempé à l'air et le léger écrouissage observé est très éloigné de celui du PWA 1480 et du René N4.

Il ressort de ces essais que la vitesse de trempe n'est vraisemblablement pas à l'origine de l'écrouissage observé dans certains superalliages, aussi bien ceux de 1^{ère} génération que le TMS-238.



(a)



(b)

Fig. III.9. Courbes de traction de l'AM1 et du TMS-238 pour différentes trempes à 650 °C/5.10⁻⁴ s⁻¹ (a), avec un agrandissement autour de la limite d'élasticité (b). Les essais sur le TMS-238 ont été interrompus à 1% de déformation plastique

III.3. Conclusion

Les essais de traction réalisés confirment la revue de la littérature. Des écarts importants de limite d'élasticité existent entre les différents superalliages et, de manière générale, les alliages de première génération ont une meilleure limite d'élasticité que les alliages plus avancés. Un écrouissage particulier a été observé avec les alliages de première génération PWA 1480 et René N4 et le l'alliage de sixième génération TMS-238.

L'hypothèse d'une influence de la vitesse de trempe a été investiguée. Même si une trempe à l'eau peut causer un léger durcissement, la vitesse de trempe ne permet pas d'expliquer l'écrouissage de certains superalliages.

Il ressort de ces essais deux problématiques : quels paramètres expliquent les écarts de limite d'élasticité et comment expliquer le durcissement anormal de certains alliages ? Les chapitres suivants s'articulent autour de ces deux questions :

- Le Chapitre IV est consacré à l'étude des micromécanismes de déformation. Les mécanismes de déformation du PWA 1480 et du TMS-238 sont notamment comparés à ceux d'alliages plus classiques.
- Le Chapitre V se focalise sur l'étude de différents paramètres influençant la limite d'élasticité, en particulier l'effet de l'énergie de paroi d'antiphase.
- Le chapitre VI est plus spécialement dédié au TMS-238 et tente d'expliquer son comportement particulier.

Chapitre IV

Caractérisation de la déformation en traction à 650 °C

Des lames minces ont été prélevées perpendiculairement à la direction $\langle 001 \rangle$ dans les fûts des éprouvettes déformées à $\varepsilon_p = 0,5\%$ et 1% afin de réaliser des caractérisations par MET des premiers stades de déformation plastique. Ces observations ont été principalement réalisées sur les alliages TROPEA, CMSX-4, PWA 1480 et TMS-238. Des observations moins poussées ont également été réalisées sur des alliages comme le CMSX-4, MC-NG et RR-2000. Aucun alliage contenant du carbone n'a été analysé. La présence de carbures pouvant introduire d'autres mécanismes de déformation et complexifier l'analyse des mécanismes de déformation, ces alliages n'ont pas été étudiés.

IV. Caractérisation de la déformation en traction à 650 °C

IV.1. Traces de glissement à la surface des éprouvettes

L'observation de la surface des éprouvettes déformées à $\varepsilon_p = 0,5\%$ et 1% révèle la présence de lignes de glissement comme montré sur la Fig. IV.1. Dans toutes les observations, un seul système de glissement a pu être mis en évidence. La forte inclinaison des lignes (environ 52° par rapport à l'axe de l'éprouvette) suggère que ces traces de glissement correspondent à du glissement dans des plans $\{111\}$. De manière générale et pour une même pré-déformation, les alliages avec une faible limite d'élasticité (RR2000, MC-NG, LEK 94) montrent plus de traces de glissement en surface que ceux avec une limite d'élasticité élevée (CMSX-4 et TROPEA) (Tab. IV.1). Une limite d'élasticité élevée indique une résistance au cisaillement plus élevée. Il faut donc apporter plus d'énergie au matériau pour activer un système de glissement et former une trace de glissement. En d'autres termes, pour une déformation équivalente, un matériau avec une limite d'élasticité plus faible aura plus de traces de glissement [127].

Des observations sur de l'AM1 et du MC-NG déformés à $\varepsilon_p = 2\%$ (c'est-à-dire vers la fin du plateau) ont montré l'activation d'un second système de glissement [12]. Ces observations suggèrent que les traces de glissement apparaissent au début du plateau et qu'elles se multiplient le long du fût de l'éprouvette au fur et à mesure que la déformation augmente. La fin du plateau et la consolidation du matériau résultent donc de l'activation d'un deuxième système de glissement et des interactions entre les différents systèmes. Dans les alliages PWA 1480 et TMS-238 (qui pour rappel n'ont pas de plateau et durcissent très fortement), aucune trace de glissement n'a pu être observée à la surface. Cependant, l'analyse des traces de glissement n'est pas toujours aisée. Les essais de traction étant réalisés à 650°C dans l'air, la présence d'oxyde en surface ainsi que la qualité du polissage peuvent compliquer leur observation.

L'observation des faciès de rupture met aussi en évidence la propagation de la déformation dans des plans $\{111\}$. En effet, dans quasiment tous les essais menés jusqu'à rupture, la rupture s'est faite le long d'un ou de deux plans $\{111\}$. Cependant dans le cas du TMS-238, des ruptures aussi bien monoplanaires que multiplanaires ont pu être observées (Fig. IV.2).

Tab. IV.1. Densité de traces de glissement dans quelques alliages déformés à environ $\varepsilon_p \approx 0,5\%$

Alliage	RR 2000	MC-NG	LEK 94	CMSX-4	TROPEA
Densité (Nombre de traces / mm)	12	9	9	4	6

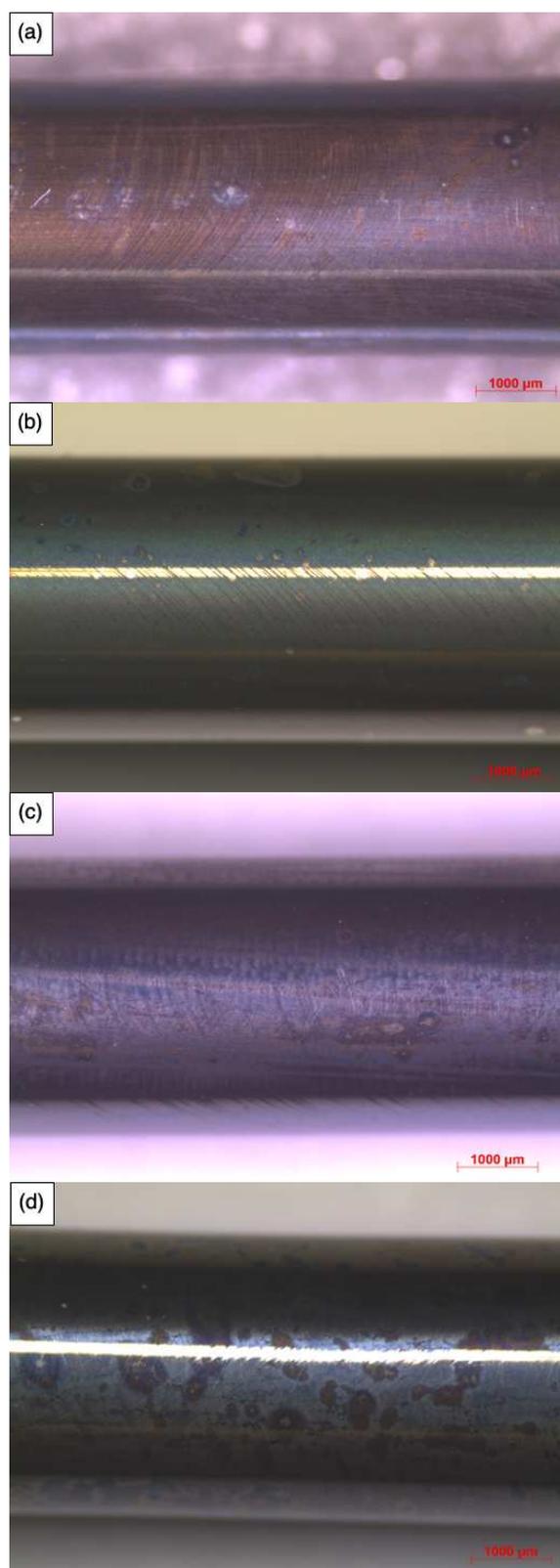


Fig. IV.1. Traces de glissement à la surface d'éprouvette déformées à $\epsilon_p = 0,5\%$ à 650 °C : RR 2000 (a), MC-NG (b), LEK 94 (c) et TROPEA (d)

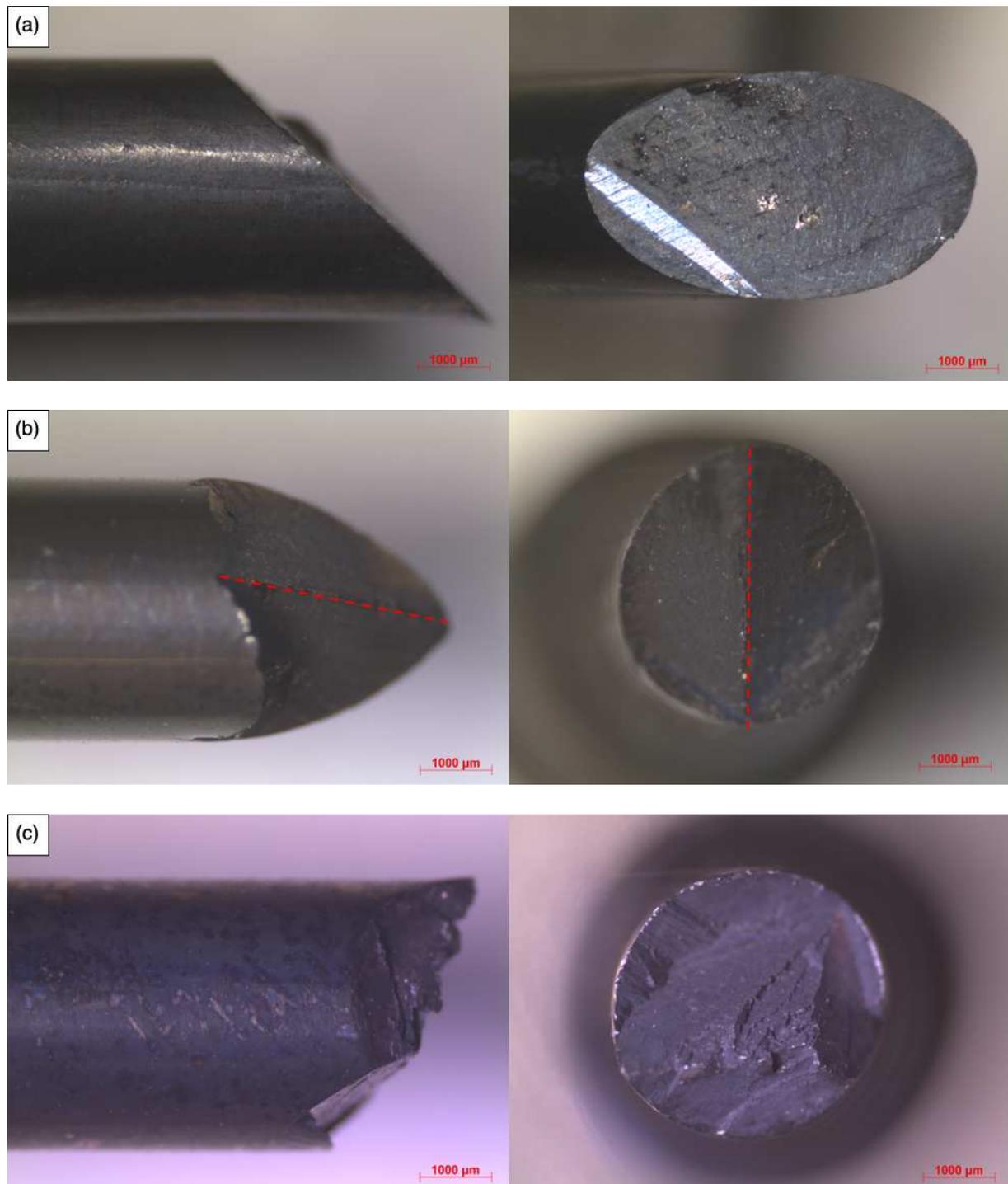


Fig. IV.2. Types de faciès de rupture observés : les ruptures monoplanaires, ici dans TROPEA, (a) et biplanaires, ici le dans PWA 1480, (b) sont majoritaires, une rupture multiplanaire a été observée dans le TMS-238 (c)

IV.2. Observations *post mortem* des micromécanismes de déformation

IV.2.1. Micromécanismes de déformation dans l'alliage TROPEA

Dans le cas de l'alliage TROPEA, l'hétérogénéité de la déformation observée *via* les traces de glissement a également pu être mise en évidence à l'échelle microscopique. En effet, à $\varepsilon_p = 0,5\%$ et 1% , les dislocations sont réparties de manière hétérogène et se concentrent dans des bandes de déformation (Fig. IV.3). Ces bandes de glissement sont séparées par des zones avec très peu, voire aucune dislocation. Un seul système de glissement est majoritairement observé ($a[011](1\bar{1}1)$ pour le cas $\varepsilon_p = 0,5\%$) même s'il est possible d'observer occasionnellement des systèmes de glissement secondaires comme dans la Fig. IV.4. À l'intérieur de ces bandes, les dislocations parfaites de matrice observées ont soit un caractère vis soit un caractère de 60° (Fig. IV.5), ce qui est en accord avec les observations rapportées dans le cas du SRR 99 [73]. Dans la phase γ' , de longues superdislocations cisailent les précipités (Fig. IV.6). Ces superdislocation $a[011](1\bar{1}1)$ (pour $\varepsilon_p = 0,5\%$) sont principalement de caractère $\phi = 60^\circ$, bien que des segments vis soient aussi observés (Fig. IV.7) [73].

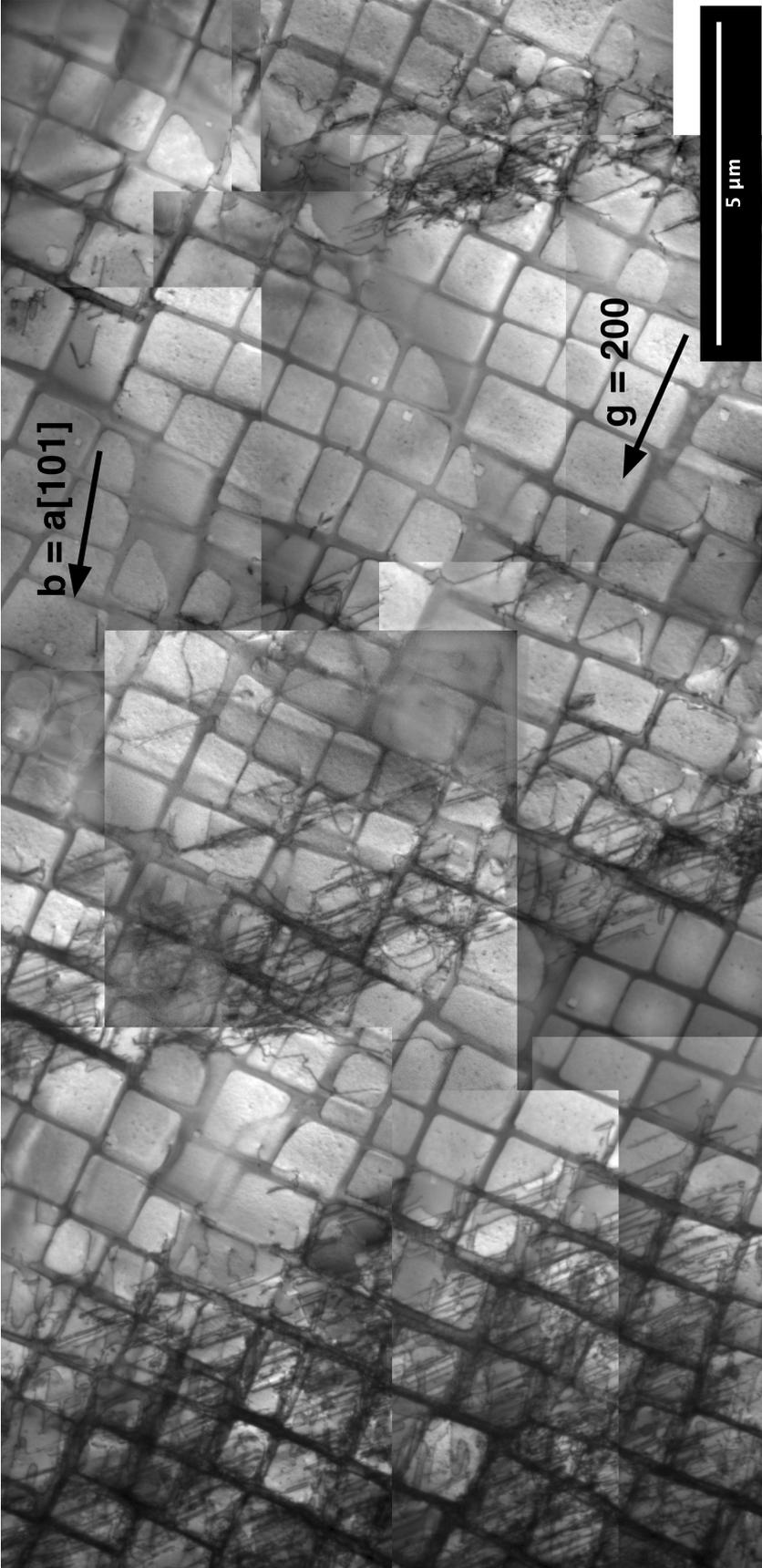


Fig. IV.3. Paysage de déformation dans TROPEA ($\epsilon_p = 1\%$). Plusieurs bandes de glissement sont visibles

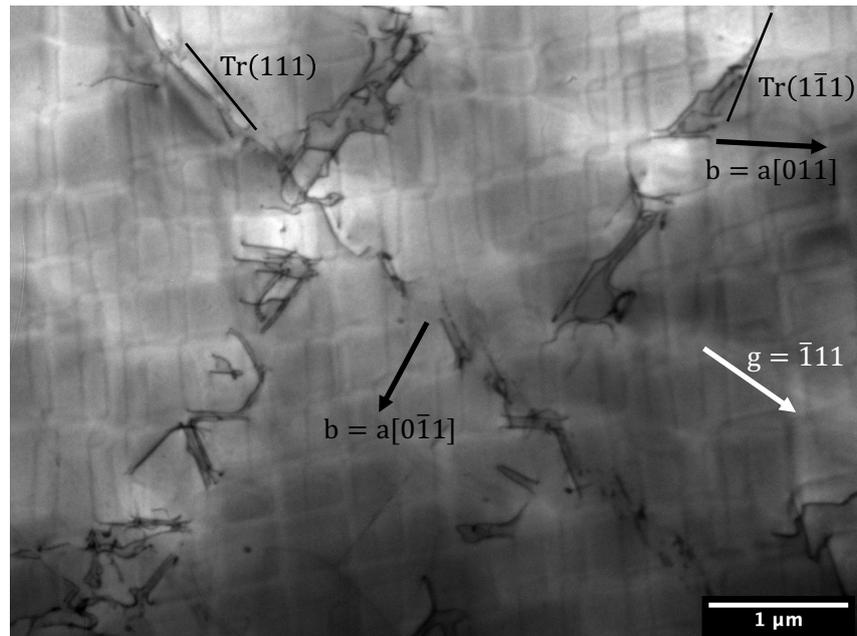


Fig. IV.4. Bandes de glissement dans TROPEA ($\epsilon_p = 0,5\%$). Un système de glissement secondaire $a[0\bar{1}1](111)$ est activé

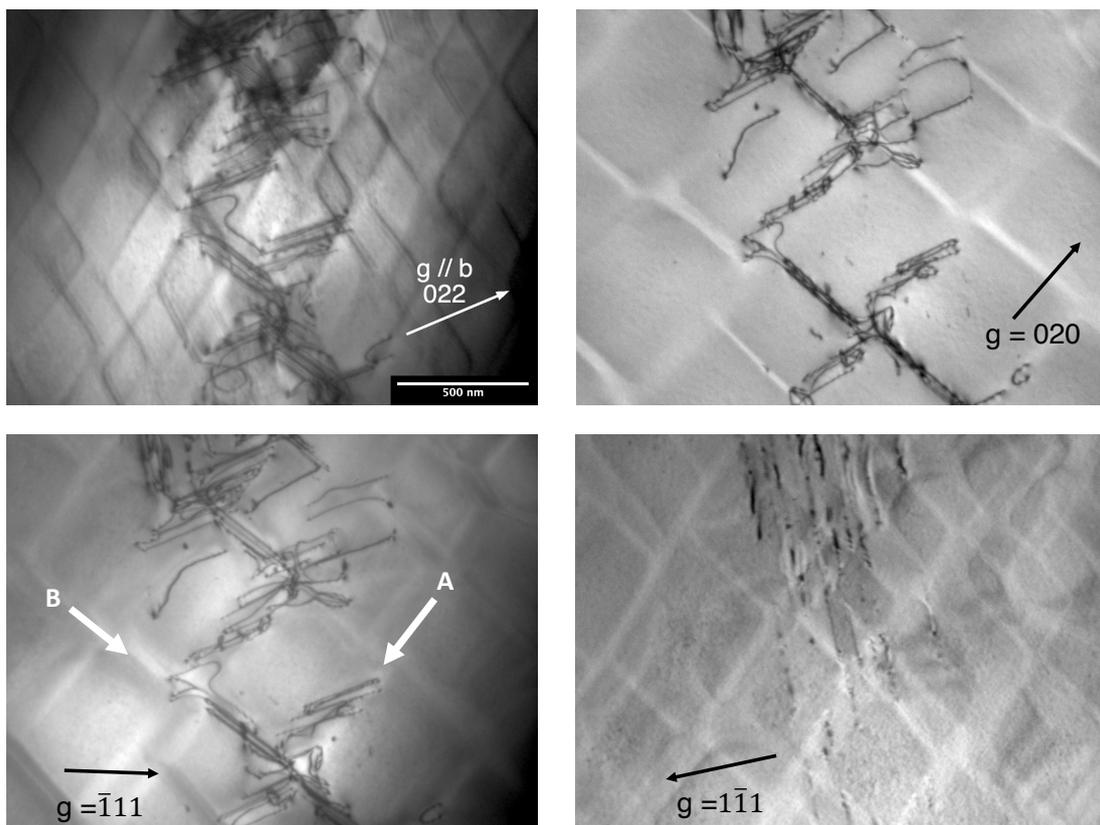


Fig. IV.5. Dislocations parfaites dans une bande de glissement dans TROPEA ($\epsilon_p = 0,5\%$). Les deux types de couloirs de matrice décrits précédemment dans le SRR 99 sont observés [73]. Dans les couloirs A, des dislocations vis glissent le long de l'interface γ/γ' . Dans les couloirs B, des dislocations avec un caractère de $\phi = 60^\circ$ glissent.

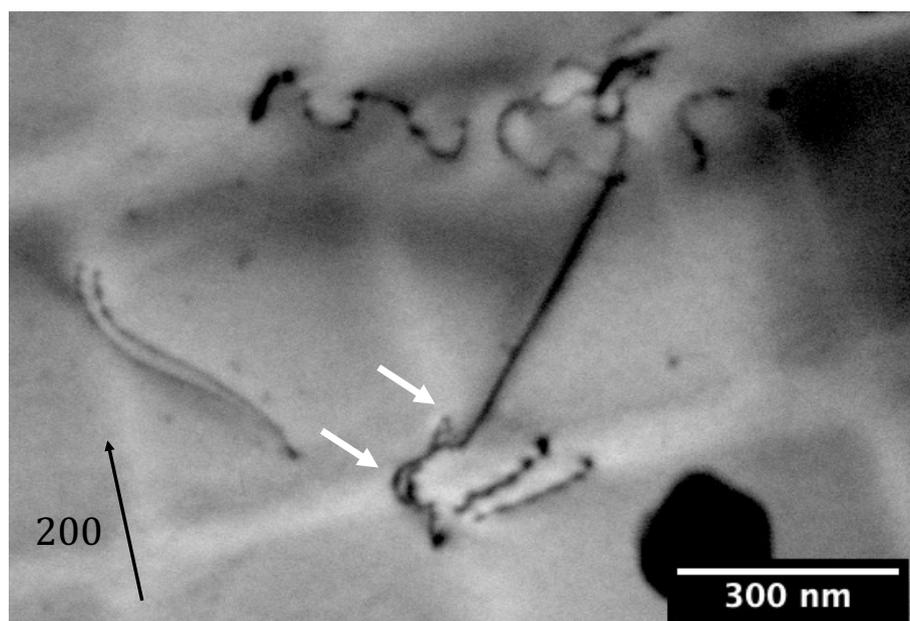


Fig. IV.6. Superdislocation dans TROPEA ($\epsilon_p = 1\%$). Les flèches blanches indiquent la dissociation de la superdislocation en deux parfaites dans la phase γ

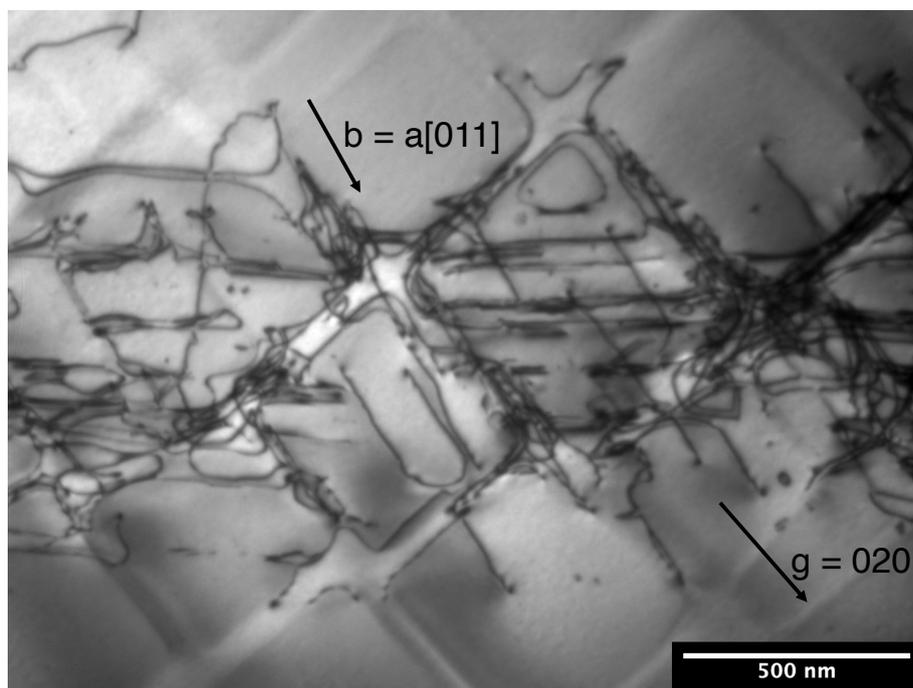


Fig. IV.7. Bande de déformation dans TROPEA ($\epsilon_p = 0,5\%$). Des superdislocations vis et $\phi = 60^\circ$ sont observées dans la phase γ'

IV.2.2. Micromécanismes de déformation dans le CMSX-4

Le CMSX-4 est un des superalliages monocristallins les plus utilisés dans l'industrie et aussi un des plus étudiés [28]. La déformation du CMSX-4 est très semblable à celle observée dans TROPEA. La déformation se localise également dans des bandes de déformation avec un système de glissement principal (Fig. IV.8). Comme montré en Fig. IV.9, les micromécanismes sont également similaires. Dans les couloirs de matrice, on observe des dislocations parfaites vis ou $\phi = 60^\circ$. Dans la phase γ' , les précipités sont cisailés par de grandes superdislocations $a[011](1\bar{1}1)$ de caractère $\phi = 60^\circ$, ainsi que par des superdislocations vis. Dans certaines lames MET de CMSX-4 déformé à $\varepsilon_p = 1\%$, les bandes de déformation sont moins perceptibles et, à la place, on observe des zones avec une forte concentration de parfaites dans la matrice et avec principalement des superdislocations vis dans les précipités (Fig. IV.9). Des zones similaires ont aussi été observées dans TROPEA déformé à $\varepsilon_p = 1\%$.

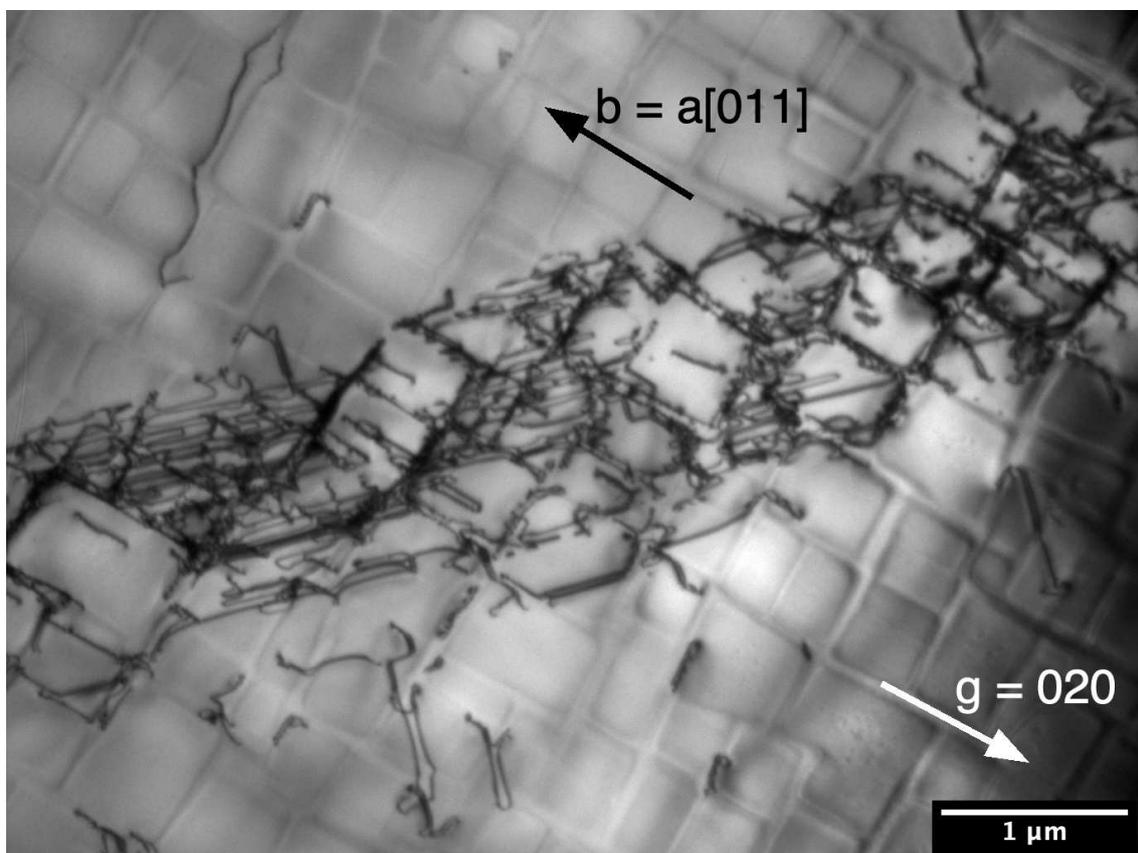


Fig. IV.8. Bande de glissement dans le CMSX-4 ($\varepsilon_p = 0,5\%$).

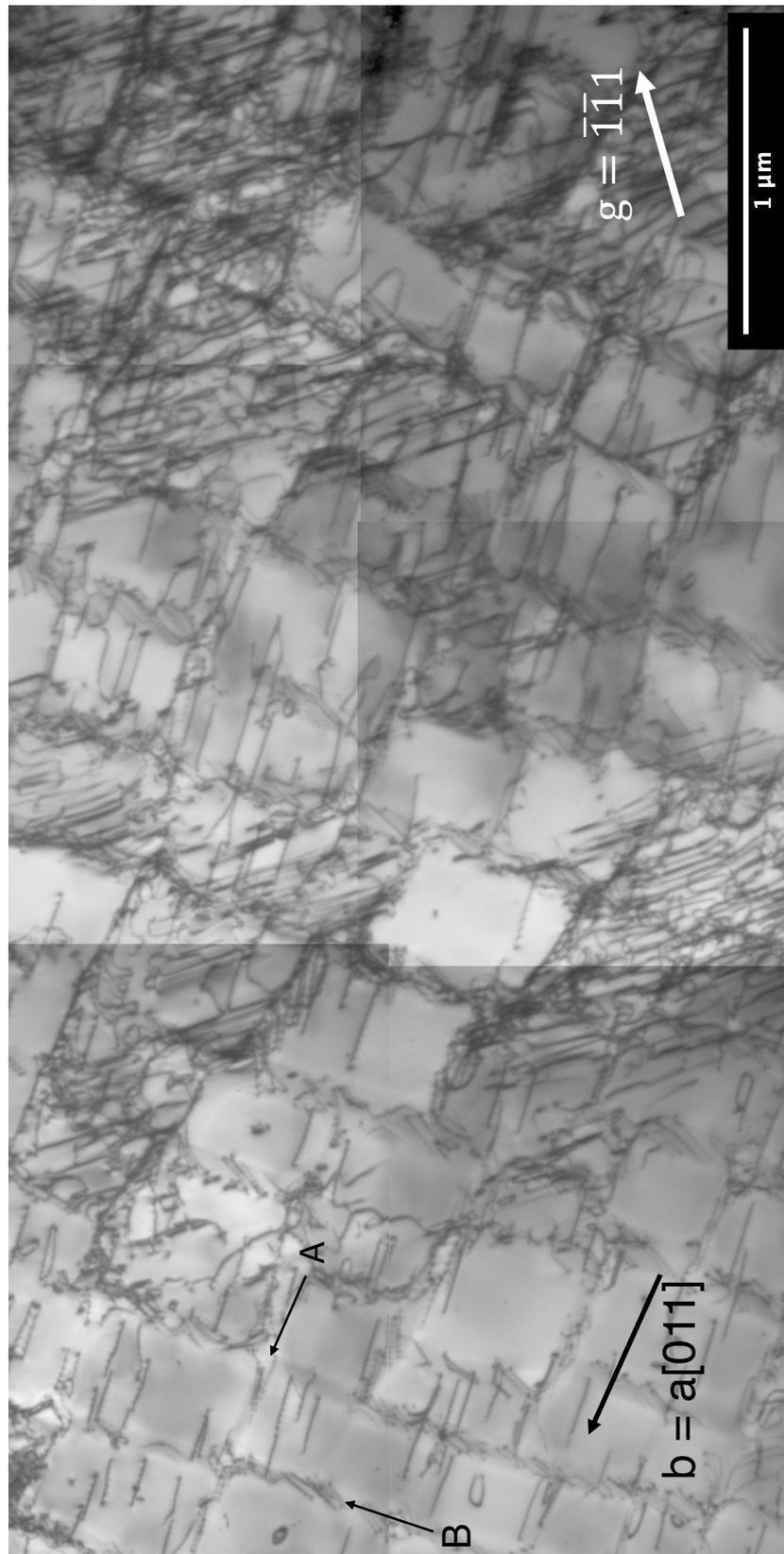


Fig. IV.9. Paysage de déformation dans le CMSX-4 ($\epsilon_p = 1\%$). Les deux types de couloirs de matrice sont observés : A, avec des parfaites vis, et B, avec des parfaites de caractère $\phi = 60^\circ$. Dans les précipités, les superdislocations ont un caractère $\phi = 60^\circ$ ou vis

IV.2.3. Micromécanismes de déformation dans d'autres alliages écrouissant avec un plateau

La déformation dans les alliages CMSX-4 Plus (Fig. IV.10), MC-NG (Fig. IV.11) et RR 2000 (Fig. IV.12) a également été observée mais de manière moins approfondie. La déformation dans ces autres alliages est similaire à celle observée dans TROPEA et se concentre dans des bandes de glissement. Cependant malgré des limites d'élasticité différentes ($R_{p0,2} \approx 850$ MPa pour le RR 2000 et le MC-NG et $R_{p0,2} \approx 1000$ MPa pour le CMSX-4), il est difficile de trouver des différences entre ces alliages. Du cisaillement des précipités γ' par des superpartielles $a/3\langle 112 \rangle$ a pu être observé à une seule occasion dans un échantillon de RR 2000 déformé à $\varepsilon_p = 1\%$ (Fig. IV.12). Ce mode de déformation est classiquement associé à la déformation en fluage à des températures intermédiaires (700-800 °C) même s'il peut être observé en traction [32,36]. Il faut cependant garder en tête qu'une seule dislocation peut former une faute d'empilement très grande et donner la fausse impression que ce mode de cisaillement participe de manière significative à la déformation plastique en traction.

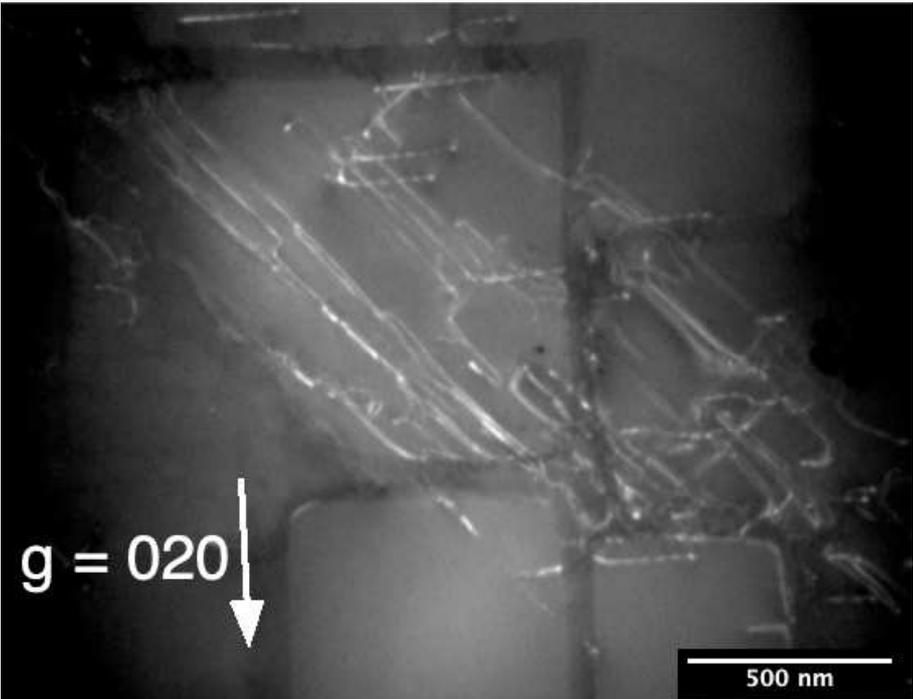


Fig. IV.10. Bande de glissement dans le CMSX-4 Plus ($\epsilon_p = 1\%$)

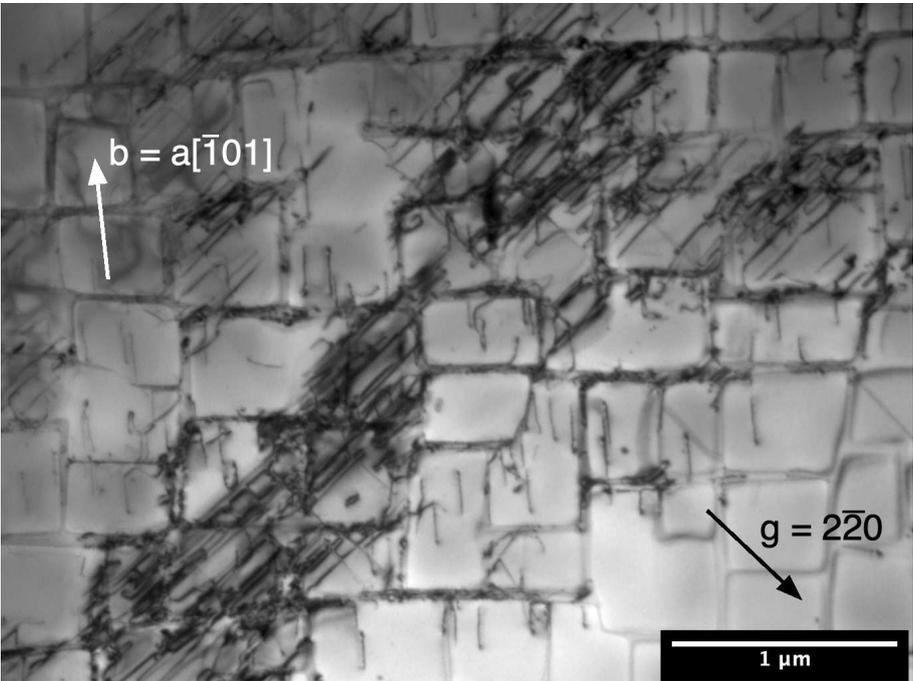


Fig. IV.11. Bande de glissement dans le MC-NG ($\epsilon_p = 1\%$)

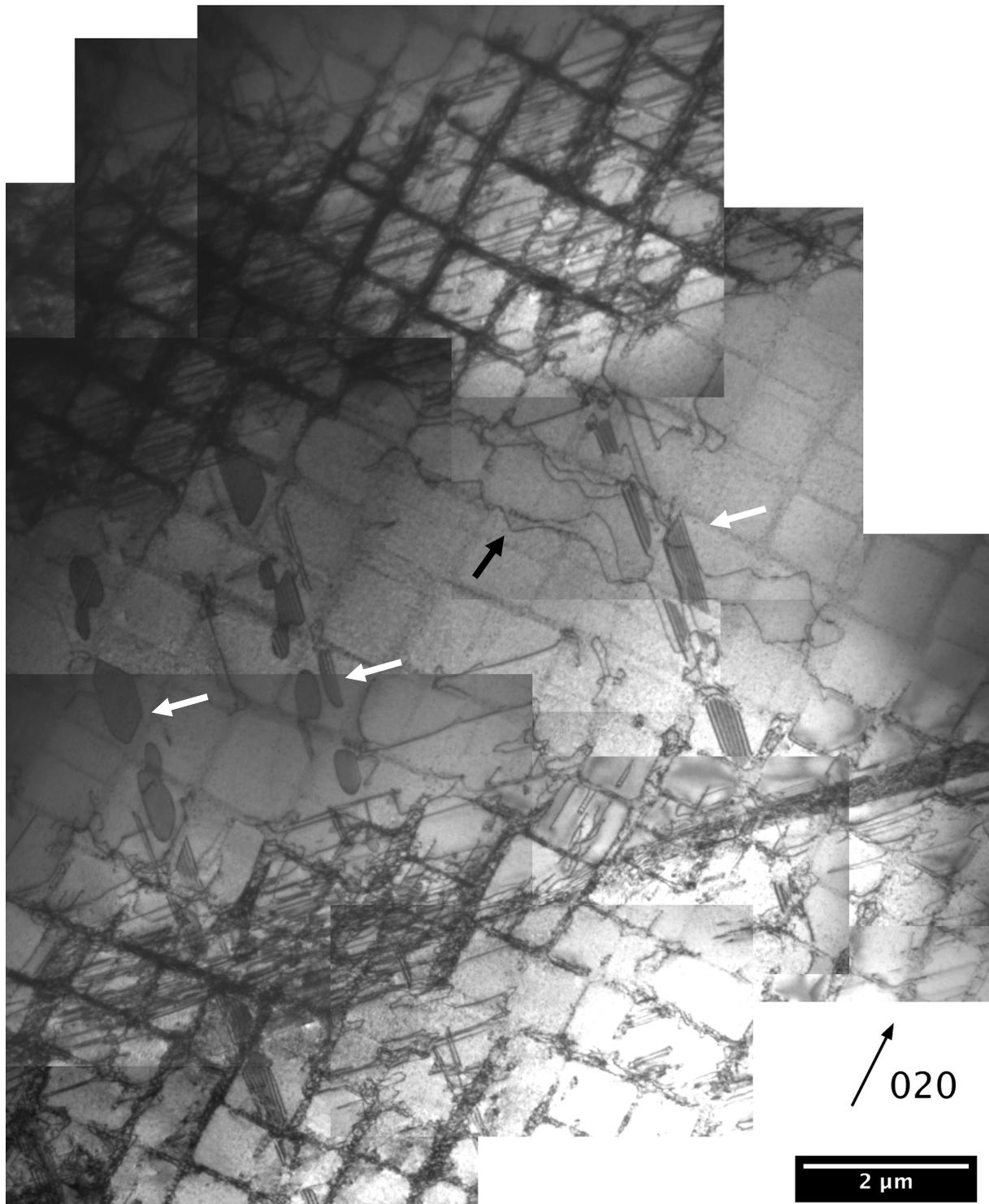


Fig. IV.12. Paysage de déformation dans le RR 2000 ($\epsilon_p = 1\%$). Deux bandes de glissements sont visibles. Du cisaillement par des partielles (indiqué par des flèches blanches) est observé. Du glissement dévié de parfaites est aussi observé (flèche noire).

IV.2.4. Micromécanismes de déformation dans le PWA 1480

Dans le cas du PWA 1480, la microstructure de déformation est en accord avec les observations à la loupe binoculaire : aucune bande de glissement n'est observée, la déformation étant homogène dans tout le volume de matériau (Fig. IV.13). On retrouve tout de même quelques similarités avec les alliages « classiques » avec notamment une forte densité de dislocations $a/2\langle 110 \rangle$ avec un caractère vis ou $\phi = 60^\circ$ dans la matrice. Deux systèmes de glissement ($a[0\bar{1}1](\bar{1}11)$ et $a[101](\bar{1}\bar{1}1)$) et du glissement dévié sont activés dans la matrice (Fig. IV.14). Dans la phase γ' , on observe principalement des superdislocations vis $a\langle 110 \rangle$ (Fig. IV.15). Quelques fautes d'empilement de super-réseau isolées sont observées dans des précipités γ' (Fig. IV.16). Ces fautes proviennent de la dissociation d'une parfaite à l'interface γ/γ' (Tab. IV.2) :

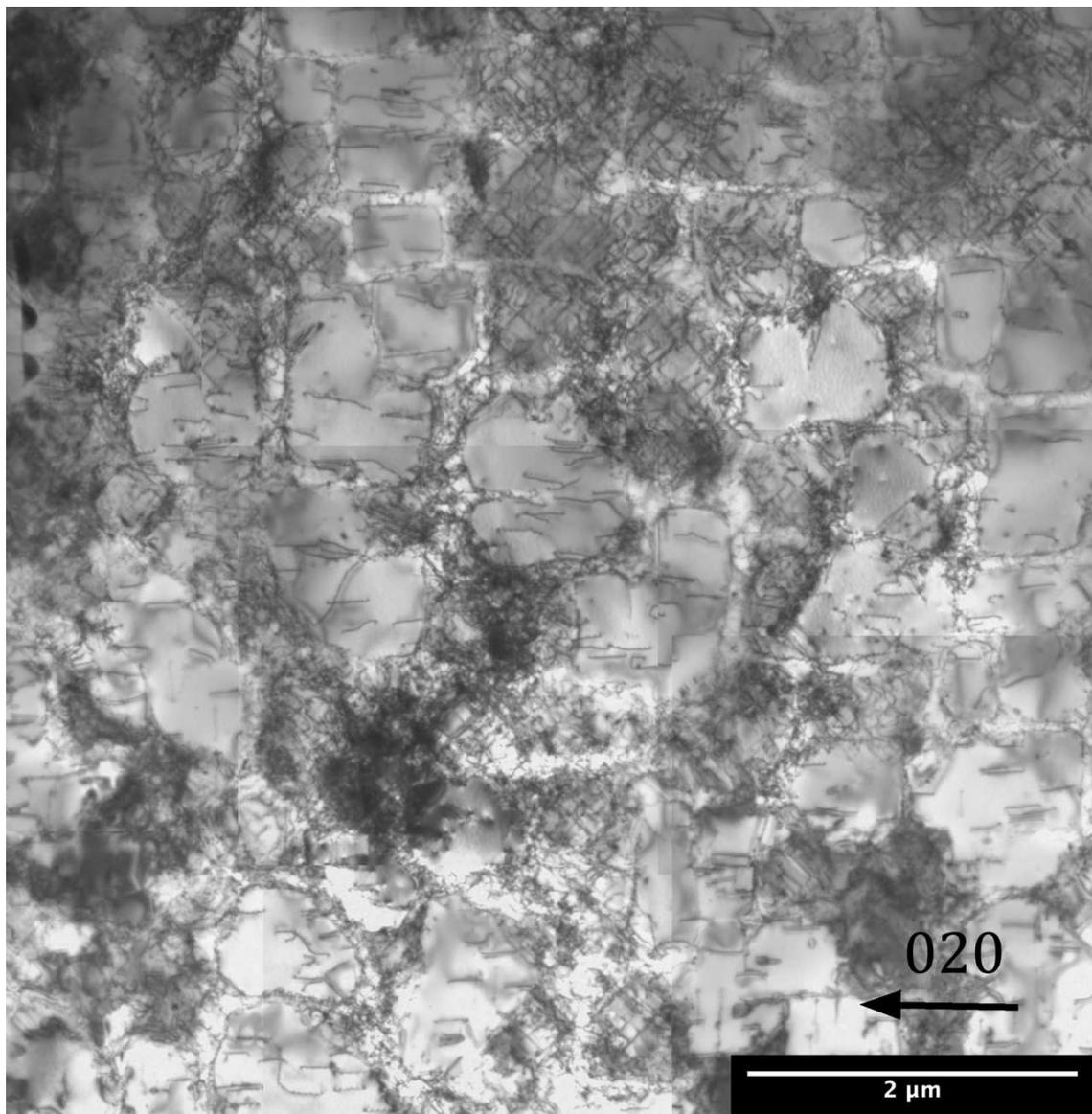
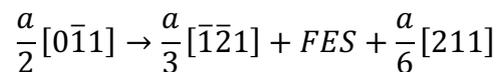


Fig. IV.13. Paysage de déformation dans le PWA 1480 ($\epsilon_p = 1\%$)

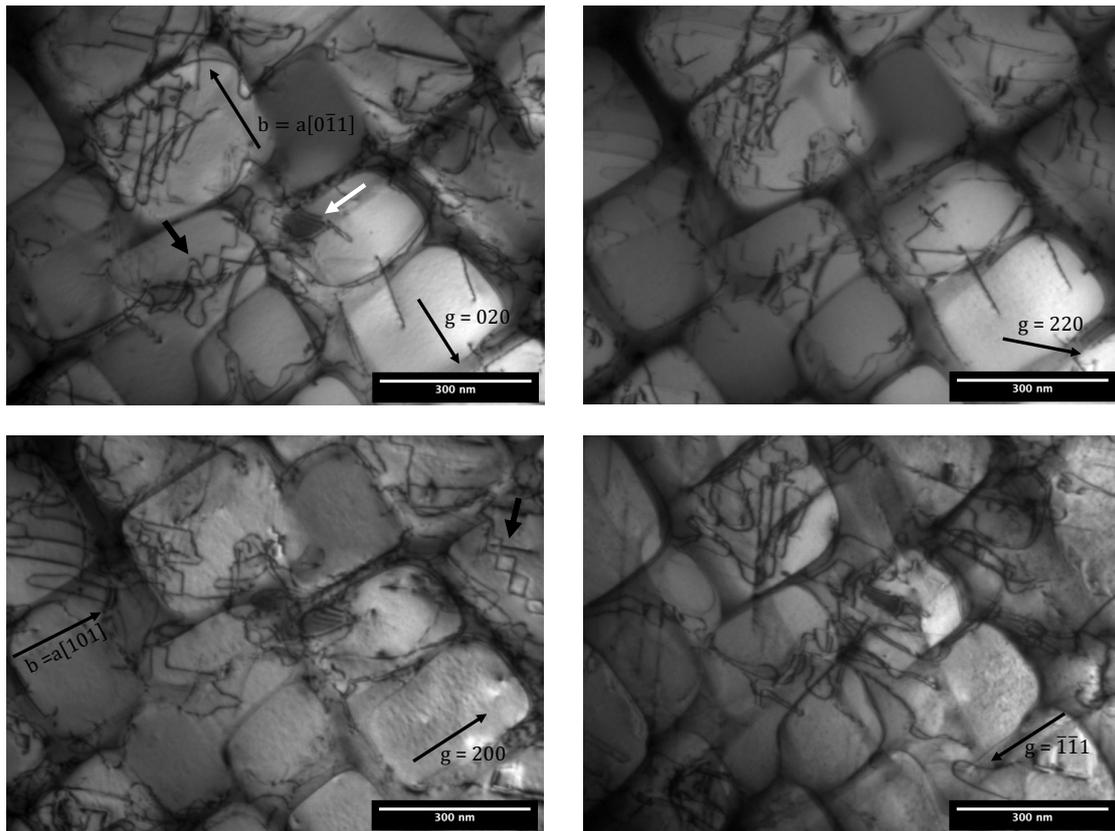


Fig. IV.14. Différents systèmes de glissement activés dans le PWA 1480 ($\epsilon_p = 0,5\%$). Du glissement dévié est activé dans les deux systèmes (flèches noires). Une faute d'empilement de superréseau est indiquée par la flèche blanche

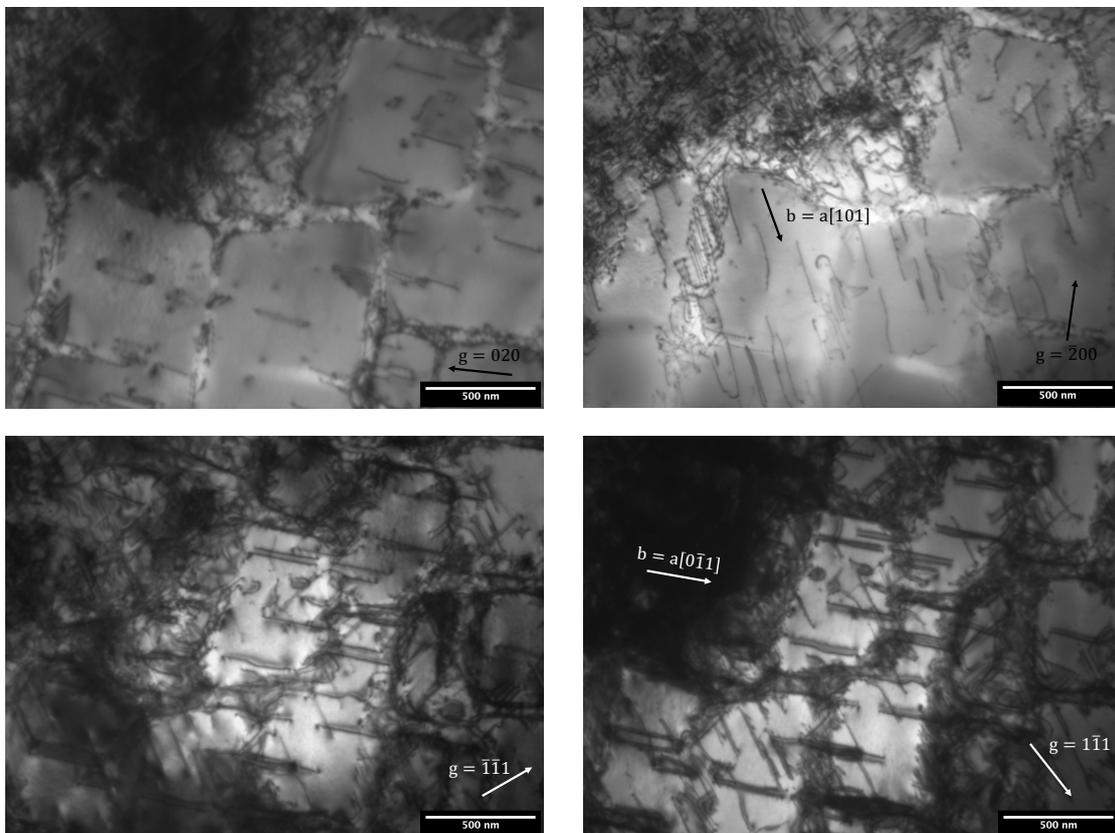


Fig. IV.15. Deux familles de dislocations vis dans le PWA 1480 ($\epsilon_p = 1\%$)

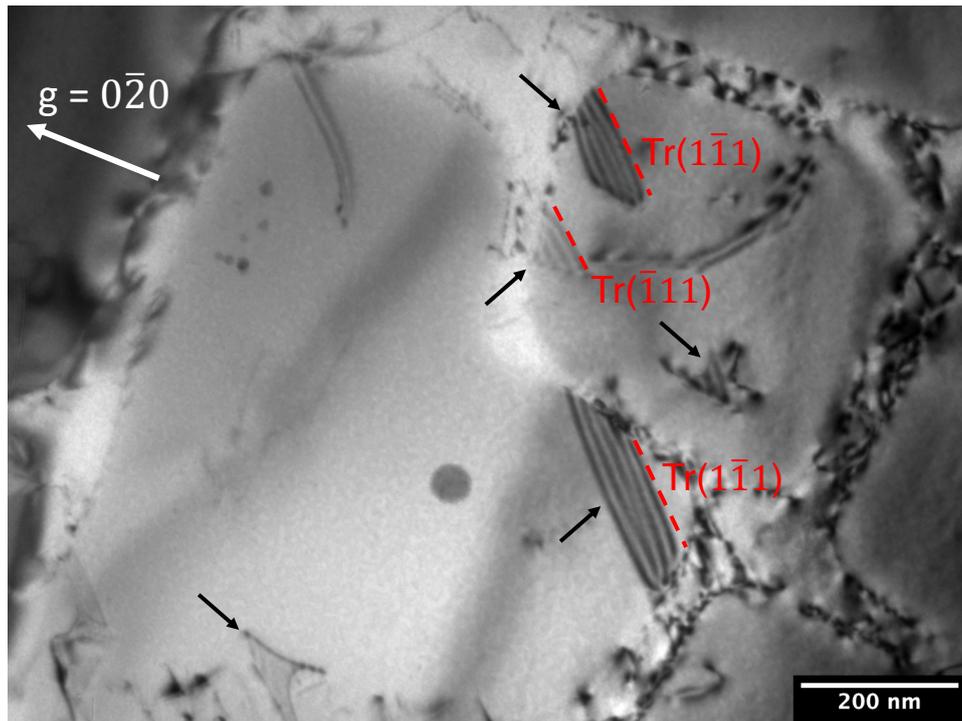


Fig. IV.16. Fautes d'empilement de super-réseau dans le PWA 1480. La faute selon la $Tr(\bar{1}\bar{1}1)$ est analysée Tab. IV.2

Tab. IV.2. Valeurs des produits $\mathbf{g}\cdot\mathbf{b}$ pour différents \mathbf{g} et visibilité des superpartielles de tête et de queue pour chaque \mathbf{g} associé (v : visible ; inv : invisible ; ind : indéterminée)

\mathbf{b} / \mathbf{g}	$0\bar{2}0$	$\bar{2}\bar{2}0$	$1\bar{1}1$	$\bar{2}20$	$\bar{2}00$	$\bar{1}\bar{1}1$
$1/2 [\bar{1}\bar{1}0]$	1	2	0	0	1	1
$1/2 [101]$	0	-1	1	-1	-1	0
$1/2 [0\bar{1}1]$	1	1	1	-1	0	1
$1/3 [\bar{1}\bar{2}1]$	$4/3$	$1/2$	$2/3$	$-2/3$	$2/3$	$4/3$
$1/6 [\bar{1}\bar{2}1]$	$2/3$	1	$1/3$	$-1/3$	$1/3$	$2/3$
$1/3 [112]$	$-2/3$	$-4/3$	$2/3$	0	$-2/3$	0
$1/6 [112]$	$-1/3$	$-2/3$	$1/3$	0	$-1/3$	0
$1/3 [211]$	$-2/3$	$-1/2$	$2/3$	$-2/3$	$-4/3$	$-2/3$
$1/6 [211]$	$-1/3$	-1	$1/3$	$-1/3$	$-2/3$	$-1/3$
$b_{\text{Tête}}$	inv	ind	v	v	v	inv
b_{Queue}	inv	v	v	ind	inv	ind

IV.2.5. Micromécanismes de déformation dans le TMS-238

La déformation du TMS-238 est présentée succinctement ici et est étudiée plus en détails dans le chapitre V. Comme dans les autres superalliages, la déformation est portée par des parfaites caractères vis ou $\phi = 60^\circ$ dans la matrice (Fig. IV.17), et, par des superdislocations dans la phase γ' (Fig. IV.18). Cependant, comme dans le PWA 1480, la déformation est aussi répartie de manière homogène dans tout le volume du matériau, aucune bande de glissement n'est observée (Fig. IV.19) et il apparaît que plusieurs systèmes de glissement sont activés (Fig. IV.19). Cependant, il existe une différence majeure entre le TMS-238 et tous les autres alliages observés au MET. En effet, le TMS-238 est le seul alliage dans lequel des fautes d'empilement (FE) ont été observées dans la matrice (Fig. IV.20). Ces fautes ont pu être observées dans d'autres alliages contenant du ruthénium et sont engendrées par la dissociation de parfaites et la décorrélation des Shockley d'après la réaction [93,117–119,136] :

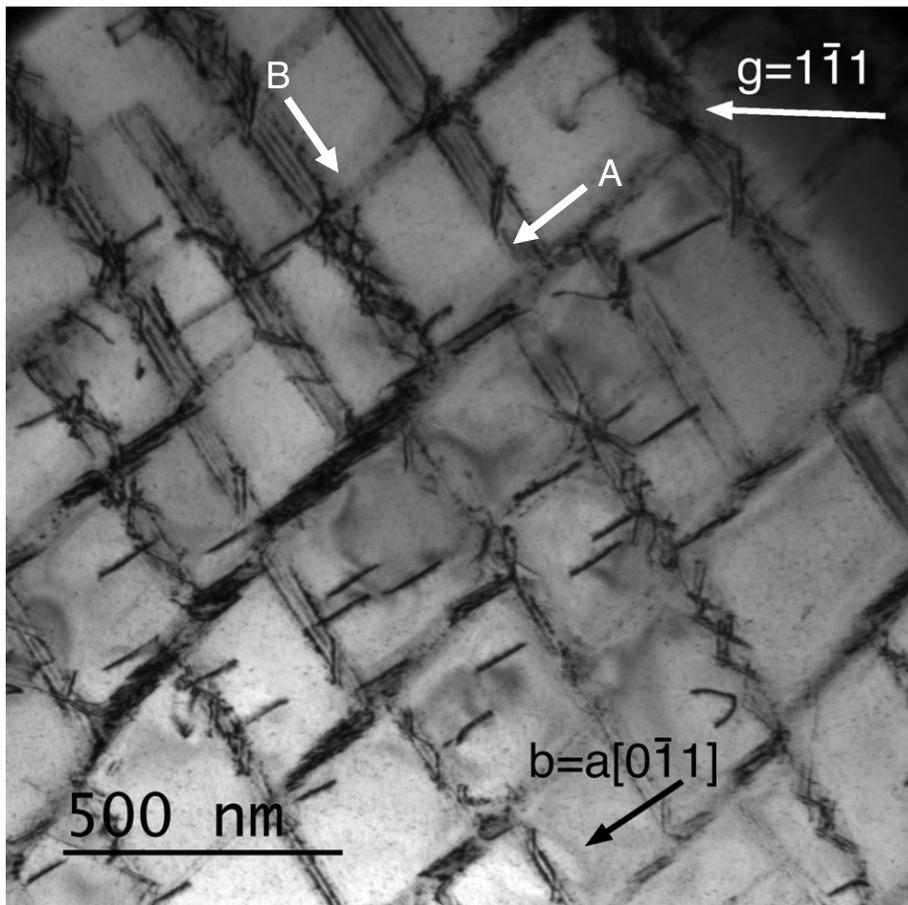
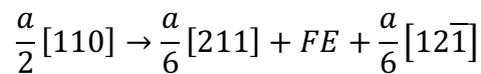


Fig. IV.17. Dislocations dans la matrice du TMS-238. Comme dans les autres alliages, on retrouve des parfaites vis et $\phi = 60^\circ$. On observe aussi quelques superdislocations vis dans les précipités.

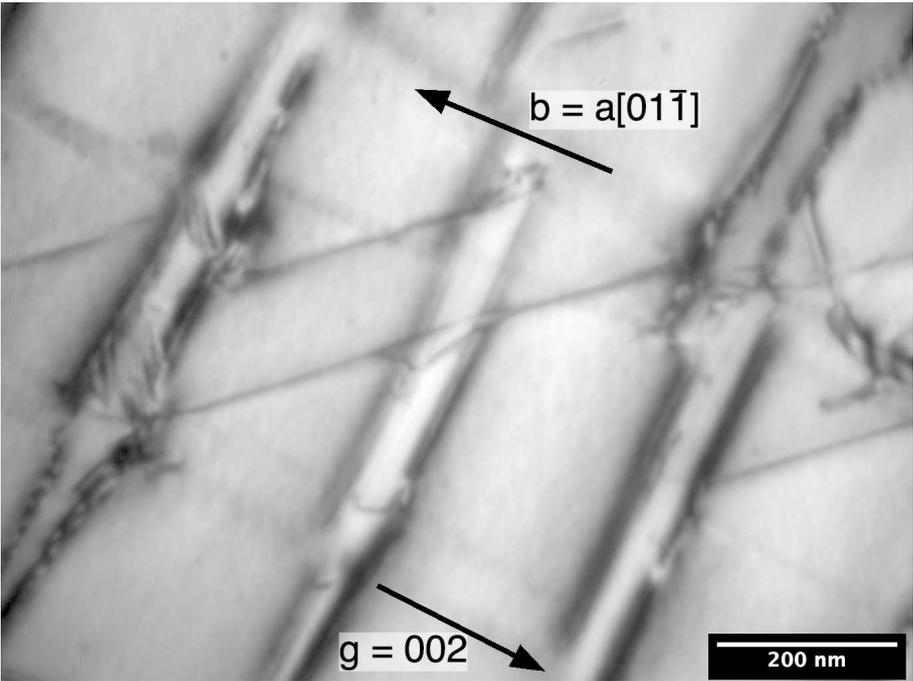


Fig. IV.18. Superdislocation dans le TMS-238 ($\epsilon_p = 1\%$)

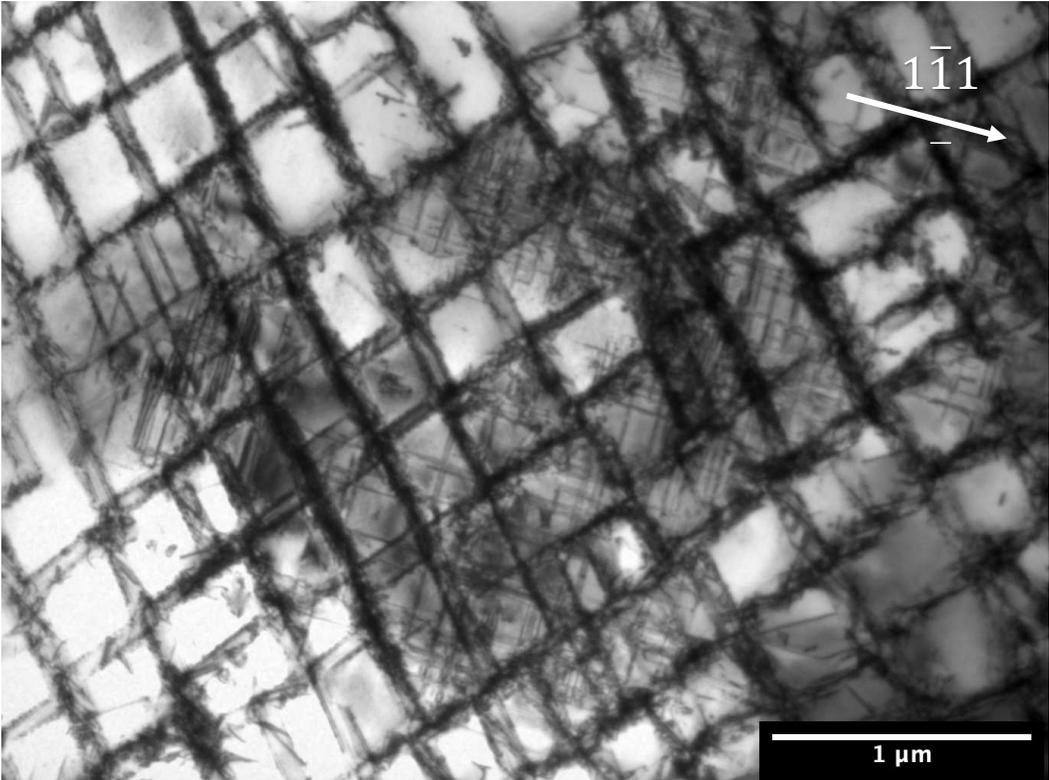


Fig. IV.19. Aspect de la déformation dans le TMS-238 ($\epsilon_p = 1\%$)

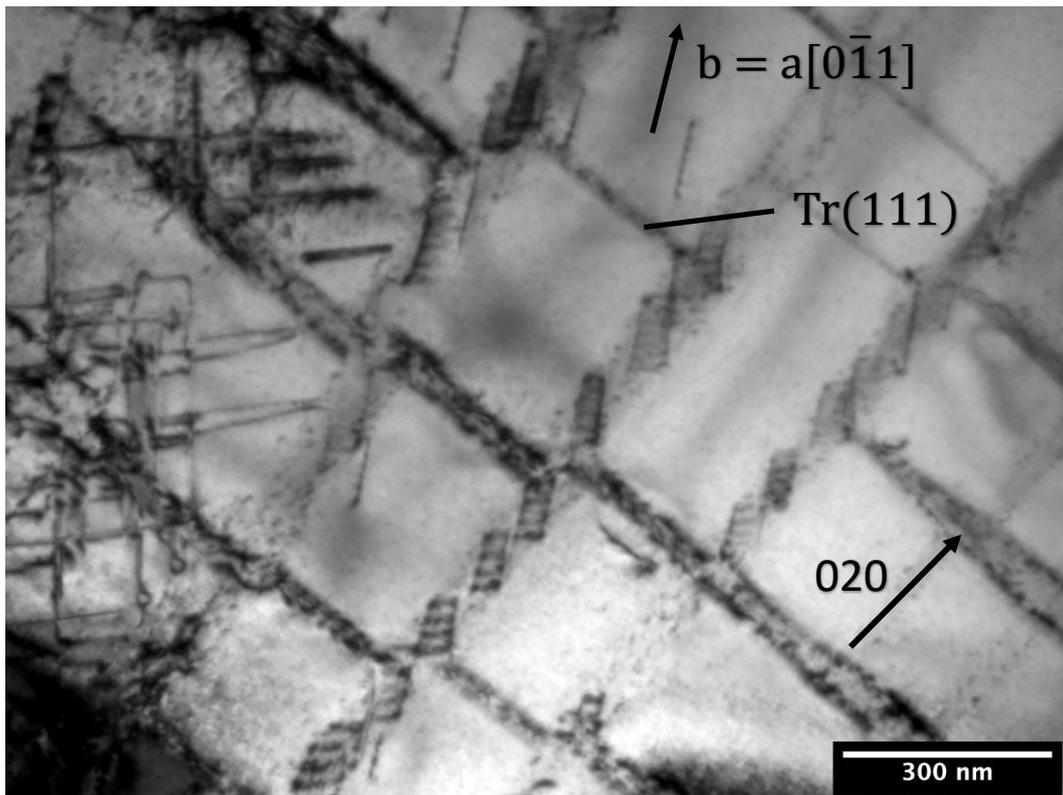


Fig. IV.20. Fautes d'empilement dans la matrice du TMS-238 ($\epsilon_p = 1\%$)

IV.3. Caractérisation des dipôles dans la phase γ'

IV.3.1. Dipôles de superdislocations

Dans tous les échantillons observés au MET (peu importe la composition chimique et l'état de déformation du matériau), des dipôles ont pu être caractérisés (Fig. IV.21). Ces dipôles sont généralement composés de deux superdislocations vis parallèles dans la phase γ' (Fig. IV.21 à Fig. IV.23). Ces deux superdislocations ont un aspect long et rectiligne et sont parfois reliées par une dislocation coin ou mixte, donnant un aspect de « U » au défaut (Fig. IV.23). Dans certains cas, les deux extrémités des dislocations vis sont reliées, formant alors une boucle. Ces observations corroborent des études précédentes sur le SRR99 à 550 °C [73] et le CMSX-4 à 750 °C [32] dans lesquelles les mêmes configurations avaient été observées.

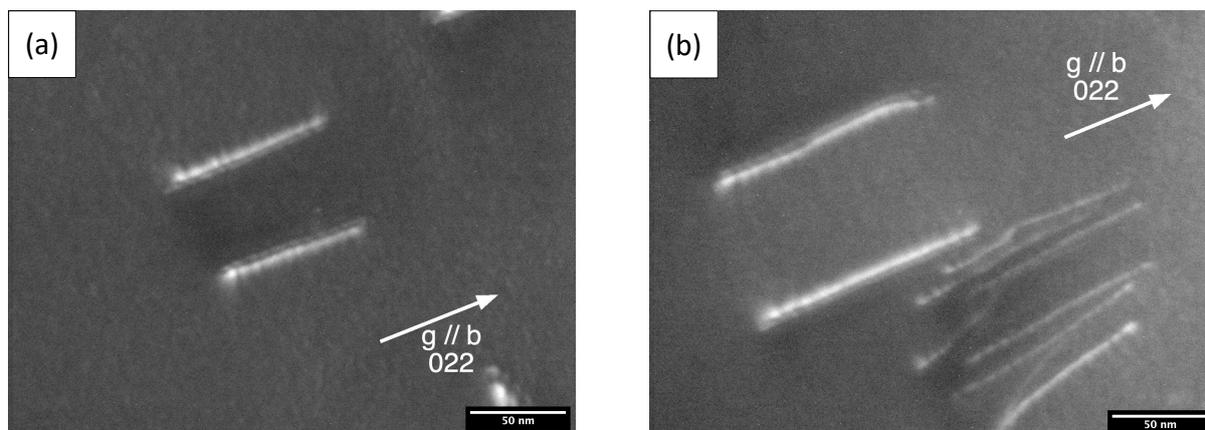


Fig. IV.21. Dipôles dans TROPEA ($\epsilon_p = 0,5\%$)

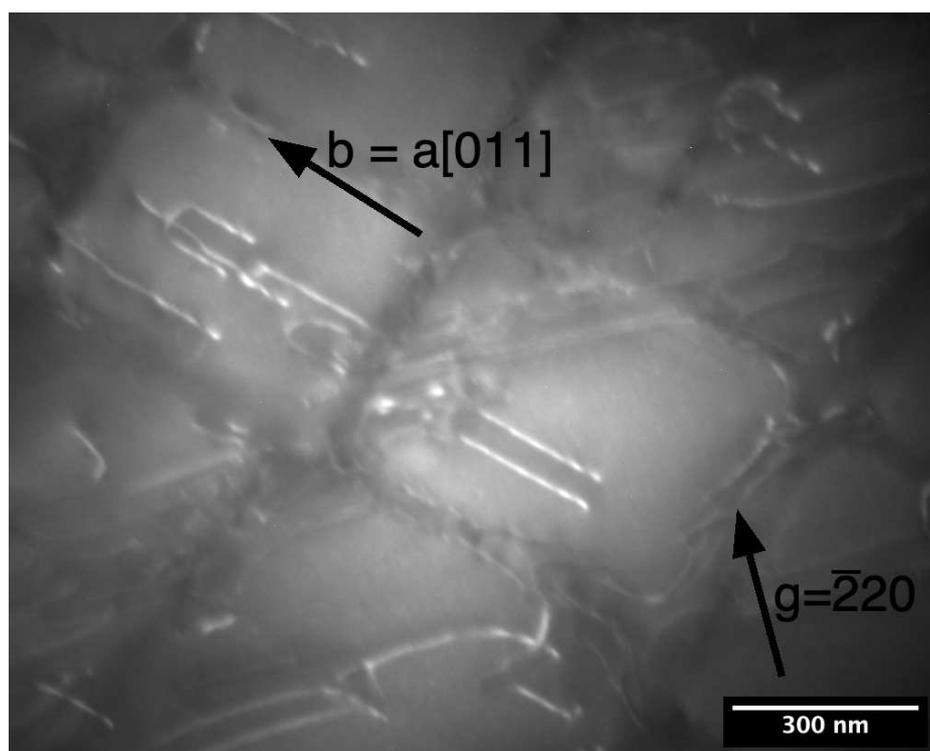


Fig. IV.22. Paire de superdislocations vis et dipôles en « U » dans le CMSX-4 ($\epsilon_p = 0,5\%$)

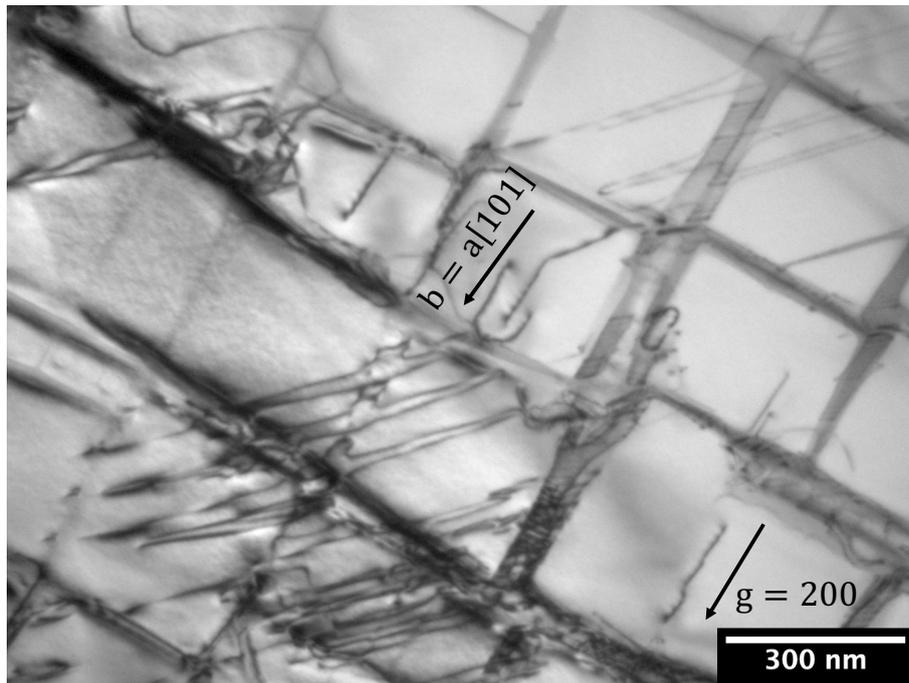


Fig. IV.23. Dipôle en « U » dans le TMS-238 ($\epsilon_p = 0,5\%$)

Le mécanisme de formation de dipôle dans la phase γ' avait été présenté brièvement dans le Chapitre I. Il est représenté ici (Fig. IV.24) de manière plus détaillée [32]:

- (a) Une paire de dislocations parfaites vis pénètre un précipité γ' dans un plan $\{111\}$ et forme une superdislocation.
- (b) La paire glisse dans le plan $\{111\}$ mais se bloque *via* le mécanisme de verrou de Kear-Wiltsdorf.
- (c) Une seconde paire de parfaites de matrice pénètre le précipité dans le même plan $\{111\}$ à la suite de la première superdislocation et se bloque aussi par glissement dévié.
- (d, e, f) Les segments de parfaites restés dans la matrice se combinent aux interfaces γ/γ' en formant deux segments coin ou mixte, formant ainsi une boucle complète.
- (g, h, i) Les segments vis et coins s'attirent l'un vers l'autre, jusqu'à disparition de la boucle.

La présence de ces dipôles atteste donc du cisaillement des précipités par des superdislocations et l'activation de verrous de KW dans les alliages observés.

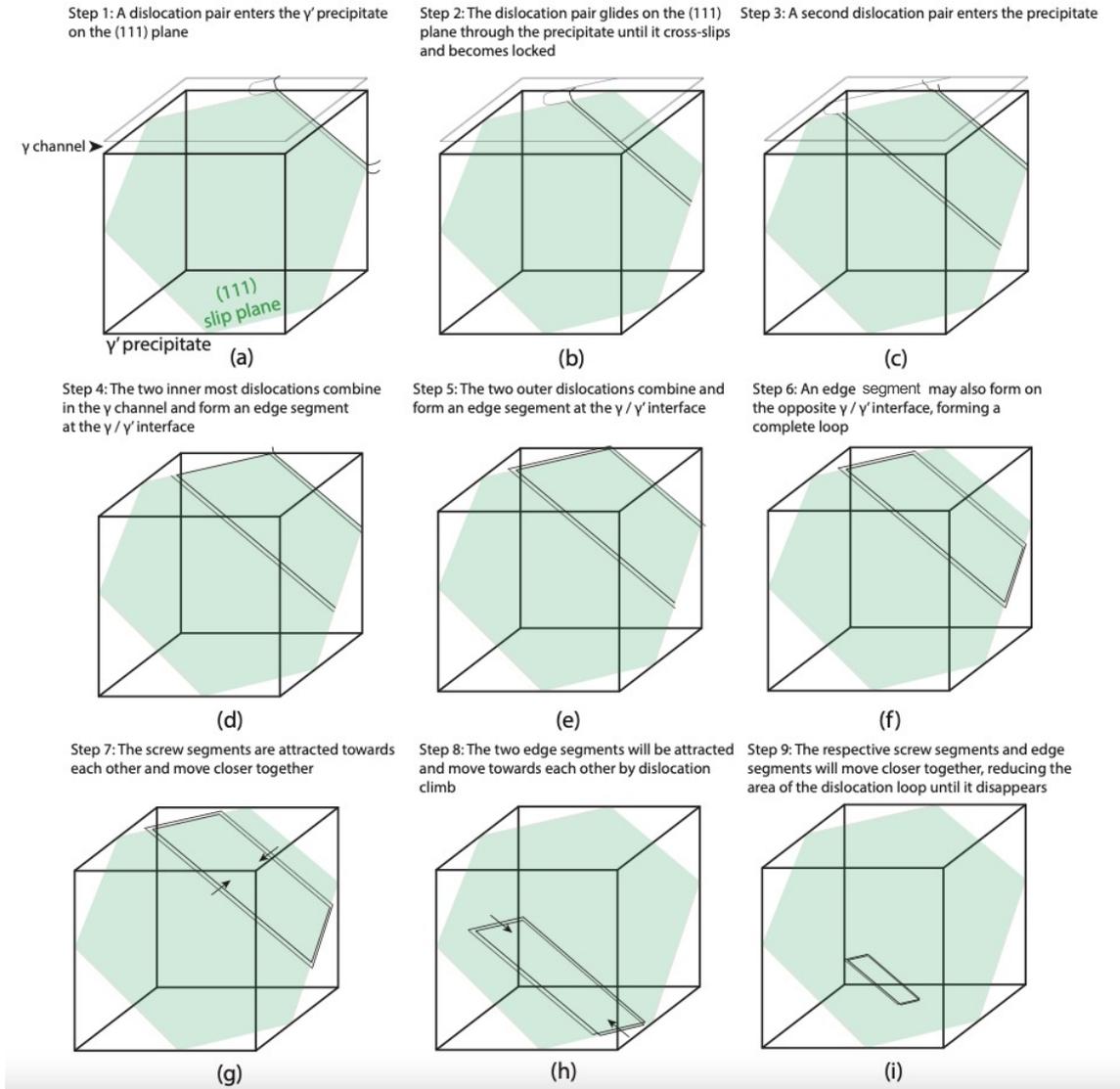


Fig. IV.24. Mécanisme détaillé de formation d'une boucle dans la phase γ' [32]

IV.3.2. Évolution des dipôles

On pourrait s'attendre à ce que ces dipôles disparaissent du fait des forces d'interaction entre les superdislocations. On peut en effet considérer que les boucles sont constituées de deux segments vis parallèles et de deux segments coins parallèles qui s'attirent deux à deux. La relation de Peach-Koehler donne la force entre deux dislocations parallèles [85] :

$$F_R = \frac{\mu}{2\pi R} \left[(\mathbf{b}_1 \cdot \boldsymbol{\xi})(\mathbf{b}_2 \cdot \boldsymbol{\xi}) + \frac{(\mathbf{b}_1 \times \boldsymbol{\xi})(\mathbf{b}_2 \times \boldsymbol{\xi})}{1-\nu} \right]$$

μ étant le module de cisaillement, ν le module de Poisson, R la distance entre les deux dislocations, $\boldsymbol{\xi}$ le vecteur unitaire parallèle à la ligne de dislocation et \mathbf{b} le vecteur de Burgers. En prenant $\mathbf{b} = \mathbf{b}_1 = \mathbf{b}_2 = a\langle 110 \rangle$, la relation de Peach-Koehler se simplifie. Les interactions entre les segments vis et les segments coins d'un dipôle sont alors :

$$F_{R,vis} = \frac{\mu b^2}{2\pi R} \quad \text{et} \quad F_{R,coin} = \frac{\mu b^2}{2\pi(1-\nu)R}$$

A 650 °C, $\mu_{\text{Ni}_3\text{Al}} = 57,7$ GPa, $\nu_{\text{Ni}_3\text{Al}} = 0,335$ [137] et $a_{\text{Ni}_3\text{Al}} = 0,361$ nm [138]. En prenant une distance de 100 nm entre les segments vis et de 400 nm entre les segments coin, on obtient les contraintes d'interaction suivantes :

$$F_R = \tau \cdot b$$

$$\text{Soit } \tau_{\text{vis}} = 47 \text{ MPa et } \tau_{\text{coin}} = 18 \text{ MPa}$$

Il existe donc des forces attractives entre les segments d'un dipôle. Une boucle finira donc par disparaître si on lui laisse suffisamment de temps. L'observation de boucles très allongées (Fig. IV.25 et Fig. IV.26) et de petites boucles circulaires (Fig. IV.27) dans les précipités semble donc être liée au rétrécissement et à la disparition des dipôles. Cependant, les segments vis étant bloqués dans des configurations de KW, un réarrangement de la PA est nécessaire pour que les segments vis se rapprochent. L'annihilation des boucles semble donc être un phénomène de diffusion, et une augmentation de la température facilitera la réorganisation des PA des segments vis [32].

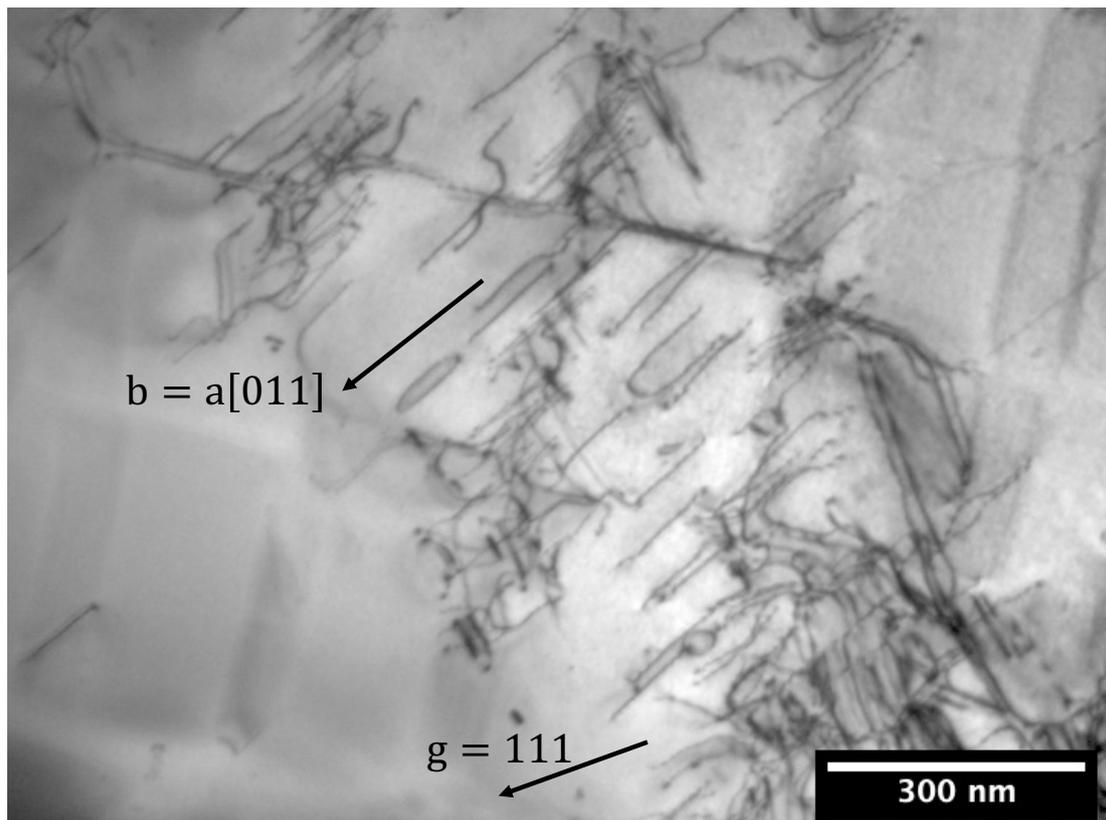


Fig. IV.25. Exemples de dipôles dans TROPEA ($\epsilon_p = 0,5\%$) : des paires de dislocations vis, un dipôle en forme de « U » et une boucle allongée peuvent être observés

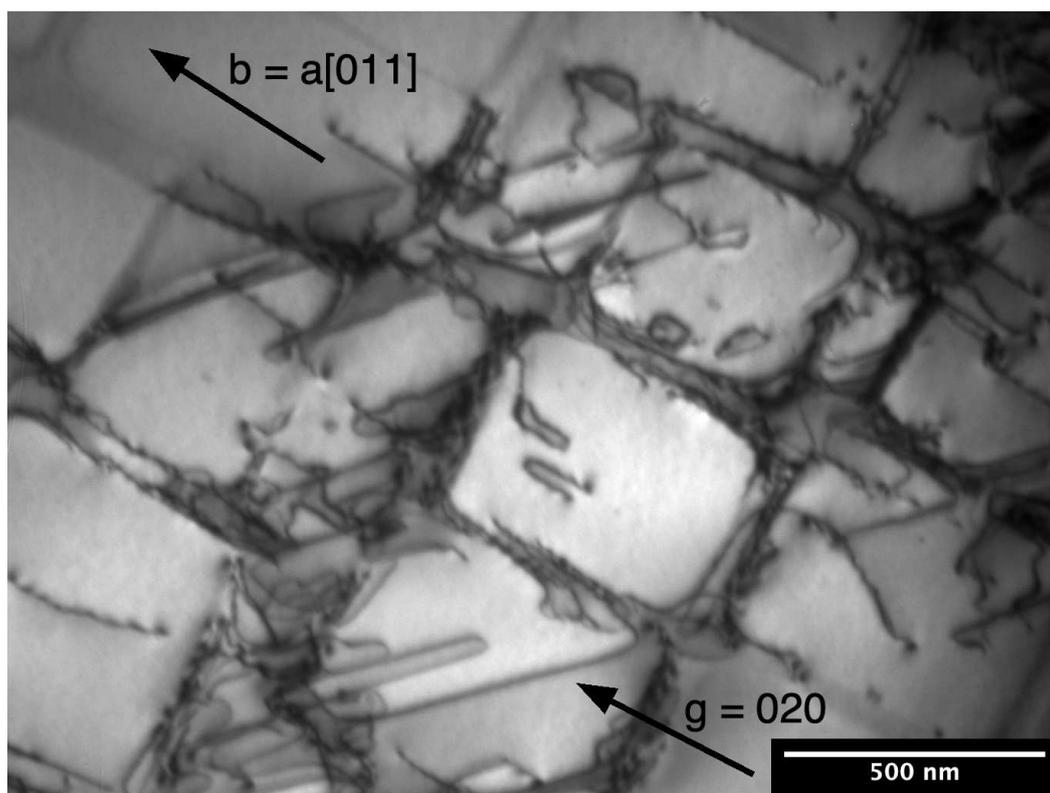


Fig. IV.26. Boucle allongée et dipôle en « U » dans le CMSX-4 ($\epsilon_p = 0,5\%$)

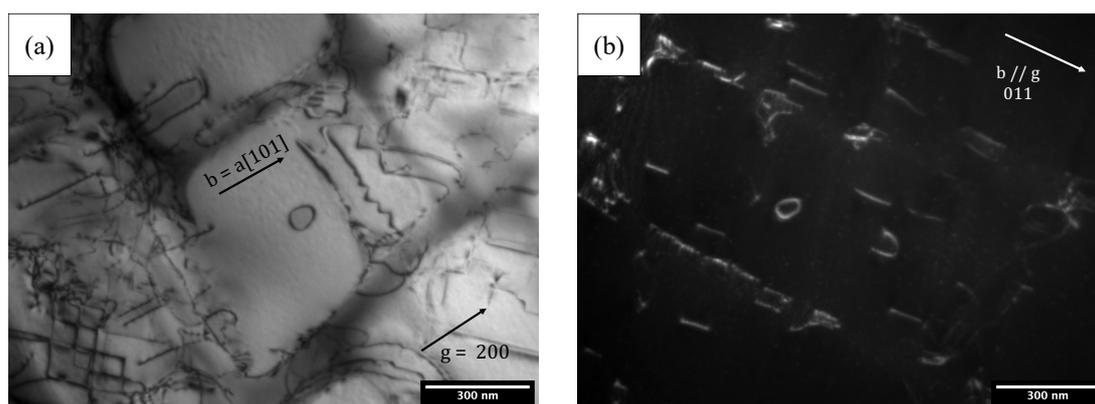


Fig. IV.27. Boucles dans les alliages PWA 1480 (a) et TROPEA (b) déformés à 1480 ($\epsilon_p = 0,5\%$)

IV.4. Essai de traction *in situ*

Afin d'étudier le début de la déformation plastique, des essais de traction *in situ* ont été réalisés dans le superalliage TROPEA. Ces essais ont permis de mettre en évidence la chronologie de la déformation plastique et de confirmer ce qui est classiquement décrit dans la littérature. La déformation s'initie dans la phase γ et il a été possible d'observer l'activation d'une source de dislocation à l'intersection des couloirs de matrice (Fig. IV.28). Les dislocations parfaites se propagent principalement dans les couloirs horizontaux (Fig. IV.29). Pour rappel, sous l'effet d'une charge de traction, les contraintes de *misfit* mettent en compression plus fortement les couloirs horizontaux que les couloirs verticaux. Les dislocations se propagent donc préférentiellement dans ces couloirs au tout début de la déformation plastique. Enfin, le cisaillement des précipités se fait de manière brutale, les dislocations pénétrant les précipités par leurs arrêtes et se propageant ensuite rapidement. Le mouvement rapide des dislocations dans les précipités indique que la contrainte de propagation dans la phase γ' est inférieure à la contrainte de cisaillement nécessaire pour traverser l'interface γ/γ' [139]. Ce paramètre apparaît donc déterminant dans la propagation des dislocations et donc dans la limite d'élasticité.

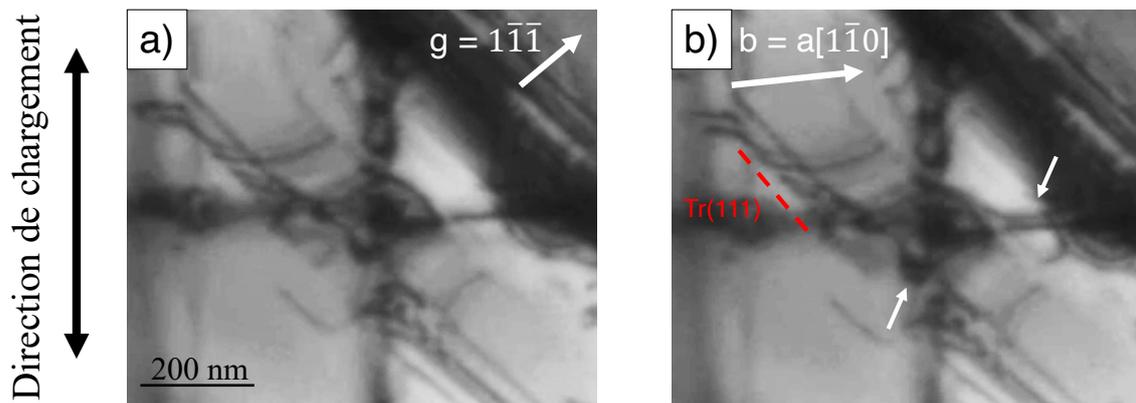


Fig. IV.28. Activation d'une source de dislocation ($a/2 [\bar{1}10](111)$, facteur de Schmid $m = 0,41$) à l'intersection de deux couloirs de matrice (a) et propagation de dislocations (indiquée par les flèches blanches) dans les couloirs de matrice (b).

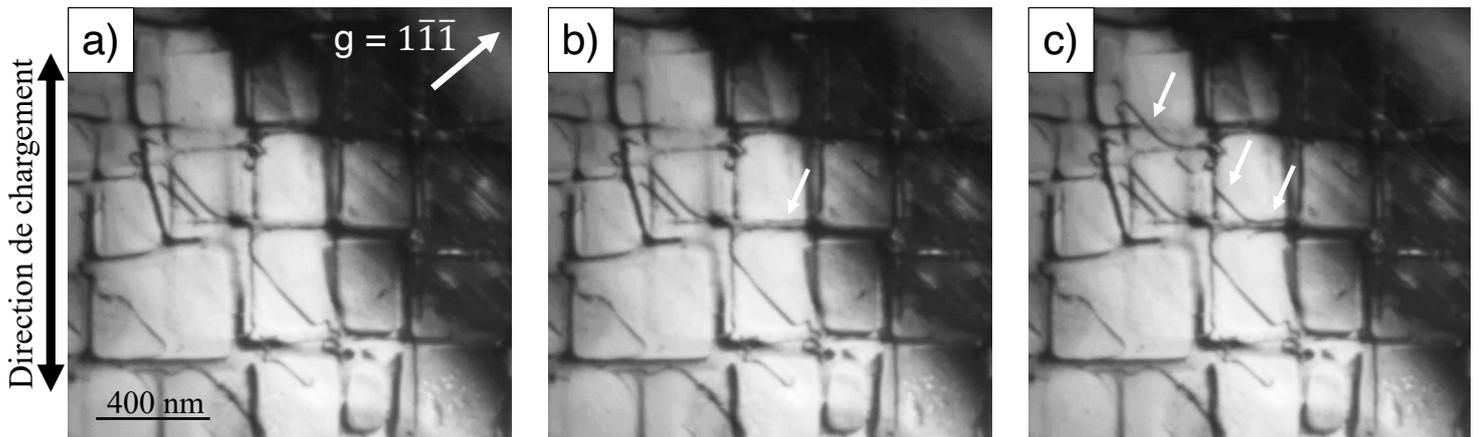


Fig. IV.29. Propagation d'une parfaite dans un couloir horizontal (a et b). La dislocation s'apparie pour cisailer brutalement les précipités (c). La propagation des dislocations entre les images (a) et (c) s'est effectuée en moins d'une seconde.

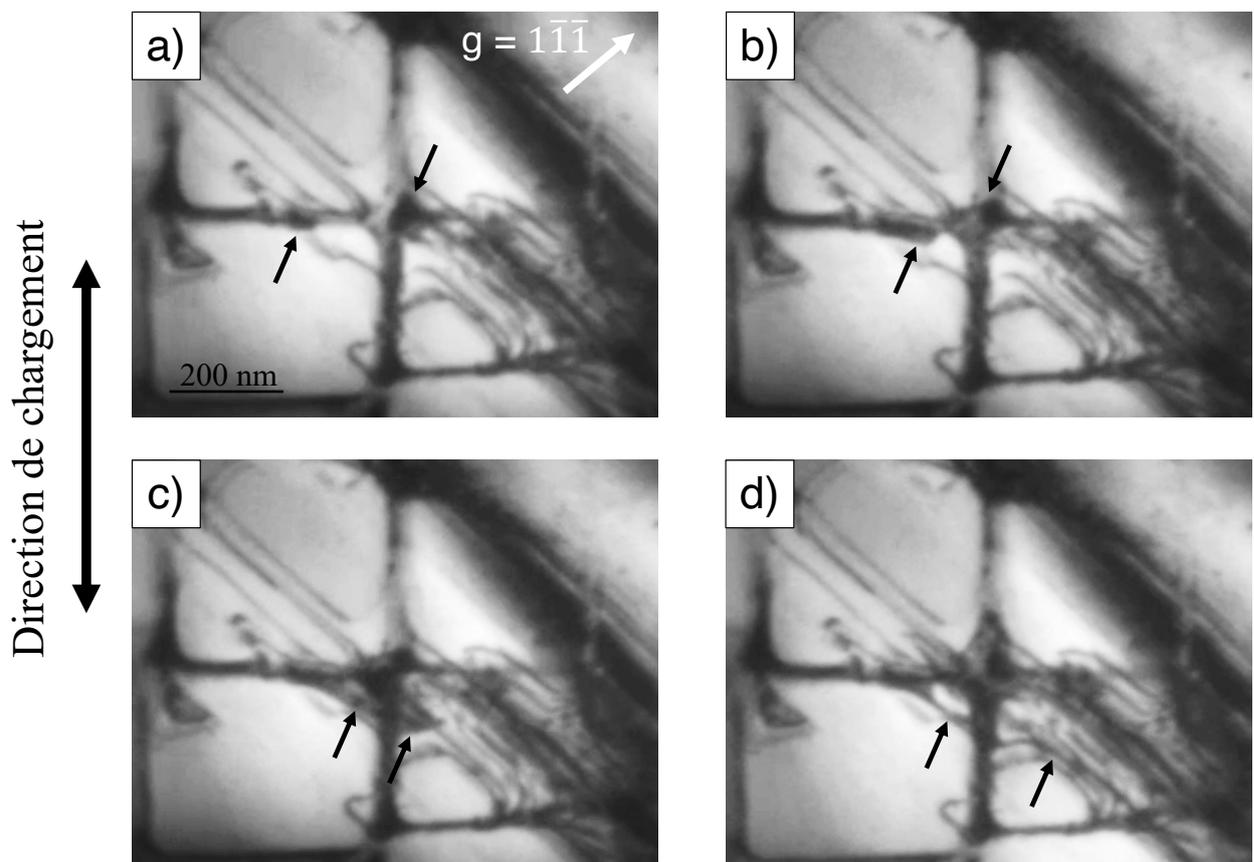


Fig. IV.30. Propagation de parfaites de matrice dans un couloir horizontal (a et b) suivie de la formation d'une superdislocation et du cisaillement de deux précipités (c et d). La propagation des parfaites entre (a) et (b) dure environ 9 s, le cisaillement observé entre (c) et (d) prend moins de 3 s.

IV.5. Synthèse des observations au MET

IV.5.1. Origine du plateau de déformation

L'hétérogénéité de la déformation est en accord avec la présence du plateau d'écoulement. La déformation plastique débute dans la matrice avec l'activation de sources de dislocations (comme vu en traction *in situ*) ou de dislocations existantes (par exemple dans les sous-joints de grains). Les parfaites se propagent d'abord dans les couloirs avant de s'apparier pour pénétrer et cisailer les précipités. La déformation se localise dans des bandes de glissement. Les fortes densités de dislocations dans les bandes de déformation et la formation verrous de KW et de dipôles conduisent à une consolidation locale du matériau et la déformation se propage donc ensuite dans les zones non déformées du fût de l'éprouvette tout au long du plateau, d'où la multiplication des lignes de glissement au cours du plateau. Lorsque la totalité du fût de l'éprouvette est déformée, le plateau se termine et la consolidation démarre.

La formation de verrous de KW fournit une explication quant aux aspects des courbes de traction à différentes températures, où à l'ambiante la fin du plateau et la consolidation arrivent plus tardivement qu'à 650 °C. La fréquence d'activation des verrous de KW dépendant de la température, elle est plus élevée à 650 °C. Elle peut donc favoriser la propagation de la déformation dans les zones non déformées du fût de l'éprouvette et donc amener à une consolidation plus rapide du matériau et à la fin du plateau.

IV.5.2. Conclusion

Les essais de traction à 650 °C ont mis en évidence une grande variété de comportements différents. En effet, des écarts importants de limite d'élasticité ont été mis en évidence entre les différents alliages. Sur certains alliages, un écrouissage important associé à une absence de plateau et une ductilité très faible ont pu être observés et, fait intéressant, ce comportement a été observé sur des alliages avec des compositions chimiques très différentes. La déformation d'alliages au comportement « classique » et d'alliages écrouissant fortement (PWA 1480 et TMS-238) a été caractérisée. Dans le cas « classique », la déformation plastique débute avec un plateau d'écoulement, suivi par un durcissement du matériau jusqu'à rupture. L'étude des premiers stades de déformation a montré que la déformation se propageait de manière hétérogène dans des bandes de déformation. La déformation plastique est portée par des paires de dislocations $a/2\langle 110 \rangle$ qui cisailent les précipités, même si d'autres mécanismes ont été observés de manière occasionnelle. Les essais de traction *in situ* à 650°C ont montré que le passage de l'interface γ/γ' était l'étape cruciale pour permettre aux dislocations de se propager dans le matériau.

Dans le cas du PWA 1480 et du TMS-238, la déformation est plus homogène dans le volume du matériau, se localise dans la matrice et plusieurs systèmes de glissement sont activés. De plus, la déformation du TMS-238 se démarque des autres car c'est le seul alliage dans lequel des fautes d'empilements ont été observées dans la matrice.

Une tendance s'observe concernant la relation entre les compositions chimiques et les écarts de limites d'élasticité : les alliages de première génération ont souvent une limite d'élasticité plus élevée que ceux des générations suivantes. Ces écarts sont donc attribués à la composition chimique car les superalliages testés ont pour la plupart une microstructure semblable. Le chapitre V se concentrera sur causes de ces écarts de limite d'élasticité et abordera notamment les rôles de la microstructure et de l'énergie de PA.

Le chapitre VI se concentrera sur les caractéristiques du superalliage TMS-238 afin de mieux comprendre son comportement en traction si particulier.

Chapitre V

Étude des paramètres influençant la limite d'élasticité dans les superalliages monocristallins

Les propriétés mécaniques exceptionnelles des superalliages sont dues à la coexistence de plusieurs modes de durcissement [88,105,140]. La déformation s'initiant dans la matrice, la microstructure est un premier paramètre influençant la limite d'élasticité. La fraction volumique de phase γ' et la taille des précipités impactent la largeur des couloirs de matrice dont dépend la contrainte d'Orowan [92,110]. Or, cette dernière conditionne la mise en mouvement des dislocations dans la phase γ , et donc le début de la déformation plastique. Cependant, comme souligné dans l'état de l'art, le consensus sur l'influence de la taille des précipités sur la limite d'élasticité n'est pas clairement établi.

La composition chimique est également importante pour le durcissement des superalliages, le durcissement en solution solide des phases γ et γ' étant directement lié à leur composition chimique. Cependant, le mode de durcissement principal des superalliages est le durcissement par effet d'ordre, qui contribuerait à environ 60-70% de la limite d'élasticité [92,110]. Également, d'après la littérature et le chapitre III, en traction à 650 °C, la déformation plastique est majoritairement portée par des paires de dislocations parfaites qui pénètrent et cisailent les précipités [12,32,73,114]. Or, la contrainte nécessaire pour qu'une paire de dislocations pénètre un précipité est proportionnelle à l'énergie de PA [96], qui est elle-même liée à la composition chimique de la phase γ' [70,71].

Ce chapitre se propose donc d'étudier quelques modes de durcissement afin de mieux comprendre l'origine des écarts de limite d'élasticité observés à 650°C. L'influence de la microstructure puis de la composition chimique (en particulier son effet sur l'énergie de PA) seront notamment étudiés.

V. Étude des paramètres influençant la limite d'élasticité dans les superalliages monocristallins

V.1. Influence de la microstructure

V.1.1. Influence de la taille de précipités dans le CMSX-4 Plus

V.1.1.i. Matériau et traitements thermiques

Afin de s'abstraire de l'influence de la composition chimique sur la limite d'élasticité, l'effet de la microstructure a été étudié dans un seul alliage, le CMSX-4 Plus. Pour limiter l'effet de la désorientation, toutes les éprouvettes ont été usinées dans une même plaque monocristalline, élaborée par fonderie Bridgman et de désorientation primaire $\sim 4^\circ$ par rapport à la direction $\langle 001 \rangle$. Trois traitements thermiques différents ont été définis, en faisant varier la durée du premier revenu, pour obtenir trois microstructures différentes avec des précipités de plus en plus larges (Tab. V.1). Il faut cependant noter que la microstructure R1 est assez irrégulière du fait de l'absence du premier revenu et que des précipités tertiaires non désirés ont précipité lors des traitements thermiques de la microstructure R3 (voir Fig. V.1).

V.1.1.ii. Essais de traction

Chaque microstructure a été testée en traction ($\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) à température ambiante, à 650°C , à 750°C et à 950°C . Quelques essais interrompus à $\epsilon_p \approx 1\%$ ont également été réalisés. Les courbes de ces essais sont représentées dans les Fig. V.2 à Fig. V.5 et leurs résultats sont synthétisés dans le Tab. V.2.

Tab. V.1. Traitements thermiques appliqués au CMSX-4 Plus et microstructures résultantes

Microstructure	Mise en solution	Revenu 1	Revenu 2	Taille de précipités en cœur de dendrite (nm)	Taille de précipités en zone interdendritique (nm)
R1	1335°C/20h/AQ	/	870°C/20h/AQ	169 ± 52	196 ± 58
R2	1335°C/20h/AQ	1160°C/12h/AQ	870°C/20h/AQ	393 ± 150	525 ± 271
R3	1335°C/20h/AQ	1160°C/52h/AQ	870°C/20h/AQ	584 ± 161	743 ± 304

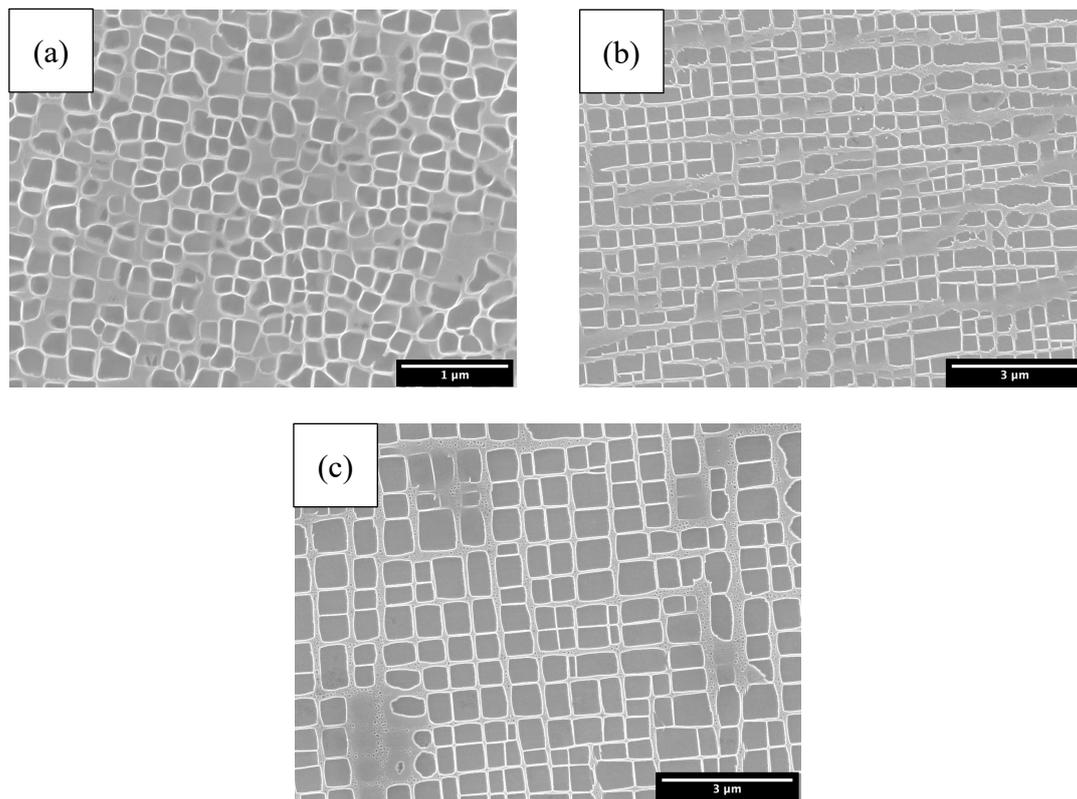


Fig. V.1. Microstructure en cœur de dendrite du CMSX-4 Plus après les différents traitements thermiques : R1 (a), R2 (b) et R3 (c)

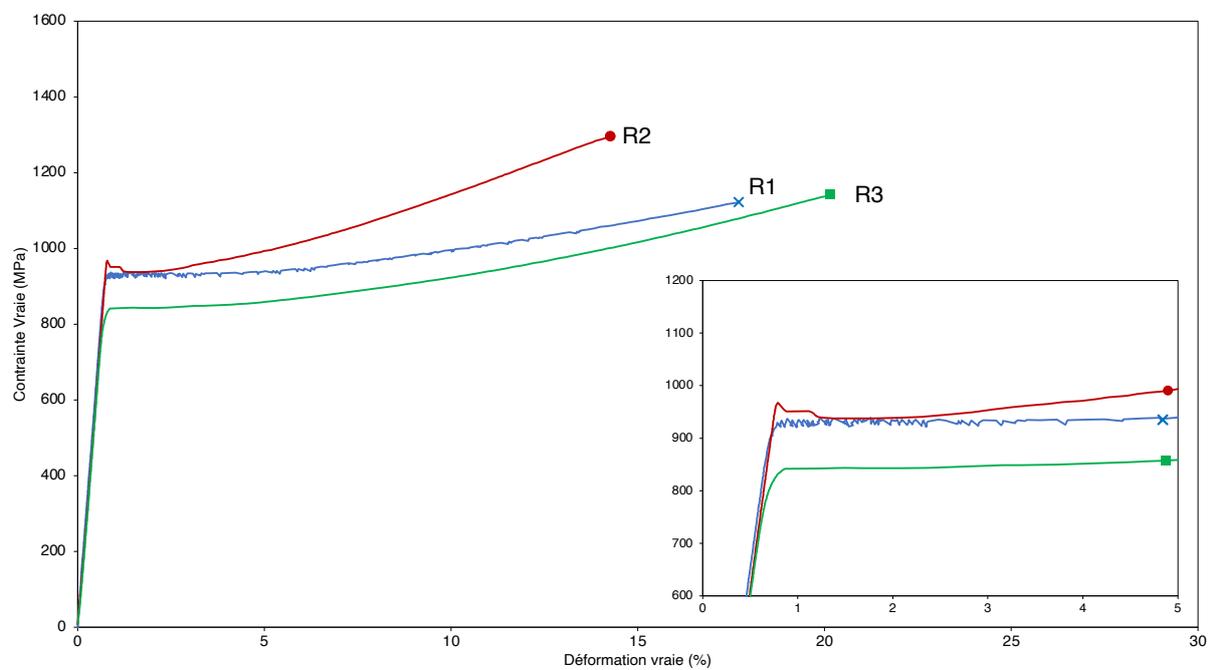


Fig. V.2. Courbes de traction du CMSX-4 Plus à température ambiante/ $5.10^{-4} s^{-1}$

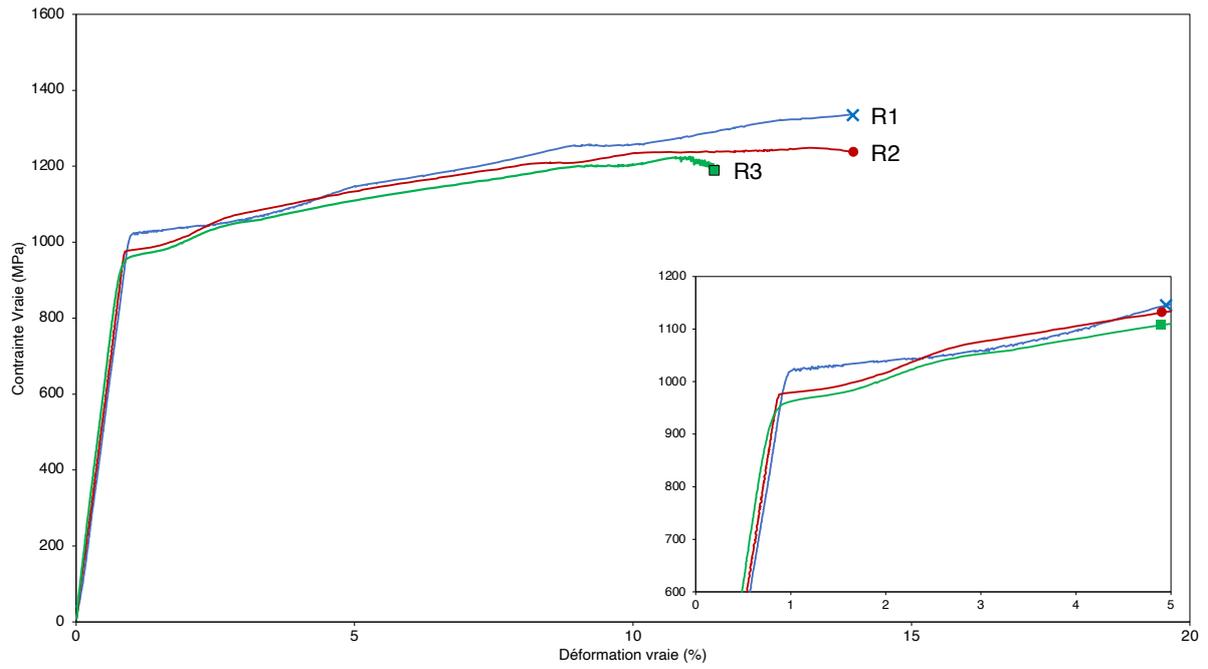


Fig. V.3. Courbes de traction du CMSX-4 Plus à $650 \text{ °C}/5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

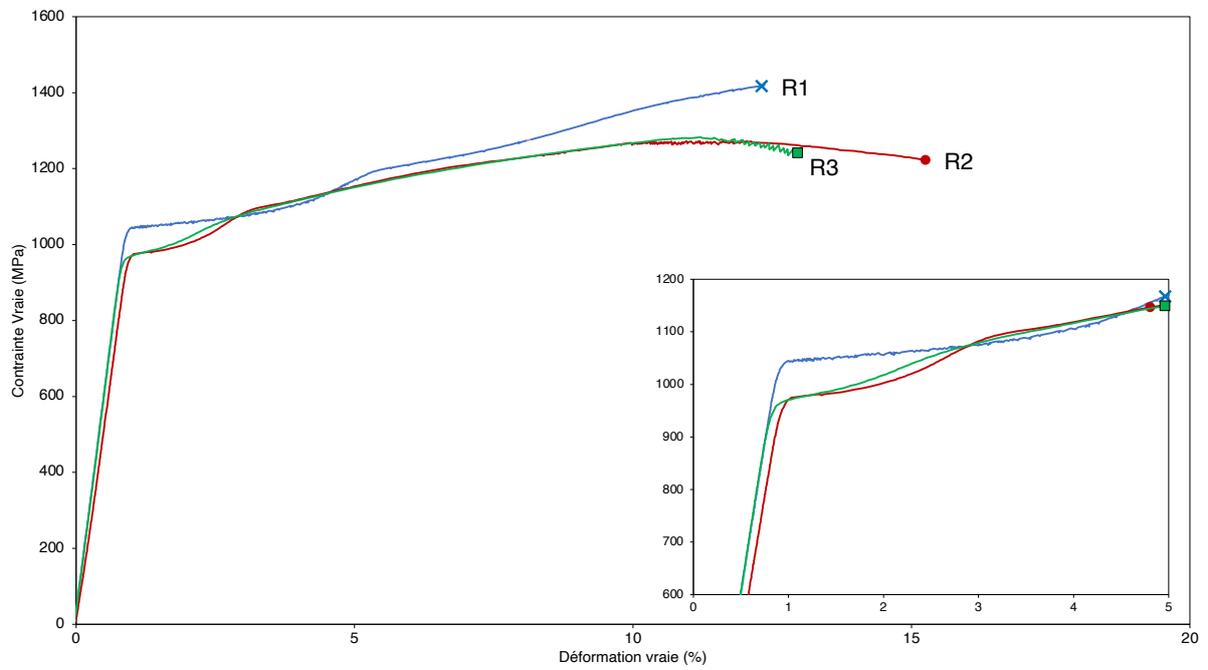


Fig. V.4. Courbes de traction du CMSX-4 Plus à $750 \text{ °C}/5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

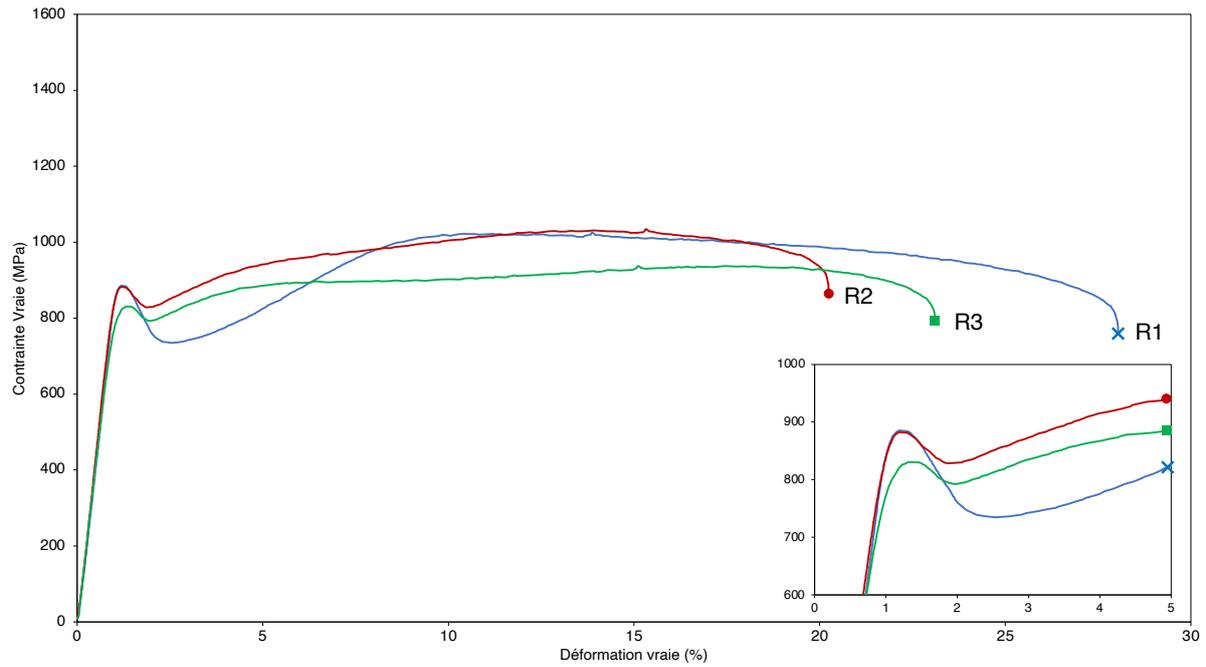


Fig. V.5. Courbes de traction du CMSX-4 Plus à 950 °C/5.10⁻⁴ s⁻¹

Tab. V.2. Résultats des essais de traction

	Température (°C)	Rp _{0,05} (MPa)	UTS (MPa)	ε _r (%)
Microstructure R1	20	928	1122	17,2
	650	1020	1336	13,0
	750	1040	1420	11,4
	950	893		ε _p ≈ 1%
	950	861	1025	24,5
Microstructure R2	20	954	1296	12,7
	650	952		ε _p ≈ 1%
	650	975	1249	14,1
	750	966	1273	14,3
	950	860		ε _p ≈ 1%
	950	808	1035	19,3
Microstructure R3	20	789	1141	19,5
	650	944		ε _p ≈ 1%
	650	949	1225	11,3
	750	961	1283	12,9
	950	769		ε _p ≈ 1%
	950	776	937	22,1

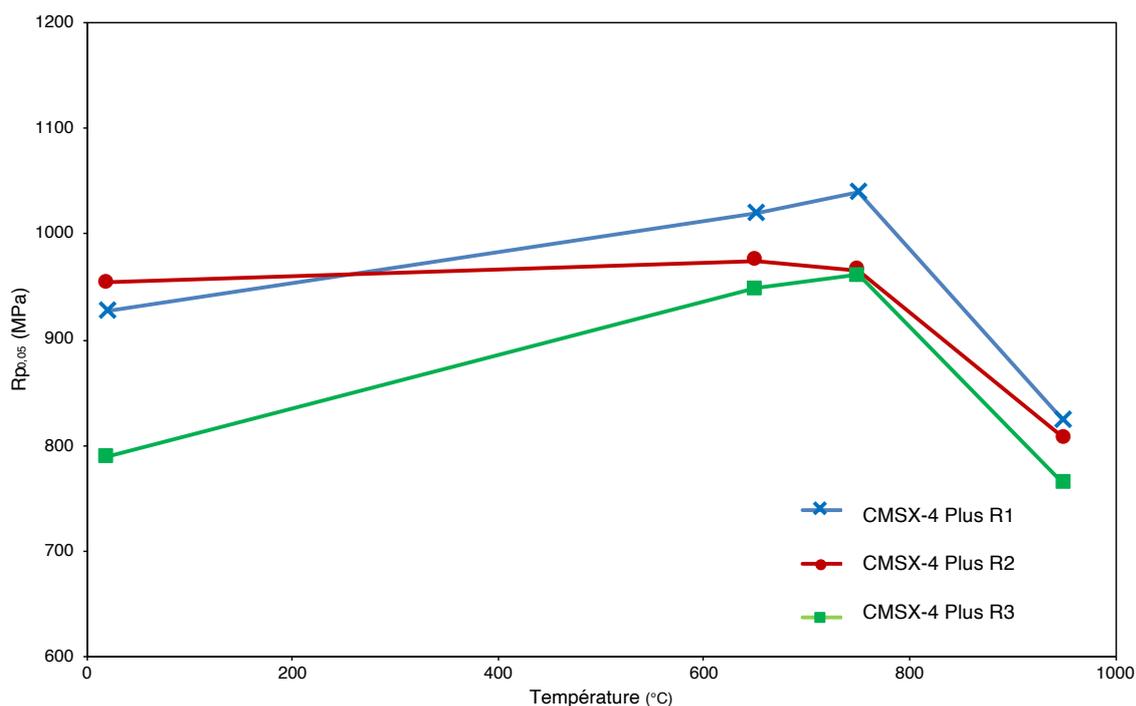


Fig. V.6. Évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température

La microstructure a bien un impact sur la limite d'élasticité du CMSX-4 Plus. On observe d'après la Fig. V.6 un écart d'environ 100 MPa à toutes les températures entre la microstructure R1, qui possède la meilleure limite d'élasticité, et la microstructure R3, qui est la moins performante. Ces observations sont donc en accord avec les résultats précédents sur l'AM1, le PWA 1480 et le THYMONEL 8 [12,121,122]. Il est intéressant de noter qu'à 650 °C et 750 °C, les alliages avec les microstructures R2 et R3 montrent des comportements en traction très similaires. Ce résultat est en accord avec ce qui avait été observé dans le CMSX-4, dans lequel la taille des précipités avait peu d'influence sur le comportement en traction aux alentours du pic de résistance [126]. Enfin à l'ambiante, à 650 °C et à 750 °C, le plateau du CMSX-4 Plus R1 présente des instabilités d'écoulement très marquées. Elles sont le signe d'une propagation rapide des bandes de glissement, favorisée par l'étroitesse des couloirs de matrice [133,134].

On notera également qu'à 650 °C et 750 °C, le plateau d'écoulement du CMSX-4 Plus R1 est plus long que dans le CMSX-4 Plus R2 et R3. Comme vu dans le chapitre III, la longueur du plateau et le durcissement d'un matériau semblent dépendre notamment de sa facilité à former des verrous de KW. Or, les dipôles caractérisés dans le chapitre III avaient souvent une longueur de l'ordre de 300-400 nm. La formation des verrous de KW pourrait donc être plus compliquée dans des précipités trop fins, ce qui pourrait expliquer la longueur du plateau du CMSX-4 Plus R1. De plus, à température ambiante, le plateau se termine bien plus tardivement et l'écrouissage est bien plus progressif qu'à 650 °C et 750 °C. La fréquence d'activation des verrous de KW augmente avec la température, ce qui expliquerait pourquoi la longueur des plateaux diminue quand la température augmente.

V.1.1.iii. Confinement de la plasticité dans les couloirs de matrice

Pour expliquer la plus haute limite d'élasticité des superalliages avec une microstructure fine, la principale hypothèse avancée dans la littérature est qu'une microstructure plus fine

s'accompagne de couloirs de matrice plus fins et donc d'une contrainte d'Orowan plus élevée. La déformation s'initiant dans la matrice, des couloirs plus fins réduisent la mobilité des dislocations et retardent le début de la plasticité. Malheureusement, l'analyse au MET des mécanismes de déformation n'a pas été réalisée dans le cas des essais interrompus du CMSX-4 Plus. L'effet de la taille des couloirs a tout de même été estimé, à partir de clichés au MEB-FEG. Pour chaque traitement thermique, les largeurs de couloirs sont d'environ 30 nm (microstructure R1), 50 nm (R2) et 80 nm (R3). La contrainte nécessaire pour qu'une dislocation parfaite se courbe et se propage dans un couloir est donnée par [92] :

$$\tau_P(\alpha) = \frac{2E(\theta_P)}{Hb_P \cos(\alpha)}$$

avec $E(\theta_P)$, l'énergie de ligne de la parfaite (le calcul de l'énergie de ligne d'une dislocation est détaillé en Annexe 2) ; H , la largeur du couloir ; b_P , le vecteur de Burgers de la parfaite ; θ_P , l'angle entre la direction du couloir et le vecteur de Burgers et α , l'angle entre la direction du couloir et la contrainte effective de cisaillement (voir Fig. V.7). Cet effet de la microstructure dans le CMSX-4 Plus a été calculé pour $\theta_P = 0^\circ$ et $\alpha = 0^\circ$. Ce cas correspond à la propagation des parfaites dans des couloirs de type A (Fig. V.8) et observés § IV.2. Les contraintes nécessaires τ_A pour courber et mettre en mouvement les parfaites sont représentées en fonction de α dans la Fig. V.9. Pour $\alpha = 0^\circ$ et pour les trois microstructures, les contraintes de mise en mouvement des parfaites sont les suivantes : $\tau_{A_R1} \approx 600$ MPa, $\tau_{A_R2} \approx 350$ MPa et $\tau_{A_R3} \approx 240$ MPa. Ainsi, même si la contrainte nécessaire pour mettre en mouvement les dislocations dans les couloirs est la même dans les microstructures R2 et R3, elle est presque deux fois plus élevée avec la microstructure R1, ce qui expliquerait la hausse de la limite d'élasticité. Ramené à une contrainte appliquée (en prenant un facteur de Schmid $m = 0,42$), on obtient $\sigma_{A_R1} \approx 1240$ MPa, $\sigma_{A_R2} \approx 720$ MPa et $\sigma_{A_R3} \approx 495$ MPa. Pour les microstructures R2 et R3, cette contrainte est inférieure à la limite d'élasticité mais dans le cas de la microstructure R1, cette contrainte est même supérieure à la limite d'élasticité. La mobilité des parfaites est donc très faible dans ce cas-là.

L'effet des précipités tertiaires de la microstructure R3 n'a pas été pris en compte dans ces calculs. Cependant, leur caractère durcissant semble faible. En effet, l'étude de l'impact de microstructures bimodales sur les propriétés mécaniques du CMSX-4 a montré que les matériaux avec une microstructure bimodale avait une limite d'élasticité à 750 °C plus faible que le matériau avec microstructure classique [95].

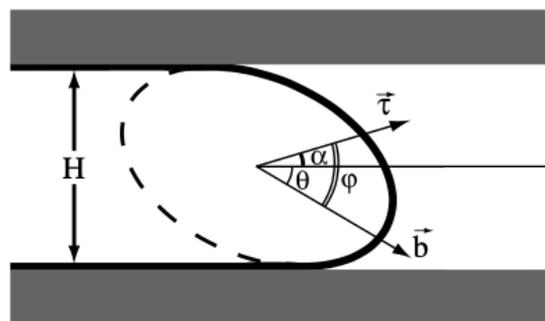


Fig. V.7. Courbure d'une dislocation parfaite $a/2[110]\{\bar{1}\bar{1}1\}$ se propageant dans un couloir sous l'effet d'une contrainte $\vec{\tau}$ [92]

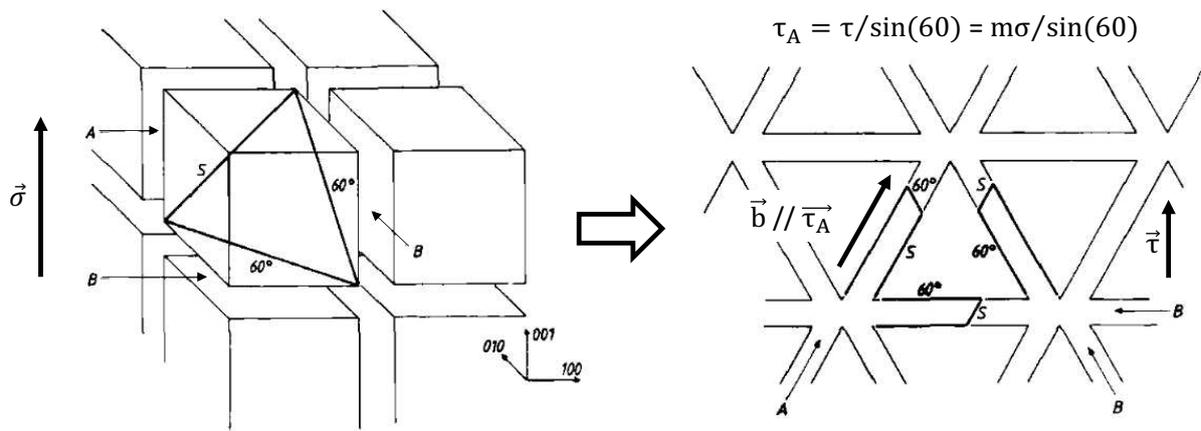


Fig. V.8. Contrainte τ_A dans les couloirs de type A

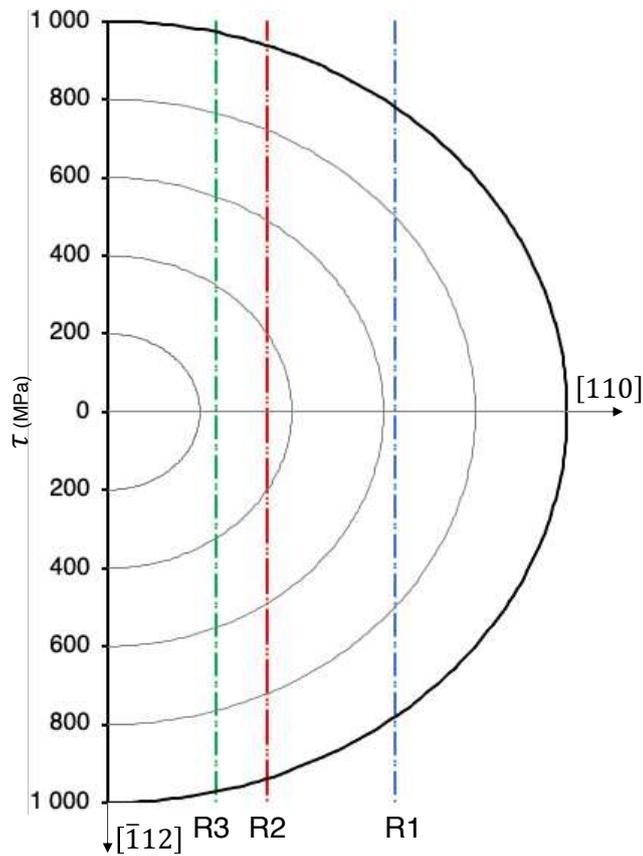


Fig. V.9. Contraintes nécessaires pour qu'une parfaite de matrice $a/2[110]\{\bar{1}\bar{1}1\}$ se courbe et glisse dans un couloir de largeur 30 nm (microstructure R1), 50 nm (R2) ou 80 nm (R3). Le diagramme est en coordonnées polaires ($\|\vec{\tau}\|, \alpha$) avec $\|\vec{\tau}\|$, la contrainte en MPa et α , l'angle entre la direction de $\vec{\tau}$ et la direction $[110]$. Dans le cas présent, les forces ont été calculées avec $\theta=0^\circ$, c'est-à-dire que la direction du couloir et celle du vecteur de Burgers sont confondues, dans une configuration similaire à celle des couloirs de type A vue dans les parties précédentes.

V.1.2. Retour sur les superalliages étudiés

Il apparaît de l'étude précédente qu'une taille plus fine de précipités permet d'augmenter la limite d'élasticité. Cette augmentation serait notamment liée à l'augmentation de la contrainte d'Orowan grâce à des couloirs de matrice plus fins. Cependant, entre les microstructures R1 et R3, l'écart de limite d'élasticité n'est que d'environ 100 MPa. De plus, comme le montre la Fig. V.10, la plupart des alliages testés possèdent des microstructures similaires (largeur de couloir de 60-80 nm), leur durcissement par la microstructure sera donc similaire. C'est un élément de plus qui indique que les différences de limite d'élasticité de ces alliages ne sont pas causées par la taille de la microstructure mais plutôt par la composition chimique et le durcissement intrinsèque des phases γ et/ou γ' . Les caractéristiques microstructurales permettent tout de même d'expliquer le comportement de certains alliages. Les fractions volumiques de phase γ' du Mar-M200+Hf et du CM 247 LC sont plus faibles que dans les autres alliages d'où des couloirs plus larges et donc une limite d'élasticité plus faible. À l'inverse, la microstructure du PWA 1484 est plus fine que dans les autres alliages (Fig. V.11), ce qui expliquerait pourquoi sa limite d'élasticité est plus élevée que celle habituellement citée dans la littérature (environ 950 MPa pour des précipités d'environ 400 nm [8,17,44] ; contre 1089 MPa pour 230 nm en cœur de dendrite dans le cas présent). Cependant, l'effet de largeur de couloir ne permet pas d'expliquer le comportement du TMS-238, qui possède à la fois une microstructure fine et une limite d'élasticité parmi les plus basses.

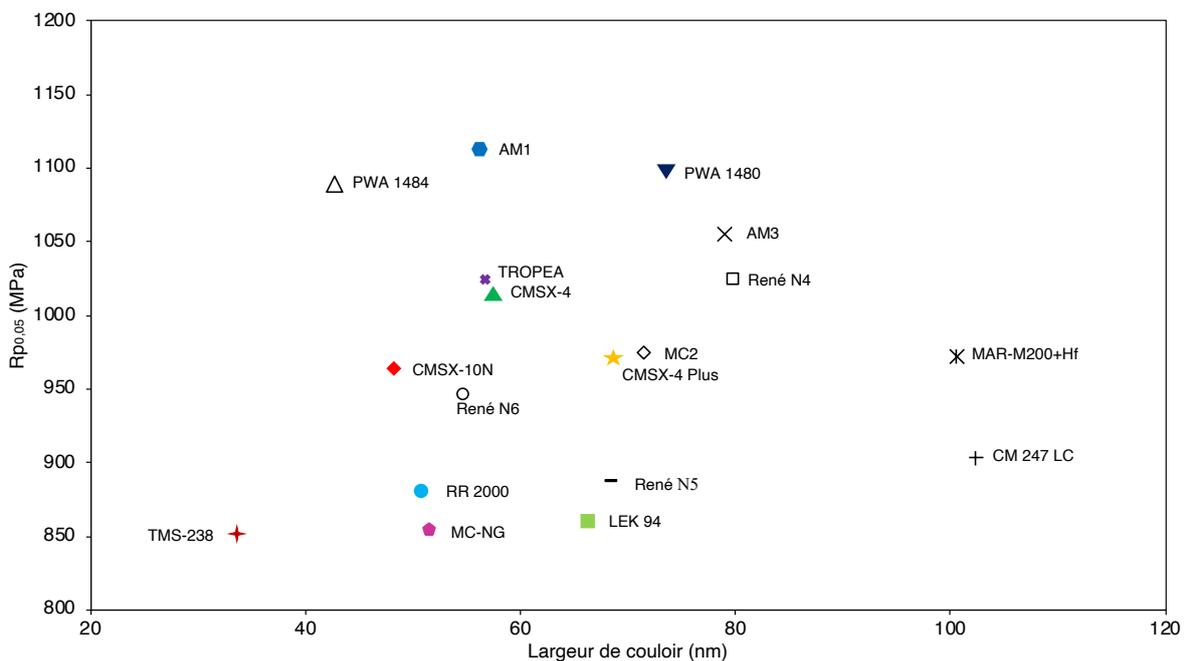


Fig. V.10. Relation entre la limite d'élasticité et la largeur de couloir (en cœur de dendrites) des différents superalliages testés

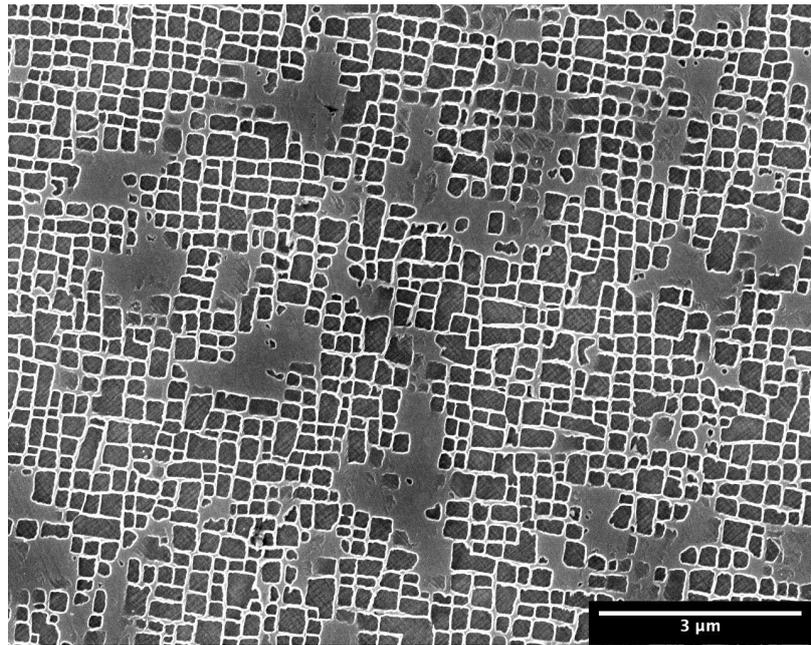


Fig. V.11. Microstructure en cœur de dendrite du PWA 1484

V.2. Durcissement en solution solide de la phase γ

La composition des superalliages a évolué en intégrant de plus en plus d'éléments réfractaires (W, Mo, Re et Ru) [4,8,44,45,141]. Ces éléments se répartissent préférentiellement dans la matrice et participent à son durcissement. On pourrait donc s'attendre à une augmentation de la limite d'élasticité, d'autant plus que la déformation débute dans la phase γ . Or, comme vu dans le Chapitre III, ce n'est pas ce qui est observé à 650°C. Le durcissement par solution solide de la phase γ des alliages testés a donc été estimé à l'aide de la relation de Gypen-Deruyterre [101,102] :

$$\Delta\sigma = \left(\sum_i k_i^{1/n} \cdot c_i \right)^n$$

où c_i est la concentration en soluté i , k_i la constante de durcissement pour un soluté i (Tab. V.3) et n une constante égale à $\frac{1}{2}$ dans le cas présent. La composition des phases γ des 18 alliages testés a été déterminée avec Thermo-Calc (Tab. V.4, base de données TCNi10) et gracieusement fournies par MTU Aero Engines.

Tab. V.3. Constantes de durcissement dans le nickel [88,102,104]

	Al	C	Co	Cr	Hf	Mo	Nb	Ni	Pt	Re	Ru	Ta	Ti	V	W	Zr
k_i	225	1061	39.4	337	1401	1015	1183	1061	/	1000	1068	1191	775	408	977	2359

Tab. V.4. Composition à 650 °C des phases γ des différents alliages testés (Thermo-Calc, base de données TCNi10)

Alliage	Al	C	Co	Cr	Hf	Mo	Nb	Ni	Pt	Re	Ru	Ta	Ti	V	W	Zr
MAR-M200 + Hf	1,72	0,01	18,09	19,16	/	/	0,03	56,63	/	/	/	/	0,08	/	4,29	/
CM 247 LC	1,88	0,01	19,24	20,30	/	0,23	/	54,77	/	/	/	0,02	0,03	/	3,53	/
AM1	1,63	/	17,16	24,43	/	1,30	/	53,19	/	/	/	0,02	0,03	/	2,24	/
AM3	1,76	/	13,36	24,85	/	1,29	/	56,54	/	/	/	0,01	0,04	/	2,15	/
RR2000	0,98	/	24,98	24,25	/	1,02	/	44,70	/	/	/	/	0,07	4,01	/	/
PWA 1480	1,03	/	17,63	31,68	/	/	/	48,47	/	/	/	0,02	0,03	/	1,14	/
René N4	0,99	/	16,79	26,37	/	1,07	0,03	52,46	/	/	/	0,02	0,10	/	2,18	/
MC2	1,71	/	13,29	22,00	/	1,41	/	58,66	/	/	/	0,02	0,05	/	2,86	/
LEK 94	2,01	/	15,73	17,06	/	0,82	/	60,29	/	2,24	/	0,01	0,03	/	1,80	/
CMSX-4	1,51	/	24,64	18,68	/	0,41	/	49,60	/	1,77	/	0,02	0,03	/	3,34	/
PWA 1484	1,54	/	26,01	16,91	/	0,57	/	49,43	/	2,14	/	0,03	/	/	3,38	/
René N5	1,82	0,01	20,06	19,89	/	0,49	/	53,55	/	1,54	/	0,02	/	/	2,62	/
CMSX-4 Plus	1,56	/	30,74	11,50	/	0,71	/	48,08	/	2,98	/	0,03	0,03	/	4,38	/
René N6	1,68	/	30,11	11,78	/	0,27	/	48,95	/	4,08	/	0,02	/	/	3,12	/
CMSX-10N	4,43	/	8,73	3,33	/	0,20	/	77,57	/	2,62	/	0,07	0,01	/	3,04	/
MC-NG	2,43	/	/	10,61	/	0,78	/	78,97	/	1,34	2,59	0,02	0,03	/	3,23	/
TMS-238	1,65	/	18,24	16,55	/	0,62	/	55,98	/	1,93	2,02	0,01	/	/	2,99	/
TROPEA	1,39	/	24,79	22,22	/	0,72	/	45,49	1,64	1,27	/	0,02	0,02	/	2,43	/

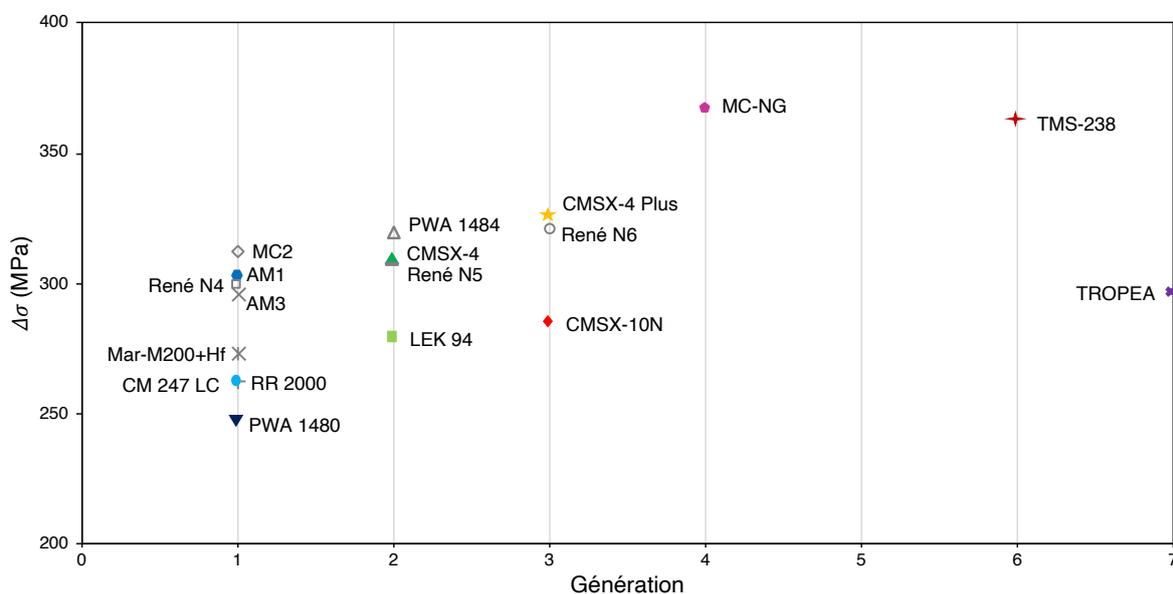


Fig. V.12. Évolution du durcissement de la phase γ des superalliages au fil des générations. TROPEA a été positionné arbitrairement à la génération 7 pour le différencier des autres alliages

Comme montré en Fig. V.12, l'évolution de la composition chimique des superalliages s'est effectivement accompagnée d'un durcissement de la matrice. Cependant, les alliages avec une matrice très renforcée ne sont pas forcément ceux ayant une limite élastique très élevée

(Fig. V.13). Par exemple, le PWA 1480 possède à la fois une limite d'élasticité parmi les plus hautes mais aussi la matrice la moins durcie. En effet, il faut garder à l'esprit que la phase γ ne constitue que 30 à 40% de la fraction volumique et, comme nous le verrons par la suite, ce durcissement n'est pas suffisant pour compenser la baisse de résistance de la phase γ' .

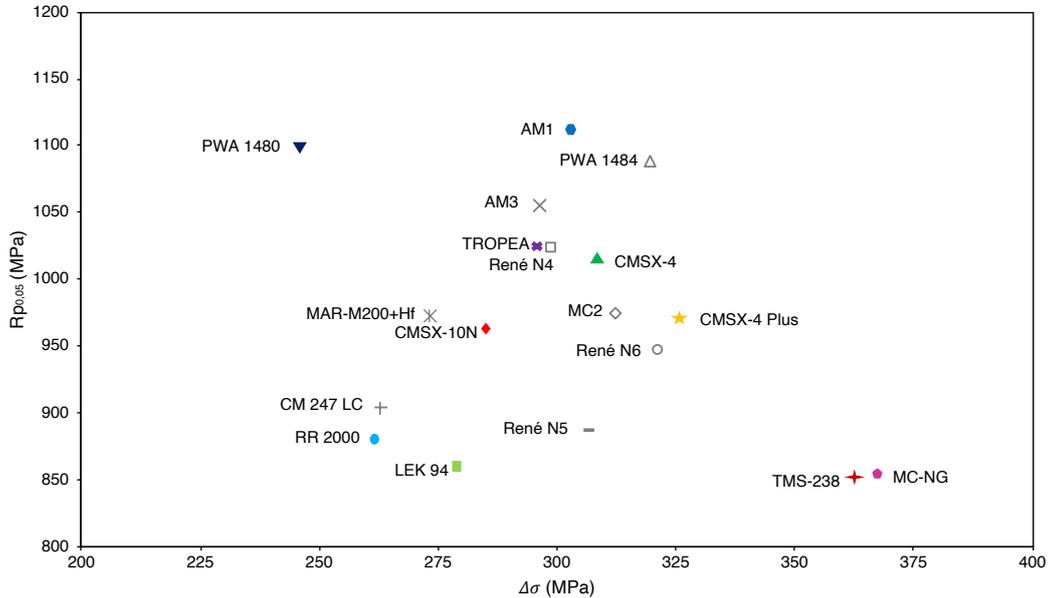


Fig. V.13. Relation entre la limite d'élasticité et le durcissement en solution solide de la phase γ des superalliages testés

V.3. Durcissement par effet d'ordre de la phase γ'

V.3.1. Influence de la composition sur le durcissement de la phase γ'

Même si la microstructure et le durcissement de la phase γ contribuent à la limite d'élasticité, le paramètre principal est la résistance de la phase γ' . Pour rappel et d'après Wang-Koh [32], la limite d'élasticité correspond à la pénétration des précipités par des paires de parfaites et au début de leur cisaillement. Or la résistance des précipités au cisaillement par une paire de dislocations est directement proportionnelle à l'énergie de PA. En négligeant les effets de tension de ligne, la contrainte de cisaillement critique pour qu'une paire de parfaites pénètre un précipité est [87,96] :

$$\tau_{PA} = \frac{\gamma_{PA}}{2b}$$

où γ_{PA} est l'énergie de PA dans un plan $\{111\}$ et b est le vecteur de Burgers d'une parfaite. Or l'énergie de PA dépend de la composition chimique de la phase γ' . En effet, l'ajout de Ta et de Ti augmente de manière significative l'énergie de PA dans les alliages $Ni_3(Al, Ti)$ [67] et $Ni_3(Al, Ta)$ [68,142]. Afin de comparer le durcissement de la phase γ' dans différents superalliages, le critère de durcissement $(x_{Ta} + x_{Ti})/(x_{Al})$ a été proposé par Caron *et al.* [97]. Ce critère se base sur l'approximation que l'Al, le Ta et le Ti se répartissent quasi-entièrement dans la phase γ' . Plus la concentration en Ta et Ti est importante, plus l'énergie de PA est élevée et plus la phase γ' est résistante. Il en résulte une limite d'élasticité plus élevée. Ce lien entre limite d'élasticité et composition de la phase γ' est visible Fig. V.14.

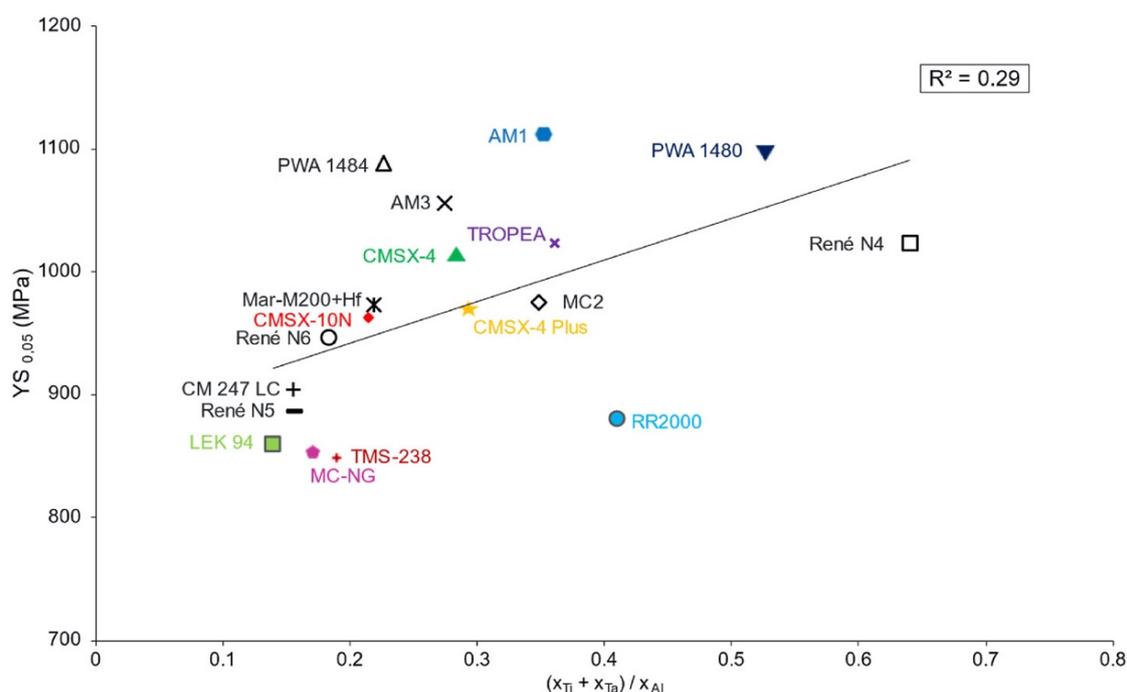


Fig. V.14. Relation entre la limite d'élasticité et le critère de durcissement $(x_{Ti} + x_{Ta}) / x_{Al}$ de la phase γ' des superalliages testés

Les alliages de première génération (AM1, PWA 1480, René N4) étant en général plus riches en Ti et en Ta que les alliages plus récents, leur phase γ' est plus résistante, d'où une limite d'élasticité plus élevée. Plusieurs éléments permettent d'expliquer cette évolution. L'objectif principal étant d'améliorer les propriétés mécaniques à hautes températures, le développement de nouveaux alliages s'est plutôt concentré sur le durcissement de la phase γ . L'ajout de Re a certes permis de meilleures propriétés mécaniques à hautes températures mais il s'est accompagné d'une baisse de la concentration en Cr et de la résistance environnementale. Pour compenser cette baisse, les concepteurs d'alliages ont progressivement supprimé le Ti [44] et augmenté la proportion d'Al [4,143], entraînant alors une baisse de la résistance des précipités.

V.3.2. Estimation de l'énergie de paroi d'antiphase dans les plans $\{111\}$

Même si le critère de durcissement précédent donne une explication simple quant à la résistance de la phase γ' , il convient de vérifier la concordance entre cette méthode et l'énergie de PA. De plus, le critère n'est pas parfait, plusieurs alliages étant hors tendance (RR 2000, René N4). Différentes méthodes existent pour estimer l'énergie de PA, les deux principales étant la mesure des distances de dissociation de superdislocations au MET et les modèles dérivés de calculs par DFT. Afin de comparer les 18 superalliages testés, deux modèles proposés dans la littérature ont été utilisés pour estimer les 18 énergies de PA. Ces modèles permettent de prendre en compte les principales liaisons interdites qui se forment dans une PA dans un plan $\{111\}$ et il est alors possible, à partir de la composition chimique de la phase γ' , d'estimer l'énergie de PA dans des alliages avec une composition complexe. Ces modèles se basent sur des simulations par DFT de systèmes $Ni_3Al_{1-x}X_x$ et $Ni_3Al_{1-x-y}X_xY_y$, où X et Y sont des éléments se plaçant sur des sites « Al » dans Ni_3Al [71].

Le premier modèle, proposé par Crudden *et al.*, a été initialement développé pour les alliages pour disque et consiste en une somme des effets de chaque élément d'alliage dans la phase γ' , sans prendre en compte les interactions entre les éléments d'alliage [70] :

$$\gamma_{PA} = \gamma_{PA}^0 + \sum_{i=1}^n \eta_i x_i$$

où

γ_{PA}^0 est l'énergie de PA mesurée dans Ni₃Al ($\gamma_{APB}^0 = 195 \text{ mJ} \cdot \text{m}^{-2}$, d'après [76])

η_i est un coefficient environnemental associé à un élément donné

x_i est la concentration de Cr, Mo, W, Ta ou Ti (% at) dans la phase γ'

Les énergies calculées d'après le modèle de Crudden *et al.* sont présentées Tab. V.5.

Le second modèle utilisé est le modèle EDNNB (*Environment Dependent Nearest Neighbour Bond*) proposé par Vamsi *et al.* [71]. Ce modèle est plus complexe mais permet de prendre en compte les interactions entre les principaux éléments d'additions :

$$\gamma_{PA} = K \cdot [(x_{Al})^2 \cdot \Gamma_{AlAlNi} + (x_{Ti})^2 \cdot \Gamma_{TiTiNi} + (x_{Ta})^2 \cdot \Gamma_{TaTaNi} + 2x_{Al}x_{Ti} \cdot \Gamma_{AlTiNi} + 2x_{Al}x_{Ta} \cdot \Gamma_{AlTaNi} + 2x_{Al}x_{Cr} \cdot \Gamma_{AlCrNi} + 2x_{Ti}x_{Cr} \cdot \Gamma_{TiCrNi}]$$

où

x_i est la concentration d'un élément (Al, Cr, Ta, Ti) sur les sites « Al » de Ni₃Al

K est un facteur correctif

Γ_{XYNi} est l'énergie de PA associée à une violation spécifique (c'est-à-dire à la création de liaisons interdites X–Y et Ni–Ni).

Les énergies calculées d'après le modèle EDNNB sont présentées Tab. V.6. Le détail des calculs des deux méthodes est présenté en Annexe 3.

Tab. V.5. Composition à 650 °C des phases γ' (%at, d'après Thermo-Calc, base de données TCNi10) et énergies de PA associées (méthode de Crudden *et al.*) des différents alliages testés

Alliage	Ni	Co	Cr	Mo	W	Al	Ta	Ti	Nb	V	Re	Ru	Pt	Hf	C	Zr	$\gamma_{PA} \text{ (mJ} \cdot \text{m}^{-2})$ Crudden
MAR-M200 + Hf	66,77	7,01	4,54	/	2,34	15,00	/	3,38	0,19	/	/	/	/	0,72	0,03	0,03	253
CM 247 LC	67,49	6,06	4,59	0,16	2,06	16,08	1,51	1,24	/	/	/	/	/	0,71	0,08	0,01	257
AM1	71,27	2,55	2,72	0,28	0,92	15,88	4,09	2,25	/	/	/	/	/	0,03	/	/	340
AM3	70,28	3,45	3,73	0,51	1,03	16,10	1,57	3,34	/	/	/	/	/	/	/	/	287
RR2000	64,45	9,58	2,56	0,74	/	15,41	/	7,17	/	0,09	/	/	/	/	/	/	300
PWA 1480	71,98	1,42	2,99	/	0,46	14,88	5,72	2,52	/	/	/	/	/	/	/	/	385
René N4	70,88	3,20	2,12	0,11	0,42	13,42	2,37	6,98	0,43	/	/	/	/	0,07	0,03	/	372
MC2	71,69	2,18	3,11	0,28	1,34	15,36	3,16	2,89	/	/	/	/	/	/	/	/	325
LEK 94	69,24	5,45	3,87	1,03	0,92	16,72	0,97	1,59	/	/	0,22	/	/	/	/	/	244
CMSX-4	69,56	4,40	2,46	0,14	1,09	16,88	3,27	2,07	/	/	0,08	/	/	0,05	/	/	316
PWA 1484	71,09	3,22	1,88	0,32	0,93	17,40	5,02	/	/	/	0,09	/	/	0,06	/	/	333
René N5	69,79	3,87	3,43	0,47	1,18	17,76	3,14	/	/	/	0,16	/	/	0,08	0,11	/	281
CMSX-4 Plus	70,49	4,24	1,45	0,16	0,92	17,09	3,91	1,56	/	/	0,13	/	/	0,05	/	/	326
René N6	66,24	8,56	2,35	1,00	1,64	17,32	2,43	0,00	/	/	0,35	/	/	0,10	/	/	266
CMSX-10N	74,99	1,38	1,14	0,19	1,37	16,54	3,80	0,17	0,02	/	0,40	/	/	/	/	/	306
MC-NG	74,98	/	2,85	0,34	1,42	16,47	2,22	0,82	/	/	0,25	0,62	/	0,05	/	/	270
TMS-238	71,20	2,94	2,41	0,29	1,05	17,89	3,72	0,00	/	/	0,12	0,33	/	0,05	/	/	297
TROPEA	70,19	3,35	2,15	0,09	0,94	16,40	4,60	1,89	/	/	0,03	/	0,33	0,04	/	/	349

Tab. V.6. Estimation de la composition à 650 °C des sites « Al » des phases γ' des différents alliages (%at., d'après Thermo-Calc, base de données TCNi10) et énergies de PA associées (méthode EDNNB)

Alliage	Al	Cr	Mo	Nb	Ni	Ta	Ti	W	Autres éléments	γ_{PA} (mJ.m ⁻²) EDNNB
MAR-M200 + Hf	0,60	0,13	0,00	0,01	0,00	0,00	0,14	0,09	0,03	304
CM 247 LC	0,64	0,13	0,01	0,00	0,00	0,06	0,05	0,08	0,03	300
AM1	0,64	0,06	0,01	0,00	0,00	0,16	0,09	0,04	0,00	366
AM3	0,64	0,10	0,02	0,00	0,00	0,06	0,13	0,04	0,00	323
RR2000	0,62	0,06	0,03	0,00	0,00	0,00	0,29	0,00	0,00	337
PWA 1480	0,60	0,06	0,00	0,00	0,00	0,23	0,10	0,02	0,00	403
René N4	0,54	0,05	0,00	0,02	0,00	0,09	0,28	0,02	0,00	391
MC2	0,61	0,08	0,01	0,00	0,00	0,13	0,12	0,05	0,00	357
LEK 94	0,67	0,14	0,04	0,00	0,00	0,04	0,06	0,04	0,01	288
CMSX-4	0,68	0,06	0,01	0,00	0,00	0,13	0,08	0,04	0,01	342
PWA 1484	0,65	0,09	0,07	0,00	0,00	0,12	0,00	0,07	0,01	325
René N5	0,71	0,09	0,02	0,00	0,00	0,13	0,00	0,05	0,01	315
CMSX-4 Plus	0,68	0,05	0,01	0,00	0,00	0,16	0,06	0,04	0,01	350
René N6	0,69	0,09	0,04	0,00	0,00	0,10	0,00	0,07	0,02	304
CMSX-10N	0,66	0,05	0,01	0,00	0,05	0,15	0,01	0,05	0,02	336
MC-NG	0,66	0,11	0,01	0,00	0,02	0,09	0,03	0,06	0,01	305
TMS-238	0,72	0,08	0,01	0,00	0,00	0,15	0,00	0,04	0,01	327
TROPEA	0,66	0,04	0,00	0,00	0,00	0,18	0,08	0,04	0,00	372

Les énergies calculées avec les deux méthodes donnent des résultats similaires même si elles sont plus un peu plus élevées avec le modèle EDNNB (environ 30 mJ.m⁻²) qu'avec le modèle de Crudden *et al.*

V.3.3. Influence de l'énergie de PA sur la limite d'élasticité

Le calcul des énergies de PA donne un paramètre plus raffiné que le critère de durcissement pour expliquer les différences de limites d'élasticité. Il apparaît clairement en Fig. V.15 qu'une limite d'élasticité élevée est liée à une énergie de PA élevée. En effet, les superalliages PWA 1480, AM1 et TROPEA ont à la fois une énergie de PA élevée (supérieure à 350 mJ.m⁻²) et une limite d'élasticité élevée (> 1000 MPa). Les alliages René N5, LEK 94 et MC-NG possèdent une faible limite d'élasticité (environ 850 MPa) et une énergie de PA assez basse (environ 300 mJ.m⁻²). Les alliages de la série CMSX partagent des performances en traction proches (environ 950-1000 MPa de limite d'élasticité) qui s'expliquent par des énergies de PA similaires (environ 350 mJ.m⁻²).

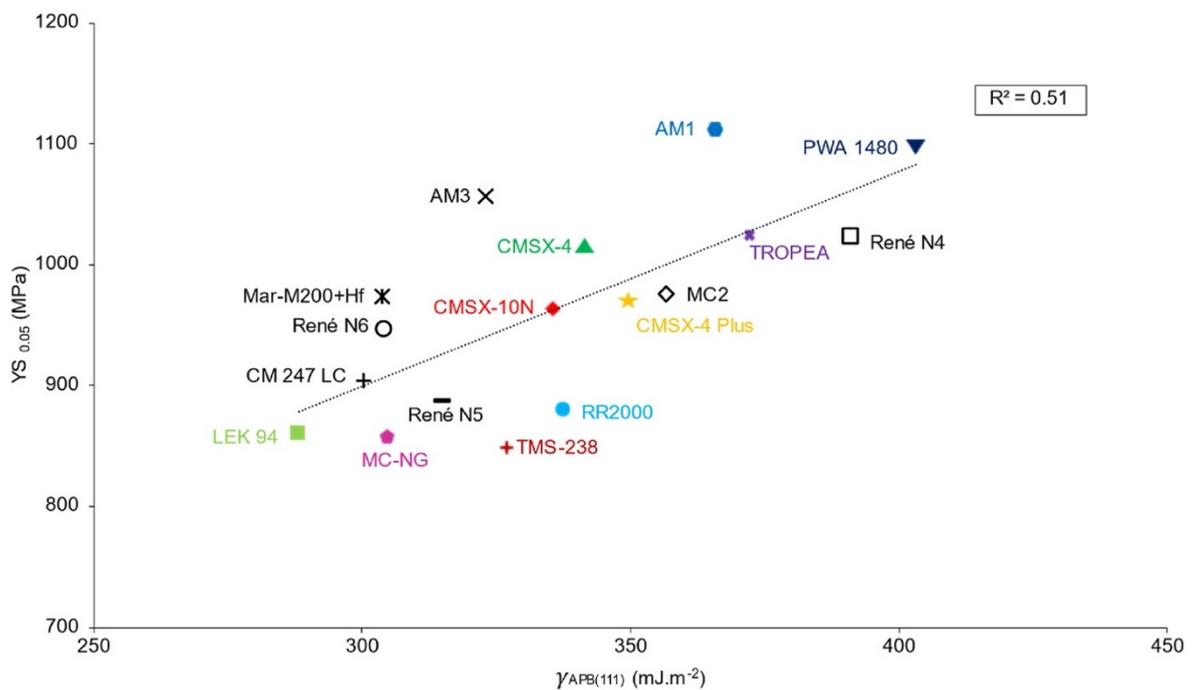


Fig. V.15. Relation entre la limite d'élasticité et l'énergie de PA (méthode EDNNB) de la phase γ' des superalliages testés

Les écarts d'énergie de PA sont principalement attribués au Ta et au Ti. Comme le montre la Fig. V.16, la formation de liaisons interdites Al-Ta et Al-Ti constituent la principale contribution à l'énergie de PA. Or, les alliages de première génération sont plus riches en Ta et en Ti, d'où leur meilleure performance en traction à 650 °C. Le cas du RR2000 est intéressant car cet alliage est très riche en Ti (4% massique). Cette particularité se retrouve dans son énergie de PA où les interactions avec le Ti sont beaucoup plus marquées que dans les autres alliages. Cependant, malgré une énergie de PA intermédiaire et similaire aux alliages CMSX, sa limite d'élasticité reste assez faible. Une explication possible pour expliquer ce comportement est que le RR2000 est moins riche en éléments γ' -gène d'où une fraction de phase γ' et une limite d'élasticité plus faibles.

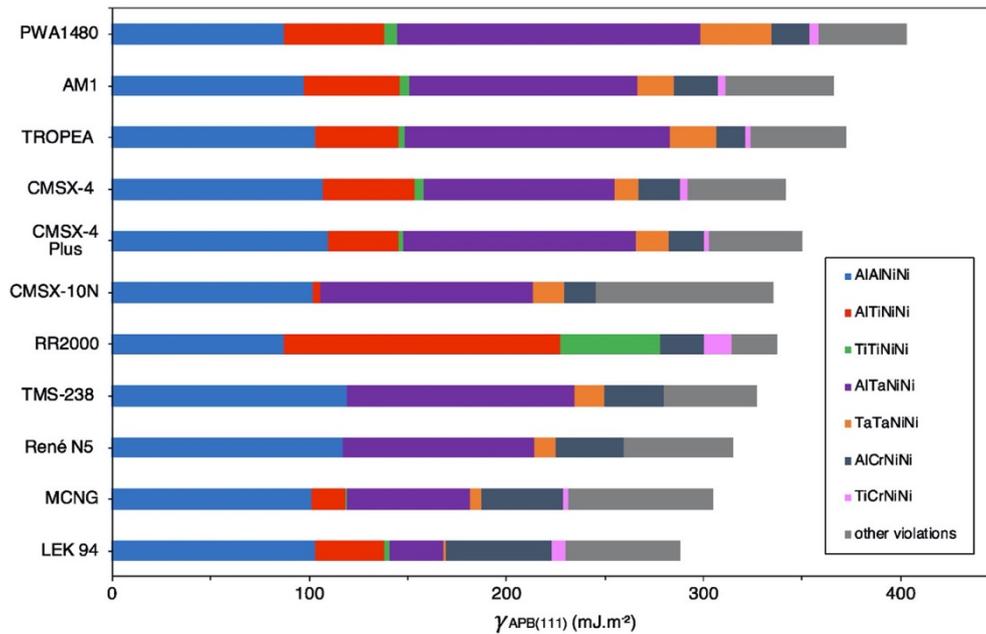


Fig. V.16. Contribution de chaque élément à l'énergie de PA. Le terme XYNiNi signifie que la création d'une PA engendre des liaisons chimiques interdites de type Ni-Ni et X-Y

Le critère de durcissement et le modèle présentés précédemment ne prennent en compte que les éléments se répartissant préférentiellement dans les sites « Al » de Ni₃Al. En effet, parmi tous les éléments d'alliages, seuls le Co, le Ru et le Pt se placent préférentiellement dans les sites « Ni ». L'effet du Co apparaît être similaire à celui du Ni [144]. L'effet du Ru est très certainement marginal car le Ru se répartit principalement dans la matrice à 650 °C et sa concentration est très faible dans la phase γ'. Le Pt ne se retrouve que dans l'alliage TROPEA. Ses possibles effets seront détaillés dans la partie suivante IV.4.2.

V.3.4. Vérifications expérimentales de l'énergie de PA

Les méthodes utilisées précédemment permettent de calculer rapidement les énergies de PA de plusieurs alliages. Cependant, les énergies calculées restent purement théoriques. En effet, les méthodes utilisées se basent sur des calculs par DFT et des compositions chimiques déterminées avec Thermo-Calc. Il apparaît cependant important de comparer ces valeurs calculées avec des valeurs expérimentales, d'autant plus que ces méthodes constituent des outils puissants pour élaborer de nouvelles gammes d'alliages et qu'elles se sont rapidement développées ces dernières années [70–72,144,145].

Afin de vérifier la véracité de ces valeurs, une deuxième méthode a été utilisée pour déterminer les énergies de PA : la mesure de la distance de dissociation d'une superdislocation. En effet, la formation d'une PA crée une force entre les deux partielles qui s'opposent à l'élargissement du défaut. Cette force est égale à l'énergie surfacique γ_{PA} de ce défaut [85] : $\gamma_{PA} = \|\vec{F}\|/l$. La mesure de la distance de dissociation permet alors de remonter à l'énergie de faute. L'énergie d'une paroi d'antiphase est donc une fonction de la distance de dissociation de la superdislocation. En élasticité isotrope, l'énergie d'une paroi d'antiphase se définit ainsi [146,147] :

$$\gamma_{PA} = K \frac{\mu b^2}{2\pi d}$$

où μ est le module de cisaillement de la phase ; b , le vecteur de Burgers de la superdislocation ; K , un coefficient dépendant du caractère de la dislocation et d , la distance de dissociation. Par la suite, le logiciel DISDI a été utilisé [148]. DISDI permet de calculer la distance de dissociation en élasticité anisotrope à partir des constantes élastiques, du paramètre de maille du matériau et de l'énergie de PA. La Fig. V.17 montre les distances attendues dans le cas de l'alliage TROPEA avec les deux énergies calculées précédemment ($\gamma_{PA} = 349 \text{ mJ.m}^{-2}$ et $\gamma_{PA} = 372 \text{ mJ.m}^{-2}$). Il est intéressant de noter que la composition chimique a peu d'influence sur la valeur des constantes élastiques dans la phase γ' [108,109,111,149]. Dans le cas présent, les constantes élastiques du CMSX-4 à 650 °C ont été utilisées : $c_{11} = 227 \text{ GPa}$, $C_{12} = 152 \text{ GPa}$ et $C_{44} = 110 \text{ GPa}$ [111].

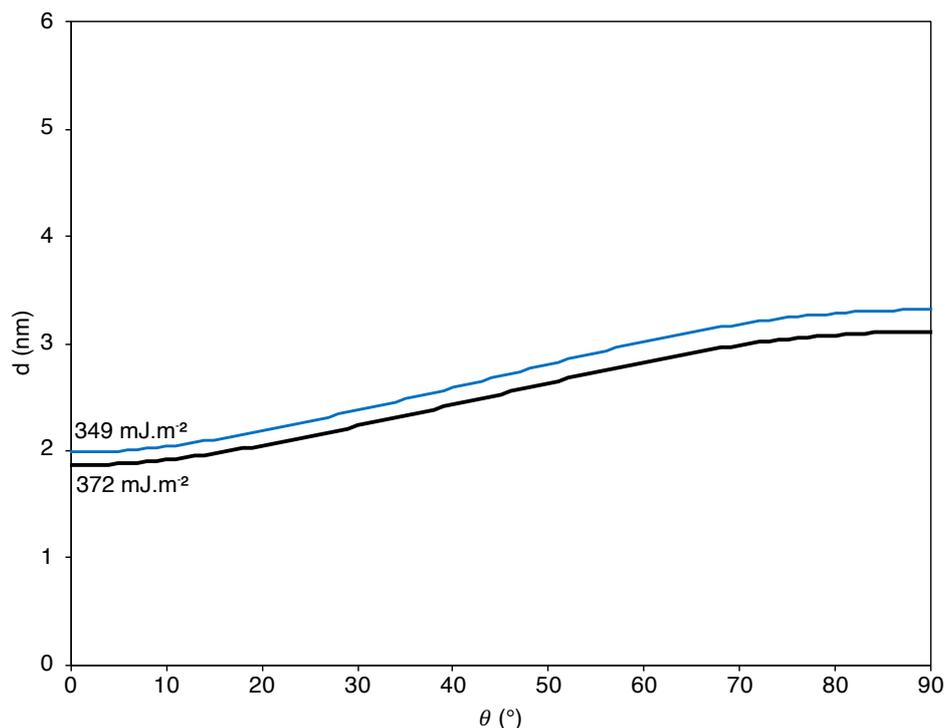


Fig. V.17. Distance théorique de dissociation dans TROPEA à 650°C en fonction du caractère θ d'une superdislocation $a[110]\{1\bar{1}1\}$ pour des énergies de faute $\gamma_{PA} = 349 \text{ mJ.m}^{-2}$ et $\gamma_{PA} = 372 \text{ mJ.m}^{-2}$. Des caractères de 0° et 90° correspondent respectivement à une dislocation vis et à une dislocation coin.

L'inverse est également possible et DISDI peut être utilisé pour déterminer une énergie de PA à partir d'une série de mesures expérimentales de distances de dissociation. L'observation de dissociation s'effectue en faisceaux faibles et en condition $g(3g)$, avec des g de type $\langle 220 \rangle$ et vérifiant $|g \cdot b| = 2$. Le principe des mesures de distance de dissociation est détaillé en Annexe 4. Plusieurs sources d'incertitude viennent perturber la précision de mesure : incertitude de la mesure de dissociation ($\pm 0,5 \text{ nm}$), détermination du caractère θ de la dislocation ($\pm 3^\circ$), position réelle des dislocations par rapport au contraste mesuré sur l'image et supposition que les dislocations sont figées et n'ont pas bougé lors du refroidissement. Une précision d'environ $\pm 15\%$ est généralement admise sur ce type de mesure. Dans le cas présent, les images de dissociation ont été réalisées dans un échantillon de TROPEA déformé à $\varepsilon_p = 0,5\%$, en vérifiant $|g \cdot b| = 2$ (Fig. V.18).

Les distances mesurées sont comprises entre 2,8 et 4,6 nm, la distance de dissociation dépendant de l'énergie de PA mais aussi du caractère de la dislocation. La Fig. V.19 permet de visualiser cette influence du caractère. Cependant, il apparaît aussi que l'énergie de PA mesurée

est plus faible que l'énergie théorique, les distances mesurées étant plus grandes que celles attendues. Une énergie $\gamma_{PA\{111\}} = 250 \pm 35 \text{ mJ.m}^{-2}$ a été déterminée à l'aide de DISDI. L'énergie de PA dans les plans $\{001\}$ a été déterminée à partir des dissociations mesurées dans les dipôles présentés Fig. IV.21. Une énergie $\gamma_{PA\{001\}} = 164 \pm 17 \text{ mJ.m}^{-2}$ a été déterminée. Le rapport $\gamma_{PA\{111\}}/\gamma_{PA\{001\}}$ vaut 1,52 dans le cas présent, ce qui est similaire à ce qui a pu être observé dans d'autres superalliages et phases γ' [73].

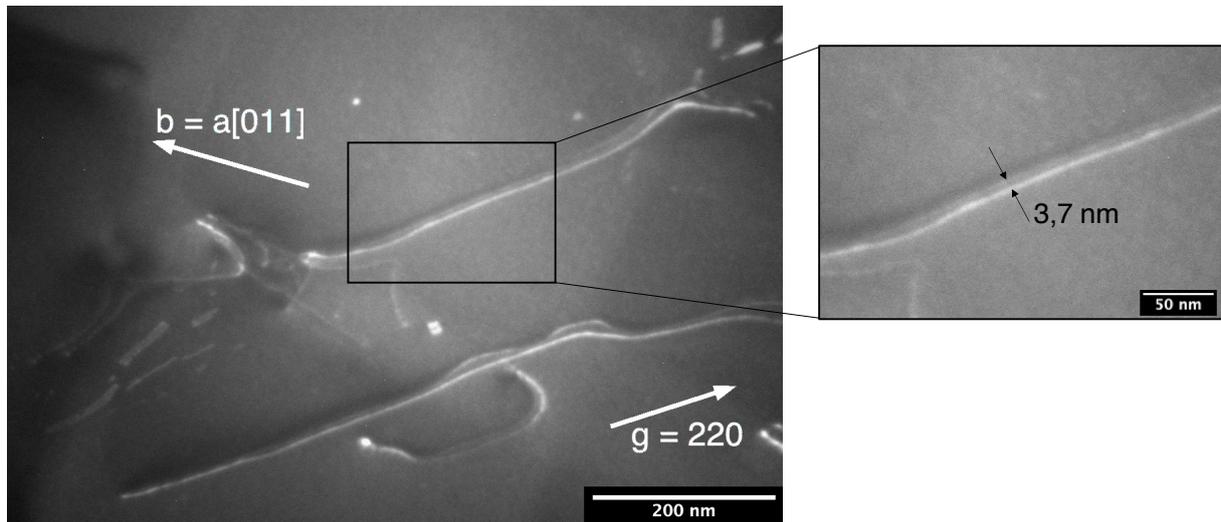


Fig. V.18. Dissociation de superdislocations dans TROPEA ($\epsilon_P = 0,5\%$)

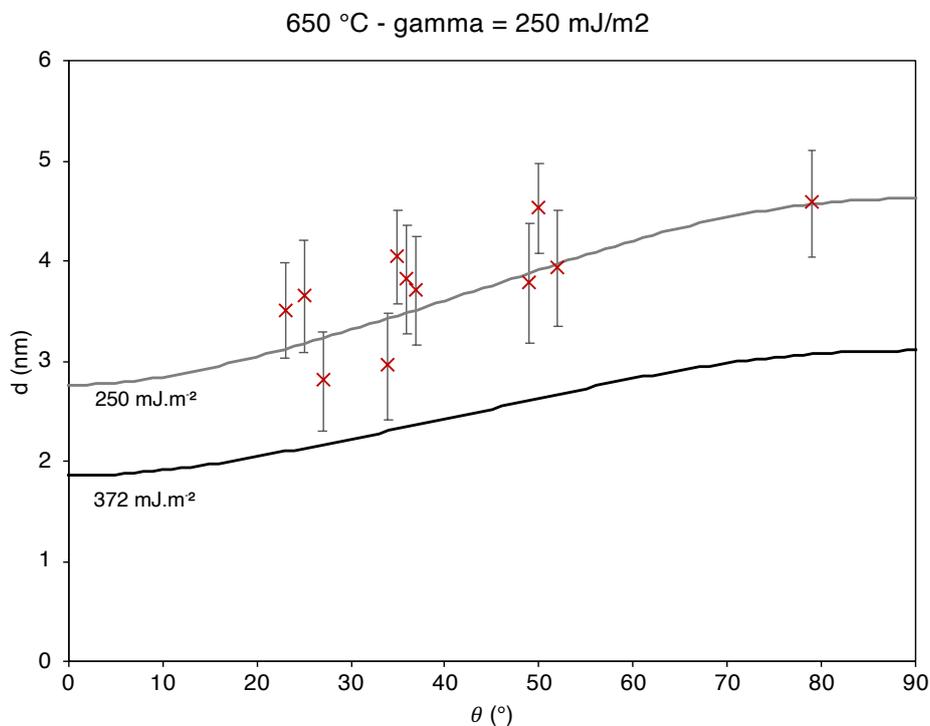


Fig. V.19. Mesures de distances de dissociation en fonction du caractère dans TROPEA. Une énergie de PA de 250 mJ.m^{-2} a été déterminée, plus faible que les $349\text{-}372 \text{ mJ.m}^{-2}$ calculées précédemment

Cette valeur est plus faible que les valeurs théoriques. La valeur d'énergie expérimentale reste tout de même supérieure à celle mesurée dans Ni₃Al pur ($\gamma_{PA} \approx 195 \text{ mJ.m}^{-2}$ [76]), ce qui confirme que l'ajout d'éléments d'alliage permet d'augmenter l'énergie de PA. Cet écart peut s'expliquer par les limites de l'expérimentation, et notamment par l'incertitude importante des mesures de distances de dissociation. Il peut aussi s'expliquer par le caractère purement théorique des méthodes calculatoires utilisées précédemment. Les compositions données par Thermo-Calc étant purement théoriques, elles ont été comparées à des analyses chimiques par sonde atomique (analyse réalisée lors de la caractérisation de l'alliage TROPEA [15]) et par STEM-EDS. Le Tab. V.7 montre les différences entre les différents types d'analyse de composition chimique et permet de visualiser l'importance des données d'entrée. En effet, l'énergie de PA calculée à partir des données de sonde atomique est plus faible que les autres énergies calculées et plus proches de la valeur expérimentale. De même, les méthodes de calcul de l'énergie de faute dérivent de simulations par DFT mais elles restent aussi purement théoriques.

Tab. V.7. Comparaison de différentes méthodes d'analyse chimique et leur influence le calcul d'énergie de PA

Méthode	Ni	Co	Cr	Mo	W	Al	Ta	Ti	Re	Pt	Hf	$\gamma_{PA} \text{ (mJ.m}^{-2})$ Crudden
Thermo-Calc (650°C)	70,19	3,35	2,15	0,09	0,94	16,40	4,60	1,89	0,03	0,33	0,04	349
EDS	64,1	8,1	2,8	0,3	1,3	15,2	5,1	1,6	0,2	1,3	0	357
Écart-type	1,4	0,2	0,2	0,1	0,3	0,5	0,4	0,1	0,1	0,9	0	25
Sonde atomique	68,78	5,61	1,65	0,25	2,28	15,81	3,35	1,49	0,10	0,68	0	316

Ces méthodes ne prennent pas en compte toutes les interactions possibles entre les éléments d'une phase γ' à la chimie complexe. C'est notamment le cas du Pt dans TROPEA. Le Pt se place préférentiellement dans la phase γ' en particulier sur les sites « Ni » mais son effet sur les énergies de PA a été peu étudié. Cependant, des travaux récents encore non publiés par Vamsi *et al.* dans des phases $(\text{Ni}_{1-x}\text{Pt}_x)_3(\text{Al}_{0,75}\text{Ta}_{0,25})$ ont montré, par des calculs de DFT, qu'un faible ajout de Pt pouvait conduire à une diminution de l'énergie de PA (Fig. V.20). Enfin, une dernière hypothèse pouvant expliquer l'écart d'énergie de PA est l'existence de micro-ségrégations, non prises en compte par les modèles. En ségrégeant dans les fautes, certains éléments peuvent diminuer l'énergie de PA d'où un élargissement des fautes. L'analyse en HAADF-STEM du superalliages MD2 (alliage MC2 avec additions mineures de Si et de Hf) après déformation en fluage ($T = 800 \text{ }^\circ\text{C}$, $\sigma = 650 \text{ MPa}$) a pu mettre en évidence un enrichissement en Cr et en Co et un appauvrissement en Al dans les PA. Cet enrichissement local en éléments γ -gène permet de diminuer l'énergie de PA et de faciliter le cisaillement des précipités [150]. Cependant, ce mécanisme dépend de la diffusivité des éléments γ -gène (en particulier le Cr et le Co) et semble donc improbable à $650 \text{ }^\circ\text{C}$ et en traction à $5.0 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (Fig. V.21). De plus, l'analyse du CMSX-4 après déformation en traction à $750 \text{ }^\circ\text{C}$ n'a pas montré de ségrégations chimiques dans le voisinage des superdislocations [32].

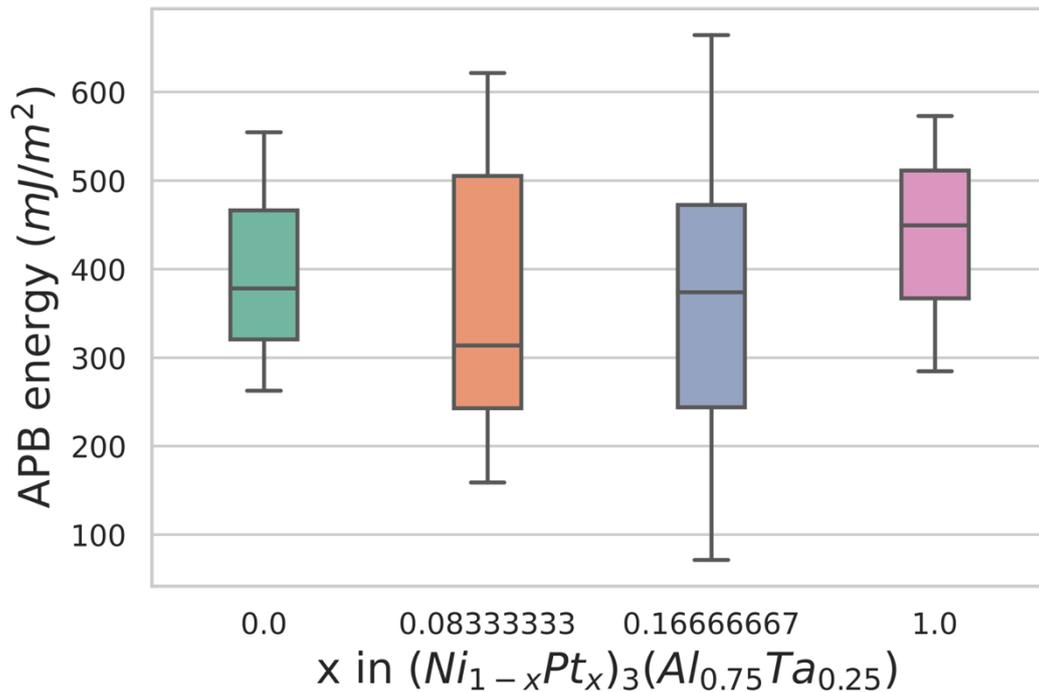


Fig. V.20. Influence de la concentration en Pt sur l'énergie de PA dans des phases $(Ni_{1-x}Pt_x)_3(Al_{0.75}Ta_{0.25})$. La composition chimique de la phase γ' dans TROPEA se rapproche du 2^{ième} cas ($x = 0,083$)

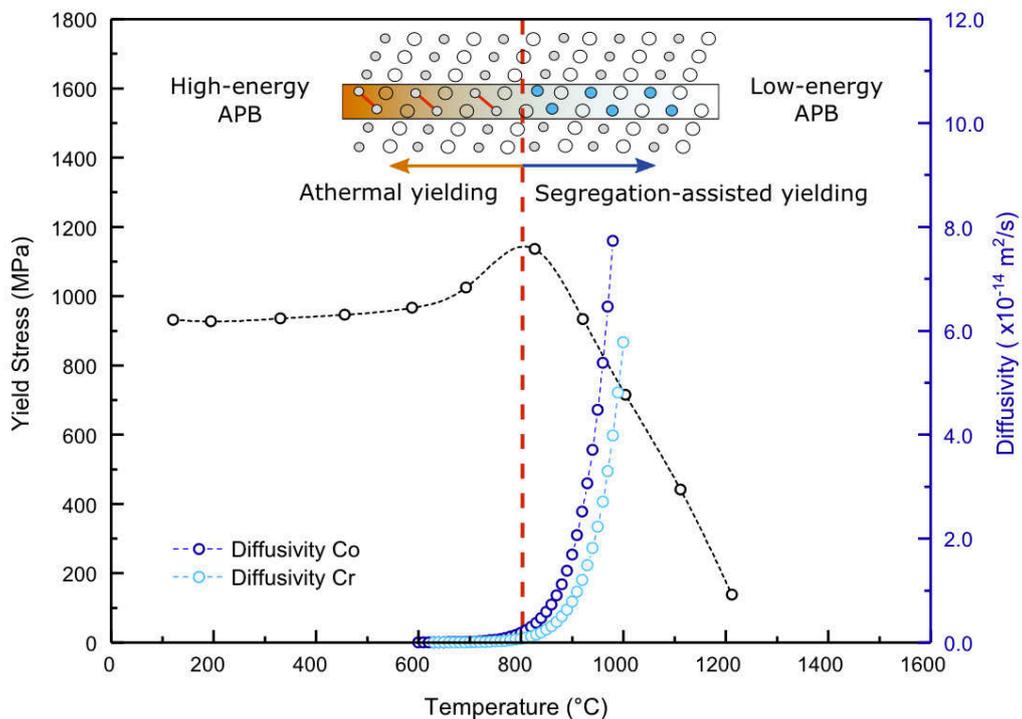


Fig. V.21. Corrélation entre la limite d'élasticité du CMSX-4 et la diffusivité du Cr et du Co. À haute température ($T > 800$ °C), les ségrégations dans les fautes changent localement les énergies de faute et donc la résistance de l'alliage [150]

V.4. Conclusion

V.4.1. Contribution du durcissement par effet d'ordre à la limite d'élasticité

Parmi tous les paramètres influençant la limite d'élasticité, cette partie s'est consacrée à l'étude des effets de la microstructure et de la composition chimique. Si la microstructure peut expliquer certaines différences de comportement mécanique, notamment en facilitant ou non le mouvement des parfaites, elle n'apparaît pas comme le facteur principal pour expliquer les différences de limite d'élasticité entre les différents superalliages testés. Le durcissement en solution solide de la phase γ n'apparaît pas non plus comme un paramètre primordial à 650 °C. Même si le durcissement de la matrice a augmenté au fil des différentes générations, celle-ci ne représente que 30-40 % en volume du matériau. Le facteur principal pour expliquer les écarts de limite d'élasticité apparaît donc être le durcissement de la phase γ' , et en particulier le durcissement par effet d'ordre. En effet, la contrainte pour qu'une paire de parfaites pénètre un précipité est proportionnelle à l'énergie de PA, qui est elle-même reliée à la composition chimique de la phase γ' . Des estimations d'énergie de faute ont permis d'établir que les alliages avec les énergies de PA les plus élevées étaient ceux avec les plus fortes concentrations en Ta et en Ti. Ces mêmes alliages étaient ceux avec les meilleures limites d'élasticité à 650 °C et appartenaient principalement à la 1^{ère} génération.

L'énergie de PA a été vérifiée expérimentalement dans TROPEA et il apparaît que les valeurs calculées surestiment la vraie valeur d'énergie de PA. Il est possible d'estimer la contribution du durcissement par effet d'ordre à la limite d'élasticité à partir la valeur expérimentale [87] :

$$\tau_{PA} = \frac{\gamma_{PA}}{2b} \times f_v^{\gamma'}$$

avec $\gamma_{PA\{111\}} = 250 \text{ mJ.m}^{-2}$, $b = 2,56 \text{ \AA}$ et $f_v^{\gamma'} = 0,65$, nous trouvons $\tau_{PA} = 317 \text{ MPa}$

En prenant $Rp_{0.05} = 1024 \text{ MPa}$ et un facteur de Schmid $m = 0,413$ (déterminé à partir des projections stéréographiques des lames MET), le CRSS dans TROPEA vaut $\tau_{CRSS} = 423 \text{ MPa}$. Le durcissement par effet d'ordre contribue ainsi à environ 75% de la limite d'élasticité, le quart restant étant dû au durcissement en solution solide, au *misfit* et à l'effet de la microstructure. Cette conclusion est en accord les observations dans le CMSX-4 à 750 °C [32,87].

V.4.2. Retour sur l'érouissage des superalliages

En plus de contribuer significativement à la limite d'élasticité dans les superalliages, les écarts d'énergie de PA permettent également d'expliquer le comportement en traction de certains matériaux testés. Les instabilités dans le CMSX-4 Plus avec la microstructure R1 sont vraisemblablement dues à une compétition entre mécanismes de déformation, avec une propagation difficile dans les couloirs et un cisaillement brutal des précipités. L'étude de l'effet de largeur de couloir a montré que dans le cas du CMSX-4 Plus R1, la contrainte à appliquer pour courber les dislocations dans les couloirs était d'environ 600 MPa. En prenant $\gamma_{PA\{111\}} = 250 \text{ mJ.m}^{-2}$ et $b = 2,56 \text{ \AA}$, la contrainte de cisaillement des précipités $\tau_{PA} = \frac{\gamma_{PA}}{2b}$ est inférieure et vaut environ 500 MPa. Les conditions sont donc réunies dans CMSX-4 Plus R1 pour empêcher la propagation des dislocations dans les couloirs et entraîner une propagation brutale dans les précipités puis toute la microstructure.

Il ressort des estimations de γ_{PA} que les alliages René N4 et PWA 1480 sont les alliages avec les plus hautes énergies de PA. Ces alliages sont aussi caractérisés par un écrouissage important à 650 °C. En reprenant le calcul précédent et en l'adaptant au cas du PWA 1480, nous trouvons $\tau_{PA} = \frac{\gamma_{PA}}{2b} \times f_v^{\gamma'} = 489 \text{ MPa}$ (avec $\gamma_{PA} = 385 \text{ mJ.m}^{-2}$, $b = 2,56 \text{ \AA}$ et $f_v^{\gamma'} = 0,65$) et $\tau_{CRSS} = 462 \text{ MPa}$ (avec $R_{p0.05} = 1100 \text{ MPa}$ et $m = 0,42$). Même si la valeur d'énergie de PA calculée est certainement surestimée, il en résulte une contrainte très importante, comparée au CRSS du PWA 1480, pour former des paires de dislocations, pénétrer les précipités et les cisailier. Ainsi, les dislocations restent majoritairement confinées dans la matrice et les bandes de glissement ne peuvent pas se former, d'où l'absence de plateau.

Un autre effet possible d'une énergie de PA élevée est que la formation des verrous de KW est favorisée. La formation des verrous de KW est un mécanisme thermiquement activé permettant à une superpartielle de dévier d'un plan $\{111\}$ à un plan $\{001\}$, où l'énergie de PA est moindre, rendant la superdislocation sessile. Les énergies de PA particulièrement élevées du PWA 1480 et du René N4 pourrait favoriser ce glissement, entraînant la formation de nombreux point d'ancrage dans les précipités et conduisant au durcissement de la phase γ' .

Cependant, ces hypothèses ne permettent pas d'expliquer le comportement du TMS-238, qui écrouit aussi fortement mais possède une limite d'élasticité et une énergie de PA assez faibles. Son comportement sera donc étudié plus en détails dans la partie suivante.

Chapitre VI

Étude de l'écrouissage du TMS-238

L'ajout de Re dans les superalliages monocristallins puis de Ru à partir de la quatrième génération a permis d'améliorer de manière significative les durées de vie en fluage à haute température. Le TMS-238, avec 6 %m. de Re et 5 %m. de Ru, est l'aboutissement de cette évolution [4]. Cependant, malgré de très bonnes performances à haute température, cet alliage possède un comportement en traction atypique à 650 °C [5]. En effet, sa courbe de traction se caractérise par une absence de plateau d'écoulement, un taux de durcissement important et une ductilité faible. Ce comportement n'est pas propre au TMS-238 et a pu être observé en traction à des températures similaires dans d'autres alliages avec des compositions similaires (MC-NG et TMS-138A à 750 °C [12,32]). Tous ces alliages sont caractérisés par des concentrations importantes de Re et de Ru. Ces éléments permettent de durcir [102,151] la phase γ mais ils sont aussi connus pour augmenter le *misfit* [152] et diminuer l'énergie de faute d'empilement [52,57]. Des ajouts importants de Re et de Ru sont donc susceptibles de modifier les mécanismes de déformation.

Pour rappel en traction à 650 °C, dans la plupart des superalliages étudiés, un système de glissement principal est activé au début de la déformation plastique. La déformation plastique est localisée dans des bandes de glissement. Elle s'initie d'abord dans la matrice avec des dislocations parfaites qui s'apparient ensuite en superdislocations aux interfaces γ/γ' pour cisailer les précipités.

Cette partie se propose d'analyser, dans un premier temps, les mécanismes de déformation du TMS-238, puis d'explorer des paramètres expliquant ce comportement en traction particulier.

VI. Étude de l'écrouissage du TMS-238

VI.1. Comportement en traction et mécanismes de déformation à 650 °C

VI.1.1. Comportement en traction à 650 °C

VI.1.1.i. Courbe de traction

Pour rappel, à 650 °C, le TMS-238 possède un taux de durcissement très élevé et une ductilité faible (Fig. VI.1). Le matériau écrouit dès le début de la déformation plastique, sans passer par un plateau d'écoulement. Les mécanismes de déformation ont été analysés au MET à partir de matériau déformé à $\varepsilon_p \approx 1\%$.

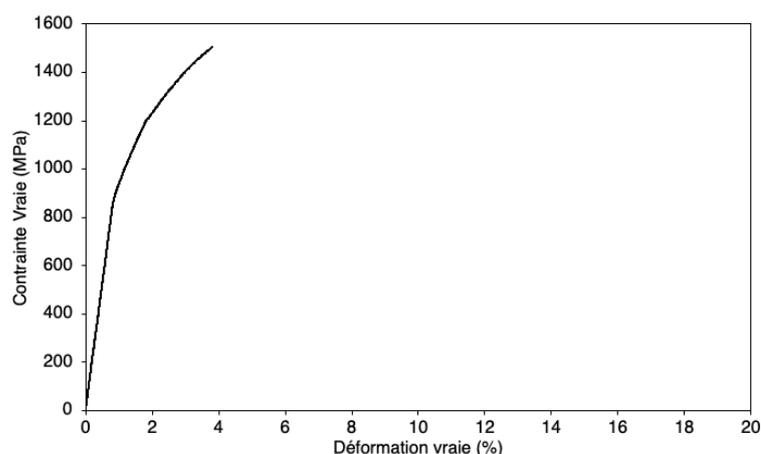
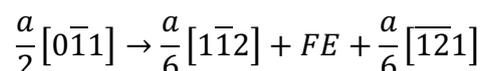


Fig. VI.1. Courbe de traction du TMS-238 (650°C/5.10⁻⁴ s⁻¹). La désorientation primaire est de 3,5°

VI.1.1.ii. Mécanisme de déformation

Comme vu dans le Chapitre III, il existe des similarités entre le TMS-238 et les autres superalliages (présence de parfaites dans la matrice, cisaillement des précipités par des superdislocations). Cependant, la déformation du TMS-238 se caractérise par son homogénéité et par l'absence de bandes de glissement (Fig. VI.2), ce qui est en accord avec le comportement en traction et l'absence de plateau. La déformation se caractérise par une très forte concentration de dislocations parfaites (Fig. VI.3), en particulier dans les couloirs horizontaux, et par du glissement dévié (Fig. VI.4). Enfin, de larges fautes d'empilement sont présentes dans la matrice (Fig. VI.5), principalement dans les couloirs verticaux. Des fautes aussi étendues proviennent du mouvement décorrélé de partielles de Shockley [93], d'après la réaction :



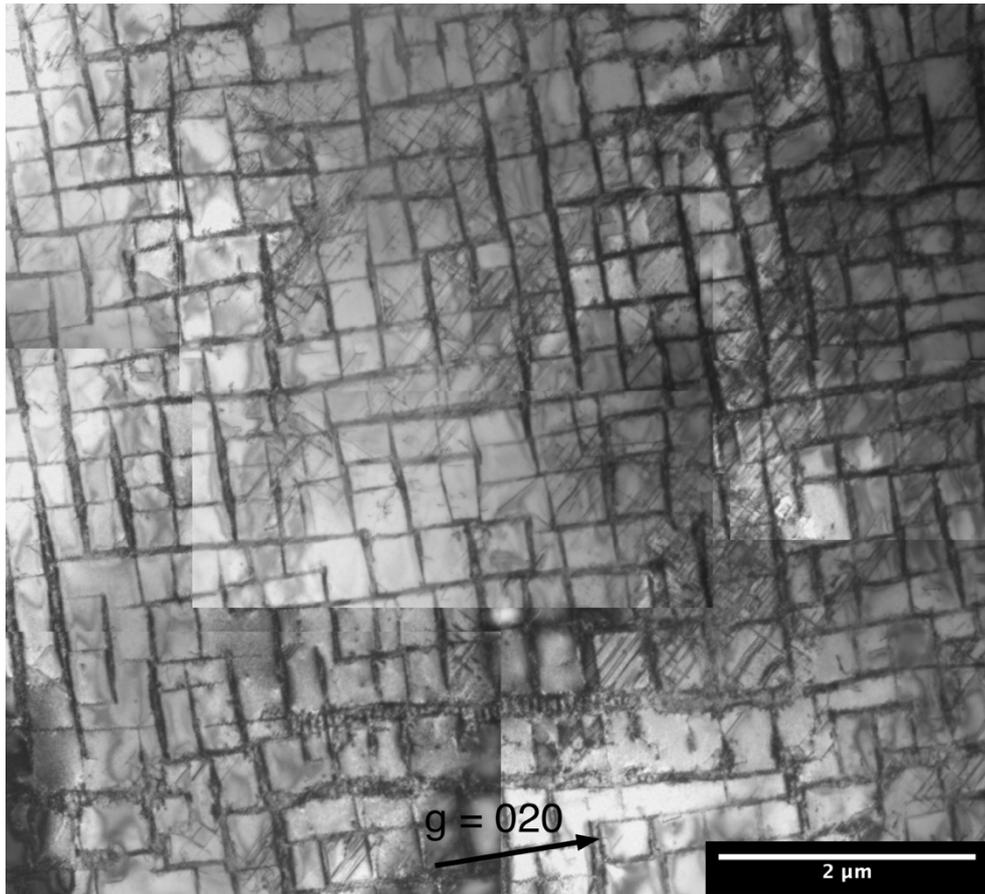


Fig. VI.2. Paysage de déformation dans le TMS-238 ($\epsilon_p = 1\%$, désorientation primaire de $6,5^\circ$)

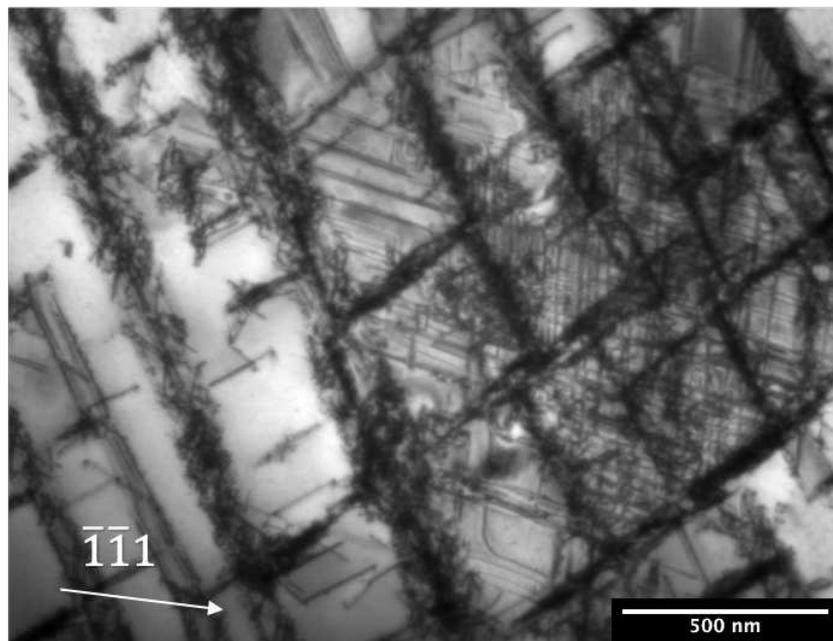
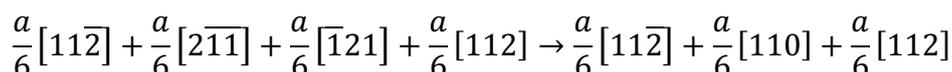


Fig. VI.3. Forte concentration de dislocations dans la phase γ ($\epsilon_p = 1\%$, désorientation primaire de $6,5^\circ$)

Ces fautes sont le signe d'une forte résistance intrinsèque à la propagation des parfaites de matrice, vraisemblablement à l'origine de l'écrouissage important du TMS-238. Elles constituent également des obstacles au glissement des parfaites dans la matrice [119,153]. L'hypothèse d'une formation de verrous de Lomer-Cottrell a aussi été avancée pour expliquer le comportement en fluage du TMS-238 à 800 °C [154]. Pour rappel, un verrou de Lomer-Cottrell peut se former à l'issue de la réaction entre plusieurs Shockley. Cette réaction engendre une dislocation sessile $a/6\langle 110 \rangle$ d'après la réaction suivante [155]:



Ce mécanisme n'a cependant pas été observé dans cette étude. Un autre mécanisme également possible est le cisaillement par une partielle de Shockley. Ce mécanisme nécessite en premier lieu la décorrélation de deux partielles. La partielle décorrélée peut alors cisailier le précipité en créant une faute complexe qui sert de point de nucléation à une faute d'empilement extrinsèque de sur-structure [84]. Ce mécanisme, décrit dans le NR3 après fluage à 700 °C, n'a pas été observé dans le TMS-238. La déformation dans la phase γ' est principalement portée par des superdislocations et la présence de fautes d'empilement dans la matrice pourrait même être un obstacle supplémentaire à l'appariement des parfaites et au cisaillement des précipités.

VI.1.2. Influence de la désorientation

VI.1.2.i. Courbes de traction pour plusieurs désorientations

L'influence de la désorientation a été étudiée en testant des éprouvettes usinées dans des barreaux avec des désorientations primaires allant de 3,5° à 19,5° par rapport à la direction $\langle 001 \rangle$ (Fig. VI.6). Ces essais ont été réalisés dans les mêmes conditions que précédemment : à 650 °C et $\dot{\epsilon}_p = 5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Il ressort de ces essais que pour des désorientations élevées, le TMS-238 retrouve un comportement plus classique avec un plateau d'écoulement, la transition écrouissage/plateau se faisant entre 6,5° et 12,5°. Le comportement du TMS-238 fortement désorienté est tout de même différent de celui des superalliages « classiques ». Il durcit plus rapidement et son allongement à rupture reste faible.

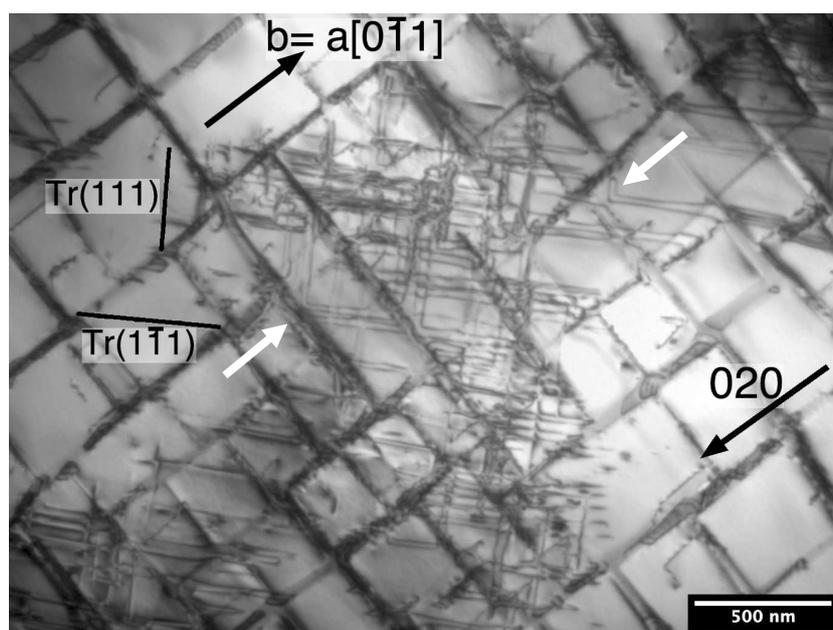


Fig. VI.4. Aspect de la déformation dans la phase γ ($\epsilon_p = 1\%$, désorientation primaire de $6,5^\circ$). Du glissement dévié de parfaites (indiqué par des flèches blanches) est activé

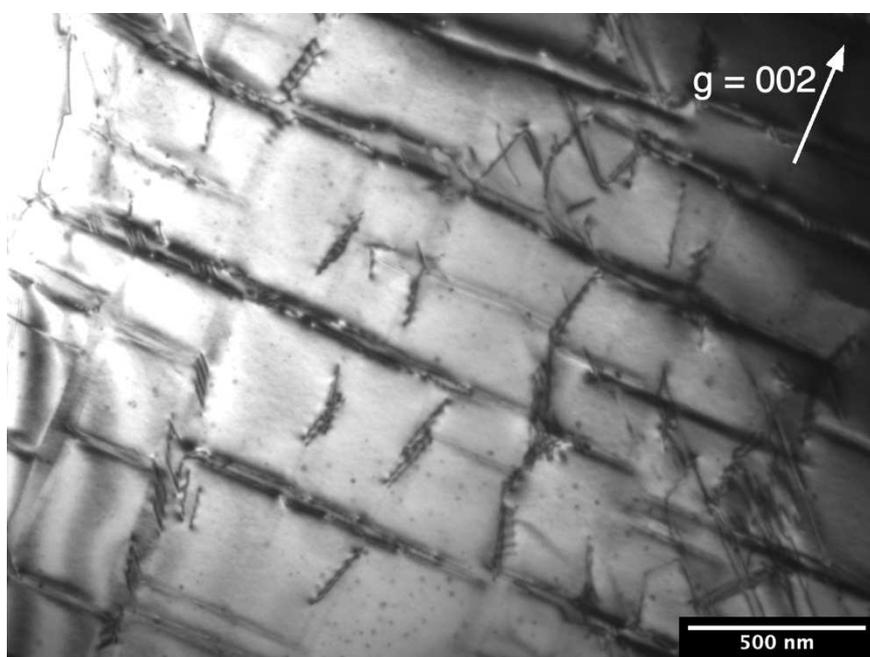


Fig. VI.5. Fautes d'empilement dans la phase γ du TMS-238 ($\epsilon_p = 1\%$, désorientation primaire de $6,5^\circ$). La lame a été découpée parallèlement à la direction $[001]$

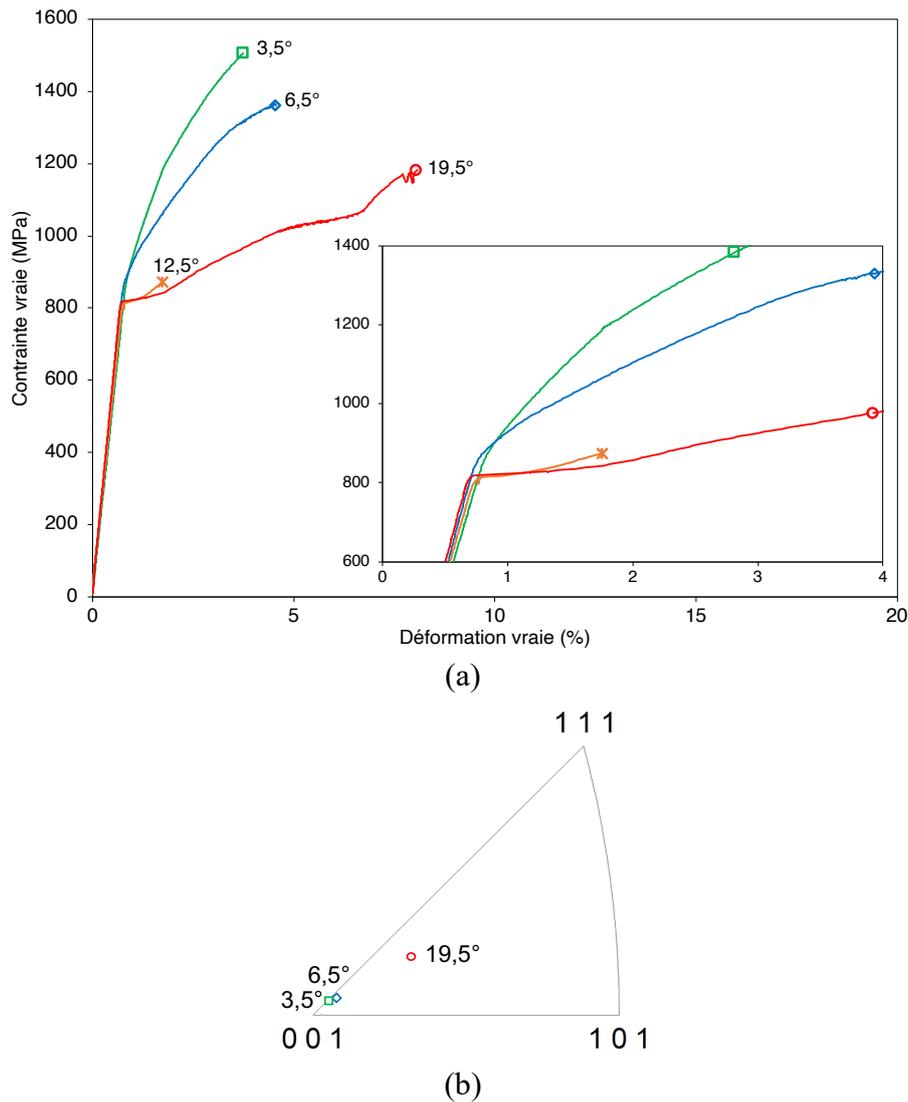


Fig. VI.6. Courbes de traction du TMS-238 ($650^{\circ}\text{C}/5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$) pour différentes désorientations primaires. L'essai de l'éprouvette désorientée à $12,5^{\circ}$ a été interrompu à $\varepsilon_p = 1\%$ (a). La désorientation de chaque barreau a été mesurée par le NIMS et a été vérifiée par EBSD (b).

VI.1.2.ii. Mécanismes de déformation pour une forte désorientation

Les mécanismes de déformation pour une désorientation primaire de $19,5^{\circ}$ par rapport à la direction $[001]$ ont été analysés au MET à partir d'une éprouvette déformée à $\varepsilon_p \approx 1\%$. Le TMS-238 fortement désorienté possède un comportement qui se rapproche d'un alliage « classique » avec un plateau en traction et des bandes de déformation (Fig. VI.7). De longues superdislocations de caractère $\phi = 60^{\circ}$ cisailent les précipités mais un seul système de glissement est activé et peu de glissement dévié a été observé. Ce comportement peut s'expliquer par la forte désorientation du matériau qui favorise l'activation d'un seul système de glissement (Tab. VI.1). Dans le cas d'une faible désorientation, la proximité des facteurs de Schmid autorise l'activation de plusieurs systèmes de glissement. Dans le cas d'une désorientation importante, seuls trois systèmes de glissement peuvent être activés, l'un de ces systèmes prédominant sur les deux autres.

De nombreuses fautes d'empilement sont également visibles dans la matrice (Fig. VI.8). Comme dans le cas d'une faible désorientation, ces fautes sont des obstacles au glissement dans

la matrice et au cisaillement des précipités. Leur présence explique l'allure de la courbe de traction du TMS-238 fortement désorienté, qui malgré la présence d'un plateau d'écoulement, écouit plus rapidement et fortement qu'un alliage classique.

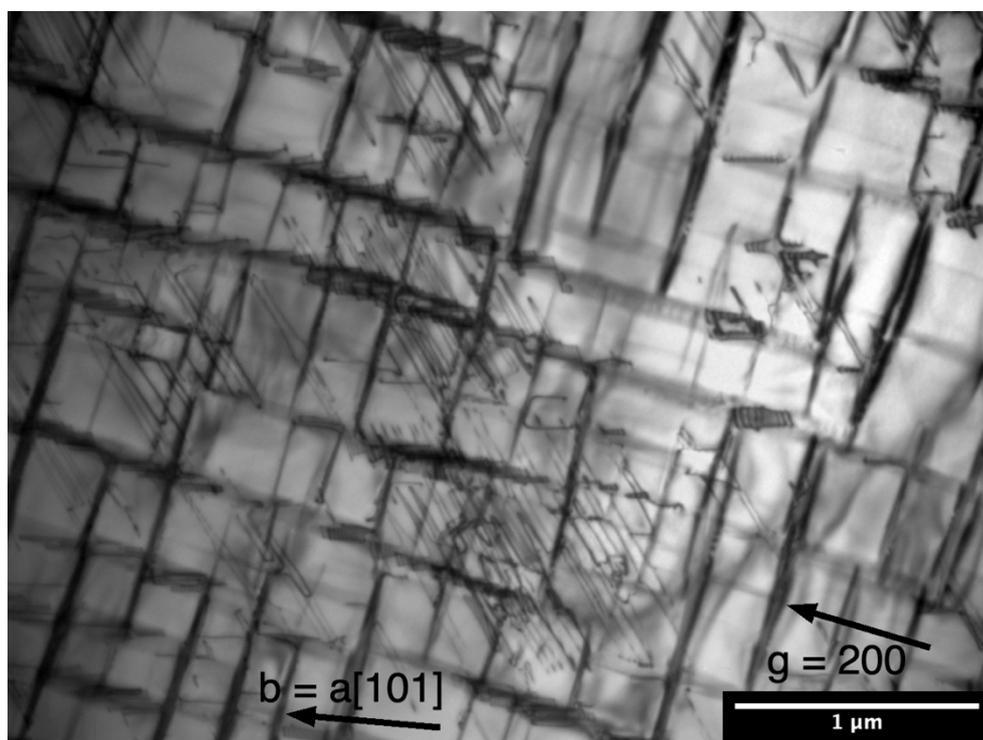


Fig. VI.7. Aspect de la déformation dans le TMS-238 ($\epsilon_p = 1\%$, désorientation primaire est de $19,5^\circ$)

Tab. VI.1. Facteurs de Schmid pour différentes désorientations de barreau (déterminés par EBSD, mesures effectuées par Patrick VILLECHAISE à l'Institut Pprime)

Désorientation primaire	A2	A3	A6	B2	B4	B5	C1	C3	C5	D1	D4	D6
3,5°	0,392	0,426	0,034	0,420	0,424	0,004	0,390	0,387	0,004	0,422	0,388	0,034
6,5°	0,380	0,420	0,041	0,431	0,418	0,012	0,378	0,388	0,010	0,433	0,390	0,043
19,5°	0,277	0,420	0,144	0,446	0,387	0,058	0,244	0,267	0,023	0,478	0,299	0,179

Quelle que soit la désorientation du matériau, des fautes d'empilement sont toujours observées dans la matrice du TMS-238. Ce type de mécanisme de déformation n'est pas exclusif au TMS-238 et a pu être observé dans d'autres alliages avec des taux élevés en Re et Ru. Cependant, ces défauts sont en général observés en fluage et à des températures plus élevées (Tab. VI.2). La formation de telles fautes d'empilement dans la phase γ reste un mode de déformation rarement rencontré dans les superalliages et dans nos conditions d'essai. La présence de ces fautes (peu importe la désorientation du matériau) indique deux caractéristiques du TMS-238 : l'énergie de faute d'empilement est faible dans la phase γ [63] et la difficulté pour les dislocations parfaites de se mouvoir dans les couloirs de matrice [93], notamment, à cause des contraintes internes de cohérence et de l'étroitesse des couloirs.

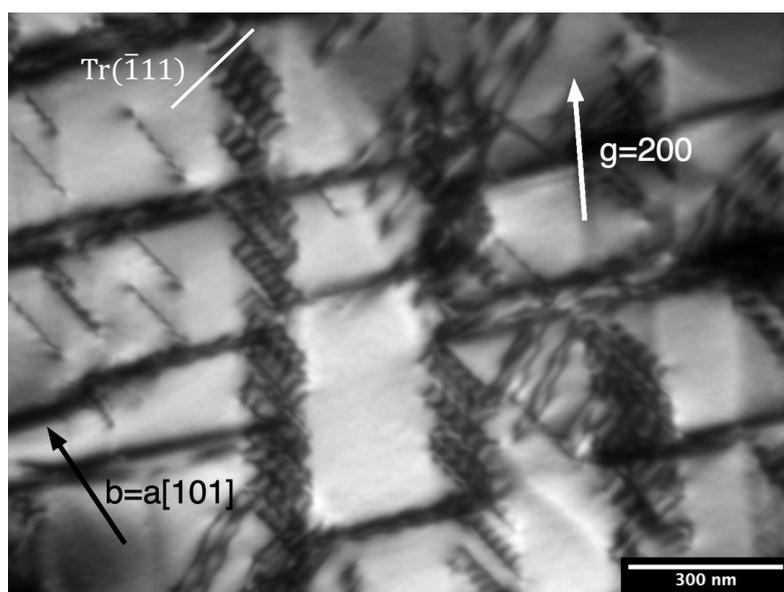


Fig. VI.8. Fautes d'empilement dans les couloirs verticaux du TMS-238 ($\epsilon_p = 1\%$, désorientation primaire de $19,5^\circ$)

Tab. VI.2. Récapitulatif d'alliages et d'essais mécaniques dans lesquelles des fautes d'empilement similaires ont été observées

Alliage	Re (%m.)	Ru (%m.)	Type d'essai	T (°C)	Référence
MC 534	5	3	Fluage, 840 MPa	760	[93]
Ni _{45,8} Co ₁₂ Cr ₄ Mo ₁ W ₆ Re _{5,4} Ru ₃ Al ₆ Ta _{8,4}	5,4	3	Traction, $\dot{\epsilon} = 1,67 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	600 et 760	[119,153]
UMF 31 et UMF 32	7,3	5,6	Fluage, 290 MPa	950	[63]
TMS-138	5	2	Fatigue oligocyclique (R=0)	900 et 1100	[117]
TMS-138A	5,8	3,6	Traction, $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	750	[32]
TMS-238	6,4	5	Fluage, 735 MPa	800	[118,154]

VI.2. Influence de la composition chimique

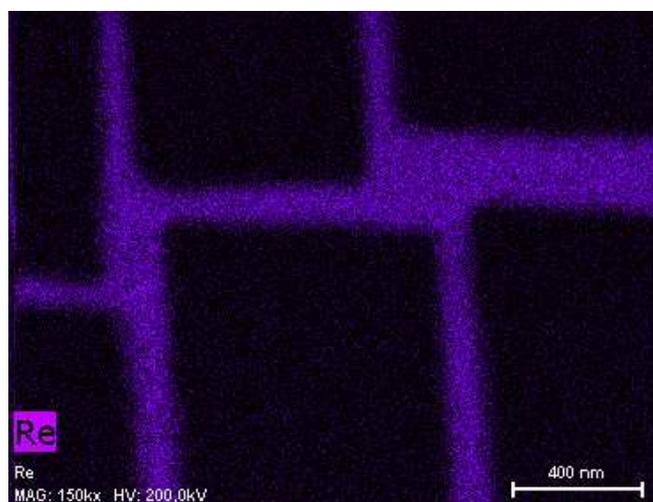
VI.2.1. Analyse de la composition chimique du TMS-238

En tant qu'alliage de sixième génération, le TMS-238 est caractérisé par des teneurs très élevées en Re et en Ru, deux éléments connus notamment pour durcir la matrice, réduire l'énergie de faute d'empilement et augmenter le *misfit*. Le TMS-238 contient aussi du Mo, aux effets similaires [57,93], et du Co qui participe aussi à abaisser l'énergie de faute [57,63]. Afin de mieux comprendre la répartition de ces éléments, des analyses EDS ont été réalisées sur cet alliage (Tab. VI.3) :

Tab. VI.3. Analyse par STEM-EDS de la composition globale et des phases γ et γ' du TMS-238 (en %m.)

Alliage	Composition	Ni	Co	Cr	Mo	W	Al	Ta	Ti	Re	Ru
TMS-238	Nominale	Bal.	6,5	4,6	1,1	4,0	5,9	7,6	/	6,4	5,0
	Globale (EDS)	56,6	8,1	3,8	1,25	4,0	4,8	9,3	/	7,2	4,9
	Écart-type	1,4	0,3	0,4	0,1	0,1	1,1	0,5	/	0,3	0,3
	γ	36,8	12,8	9,3	1,7	3,5	1,9	2,0	/	21,5	10,6
	Écart-type	1,7	0,2	0,4	0,1	0,1	0,2	0,3	/	1,7	0,7
	γ'	62,2	5,9	1,5	1,1	4,1	7,9	12,2	/	2,1	3,0
	Écart-type	0,6	0,1	0,1	1,2	0,3	0,4	0,4	/	0,3	0,4
	$K_{\gamma/\gamma'}$	0,6	2,2	6,2	1,6	0,9	0,2	0,2	/	10,2	3,5

Les analyses EDS sont en accord avec ce qui est communément observé [12,39,40,63,119,156] : le Co, le Cr, le Mo, le Re et le Ru partitionnent préférentiellement dans la matrice tandis que l'Al et le Ta se placent dans les précipités. Le W se répartit équitablement entre les deux phases. Les analyses de composition mettent en valeur des concentrations particulièrement importantes de Re (21,5 %m.) (Fig. VI.9) et de Ru (10,6 %m.) dans la matrice du TMS-238. Il faut cependant garder à l'esprit que ces analyses sont locales. L'écart de concentration en Re entre la composition nominale et celle mesurée par EDS indique que les analyses ont peut-être été réalisées dans des dendrites, plus riches en Re.


 Fig. VI.9. Répartition du Re entre les phases γ et γ'

VI.2.2. Énergie de faute d'empilement dans des alliages riches en Re et Ru

Ces teneurs élevées en Co, Mo, Re et Ru sont responsables d'un abaissement de l'énergie de faute d'empilement de la phase γ du TMS-238. Il n'existe pas, à notre connaissance, de méthode de calcul (de manière analogue à ce qui se fait pour les énergies de PA) pour estimer l'énergie de faute d'empilement dans des alliages complexes. L'énergie de faute d'empilement est déterminée classiquement à partir de mesures expérimentales de la distance de dissociation

entre deux Shockley [52,60], dans des conditions similaires à celles pour mesurer des énergies de PA. Cependant, l'énergie de FE n'a pas été mesurée expérimentalement dans le TMS-238 car l'étroitesse des couloirs et la forte concentration de dislocations et de fautes rendent difficiles l'observation des dissociations. L'énergie de FE du TMS-238 peut cependant être rapprochée de celle de la série d'alliages UMF, qui possèdent des teneurs similaires en Re et en Ru (Tab. VI.4).

Les teneurs en Re, Ru et Co dans la matrice du TMS-238 sont similaires à celles des alliages UMF 31 et UMF 32. Le TMS-238 contient en plus du Mo, qui participe aussi à abaisser l'énergie de faute [4]. Il apparaît alors vraisemblable que l'énergie de faute d'empilement du TMS-238 soit au moins aussi faible que celle des alliages UMF. Dans ces derniers, l'énergie de faute d'empilement a été mesurée égale à 11 mJ.m^{-2} à $950 \text{ }^\circ\text{C}$ [63], contre $20\text{--}30 \text{ mJ.m}^{-2}$ (à $25\text{--}1050 \text{ }^\circ\text{C}$) dans la plupart des superalliages [52,60,62]. L'énergie de faute d'empilement diminuant assez faiblement entre $25\text{--}1050^\circ\text{C}$ [52], l'énergie de faute à 650°C des alliages UMF doit être assez similaire à celle mesurée à $950 \text{ }^\circ\text{C}$. Les alliages UMF, et par extension le TMS-238, ont donc des énergies de faute d'empilement parmi les plus faibles de tous les superalliages.

Tab. VI.4. Compositions des phases γ et γ' des alliages UMF 31 et UMF 32 (en %m., déterminées par EDS) [10]

Alliage	Composition	Ni	Co	Cr	Mo	W	Al	Ta	Ti	Re	Ru
UMF 31	Nominale	60,3	2,3	6,5	/	4,3	5,8	7,8	/	7,3	5,6
	γ	35	3,9	14,2	/	6	1,3	3,1	/	26,8	9,9
	γ'	62	2,0	2,2	/	3,3	5,9	21,5	/	0	2,6
UMF 32	Nominale	52,9	9,7	6,5	/	4,3	5,8	7,8	/	7,3	5,6
	γ	27,7	12,4	12,7	/	7	1,3	2,2	/	27,9	9,0
	γ'	57,1	6,8	2,3	/	3,3	5,7	21,6	/	0	3,1

VI.2.3. Désaccord paramétrique

En se répartissant préférentiellement dans la matrice, les éléments réfractaires Mo, Re et Ru augmentent le paramètre de maille de la phase γ [141,152] et rendent le *misfit* plus négatif. Le *misfit* apparaît être un facteur important dans la formation des fautes. En effet, la différence de *misfit* entre différents alliages est un paramètre souvent avancé pour expliquer la présence ou non de fautes d'empilement [32,93].

Dans un alliage à *misfit* négatif, la phase γ se retrouve en compression au voisinage de la phase γ' . L'application d'une contrainte extérieure de traction modifie la répartition des contraintes, la contrainte de compression devenant plus importante dans les couloirs horizontaux que les verticaux. Quand la déformation plastique commence, elle s'initie alors dans les couloirs horizontaux pour relaxer ces contraintes [32]. De plus, la contrainte locale devenant plus faible dans les couloirs verticaux à cause du *misfit*, elle peut devenir suffisante pour permettre la propagation des partielles mais pas celle des parfaites [93,157]. Enfin, le champ de contraintes lié au *misfit* à l'interface γ/γ' peut également constituer un obstacle à la pénétration et au cisaillement des précipités [93]. Comme indiqué dans le Tab. VI.5., le *misfit*

du TMS-238 est plus important (en valeur absolue) que celui des superalliages des générations précédentes. Les observations précédentes (dislocations parfaites et glissement dévié dans les couloirs horizontaux, forte concentration de dislocations dans la matrice, fautes dans les couloirs verticaux) sont donc compatibles avec les effets d'un *misfit* négatif important

L'évolution du *misfit* en fonction de la température explique également les différences de comportement en traction entre la température ambiante et des températures intermédiaires (600-750 °C) observés dans les alliages de 4^{ème} génération [12,32,153]. À température ambiante, ces alliages ont un comportement classique et une faible densité de fautes d'empilement alors qu'ils érouissent à 600-750 °C et présentent une densité de fautes élevée [32,153]. Cette transition pourrait provenir de l'évolution du *misfit*, qui devient plus négatif quand la température augmente.

Le *misfit* est donc un facteur important pour la mobilité des dislocations dans la phase γ . L'observation d'un échantillon non déformé de TMS-238 (découpé perpendiculairement à la direction $\langle 001 \rangle$) a permis de mettre en évidence l'absence de dislocations dans le matériau non déformé mais aussi la présence de franges particulièrement marquées à l'interface γ/γ' (Fig. VI.10). Ces franges sont vraisemblablement des franges de type δ et ont pour origine le désaccord paramétrique entre les deux phases [158].

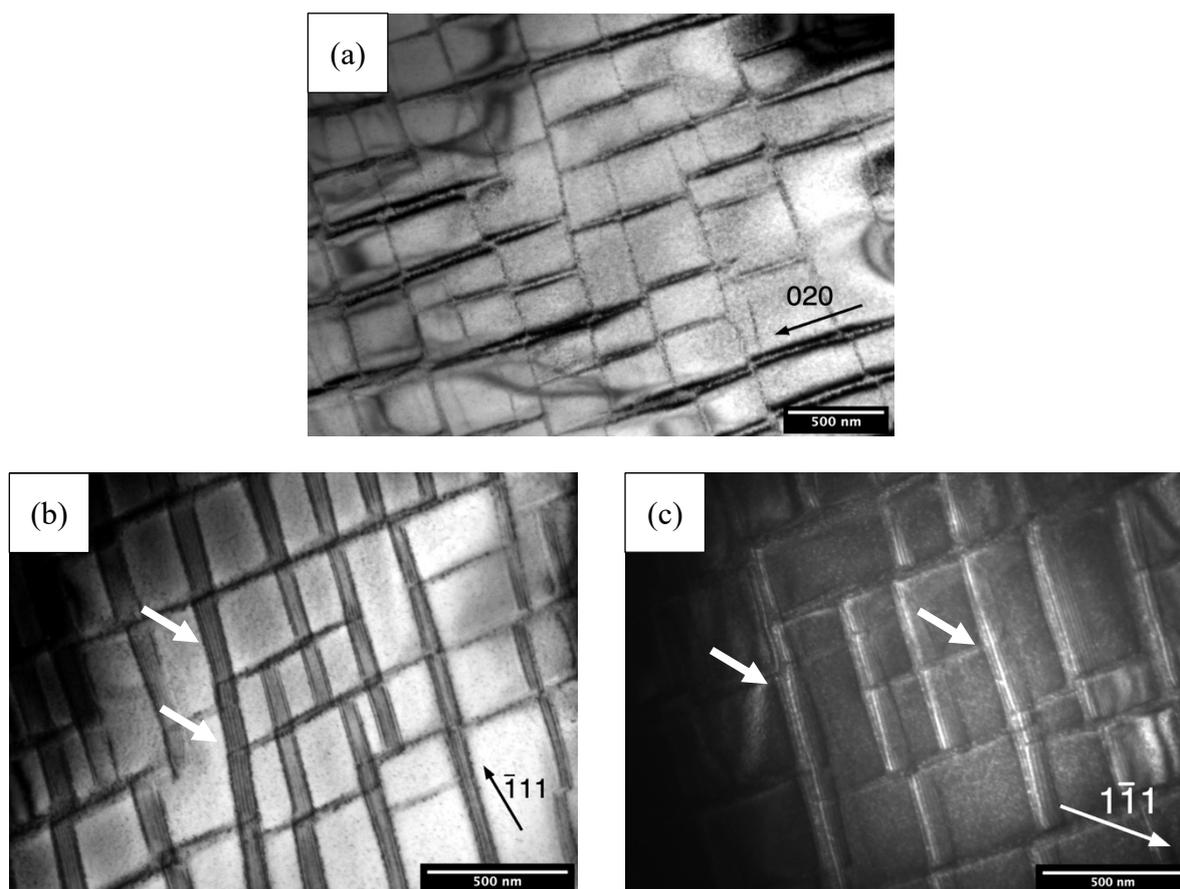


Fig. VI.10. Aspect sous plusieurs g d'une même zone dans du TMS-238 non déformé. Aucune dislocation n'a pu être observée ni dans la matrice, ni dans les précipités. Des franges (possiblement de type δ) sont visibles aux interfaces γ/γ' dans les images (b) et (c)

Tab. VI.5. Valeurs de misfit non contraint de différents superalliages à 800 °C

Alliage	Génération	δ (%)	Référence
CMSX-6	1	-0,06	[159]
CMSX-4	2	-0,10	[159]
MX-4	4	-0,16	[118]
TMS-238	6	-0,17	[118]

VI.3. Confinement de la déformation plastique dans les couloirs de matrice

Comme vu précédemment, l'énergie de faute d'empilement du TMS-238 est particulièrement faible, ce qui facilite la dissociation des parfaites en Shockley. La distance de dissociation d'une parfaite dans un cristal c.f.c. est donnée par la relation de Read, qui traduit l'équilibre entre des deux partielles en élasticité isotrope [160] :

$$d = \frac{\mu}{8\pi} \cdot \frac{2 - \nu}{1 - \nu} \cdot \left(1 - \frac{2\nu \cdot \cos(2\phi)}{2 - \nu} \right) \cdot \frac{b_p^2}{\gamma}$$

où μ est le module de cisaillement ($\mu = 58,6$ GPa)

ν est le coefficient de Poisson ($\nu = 1/3$)

b_p est le vecteur ce Burgers de la partielle ($b_p = a/\sqrt{6} = 0,146$ nm)

ϕ est le caractère de la dislocation parfaite

γ est l'énergie de faute d'empilement ($\gamma = 0,011$ J.m⁻²)

Pour une parfaite de caractère vis ($\phi = 0^\circ$), la distance de dissociation est de 6,8 nm, ce qui est bien plus faible que les défauts étendus observés dans le TMS-238. La formation de fautes aussi larges résulte donc d'une séparation et d'un mouvement décorrélié des deux partielles.

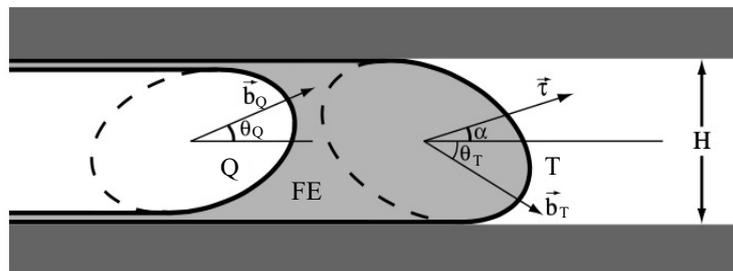


Fig. VI.11. Schéma d'une parfaite dissociée dans un couloir se propageant sous l'effet d'une contrainte effective de cisaillement τ (d'après [92])

La géométrie des couloirs de matrice et l'orientation de la contrainte sont des paramètres qui peuvent influencer la propagation d'une parfaite de matrice mais aussi favoriser sa dissociation. En effet, pour glisser dans un couloir, une dislocation doit se courber. Or, la tension de ligne des partielles de Shockley étant plus faible, ces dernières peuvent se courber et se propager plus facilement [92,157]. Ainsi, des couloirs étroits peuvent influencer le mode de

déformation. En effet, une partielle pourra se propager plus facilement dans un couloir qu'une parfaite. La propagation d'une parfaite dans un couloir a déjà été étudié dans le Chapitre IV. Cette partie se propose de compléter ces résultats en étudiant la propagation d'une parfaite dissociée en deux partielles (Fig. VI.11). En élasticité isotrope, les contraintes effectives de cisaillement τ_T et τ_Q pour que des partielles (de tête et de queue) se propagent dans un couloir sont données par les relation suivantes [92,157] :

$$\tau_T(\alpha) = \left(\frac{2E_S(\theta_T)}{Hb_T} + \frac{\gamma}{b_T} \right) \frac{1}{\cos(\alpha + \theta_T)}$$

$$\tau_Q(\alpha) = \left(\frac{2E_S(\theta_Q)}{Hb_Q} - \frac{\gamma}{b_Q} \right) \frac{1}{\cos(\alpha + \theta_Q)}$$

où H est la largeur du couloir
 b est le vecteur de Burgers de la partielle
 γ est l'énergie de faute d'empilement
 E_S est l'énergie de ligne de la partielle
 θ est l'orientation du couloir par rapport au vecteur de Burgers
 α est l'angle entre le couloir et la contrainte

Différents cas (Fig. VI.12) ont été étudiés dans le MC2 en fonction de différentes orientations et valeurs de contraintes [92]. En particulier, il a été montré l'existence d'un domaine de contraintes dans lequel la partielle de tête peut glisser à une vitesse différente de la partielle de queue (celle-ci peut même rester bloquée à l'entrée du couloir), engendrant un mouvement décorrélé des partielles et de larges fautes d'empilement dans les couloirs. Ce phénomène de décorrélation des partielles est indiqué dans les domaines 1 et 1* de la Fig. VI.12. En plus du MC2, ce mécanisme de décorrélation a aussi été décrit dans les superalliages NR3 et le MC534 [84,91,93,157]. La décorrélation de partielles a aussi été observée dans des couches minces métalliques. Dans ces matériaux, la déformation, qui est généralement portée par des parfaites, se fait *via* des partielles quand l'épaisseur de la couche diminue et passe sous une valeur critique [161].

Le TMS-238 possède une teneur en Re parmi les plus élevées ainsi qu'un *misfit* important. Or le Re ralentit la coalescence des précipités à cause de sa faible diffusivité dans la phase γ et de sa faible solubilité dans la phase γ' . Le *misfit* influence également la forme des précipités. En effet, plus le *misfit* est négatif, plus ils seront cuboïdaux [162]. Ainsi, comparée à celle des autres alliages étudiés, la microstructure du TMS-238 est bien plus fine (taille de précipités \approx 230-260 nm ; largeur de couloirs \approx 30 nm) et ses précipités, plus réguliers et cuboïdaux [4]. Dans le cas du TMS-238, la largeur plus faible des couloirs entraîne une hausse des contraintes de cisaillement τ_P , τ_T et τ_Q pour mettre en mouvement les parfaites et partielles (de tête et de queue) dans les couloirs, ce qui est visible dans la Fig. VI.12.(b) par un décalage des courbes P, T et Q. Cependant, la baisse de l'énergie de faute d'empilement entraîne aussi un élargissement du domaine de décorrélation des partielles (Fig. VI.13). Il ressort principalement des Fig. VI.12 et Fig. VI.13 qu'il existe un domaine de contrainte dans lequel le mouvement décorrélé des partielles est possible. Ce domaine est plus large dans le TMS-238 que dans le MC2, grâce notamment, à une énergie de faute d'empilement plus faible. De plus, le glissement de partielles décorrélées peut s'activer à une contrainte inférieure à celle nécessaire pour mettre en mouvement une parfaite.

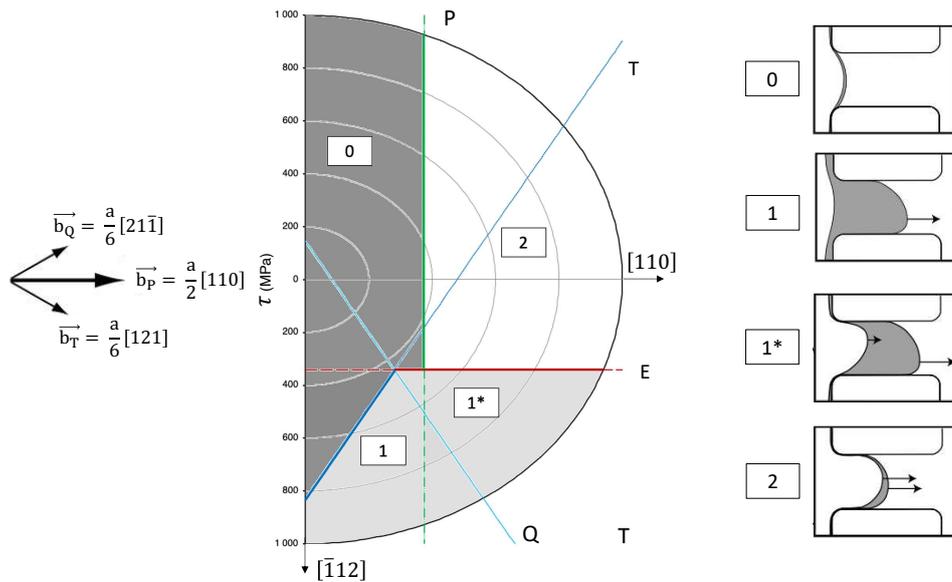


Fig. VI.12. Comportements d'une dislocation $a/2[110]$ dans un plan $(\bar{1}\bar{1}1)$ en fonction de la contrainte effective de cisaillement $\bar{\tau}$ (MPa) et de l'angle α entre la contrainte et la direction $[110]$. Le couloir est orienté selon $[110]$ ($\theta_Q = \theta_T = 30^\circ$). Le graphique est en coordonnées polaires ($\|\bar{\tau}\|, \alpha$). La figure correspond au cas du MC2 (largeur de couloir de 50 nm, énergie de faute $\gamma = 25 \text{ mJ.m}^{-2}$, d'après [17]). Les lignes correspondent aux différentes contraintes nécessaires pour qu'une dislocation glisse dans le couloir : P, pour une parfaite non dissocié ; T, pour la partielle de tête ; Q, pour la partielle de queue ; E correspond à un mouvement décorrélé en l'absence d'obstacle ($\tau = 2\gamma/(b \cdot \sin\alpha)$). Les numéros indiquent les domaines de comportements : 0, la parfaite est bloquée à l'entrée du couloir ; 1, la partielle de tête glisse dans le couloir mais la partielle de queue reste bloquée à l'entrée ; 1*, les deux partielles rentrent dans le couloir mais se déplace à des vitesses différentes ; 2, la parfaite pénètre dans le couloir.

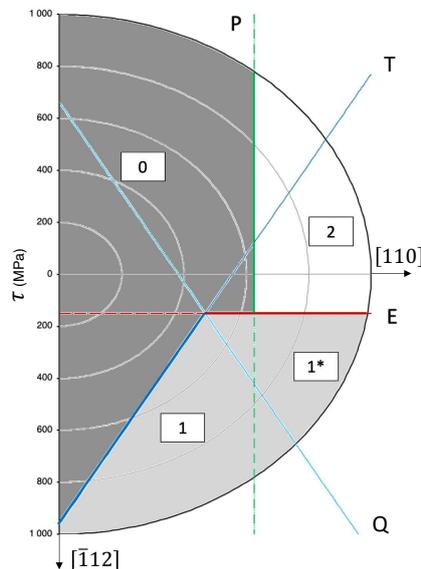


Fig. VI.13. Comportements d'une dislocation $a/2[110]$ dans un plan $(\bar{1}\bar{1}1)$ en fonction de la contrainte effective de cisaillement $\bar{\tau}$ (MPa) et de l'angle α entre la contrainte et la direction $[110]$. Le graphique est en coordonnées polaires ($\|\bar{\tau}\|, \alpha$). La figure a été adapté au cas du TMS-238 (largeur de couloir de 30 nm, énergie de faute $\gamma = 11 \text{ mJ.m}^{-2}$).

Cette influence de la microstructure sur les mécanismes de déformation est particulièrement visible dans les couloirs les plus étroits ou lorsque des précipités γ' ternaires sont présents. Dans ces situations, la déformation se propage *via* des partielles décorrélées (Fig. VI.14).

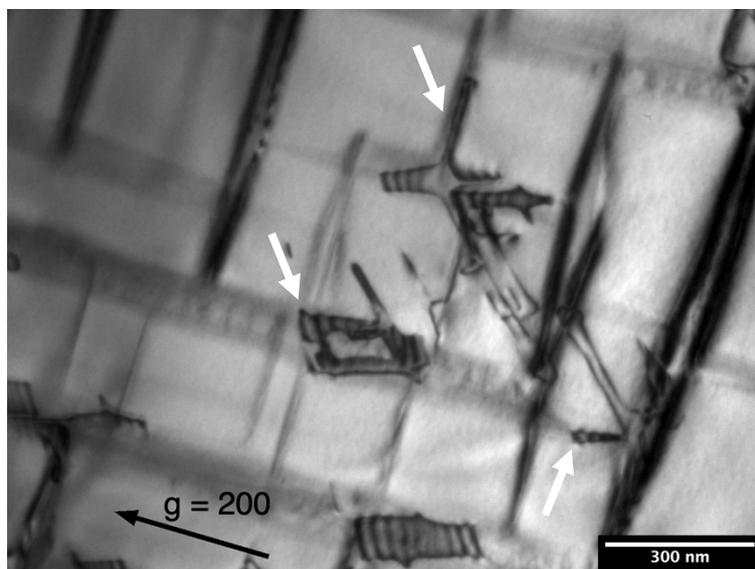


Fig. VI.14. Fautes d'empilement dans la phase γ du TMS-238 ($\epsilon_p = 1\%$, désorientation primaire de $19,5^\circ$). Les fautes d'empilement « épousent » la microstructure en contournant les précipités ternaires ou en se propageant dans les couloirs étroits (indiqués par des flèches blanches).

VI.4. Conclusion

Le TMS-238 présente un très fort écrouissage en traction à 650°C . Cependant, bien que ce comportement soit similaire à celui des alliages de première génération PWA 1480 et René N4, les mécanismes de déformation et les causes de ce durcissement sont différentes.

La déformation du TMS-238 est homogène dans tout le volume du matériau, aucune bande de glissement n'étant observée, ce qui est en accord avec l'absence de plateau durant l'essai de traction. De plus, la déformation apparaît être très localisée dans la matrice, avec une concentration importante de dislocations et de larges fautes d'empilement dans la phase γ . Dans les précipités, la déformation plastique est portée par des superdislocations. Il est ainsi possible de reconstituer l'historique de la déformation. La déformation plastique s'initie dans la matrice, comme dans les superalliages classiques. Cependant, du fait de leur faible mobilité, une partie des dislocations parfaites se dissocie et engendre des fautes d'empilement dans la matrice. Ces fautes étendues constituent des obstacles supplémentaires au glissement des parfaites dans la matrice et au cisaillement des précipités. Bien que du cisaillement par des partielles de Shockley soit possible, ce mécanisme de déformation n'a pas été observé. Il ressort de ces observations que la mobilité des dislocations dans le TMS-238 est très faible, celles-ci restant confinées dans la matrice.

Ce comportement est dû à une combinaison de plusieurs facteurs mais il s'explique principalement par la composition chimique avancée du TMS-238 et sa très forte teneur en Re et en Ru. Ces deux éléments sont connus pour durcir en solution solide la matrice mais aussi pour augmenter le *misfit*, réduisant de ce fait la mobilité des dislocations dans la phase γ . Le Re est aussi responsable de la faible largeur des précipités et des couloirs de matrice. Ce dernier

paramètre est important car des couloirs étroits réduisent aussi la mobilité des dislocations parfaites. Enfin, R_e et R_u sont connus pour abaisser l'énergie de faute d'empilement. La combinaison d'une faible mobilité des dislocations dans la phase γ et d'une énergie de faute d'empilement basse favorise la dissociation des parfaites, les partielles de Shockley étant plus mobiles. Le mouvement décorrélé des partielles engendre de larges fautes d'empilement dans la matrice. Ces fautes rajoutent des obstacles dans la matrice, limitant encore plus la mobilité des dislocations. De plus, la formation de fautes bloque aussi le cisaillement des précipités, aucun cisaillement par des partielles de Shockley n'ayant été observé.

Alors que l'écrouissage en début de régime plastique du PWA 1480 et du René N4 apparaît être causé par un renforcement important de la phase γ' et une énergie de PA particulièrement élevée, l'écrouissage du TMS-238 est relié à la phase γ . La géométrie des couloirs et la composition de la phase γ favorise la dissociation des parfaites, le mouvement décorrélé des partielles et le confinement de la déformation dans les couloirs. De par ce mode de déformation spécifique du TMS-238 dans ces conditions, un plateau de déformation plastique sans écrouissage est obtenu pour une désorientation cristalline bien plus forte que pour les autres alliages, désorientation cristalline favorisant un très fort facteur de Schmid proche de 0,5 et une activité de glissement simple.

Conclusion et perspectives

Bien qu'il soit moins étudié que le fluage à haute température, le comportement en traction à des températures intermédiaires reste un paramètre important à maîtriser, d'autant plus qu'il permet d'expliquer la durée de vie des superalliages pour certains types de sollicitation en fatigue. Il a en effet été remarqué que les alliages avec les meilleures durées de vie en fatigue oligocyclique ($T < 750 \text{ }^\circ\text{C}$) et en fatigue thermomécanique sont généralement ceux avec les plus hautes limites d'élasticité. Or, une revue de la littérature scientifique a montré qu'il existait des écarts importants de limite d'élasticité à $650 \text{ }^\circ\text{C}$. De plus, il a aussi été observé que certains alliages de première génération mais aussi de quatrième et sixième génération présentaient un comportement particulier avec un très fort écrouissage en début de régime plastique et une ductilité très faible. Cette thèse a donc été menée dans le but d'étudier et d'expliquer les différences de comportement mécanique en traction entre différents superalliages monocristallins de compositions chimiques différentes.

Pour ce faire, 18 superalliages, issus des 6 générations, ont été testés en traction à $650 \text{ }^\circ\text{C}/5.0 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Les essais de traction ont mis en lumière des écarts importants entre les différents superalliages. Les alliages de première génération PWA 1480, René N4 et AM1 possèdent ainsi les limites d'élasticité les plus élevées (environ 1100 MPa). Au contraire, les alliages MC-NG et TMS-238 (quatrième et sixième générations) possèdent des limites d'élasticité plus faibles (environ 800-850 MPa). Ces écarts paraissent contre-intuitifs à première vue. Ces alliages contiennent du Re et du Ru, deux éléments connus pour durcir fortement la phase γ des superalliages. La plupart des alliages possèdent un plateau d'écoulement au début de la déformation plastique. Mais les essais ont permis de montrer que le PWA 1480, le René N4 et le TMS-238 ne présentent pas ce plateau et écrouissent fortement à $650 \text{ }^\circ\text{C}/5.0 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Les micromécanismes de déformation ont été analysés à partir de lames MET prélevées dans des éprouvettes déformées à $\varepsilon_p = 1\%$ et $0,5\%$. La déformation a été étudiée dans les alliages TROPEA, CMSX-4, PWA 1480 et TMS-238 (et de manière moins poussée dans le CMSX-4 Plus, le RR2000 et le MC-NG). Dans les alliages avec un plateau d'écoulement (TROPEA, CMSX-4, CMSX-4 Plus, RR2000 et MC-NG), la déformation est localisée dans des bandes de glissement, séparées par des zones avec quasiment aucune dislocation. Dans ces bandes, des superdislocations vis et $\phi = 60^\circ$ $a\langle 110 \rangle \{111\}$ cisailent les précipités. Dans les alliages qui écrouissent, la déformation est répartie de manière homogène dans tout le volume du matériau et les dislocations sont principalement dans la phase γ . Ces différences de déformation sont en accord avec le comportement en traction. Dans le cas d'un plateau d'écoulement, la déformation se localise dans des bandes de glissement et se propage dans les zones non déformées de l'éprouvette à contrainte constante. Le plateau se termine lorsque tout le volume est rempli et que les bandes interagissent entre elles. Dans le cas du PWA 1480 et du TMS-238, les bandes de glissement ne se mettent pas en place et la mobilité des dislocations apparaît faible, d'où l'écrouissage observé. Dans les deux superalliages, la concentration de dislocations est élevée dans les couloirs de matrice, plusieurs systèmes de glissement et du glissement dévié sont activés. La déformation du TMS-238 présente un caractère unique car c'est le seul alliage dans lequel de larges fautes d'empilement ont été observées. Ces fautes proviennent du mouvement décorrélé des partielles de Shockley et indiquent la difficulté qu'ont les parfaites à se mouvoir. Ce mode de déformation implique également que l'obtention d'un plateau d'écoulement plastique quasi parfait ne peut être obtenue que pour de fortes désorientations cristallines conduisant à de très forts facteurs de Schmid et favorisant une activité de glissement simple.

Dans tous les alliages, des dipôles ont pu être caractérisés dans la phase γ' . Ces dipôles sont constitués de deux superdislocations vis, reliés par un ou deux segments coin ou mixte. Ces dipôles sont liés à la formation de verrou de KW dans les segments vis des superdislocations. Les boucles formées finissent par rétrécir et disparaître. Cependant, l'annihilation d'une boucle est inhibée par les verrous de KW des segments vis du dipôle. Les dipôles sont susceptibles d'influencer la longueur du plateau. En effet, les dipôles et les verrous

de KW bloquent la propagation des superdislocations dans les bandes de glissement et favorise donc la propagation de la déformation dans les zones non déformées de l'éprouvette.

Plusieurs paramètres ont été étudiés pour expliquer les écarts de limite d'élasticité : la contrainte d'Orowan, le durcissement en solution solide de la phase γ et le durcissement par effet d'ordre. La contrainte d'Orowan dépend notamment de la largeur des couloirs de matrice. Des couloirs plus fins entraînent une hausse de la contrainte d'Orowan et *in fine* de la limite d'élasticité. Or, comme la déformation plastique s'initie dans la matrice, des couloirs plus fins et une contrainte d'Orowan plus élevée retardent la mise en mouvement des dislocations. La largeur des couloirs explique ainsi pourquoi le PWA 1484 et le CMSX-4 Plus ont une meilleure limite d'élasticité avec des précipités fins (environ 200 nm) qu'avec des précipités de taille classique (environ 400 nm). À l'inverse, le Mar-M200+Hf et le CM247 LC ont une fraction volumique de phase γ' plus faible et des couloirs plus larges, d'où leur limite d'élasticité relativement faible. Le durcissement par solution solide de la phase γ a, de manière générale, augmenté au fil des générations grâce à des ajouts de plus en plus élevés en Re et en Ru. Cependant, la phase γ ne constitue que 30-40% de la fraction volumique et le durcissement de la matrice ne suffit pas à compenser la baisse du durcissement par effet d'ordre. Les essais de traction *in situ* à 650 °C montrent que le passage de l'interface γ/γ' constitue l'étape déterminante dans la propagation des dislocations dans toute la microstructure. Le durcissement par effet d'ordre correspond à l'énergie supplémentaire qu'il faut apporter à une paire de dislocations pour qu'elle pénètre dans le précipité. Cet apport dépend notamment de l'énergie de paroi d'antiphase, qui dépend elle-même de la composition chimique de la phase γ' . Or, le calcul des énergies de paroi d'antiphase a montré que les alliages avec les énergies de PA les plus hautes étaient aussi ceux avec les meilleures limites d'élasticité. L'énergie de PA a été mesurée expérimentalement dans l'alliage TROPEA en mesurant la distance de dissociation de superdislocations. L'énergie de PA mesurée est plus faible que les valeurs calculées. Cette différence peut s'expliquer par l'incertitude importante des mesures de dissociation mais aussi par les limites des méthodes purement calculatoires et théoriques ainsi que par la non prise en compte de l'effet du Pt dans le calcul des énergies de PA.

Le René N4 et le PWA 1480 apparaissent être les alliages avec les énergies de PA les plus élevées. Leur écrouissage pourrait être lié à ces énergies de PA particulièrement élevées et à la difficulté à pénétrer et à cisailer les précipités, d'où la concentration de dislocation importante dans la matrice. Les causes du durcissement du TMS-238 sont différentes de celles du René N4 et du PWA 1480. Le TMS-238 est caractérisé par des taux importants en Re et en Ru. Ces éléments sont responsables du *misfit* élevé de cet alliage et d'une microstructure plus fine que dans les autres alliages. Il en résulte une faible mobilité des dislocations dans la phase γ . La combinaison de cette faible mobilité avec une énergie de faute d'empilement faible favorise la dissociation des parfaites et le mouvement décorrélié des partielles.

Ce travail s'est proposé d'étudier le comportement en traction à 650°C des superalliages monocristallins. La composition chimique apparaît être un paramètre primordial pour expliquer le comportement en traction des superalliages. La composition chimique de la phase γ' est le principal paramètre pour expliquer les écarts de limite d'élasticité ainsi que pour expliquer le comportement en traction du PWA 1480 et du René N4. La composition chimique de la phase γ n'est pas aussi importante pour la limite d'élasticité pour mais elle est à l'origine de l'écrouissage du TMS-238. Cependant, ce travail soulève un certain nombre de questions qui n'ont été traitées dans ce travail :

1. Tout d'abord, il serait intéressant de revenir à l'une des motivations de ce travail et de comparer les mécanismes de déformation en traction et en fatigue thermomécanique. Pour rappel, en fatigue thermomécanique, le matériau subit une contrainte de traction à température intermédiaire mais aussi une contrainte de

compression à haute température. Comment les modes de déformation spécifiques de ces deux régimes de température et contraintes interagissent-ils ? De plus, la microstructure est susceptible d'évoluer lors de la phase de compression (coalescence des précipités, mise en radeau).

2. L'influence de la température sur le durcissement est à mieux comprendre. L'augmentation de la température (jusqu'au pic de la limite d'élasticité) s'accompagne d'une baisse de la durée du plateau et d'une augmentation de la contrainte maximale pour un alliage donné. Dans le cas des alliages de quatrième/cinquième/sixième génération, l'écrouissage n'est observé que sur une plage restreinte de température (environ de 600 °C à 800 °C).

3. Tous les essais de traction ont été réalisés à $\dot{\epsilon}_p = 5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$. L'influence de la vitesse de déformation a été étudiée dans la littérature sur des alliages classiques. Dans le CMSX-4, le passage d'une vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_p = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ à 10^{-6} s^{-1} ne change pas la limite d'élasticité mais s'accompagne d'un changement des mécanismes de cisaillement des précipités [32]. Il serait intéressant d'étudier l'impact de la vitesse de déformation sur le comportement des alliages avec un fort écrouissage.

4. Réussir des essais de traction *in situ* avec les alliages PWA 1480 et TMS-238 permettrait de mieux comprendre les micromécanismes de déformation et la propagation des dislocations dans les alliages avec un fort écrouissage.

5. Les analyses *post mortem* se sont concentrées sur le début de la déformation plastique. Il paraît intéressant d'étudier la déformation tout au long de la déformation plastique, en particulier au milieu et à la fin du plateau, lorsque le matériau écrouit. En effet, des plateaux plus ou moins longs ont pu être observés dans des alliages avec des compositions chimiques différentes (Fig. VII.1.) mais aussi dans le CMSX-4 Plus en fonction de la température et de la microstructure. L'influence des verrous de KW et des dipôles sur la déformation semble notamment être un paramètre intéressant à suivre. L'influence de la température sur la fréquence d'activation des verrous de KW est un mécanisme bien connu mais la composition chimique et la taille des précipités γ' sont aussi susceptibles d'influencer leur formation.

6. Le CMSX-4 Plus avec la microstructure R3 présentait des couloirs γ particulièrement larges avec une précipitation fine de précipités γ' ternaires. L'effet de ces précipités sur la propagation des parfaites de matrice n'a pas été observé au MET. De même, la microstructure ultrafine R1 serait également intéressante à étudier.

7. Les mesures expérimentales d'énergie de PA et de FE sont à poursuivre, afin de valider les modèles calculatoires en cours de développement et d'enrichir les bases de données.

8. Enfin, les alliages avec des carbures ont été volontairement laissés de côté lors des analyses au MET. Il serait intéressant d'étudier l'influence des carbures sur les mécanismes de déformation. De même, des particules eutectiques ont été pu être observées dans le PWA 1480 et TROPEA mais leur contribution à la déformation n'a pas été caractérisée dans cette étude (Fig. VII.2.).

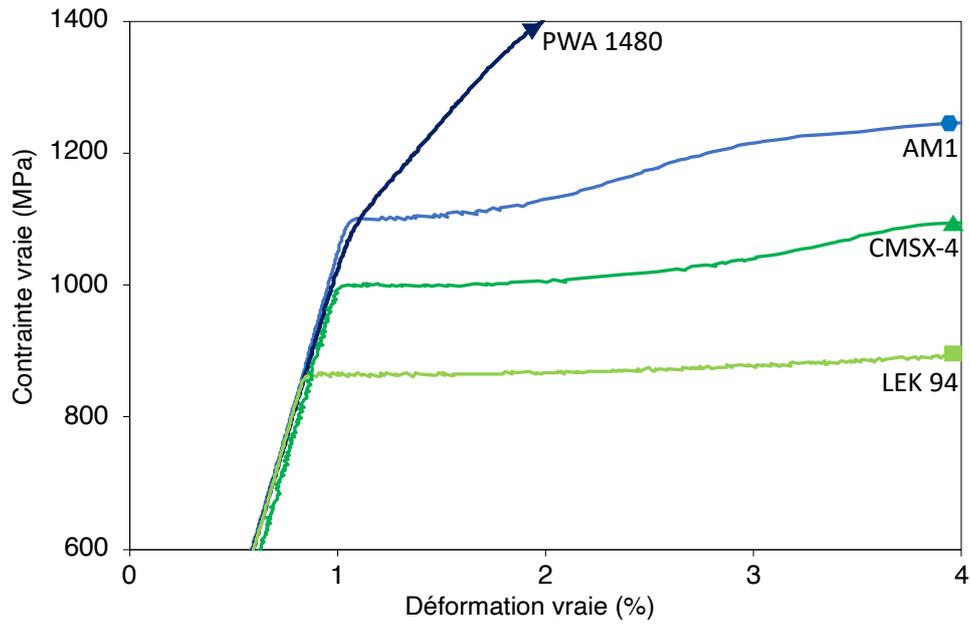


Fig. VII.1. Différence d'écroutissage entre différents superalliages

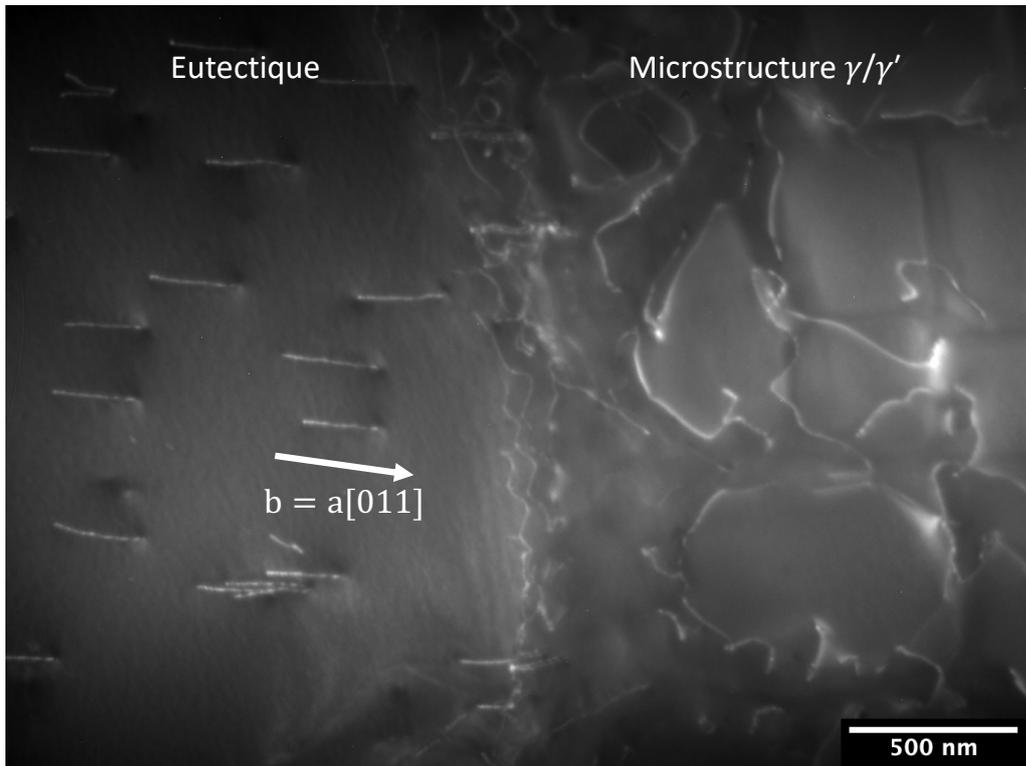


Fig. VII.2. Interface entre une particule eutectique et les phases γ/γ' (TROPEA, $\varepsilon_p = 0,5\%$)

Annexes

Annexe 1 - Analyse d'images

La taille des précipités a été mesurée à partir d'images réalisées au MEB avec un grandissement compris entre 10 000 et 25 000. Elles ont ensuite été analysées avec le logiciel ImageJ. La taille des précipités a été déterminée comme suit (Fig. A.1.) :

- L'image est passée en 8-bit.
- Un seuillage manuel est appliqué avec l'outil *Threshold*.
- Les traitements d'images *Open* et *Fill Holes* sont appliqués pour supprimer les pixels isolés et remplir les zones éventuellement non sélectionnées à l'intérieur des précipités.
- Les surfaces de chaque précipité sont extraites. Les précipités en bord d'image ne sont pas pris en compte.

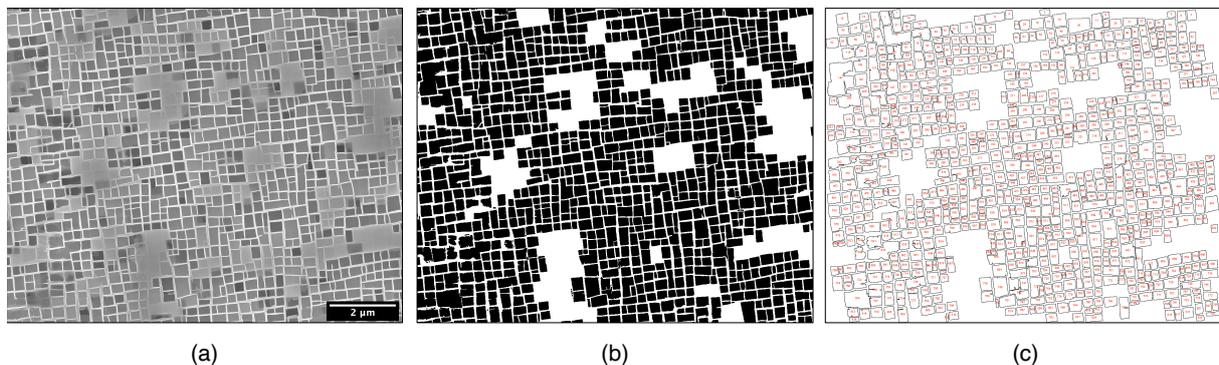


Fig. A.1. Analyse d'un cliché MEB (ici en cœur de dendrite dans le TMS-238) avec ImageJ (a). L'image est d'abord seuillée (b) puis chaque précipité est caractérisé (c).

À partir de la surface S d'un précipité, il est possible d'estimer l'arête a de celui-ci en supposant que le précipité est parfaitement carré : $a = \sqrt{S}$. A partir des surfaces de tous les précipités, il est possible de tracer un histogramme de répartition de la taille de précipités. Les précipités avec une arête inférieure à 70 nm ont été exclus. Le logiciel Origin est ensuite utilisé pour adapter une loi log-normale à l'histogramme (Fig. A.2.). Origin permet alors déterminer la moyenne et l'écart-type liés à la distribution log-normale correspondante.

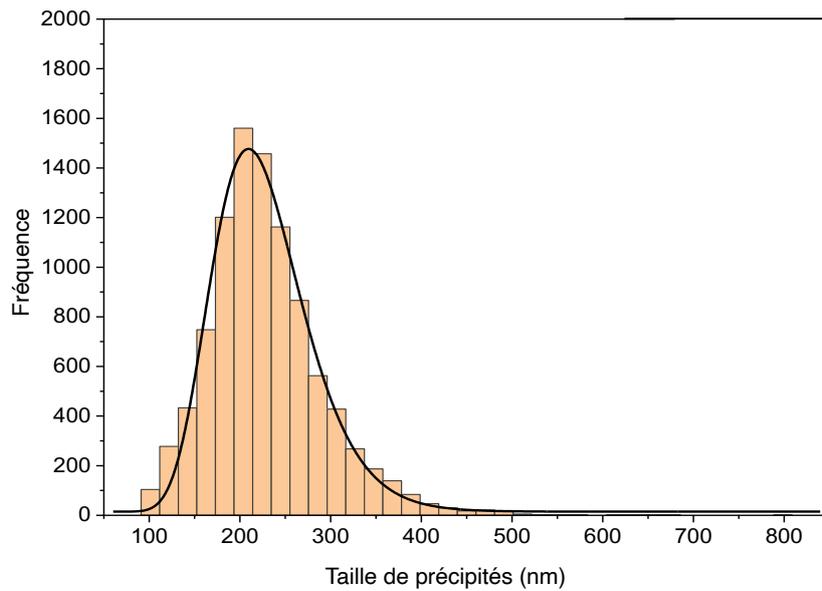


Fig. A.2. Application de la loi log-normale sur l'histogramme de la taille de précipité en cœur de dendrite dans le TMS-238. Cette distribution a été obtenue en analysant 10 images avec ImageJ.

Il est aussi possible d'estimer la fraction volumique f_v de phase γ' ainsi que la largeur H des couloirs de matrice à partir des images MEB. ImageJ permet d'extraire la fraction surfacique f_s de phase γ' d'un cliché MEB. En connaissant la fraction surfacique f_s et l'arrête moyenne des précipités a , il est possible de remonter à la fraction volumique et à la largeur de couloir H (Fig. A.3.) :

$$\begin{cases} f_s = \frac{a^2}{(a + H/2)^2} \\ f_v = \frac{a^3}{(a + H/2)^3} \end{cases} \Leftrightarrow \begin{cases} f_v = f_s^{3/2} \\ H = 2\left(\frac{a}{\sqrt{f_s}} - a\right) \end{cases}$$

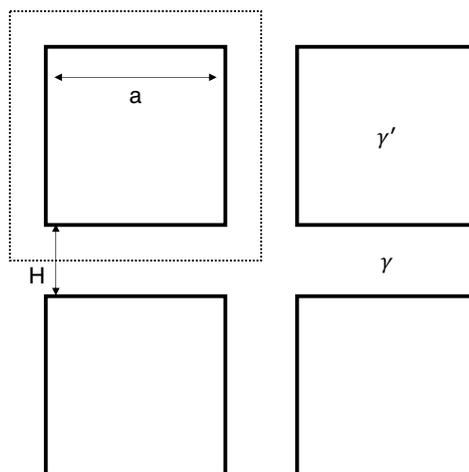


Fig. A.3. Schéma de la microstructure cuboïdale γ/γ'

Annexe 2 - Énergie de ligne

Le calcul de la contrainte critique pour mettre en mouvement une dislocation (aussi bien une parfaite qu'une partielle) dans un couloir dépend de plusieurs facteurs, en particulier de l'énergie de ligne (aussi appelée *self-energy*) de la dislocation. Supposons un cylindre de rayon R avec une dislocation en son centre. L'énergie de ligne correspond au travail nécessaire W pour amener une dislocation de longueur L du bord du cylindre jusqu'au centre. Pour une dislocation de caractère θ , l'énergie de ligne E_s est [85] :

$$E_s = \frac{W}{L} = \frac{\mu b^2}{4\pi \cdot K(\theta)} \cdot \ln\left(\frac{R}{r_0}\right)$$

$$\text{et } K(\theta) = \cos^2\theta + \frac{\sin^2\theta}{1-\nu}$$

Avec (d'après [92]),

- μ , le module de cisaillement ($\mu = 58,6$ GPa)
- ν , le coefficient de Poisson ($\nu = 1/3$)
- b , le vecteur de Burgers de la dislocation. Pour une parfaite $b = a/\sqrt{2} = 0,253$ nm et pour une partielle $b = a/\sqrt{6} = 0,146$ nm (en prenant $a = 0,358$ nm)
- R , le rayon extérieur du cylindre ($R = 1$ μm)
- r_0 correspond à la taille du cœur de la dislocation. Usuellement r_0 est du même ordre de grandeur que b . Ici $r_0 = a = 0,358$ nm

Annexe 3 – Calculs d'énergie de paroi d'antiphase dans des phases γ' complexes

Modèle de Crudden *et al.*

Ce modèle permet de calculer l'énergie de PA dans la phase γ' à partir de l'énergie de PA dans Ni_3Al . Elle se base sur une superposition linéaire des effets de chaque élément (Fig. A.4.) :

$$\gamma_{PA} = \gamma_{PA}^0 + \sum_{i=1}^n \eta_i x_i$$

Où

- γ_{PA}^0 est l'énergie de PA mesurée expérimentalement dans Ni_3Al ($\gamma_{APB}^0 = 195 \text{ mJ. m}^{-2}$)
- η_i est le coefficient environnemental sur l'énergie de PA d'un élément donné (Tab. A.6, déterminé par DFT)
- x_i est la concentration dudit élément dans la phase γ' (Cr, Mo, W, Nb, Ta ou Ti en %at.)

Tab. A.6. Coefficients environnementaux des éléments d'alliages dans la phase γ'

Element	Cr	Mo	W	Ta	Nb	Ti
η_i	- 1,7	- 1,7	4,6	27,1	21,4	15,0

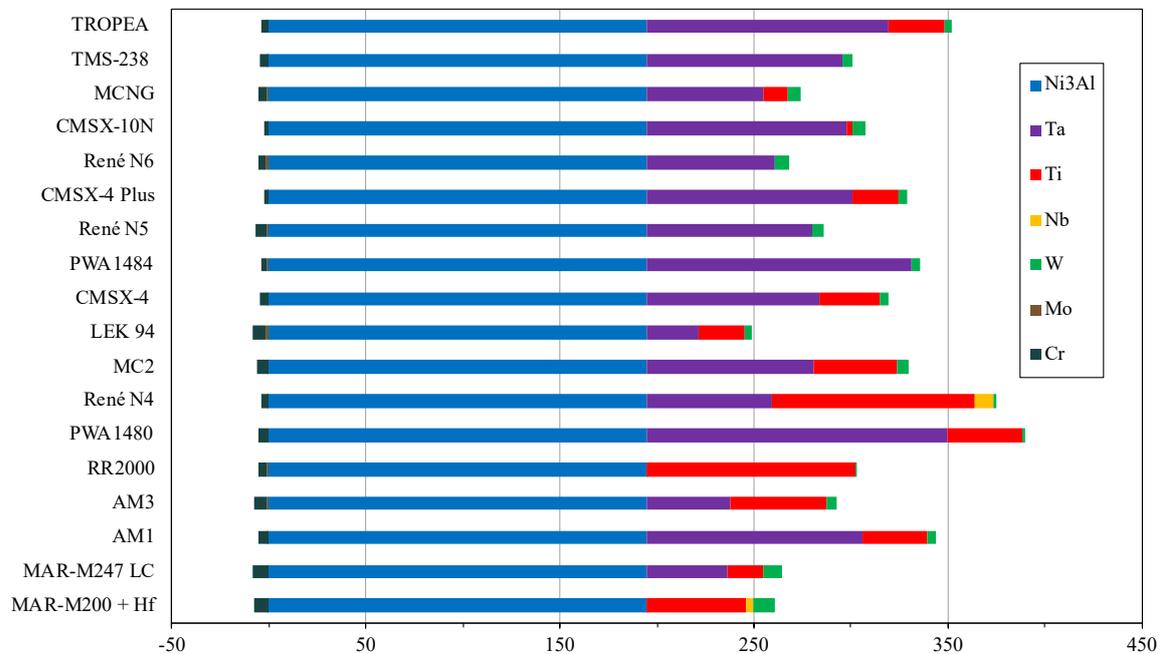


Fig. A.4. Contribution de chaque élément à l'énergie de PA des superalliages testés

Modèle EDNNB de Vamsi *et al.*

Ce modèle est plus complexe car il permet de prendre en compte les interactions entre les éléments d'addition qui se placent préférentiellement sur les sites « Al ». La formation d'une PA résulte de la création d'une liaison interdite Ni-Ni et d'une liaison interdite X-Y, où X et Y sont les éléments sur les sites « Al » (Al, Ta, Ti, Cr, Nb, W, Mo ou Ni). Pour élaborer leur modèle, Vamsi *et al.* ont calculé les probabilités que ces éléments interagissent entre eux et forment une liaison interdite (Fig. A.5.). Ils ont sélectionné sept interactions principales : AlAlNiNi, AlTaNiNi, TaTaNiNi, AlTiNiNi, TiTiNiNi, AlCrNiNi et TiCrNiNi.

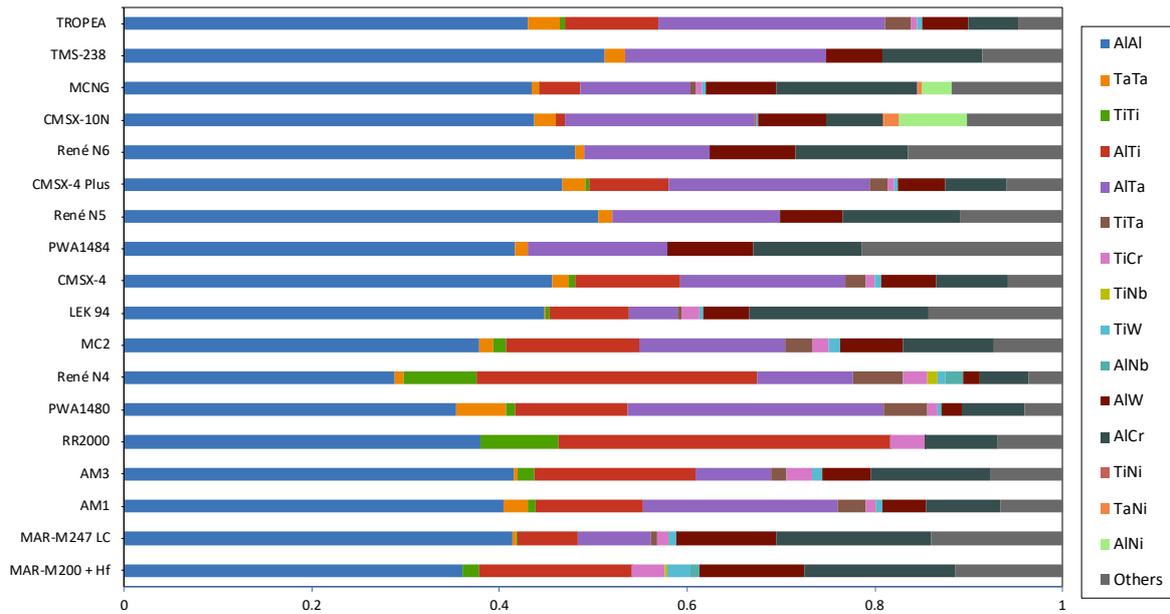


Fig. A.5. Probabilité ($p_{XY} = x_X \cdot x_Y$) d'une interaction X-Y (où X, Y = Al, Ta, Ti, Cr, Nb, W, Mo ou Ni) lors de la formation d'une PA dans un plan $\{111\}$ dans les alliages testés

Dans leur modèle, l'énergie de PA s'exprime de la manière suivante :

$$\gamma_{PA} = K \cdot [(x_{Al})^2 \cdot \Gamma_{AlAlNiNi} + (x_{Ti})^2 \cdot \Gamma_{TiTiNiNi} + (x_{Ta})^2 \cdot \Gamma_{TaTaNiNi} + 2 x_{Al} x_{Ti} \cdot \Gamma_{AlTiNiNi} + 2 x_{Al} x_{Ta} \cdot \Gamma_{AlTaNiNi} + 2 x_{Al} x_{Cr} \cdot \Gamma_{AlCrNiNi} + 2 x_{Ti} x_{Cr} \cdot \Gamma_{TiCrNiNi}]$$

Où

x_i est la concentration d'un élément sur les sites « Al » dans la phase γ'

K est un facteur de correction pour prendre en compte les interactions ignorées et qui se base sur les probabilités p_{XYNiNi} des sept interactions retenues :

$$K = \frac{1}{\sum p_{XYNiNi}}$$

Γ_{XYNiNi} est l'énergie de PA pour une faute spécifique (c'est-à-dire pour la création de deux liaisons interdites X-Y et Ni-Ni). Ce terme prend en compte l'effet des plus proches atomes voisins et se calcule de manière analogue à l'énergie de PA dans le modèle Crudden *et al.* :

$$\Gamma_{XYNiNi} = \Gamma_{XYNiNi}^0 + \sum_{i=1}^n \eta_i x_i$$

Où

Γ_{XYNiNi}^0 est l'énergie de faute pour une PA spécifique, sans prise en compte des plus proches atomes voisins

η_i est un coefficient environnemental pour un élément donné et une faute spécifique (Tab. A.7)

x_i est la concentration d'un élément sur les sites « Al » dans la phase γ'

Tab. A.7. Énergie de faute des sept interactions retenues et coefficients environnementaux des éléments d'alliages dans la phase γ' pour chacune de ces fautes (déterminés par DFT)

	Γ_{XYNiNi}						
	X = Al Y = Al	X = Al Y = Ta	X = Ta Y = Ta	X = Al Y = Ti	X = Ti Y = Ti	X = Al Y = Cr	X = Ti Y = Cr
Γ_{XYNiNi}^0 (mJ.m ⁻²)	189	511.8	688.8	353.9	521.5	259.8	390.9
η_{Cr}	82.6	-36	13.9	116.9	286.4	114.5	-50.5
η_{Mo}	216.5	132.5	-121.9	312.7	263.8	-14.5	-151.3
η_{Nb}	162.6	92.6	8.3	197.1	271.2	35.7	-82.4
η_{Ni}	-23.6	-222	99.5	-109.5	139.3	-108.8	-76.8
η_{Ta}	163.9	159.4	1.3	224.2	284.9	49	-46.8
η_{Ti}	97.2	129.4	111.7	96.1	221.3	50.5	17
η_W	247.5	212.7	-161.6	367	317.6	29.2	-124.2

Le calcul montre que les liaisons interdites Al-Al, Al-Ta et Al-Ti contribuent majoritairement aux valeurs élevées des énergies de PA des alliages testés (Tab. A.8 et Fig. A.6.) :

Tab. A.8. Contribution de chaque interaction XYNiNi à l'énergie de PA des superalliages testés

Alliages	AlAlNiNi	AlTiNiNi	TiTiNiNi	AlTaNiNi	TaTaNiNi	AlCrNiNi	TiCrNiNi	Autres	γ_{PA} (mJ.m ⁻²)
MAR-M200 + Hf	85.6	67.8	11.3	0.0	0.0	45.8	13.5	79.8	304
MAR-M247 LC	97.7	26.9	1.5	42.2	2.5	46.8	4.8	78.1	300
AM1	97.4	48.5	5.0	115.7	18.5	22.0	4.2	54.7	366
AM3	97.5	71.2	11.0	44.2	2.7	35.6	9.9	51.1	323
RR2000	86.9	140.9	50.3	0.0	0.0	22.0	14.1	23.4	337
PWA1480	86.9	51.4	6.4	153.4	36.6	19.2	4.3	45.0	403
René N4	70.2	125.4	49.5	57.7	6.5	14.7	10.3	56.6	391
MC2	91.8	60.4	8.3	86.4	11.0	27.5	6.8	64.4	357
LEK 94	103.4	34.9	2.5	27.7	1.0	53.7	6.7	58.2	288
CMSX-4	107.2	46.6	4.2	97.3	11.8	21.3	3.6	49.7	342
PWA1484	102.9	0.0	0.0	82.0	8.9	32.5	0.0	98.9	325
René N5	117.4	0.0	0.0	96.7	10.8	34.8	0.0	55.2	315
CMSX-4 Plus	109.8	35.5	2.4	118.0	16.9	17.9	2.2	47.2	350
René N6	113.8	0.0	0.0	73.1	6.4	33.0	0.0	77.9	304
CMSX-10N	101.7	3.8	0.0	107.9	15.9	16.1	0.2	90.0	336
MCNG	100.9	17.8	0.7	62.5	5.4	41.7	2.8	73.0	305
TMS-238	119.1	0.0	0.0	115.7	15.1	29.8	0.0	47.4	327
TROPEA	103.3	41.8	3.5	134.7	23.4	14.8	2.3	48.3	372

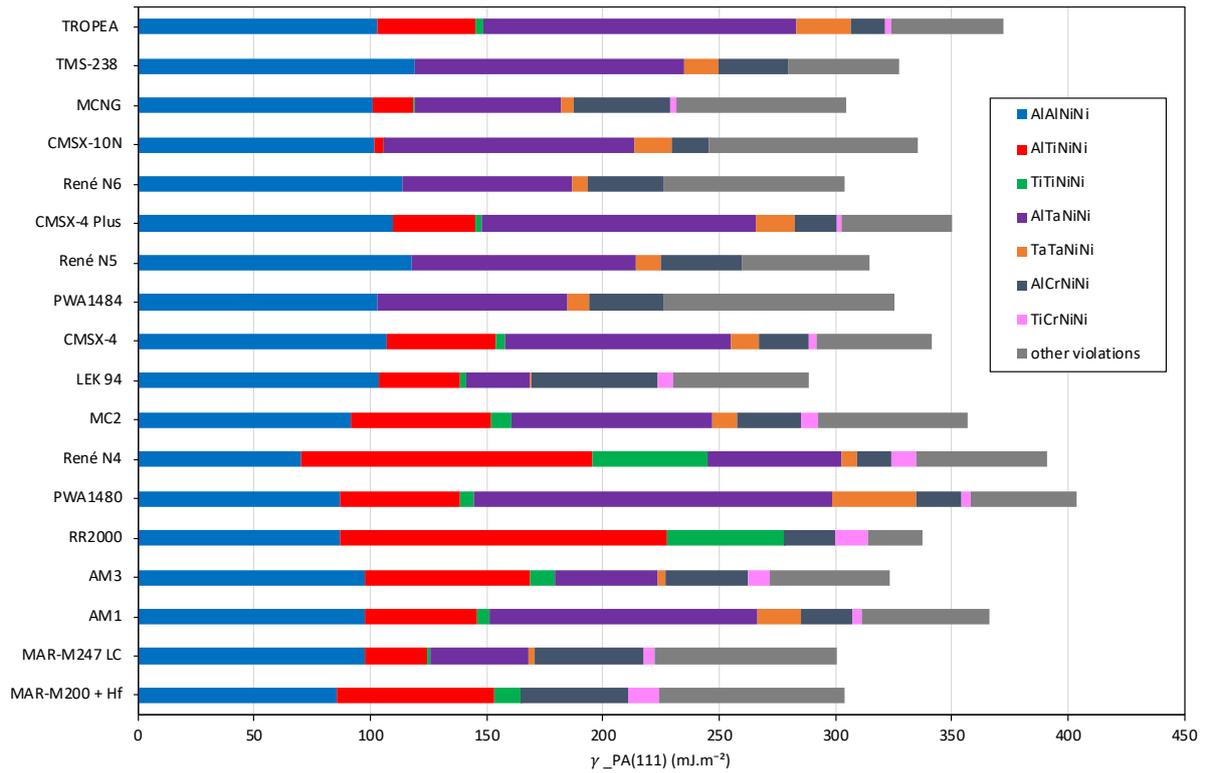


Fig. A.6. Contribution de chaque interaction $XYNiNi$ à l'énergie de PA des superalliages testés

Annexe 4 – Détermination de la largeur de dissociation dans le plan de glissement

La distance de dissociation d_{app} est mesurée dans le plan d'observation de l'image π et ne correspond donc pas à la distance de dissociation réelle d , dans le plan de glissement P de la superdislocation (Fig. A.7.). Pour corriger cette valeur, il est nécessaire de considérer les angles γ , entre le plan de glissement et le plan d'observation, et β , entre l'image de la ligne de dislocation dans le plan π et la droite D (intersection des plans de glissement P et d'observation π). Les relations trigonométriques permettent d'obtenir la valeur corrigée de distance de dissociation :

$$d = d_{app} (1 - \sin^2 \alpha \cos^2 \beta)^{-1/2}$$

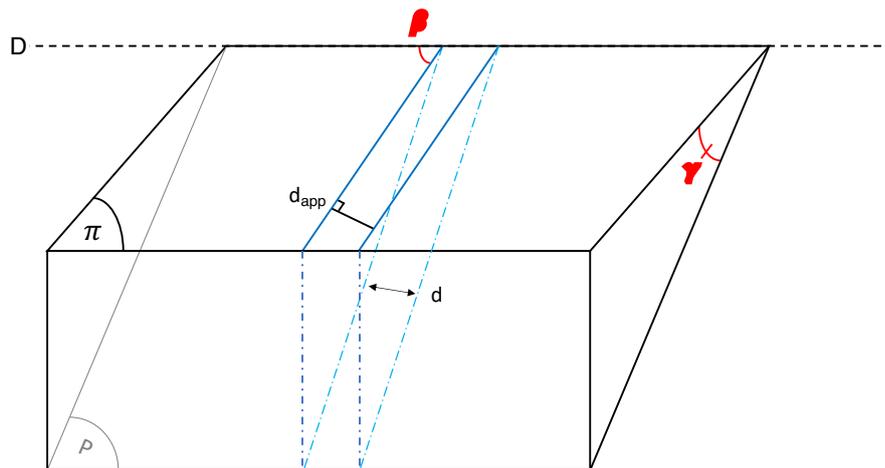


Fig. A.7. Détermination de la largeur de dissociation

Bibliographie

- [1] J.-Y. Guédou, Les superalliages base Nickel : 80 années de développement, in: SF2M, 2015. http://s550682939.onlinehome.fr/70ans_SF2M/accueil_70ans.htm.
- [2] R. Darolia, Development of strong, oxidation and corrosion resistant nickel-based superalloys: critical review of challenges, progress and prospects, *International Materials Reviews*. 64 (2019) 355–380. <https://doi.org/10.1080/09506608.2018.1516713>.
- [3] H. Long, S. Mao, Y. Liu, Z. Zhang, X. Han, Microstructural and compositional design of Ni-based single crystalline superalloys — A review, *Journal of Alloys and Compounds*. 743 (2018) 203–220. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.01.224>.
- [4] K. Kawagishi, A. Yeh, T. Yokokawa, T. Kobayashi, Y. Koizumi, H. Harada, Development of an Oxidation-resistant High-strength Sixth-generation Single-crystal Superalloy TMS-238, in: *Superalloys 2012*, Wiley, 2012: pp. 189–195. <https://doi.org/10.1002/9781118516430>.
- [5] L.M. Bortoluci Ormastroni, S. Utada, J. Rame, L. Mataveli Suave, K. Kawagishi, H. Harada, P. Villechaise, J. Cormier, Tensile, Low Cycle Fatigue, and Very High Cycle Fatigue Characterizations of Advanced Single Crystal Nickel-Based Superalloys, in: S. Tin, M. Hardy, J. Clews, J. Cormier, Q. Feng, J. Marcin, C. O'Brien, A. Suzuki (Eds.), *Superalloys 2020*, Springer International Publishing, 2020: pp. 341–351. https://doi.org/10.1007/978-3-030-51834-9_33.
- [6] N. Tsuno, S. Shimabayashi, K. Kakehi, C.M.F. Rae, R.C. Reed, Tension/Compression Asymmetry in Yield and Creep Strengths of Ni-Based Superalloys, in: *Superalloys 2008 (Eleventh International Symposium)*, TMS, 2008: pp. 433–442. https://doi.org/10.7449/2008/Superalloys_2008_433_442.
- [7] B. Mansoz, L.M. Bortoluci Ormastroni, J. Rame, C. Schwalbe, K.V. Vamsi, P. Caron, J. Cormier, F. Pettinari-Sturmel, Tensile behavior of single crystal nickel-based superalloys at 650°C, *Intermetallics*. 161 (2023) 107976. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2023.107976>.
- [8] S. Walston, A. Cetel, R. MacKay, K. O'Hara, D. Duhl, R. Dreshfield, Joint Development of a Fourth Generation Single Crystal Superalloy, in: *Superalloys 2004 (Tenth International Symposium)*, TMS, 2004: pp. 15–24. https://doi.org/10.7449/2004/Superalloys_2004_15_24.
- [9] S. Tin, L. Zhang, R.A. Hobbs, A.-C. Yeh, C.M.F. Rae, B. Broomfield, Linking the Properties, Processing and Chemistry of Advanced Single Crystal Ni-Base Superalloys, in: *Superalloys 2008 (Eleventh International Symposium)*, TMS, 2008: pp. 81–90. https://doi.org/10.7449/2008/Superalloys_2008_81_90.
- [10] W.S. Walston, K.S. O'Hara, E.W. Ross, T.M. Pollock, W.H. Murphy, René N6: Third Generation Single Crystal Superalloy, in: *Superalloys 1996 (Eighth International Symposium)*, TMS, 1996: pp. 27–34. https://doi.org/10.7449/1996/Superalloys_1996_27_34.
- [11] T. Murakumo, T. Kobayashi, Y. Koizumi, H. Harada, Creep behaviour of Ni-base single-crystal superalloys with various γ' volume fraction, *Acta Materialia*. 52 (2004) 3737–3744. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.04.028>.
- [12] F. Diologent, Comportement en fluage et en traction de superalliages monocristallins à base de nickel, Thèse de doctorat, Université Paris XI Orsay, 2002. <https://www.theses.fr/fr/2002PA112300>.
- [13] R.V. Miner, R.C. Voigt, J. Gayda, T.P. Gabb, Orientation and Temperature Dependence of Some Mechanical Properties of the Single-Crystal Nickel-Base Superalloy René N4: Part I. Tensile Behavior, *METALLURGICAL TRANSACTIONS A*. 17A (1986) 491–496.
- [14] W.W. Milligan, S.D. Antolovich, Yielding and deformation behavior of the single crystal superalloy PWA 1480, *MTA*. 18 (1987) 85–95. <https://doi.org/10.1007/BF02646225>.
- [15] J. Rame, S. Utada, L. Maria Bortoluci Ormastroni, L. Mataveli-Suave, E. Menou, L.

Després, P. Kontis, J. Cormier, Platinum-Containing New Generation Nickel-Based Superalloy for Single Crystalline Applications, in: *Superalloys 2020*, Springer International Publishing, 2020: pp. 71–81.

[16] D. Argence, C. Vernault, Y. Desvallees, D. Fournier, MC-NG: A 4th Generation Single-Crystal Superalloy for Future Aeronautical Turbine Blades and Vanes, in: *Superalloys 2000* (Ninth International Symposium), TMS, 2000: pp. 829–837. https://doi.org/10.7449/2000/Superalloys_2000_829_837.

[17] B.C. Wilson, G.E. Fuchs, The Effect of Composition, Misfit, and Heat Treatment on the Primary Creep Behavior of Single Crystal Nickel Base Superalloys PWA 1480 and PWA 1484, in: *Superalloys 2008* (Eleventh International Symposium), TMS, 2008: pp. 149–158. https://doi.org/10.7449/2008/Superalloys_2008_149_158.

[18] L. Mataveli Suave, J. Cormier, P. Villechaise, D. Bertheau, G. Benoit, G. Cailletaud, L. Marcin, Anisotropy in creep properties of DS200 + Hf alloy, *Materials at High Temperatures*. 33 (2016) 361–371. <https://doi.org/10.1080/09603409.2016.1159836>.

[19] K. Harris, G.L. Erickson, R.E. Schwer, MAR M 247 DERIVATIONS - CM 247 LC DS ALLOY CMSX SINGLE CRYSTAL ALLOYS PROPERTIES & PERFORMANCE, in: *Superalloys 1984* (Fifth International Symposium), TMS, Seven Springs, Pennsylvania, USA, 1984.

[20] Z.P. Luo, Z.T. Wu, D.J. Miller, The dislocation microstructure of a nickel-base single-crystal superalloy after tensile fracture, *Materials Science and Engineering: A*. 354 (2003) 358–368. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(03\)00039-X](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00039-X).

[21] J.R. Li, Z.G. Zhong, S.Z. Liu, D.Z. Tang, P. Wei, P.Y. Wei, Z.T. Wu, D. Huang, M. Han, A Low-Cost Second Generation Single Crystal Superalloy DD6, in: *Superalloys 2000* (Ninth International Symposium), TMS, 2000: pp. 777–783. https://doi.org/10.7449/2000/Superalloys_2000_777_783.

[22] J.R. Li, S.Z. Liu, X.G. Wang, Z.X. Shi, J.Q. Zhao, Development Of A Low-Cost Third Generation Single Crystal Superalloy DD9, in: *Superalloys 2016*, Wiley, Seven Springs, Pennsylvania, USA, 2016: pp. 57–63. <https://doi.org/10.1002/9781119075646.ch6>.

[23] W.-J. Zhang, Thermal mechanical fatigue of single crystal superalloys: Achievements and challenges, *Materials Science and Engineering: A*. 650 (2016) 389–395. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.10.078>.

[24] M. Sakamoto, H. Harada, T. Yokokawa, Y. Koizumi, T. Kobayashi, H. Zhou, J.X. Zhang, N. Miyamoto, Assessment on the Thermo-Mechanical Fatigue Properties of 98 Ni-Base Single Crystal Superalloys, in: *Superalloys 2008* (Eleventh International Symposium), TMS, 2008: pp. 521–526. https://doi.org/10.7449/2008/Superalloys_2008_521_526.

[25] L. Després, Comportement en fatigue thermomécanique à haute température d'un système barrière thermique texturé par laser, Thèse de doctorat, Université Bourgogne Franche-Comté, 2020. <https://www.theses.fr/fr/2020UBFCA030>.

[26] J.-Y. Guédou, L. Rémy, I. Introduction and basics - 1. Past, present, and future of SX superalloys, in: *Nickel Base Single Crystals across Length Scales*, Elsevier, 2021: pp. 3–17. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-819357-0.00008-1>.

[27] J.-Y. Guédou, DES MATERIAUX INCONTOURNABLES POUR LES TURBOREACTEURS AERONAUTIQUES: LES SUPERALLIAGES BASE NICKEL, *SF2M Info*. (2014) 17–24.

[28] K.A. Christofidou, C. Schwalbe, Alloys: The superalloys, in: *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*, Elsevier, 2023: pp. 1–18. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-90800-9.00192-X>.

[29] A.F. Giamei, Development of Single Crystal Superalloys: A Brief History, *ADVANCED MATERIALS & PROCESSES*. (2013) 26–30.

[30] M. Gell, D.N. Duhl, A.F. Giamei, The Development of Single Crystal Superalloy

- Turbine Blades, in: *Superalloys 1980 (Fourth International Symposium)*, TMS, 1980: pp. 205–214. https://doi.org/10.7449/1980/Superalloys_1980_205_214.
- [31] J. Soro, Le procédé de fonderie cire perdue, *CTIF MetalBlog*. (2022). <https://metalblog.ctif.com/2022/02/21/le-procedede-fonderie-cire-perdue/> (accessed June 12, 2023).
- [32] Y.M. Wang-Koh, Understanding the Yield Behaviour of Single Crystal Ni-based Superalloys, Thèse de doctorat, St Edmund's College, 2018. <https://doi.org/10.17863/CAM.76360>.
- [33] F. Pettinari, M. Prem, G. Krexner, P. Caron, A. Coujou, H.O.K. Kirchner, N. Clément, Local order in industrial and model γ phases of superalloys, *Acta Materialia*. 49 (2001) 2549–2556. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(01\)00103-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00103-3).
- [34] R. Glas, M. Jouiad, P. Caron, N. Clément, H.O.K. Kirchner, Order and mechanical properties of the γ matrix of superalloys, *Acta Materialia*. 44 (1996) 4917–4926. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(96\)00096-1](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(96)00096-1).
- [35] R.C. Reed, *The Superalloys: Fundamentals and Applications*, Cambridge University Press, 2009.
- [36] L. Nazé, V. Maurel, G. Eggeler, J. Cormier, G. Cailletaud, Nickel base single crystals across length scales, Elsevier, 2021. <https://doi.org/10.1016/C2018-0-01723-5>.
- [37] Q. Ding, Z. Lao, H. Wei, J. Li, H. Bei, Z. Zhang, Site occupancy of alloying elements in γ' phase of nickel-base single crystal superalloys, *Intermetallics*. 121 (2020) 106772. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2020.106772>.
- [38] C. Jiang, B. Gleeson, Site preference of transition metal elements in Ni₃Al, *Scripta Materialia*. 55 (2006) 433–436. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.05.016>.
- [39] D. Blavette, P. Caron, T. Khan, An atom probe investigation of the role of rhenium additions in improving creep resistance of Ni-base superalloys, *Scripta Metallurgica*. 20 (1986) 1395–1400. [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(86\)90103-1](https://doi.org/10.1016/0036-9748(86)90103-1).
- [40] S. Duval, S. Chambrelaud, P. Caron, D. Blavette, Phase composition and chemical order in the single crystal nickel base superalloy MC2, *Acta Metallurgica et Materialia*. 42 (1994) 185–194. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(94\)90061-2](https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)90061-2).
- [41] N. Wanderka, U. Glatzel, Chemical composition measurements of a nickel-base superalloy by atom probe field ion microscopy, *Materials Science and Engineering: A*. 203 (1995) 69–74. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(95\)09825-9](https://doi.org/10.1016/0921-5093(95)09825-9).
- [42] E.W. Ross, K.S. O'Hara, René N4: a First Generation Single Crystal Turbine Airfoil Alloy with Improved Oxidation Resistance, Low Angle Boundary Strength and Superior Long Time Rupture Strength, in: TMS, Seven Springs, Pennsylvania, USA, 1996: pp. 19–25.
- [43] D.A. Ford, R.P. Arthey, Development of Single Crystal Alloys for Specific Engine Applications, in: *Superalloys 1984 (Fifth International Symposium)*, TMS, 1984: pp. 115–124. https://doi.org/10.7449/1984/Superalloys_1984_115_124.
- [44] A.D. Cetel, D.N. Duhl, Second-Generation Nickel-Base Single Crystal Superalloy, in: *Superalloys 1988 (Sixth International Symposium)*, TMS, 1988: pp. 235–244. https://doi.org/10.7449/1988/Superalloys_1988_235_244.
- [45] G.L. Erickson, The Development and Application of CMSX-10, in: *Superalloys 1996 (Eighth International Symposium)*, TMS, 1996: pp. 35–44. https://doi.org/10.7449/1996/Superalloys_1996_35_44.
- [46] W.S. Walston, W. Ross, T.M. Pollock, K.S. O'Hara, Brevet René N6, US5,455,120, 1995.
- [47] A. Sato, A.-C. Yeh, T. Kobayashi, T. Yokokawa, H. Harada, T. Murakumo, J.X. Zhang, Fifth generation Ni based single crystal superalloy with superior elevated temperature properties, *Energy Materials*. 2 (2007) 19–25. <https://doi.org/10.1179/174892407X205254>.
- [48] T. Yokokawa, H. Harada, Y. Mori, K. Kawagishi, Y. Koizumi, T. Kobayahi, M.

- Yuyama, S. Suzuki, Design of next generation Ni-base single crystal superalloys containing Ir: towards 1150 °C temperature capability, in: Springer International Publishing, 2020. <https://doi.org/10.1007/978-3-030-51834-9>.
- [49] J.S. Van Sluytman, Microstructure and High Temperature Creep of Platinum Group Metal Modified Nickel Base Superalloys, Thèse de doctorat, University of Michigan, 2010. <https://deepblue.lib.umich.edu/handle/2027.42/77722>.
- [50] L.M. Bortoluci Ormastroni, L. Mataveli Suave, A. Cervellon, P. Villechaise, J. Cormier, LCF, HCF and VHCF life sensitivity to solution heat treatment of a third-generation Ni-based single crystal superalloy, *International Journal of Fatigue*. 130 (2020) 105247. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2019.105247>.
- [51] J. Cormier, C.-A. Gandin, II. Building SX parts - 7. Processing of directionally cast nickel-base superalloys: solidification and heat treatments, in: *Nickel Base Single Crystals across Length Scales*, Elsevier, 2021: pp. 193–221. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-819357-0.00015-9>.
- [52] F. Pettinari, J. Douin, G. Saada, P. Caron, A. Coujou, N. Clément, Stacking fault energy in short-range ordered γ -phases of Ni-based superalloys, *Materials Science and Engineering A*. (2002) 9.
- [53] F. Pettinari, Mécanismes élémentaires de la déformation de phases γ d'une nouvelle génération de superalliages base Nickel. Rôle du rhénium et du ruthénium, Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, 1999. <https://www.theses.fr/1999TOU30012>.
- [54] P. Coulomb, N. Gibert, A. Clément, A. Coujou, ÉTUDE DES DÉFAUTS D'EMPILEMENT DANS LES ALLIAGES CUBIQUES A FACES CENTRÉES DU NICKEL, *J. Phys. Colloques*. 27 (1966) C3-94-C3-97. <https://doi.org/10.1051/jphyscol:1966311>.
- [55] P.N. Clément, P. Coulomb, Energies de défaut d'empilement et mécanismes de déformation dans les alliages nickel-chrome, *Philosophical Magazine*. 30 (1974) 663–672. <https://doi.org/10.1080/14786439808206589>.
- [56] E.H. Köster, A.R. Thölén, A. Howie, Stacking fault energies of Ni–Co–Cr alloys, *Philosophical Magazine*. 10 (1964) 1093–1095. <https://doi.org/10.1080/14786436408225417>.
- [57] C. Zacherl, S. Shang, D. Kim, Y. Wang, Z. Liu, Effects of Alloying Elements on Elastic, Stacking Fault and Diffusion Properties of Fcc Ni from First-principles: Implications for Tailoring the Creep Rate of Ni-base Superalloys, in: 2012: pp. 455–461.
- [58] C.B. Carter, S.M. Holmes, The stacking-fault energy of nickel, *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*. 35 (1977) 1161–1172. <https://doi.org/10.1080/14786437708232942>.
- [59] B. Décamps, M. Condat, P. Caron, T. Khan, Dissociated matrix dislocations in a γ/γ' Ni-based single crystal superalloy, *Scripta Metallurgica*. 18 (1984) 1171–1174. [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(84\)90200-X](https://doi.org/10.1016/0036-9748(84)90200-X).
- [60] B. Décamps, M. Condat, Application de la technique du champ faible à l'étude des dislocations de matrice dans des superalliages base Nickel déformés à chaud, *Journal de Microscopie et de Spectroscopie Électroniques*. 11 (1986) 141–150.
- [61] B. Décamps, A.J. Morton, M. Condat, On the mechanism of shear of γ' precipitates by single $(a/2)\langle 110 \rangle$ dissociated matrix dislocations in Ni-based superalloys, *Philosophical Magazine A*. 64 (1991) 641–668. <https://doi.org/10.1080/01418619108204866>.
- [62] M. Benyoucef, B. Décamps, A. Coujou, N. Clément, Stacking-fault energy at room temperature of the γ matrix of the MC2 Ni-based superalloy, *Philosophical Magazine A*. 71 (1995) 907–923. <https://doi.org/10.1080/01418619508236228>.
- [63] S. Ma, L. Carroll, T.M. Pollock, Development of γ phase stacking faults during high temperature creep of Ru-containing single crystal superalloys, *Acta Materialia*. 55 (2007) 5802–5812. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.06.042>.
- [64] J.H. Westbrook, Chapter 48 Superalloys (Ni-base) and Dislocations — an Introduction,

- in: *Dislocations in Solids*, Elsevier, 1996: pp. 1–26. [https://doi.org/10.1016/S1572-4859\(96\)80003-9](https://doi.org/10.1016/S1572-4859(96)80003-9).
- [65] T. Kruml, B. Viguier, J. Bonneville, J.L. Martin, Temperature dependence of dislocation microstructure in Ni₃(Al,Hf), *Materials Science and Engineering: A*. 234–236 (1997) 755–757. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00391-2](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00391-2).
- [66] T. Kruml, J.L. Martin, J. Bonneville, On the strengthening of Ni₃Al by hafnium additions, *Philosophical Magazine A*. 80 (2000) 1545–1566. <https://doi.org/10.1080/01418610008212135>.
- [67] M. Vittori, A. Mignone, On the Antiphase Boundary Energy of Ni₃(Al, Ti) Particles, *Materials Science and Engineering*. 74 (1985) 29–37. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(85\)90107-7](https://doi.org/10.1016/0025-5416(85)90107-7).
- [68] N. Baluc, H.P. Karnthaler, M.J. Mills, TEM observation of the fourfold dissociation of superlattice dislocations and the determination of the fault energies in Ni₃(Al, Ta), *Philosophical Magazine A*. 64 (1991) 137–150. <https://doi.org/10.1080/01418619108206131>.
- [69] M. Chandran, S.K. Sondhi, First-principle calculation of APB energy in Ni-based binary and ternary alloys, *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* 19 (2011) 025008. <https://doi.org/10.1088/0965-0393/19/2/025008>.
- [70] D.J. Crudden, A. Mottura, N. Warnken, B. Raeisnia, R.C. Reed, Modelling of the influence of alloy composition on flow stress in high-strength nickel-based superalloys, *Acta Materialia*. 75 (2014) 356–370. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.04.075>.
- [71] K.V. Vamsi, S. Karthikeyan, Modeling APB energies in multicomponent Ni-base superalloys, *Intermetallics*. 132 (2021) 107124. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2021.107124>.
- [72] E. Chen, A. Tamm, T. Wang, M.E. Epler, M. Asta, T. Frolov, Modeling antiphase boundary energies of Ni₃Al-based alloys using automated density functional theory and machine learning, *Npj Comput Mater.* 8 (2022) 1–10. <https://doi.org/10.1038/s41524-022-00755-1>.
- [73] G. Scheunemann-Frerker, H. Gabrisch, M. Feller-Kniepmeier, Dislocation microstructure in a single-crystal nickel-based superalloy after tensile testing at 823K in the [001] direction, *Philosophical Magazine A*. 65 (1992) 1353–1368.
- [74] B.H. Kear, Dislocation configurations in plastically deformed polycrystalline Cu₃Au alloys, *Materials Science*. 224 (1961) 382–386.
- [75] P. Veyssi re, G. Saada, Chapter 53 Microscopy and Plasticity of the L12 Phase, in: *Dislocations in Solids*, Elsevier, 1996: pp. 254–441.
- [76] T. Kruml, E. Conforto, B. Lo Piccolo, D. Caillard, J.L. Martin, From dislocation cores to strength and work-hardening: a study of binary Ni₃Al, *Acta Materialia*. 50 (2002) 5091–5101. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00364-6](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00364-6).
- [77] M. Dollar, I.M. Bernstein, The Effect of Temperature on the Deformation Structure of Single Crystal Nickel Base Superalloys, in: *Superalloys 1988 (Sixth International Symposium)*, TMS, 1988: pp. 275–284. https://doi.org/10.7449/1988/Superalloys_1988_275_284.
- [78] J. Courbon,  tude du cisaillement   haute temp rature de la phase ordonn e d’un superalliage   base de nickel, Th se de doctorat, INP Grenoble, 1990. <https://www.theses.fr/fr/1990INPG0148>.
- [79] U. Glatzel, M. Feller-Kniepmeier, Microstructure and dislocation configurations in fatigued [001] specimens of the nickel-based superalloy CMSX-6, *Scripta Metallurgica et Materialia*. 25 (1991) 1845–1850. [https://doi.org/10.1016/0956-716X\(91\)90315-R](https://doi.org/10.1016/0956-716X(91)90315-R).
- [80] M.P. Jackson, R.C. Reed, Heat treatment of UDIMET 720Li: the effect of microstructure on properties, *Materials Science and Engineering: A*. 259 (1999) 85–97. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(98\)00867-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)00867-3).
- [81] D. Baither, C. Rentenberger, H.P. Karnthaler, E. Nembach, Three alternative

- experimental methods to determine the antiphase-boundary energies of the γ' precipitates in superalloys, *Philosophical Magazine A*. 82 (2002) 1795–1805. <https://doi.org/10.1080/01418610208235690>.
- [82] D. Raynor, J.M. Silcock, Strengthening Mechanisms in γ' Precipitating Alloys, *Metal Science Journal*. 4 (1970) 121–130. <https://doi.org/10.1179/msc.1970.4.1.121>.
- [83] M. Condat, B. Décamps, SHEARING OF γ' PRECIPITATES BY SINGLE $a/2 \langle 110 \rangle$ MATRIX DISLOCATIONS IN A γ/γ' NI-BASED SUPERALLOY, *Scripta Metallurgica*. 21 (1987) 607–612. [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(87\)90369-3](https://doi.org/10.1016/0036-9748(87)90369-3).
- [84] B. Décamps, S. Raujol, A. Coujou, F. Pettinari-Sturmel, N. Clément, D. Locq, P. Caron, On the shearing mechanism of γ' precipitates by a single $(a/6)\langle 112 \rangle$ Shockley partial in Ni-based superalloys, *Philosophical Magazine*. 84 (2004) 91–107. <https://doi.org/10.1080/14786430310001621472>.
- [85] J. Douin, *Mécanique des milieux continus : Introduction à la plasticité des matériaux*, Édition Diderot, 1997.
- [86] F. Boioli, B. Devincere, M. Fivel, III. Appropriate scale modeling, scale bridging methods - 12. Discrete dislocation dynamics, in: *Nickel Base Single Crystals across Length Scales*, Elsevier, 2021: pp. 361–374. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-819357-0.00021-4>.
- [87] C.M.F. Rae, G. Eggeler, J.-L. Strudel, I. Introduction and basics - 6. Elementary deformation processes in high temperature plasticity of Ni- and Co-base single-crystal superalloys with γ/γ' microstructures, in: *Nickel Base Single Crystals across Length Scales*, Elsevier, 2021: pp. 69–105. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-819357-0.00013-5>.
- [88] R.C. Reed, The physical metallurgy of nickel and its alloys, in: *The Superalloys: Fundamentals and Applications*, Cambridge University Press, Cambridge, 2006. <https://doi.org/10.1017/CBO9780511541285>.
- [89] T. Link, A. Epishin, B. Fedelich, Inhomogeneity of misfit stresses in nickel-base superalloys: Effect on propagation of matrix dislocation loops, *Philosophical Magazine*. 89 (2009) 1141–1159. <https://doi.org/10.1080/14786430902877810>.
- [90] S.M. Hafez Haghghat, G. Eggeler, D. Raabe, Effect of climb on dislocation mechanisms and creep rates in γ' -strengthened Ni base superalloy single crystals: A discrete dislocation dynamics study, *Acta Materialia*. 61 (2013) 3709–3723. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.03.003>.
- [91] S. Raujol, Influence du vieillissement sur le comportement en fluage d'un superalliage pour disques de turbine, Thèse de doctorat, INSA Toulouse, 2004. <https://www.theses.fr/2004ISAT0015>.
- [92] J. Douin, F. Pettinari-Sturmel, A. Coujou, Dissociated dislocations in confined plasticity, *Acta Materialia*. 55 (2007) 6453–6458. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.08.006>.
- [93] P. Caron, F. Diologent, Effect of the γ/γ' Lattice Mismatch on the Creep Behaviour at 760°C Of New Generation Single Crystal Superalloys, in: *TMS 2008 Annual Meeting Supplemental Proceedings*, TMS, Warrendale, USA, 2008: pp. 171–176.
- [94] J. Cormier, Comportement en fluage anisotherme à haute et très haute température du superalliage monocristallin MC2, Doctorat de l'Université de Poitiers, ENSMA, 2006.
- [95] J. Rame, D. Eyidi, A. Joulain, M. Gauthé, J. Cormier, Creep and Tensile Behavior of a Nickel-Based Single Crystal Superalloy With a Bimodal γ' Precipitation, *Metall Mater Trans A*. 54 (2023) 1496–1508. <https://doi.org/10.1007/s11661-023-07022-y>.
- [96] S.M. Copley, B.H. Kear, G.M. Rowe, The temperature and orientation dependence of yielding in Mar-M200 single crystals, *Materials Science and Engineering*. 10 (1972) 87–92. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(72\)90072-9](https://doi.org/10.1016/0025-5416(72)90072-9).
- [97] P. Caron, F. Diogolent, S. Drawin, Influence of Chemistry on the Tensile Yield Strength of Nickel-Based Single Crystal Superalloys, *Advanced Materials Research*. 278 (2011) 345–

350. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.278.345>.
- [98] F. Pettinari-Sturm, J. Douin, A. Coujou, N. Clément, Characterisation of short-range order using dislocations, *ZMkd.* 97 (2006) 200–204. <https://doi.org/10.3139/ijmr-2006-0036>.
- [99] T. Shinoda, K. Masuda-Jindo, Y. Mishima, T. Suzuki, Extra contribution of transition-metal solutes to the solid-solution hardening of nickel, *Phys. Rev. B.* 35 (1987) 2155–2161. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.35.2155>.
- [100] Y. Mishima, S. Ochiai, N. Hamao, M. Yodogawa, T. Suzuki, Solid Solution Hardening of Nickel - Role of Transition Metal and B-subgroup Solute, *Transactions of the Japan Institute of Metals.* 27 (1986) 656–664.
- [101] L.A. Gypen, Multi-component solid solution hardening, *Journal of Materials Science.* 12 (1977) 1028–1033.
- [102] H.A. Roth, C.L. Davis, R.C. Thomson, Modeling solid solution strengthening in nickel alloys, *Metall and Mat Trans A.* 28 (1997) 1329–1335. <https://doi.org/10.1007/s11661-997-0268-2>.
- [103] Y. Mishima, S. Ochiai, N. Hamao, M. Yodogawa, T. Suzuki, Solid Solution Hardening of Ni₃Al with Ternary Additions, *Trans. JIM.* 27 (1986) 648–655. <https://doi.org/10.2320/matertrans1960.27.648>.
- [104] F. Diologent, P. Caron, On the creep behavior at 1033K of new generation single-crystal superalloys, *Materials Science and Engineering A.* 385 (2004) 245–257. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(04\)00925-6](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(04)00925-6).
- [105] A.J. Goodfellow, E.I. Galindo-Nava, C. Schwalbe, H.J. Stone, The role of composition on the extent of individual strengthening mechanisms in polycrystalline Ni-based superalloys, *Materials & Design.* 173 (2019) 107760. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.107760>.
- [106] E. Nembach, G. Neite, Precipitation hardening of superalloys by ordered γ' -particles, *Progress in Materials Science.* 29 (1985) 177–319. [https://doi.org/10.1016/0079-6425\(85\)90001-5](https://doi.org/10.1016/0079-6425(85)90001-5).
- [107] H.M. Ledbetter, R.P. Reed, Elastic Properties of Metals and Alloys, I. Iron, Nickel, and Iron-Nickel Alloys, *Journal of Physical and Chemical Reference Data.* 2 (1973) 531–618. <https://doi.org/10.1063/1.3253127>.
- [108] S.V. Prikhodko, H. Yang, A.J. Ardell, J.D. Carnes, D.G. Isaak, Temperature and composition dependence of the elastic constants of Ni₃Al, *Metall Mater Trans A.* 30 (1999) 2403–2408. <https://doi.org/10.1007/s11661-999-0248-9>.
- [109] K. Tanaka, M. Koiwa, Single-crystal elastic constants of intermetallic compounds, *Intermetallics.* 4 (1996) S29–S39. [https://doi.org/10.1016/0966-9795\(96\)00014-3](https://doi.org/10.1016/0966-9795(96)00014-3).
- [110] T.M. Pollock, A.S. Argon, Creep resistance of CMSX-3 nickel base superalloy single crystals, *Acta Metallurgica et Materialia.* 40 (1992) 1–30. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(92\)90195-K](https://doi.org/10.1016/0956-7151(92)90195-K).
- [111] A. Epishin, B. Fedelich, M. Finn, G. Künecke, B. Rehmer, G. Nolze, C. Leistner, N. Petrushin, I. Svetlov, Investigation of Elastic Properties of the Single-Crystal Nickel-Base Superalloy CMSX-4 in the Temperature Interval between Room Temperature and 1300 °C, *Crystals.* 11 (2021) 152. <https://doi.org/10.3390/cryst11020152>.
- [112] T.M. Pollock, S. Tin, Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure, and Properties, *JOURNAL OF PROPULSION AND POWER.* 22 (2006) 361–374.
- [113] T.P. Gabb, R.V. Miner, J. Gayda, The tensile and fatigue deformation structures in a single crystal Ni-base superalloy, *Scripta Metallurgica.* 20 (1986) 513–518. [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(86\)90245-0](https://doi.org/10.1016/0036-9748(86)90245-0).
- [114] P. Caron, T. Khan, Tensile Behaviour of a Nickel-Based Single Crystal Superalloy : Effects of Temperature and Orientation, in: T. Khan, A. Lasalmonie (Eds.), *Proceedings of the First ASM Europe Technical Conference on Advanced Materials and Processing Techniques*

- for Structural Applications, ONERA, Châtillon, 1987: pp. 59–70.
- [115] M. Feller-Kniepmeier, T. Link, I. Poschmann, G. Scheunemann-Frerker, C. Schulze, TEMPERATURE DEPENDENCE OF DEFORMATION MECHANISMS IN A SINGLE CRYSTAL NICKEL-BASE ALLOY WITH HIGH VOLUME FRACTION OF γ' PHASE, *Acta Metallurgica*. 44 (1996) 2397–2407.
- [116] W.W. Milligan, S.D. Antolovich, The mechanisms and temperature dependence of superlattice stacking fault formation in the single-crystal superalloy PWA 1480, *MTA*. 22 (1991) 2309–2318. <https://doi.org/10.1007/BF02664997>.
- [117] H. Zhou, Y. Ro, H. Harada, Y. Aoki, M. Arai, Deformation microstructures after low-cycle fatigue in a fourth-generation Ni-base SC superalloy TMS-138, *Materials Science and Engineering: A*. 381 (2004) 20–27. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.04.051>.
- [118] Y. Yuan, K. Kawagishi, Y. Koizumi, T. Kobayashi, T. Yokokawa, H. Harada, Creep deformation of a sixth generation Ni-base single crystal superalloy at 800°C, *Materials Science and Engineering: A*. 608 (2014) 95–100. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.04.069>.
- [119] X.G. Wang, J.L. Liu, T. Jin, X.F. Sun, The effects of ruthenium additions on tensile deformation mechanisms of single crystal superalloys at different temperatures, *Materials & Design*. 63 (2014) 286–293. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.06.009>.
- [120] T.M. Smith, R.R. Unocic, H. Deutchman, M.J. Mills, Creep deformation mechanism mapping in nickel base disk superalloys, *Materials at High Temperatures*. 33 (2016) 372–383. <https://doi.org/10.1080/09603409.2016.1180858>.
- [121] D.M. Shah, D.N. Duhl, The Effect of Orientation, Temperature and Gamma Prime Size on the Yield Strength of a Single Crystal Nickel-Base Superalloy, in: *Superalloys 1984*, TMS, Seven Springs, Pennsylvania, USA, 1984: pp. 105–114.
- [122] P. Caron, D. Cornu, T. Khan, J.M. Monicault, Development of a Hydrogen Resistant Superalloy for Single Crystal Blade Application in Rocket Engine Turbopumps, in: *Superalloys 1996 (Eighth International Symposium)*, TMS, 1996: pp. 53–60. https://doi.org/10.7449/1996/Superalloys_1996_53_60.
- [123] P. Zhang, Y. Yuan, B. Li, S.W. Guo, G.X. Yang, X.L. Song, Tensile deformation behavior of a new Ni-base superalloy at room temperature, *Materials Science and Engineering: A*. 655 (2016) 152–159. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.12.089>.
- [124] P.C. Xia, J.J. Yu, X.F. Sun, H.R. Guan, Z.Q. Hu, Influence of thermal exposure on γ' precipitation and tensile properties of DZ951 alloy, *Materials Characterization*. 58 (2007) 645–651. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2006.07.013>.
- [125] A.A. Hopgood, J.W. Martin, The effect of aging on the yield stress of a single-crystal superalloy, *Materials Science and Engineering*. 91 (1987) 105–110. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(87\)90288-6](https://doi.org/10.1016/0025-5416(87)90288-6).
- [126] A. Sengupta, S.K. Putatunda, L. Bartosiewicz, J. Hangan, Tensile behavior of a new single-crystal nickel-based superalloy (CMSX-4) at room and elevated temperatures, *Journal of Materials Engineering and Performance*. 3 (1994) 73–81.
- [127] S. Utada, Effect of a prior plastic deformation during heat treatments on the mechanical properties of Ni-based superalloys for turbine blade application, Thèse de doctorat, ISAE-ENSMA, 2020. <https://www.theses.fr/2020ESMA0019>.
- [128] J.-P. Morniroli, *Microscopie des défauts cristallins*, SF μ , Saint Pierre d’Oléron, 2001.
- [129] J.W. Edington, *Interpretation of Transmission Electron Micrographs*, Macmillan Education UK, London, 1975. <https://doi.org/10.1007/978-1-349-02658-6>.
- [130] B.H. Kear, J.M. Oblak, A.F. Giamei, Stacking Faults in Gamma Prime Ni₃(Al,Ti) Precipitation Hardened Nickel-Base Alloys, *Metallurgical Transactions*. 1 (1970) 2477–2486. <https://doi.org/10.1007/BF03038373>.
- [131] ESPRIT, <https://www.bruker.com/en/products-and-solutions/elemental-analyzers/eds-wds-ebds-SEM-Micro-XRF/software-esprit-family.html>.

- [132] F. Houdellier, Contribution au développement du CBED et de l'holographie HREM pour l'analyse des déformations de couches épitaxiées, Thèse de doctorat, INSA Toulouse, 2006. <https://www.theses.fr/2006ISAT0014>.
- [133] L.P. Kubin, B. Lisiecki, P. Caron, Octahedral slip instabilities in γ/γ' superalloy single crystals CMSX-2 and AM3, *Philosophical Magazine A*. 71 (1995) 991–1009. <https://doi.org/10.1080/01418619508236233>.
- [134] X. Wu, J.H. Zhang, J.L. Liu, T. Jin, Y.B. Xu, Z.Q. Hu, Plastic deformation inhomogeneity in a single crystal nickel-base superalloy, *Materials Science and Engineering: A*. 325 (2002) 478–483. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01666-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01666-5).
- [135] A. Epishin, T. Link, U. Bruckner, B. Fedelich, P. Portella, Effects of Segregation in Nickel-Base Superalloys: Dendritic Stresses, in: *Superalloys 2004 (Tenth International Symposium)*, TMS, 2004: pp. 537–543. https://doi.org/10.7449/2004/Superalloys_2004_537_543.
- [136] D. Ma, Novel casting processes for single-crystal turbine blades of superalloys, *Front. Mech. Eng.* 13 (2018) 3–16. <https://doi.org/10.1007/s11465-018-0475-0>.
- [137] R.W. Dickson, J.B. Wachtman, S.M. Copley, Elastic Constants of Single-Crystal Ni₃Al from 10° to 850°C, *Journal of Applied Physics*. 40 (1969) 2276–2279. <https://doi.org/10.1063/1.1657972>.
- [138] P.V.M. Rao, S.V. Suryanarayana, K.S. Murthy, S.V.N. Naidu, The high-temperature thermal expansion of Ni₃Al measured by X-ray diffraction and dilation methods, *J. Phys.: Condens. Matter*. 1 (1989) 5357–5361. <https://doi.org/10.1088/0953-8984/1/32/004>.
- [139] A. Coujou, M. Benyoucef, N. Clement, L. Priester, Interactions between Dislocations and γ/γ' Interfaces in Superalloys, *Interface Science*. 4 (1997) 317–327.
- [140] E.I. Galindo-Nava, L.D. Connor, C.M.F. Rae, On the prediction of the yield stress of unimodal and multimodal γ' Nickel-base superalloys, *Acta Materialia*. 98 (2015) 377–390. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.07.048>.
- [141] P. Caron, High γ' Solvus Nes Generation Nickel-Based Superalloys for Single Crystal Turbine Blade Applications, in: *Superalloys 2000*, TMS, 2000: pp. 737–746.
- [142] N. Baluc, R. Schäublin, K.J. Hemker, Methods for determining precise values of antiphase boundary energies in Ni₃Al, *Philosophical Magazine Letters*. 64 (1991) 327–334. <https://doi.org/10.1080/09500839108214629>.
- [143] J.B. Wahl, K. Harris, CMSX-4® Plus Single Crystal Alloy Development, Characterization and Application Development, in: M. Hardy, E. Huron, U. Glatzel, B. Griffin, B. Lewis, C. Rae, V. Seetharaman, S. Tin (Eds.), *Superalloys 2016*, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, NJ, USA, 2016: pp. 25–33. <https://doi.org/10.1002/9781119075646.ch3>.
- [144] K.V. Vamsi, S.P. Murray, T.M. Pollock, The Yield Strength Anomaly in Co–Ni Design Space, *Superalloys 2020*. (2020) 948–958. https://doi.org/10.1007/978-3-030-51834-9_93.
- [145] M. Dodaran, A.H. Etefagh, S.M. Guo, M.M. Khonsari, W.J. Meng, N. Shamsaei, S. Shao, Effect of alloying elements on the γ' antiphase boundary energy in Ni-base superalloys, *Intermetallics*. 117 (2020) 106670. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2019.106670>.
- [146] J.T.M. De Hosson, Superlattice dislocations in L12 ordered alloys and in alloys containing L12 ordered precipitates, *Materials Science and Engineering*. 81 (1986) 515–523. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(86\)90288-0](https://doi.org/10.1016/0025-5416(86)90288-0).
- [147] D.M. Dimiduk, A.W. Thompson, J.C. Williams, The compositional dependence of antiphase-boundary energies and the mechanism of anomalous flow in Ni₃Al alloys, *Philosophical Magazine A*. 67 (1993) 675–698. <https://doi.org/10.1080/01418619308207184>.
- [148] J. Douin, DISDI, (2020). <http://joel.douin.free.fr/Disdi-Page.html>.
- [149] T.M. Pollock, A.S. Argon, Directional coarsening in nickel-base single crystals with high volume fractions of coherent precipitates, *Acta Metallurgica et Materialia*. 42 (1994) 1859–1874. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(94\)90011-6](https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)90011-6).

- [150] D. Barba, T.M. Smith, J. Miao, M.J. Mills, R.C. Reed, Segregation-Assisted Plasticity in Ni-Based Superalloys, *Metall Mater Trans A*. 49 (2018) 4173–4185. <https://doi.org/10.1007/s11661-018-4567-6>.
- [151] Z.X. Shi, J.R. Li, S.Z. Liu, M. Han, Improvement of Tensile Property of Ni-Based a Single Crystal Superalloy by Ru Addition, *MSF*. 788 (2014) 477–482. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.788.477>.
- [152] S. Neumeier, F. Pyczak, M. Göken, The temperature dependent lattice misfit of rhenium and ruthenium containing nickel-base superalloys – Experiment and modelling, *Materials & Design*. 198 (2021) 109362. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.109362>.
- [153] X.G. Wang, J.L. Liu, T. Jin, X.F. Sun, Tensile behaviors and deformation mechanisms of a nickel-base single crystal superalloy at different temperatures, *Materials Science and Engineering: A*. 598 (2014) 154–161. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.01.001>.
- [154] Y. Yuan, K. Kawagishi, Y. Koizumi, T. Kobayashi, T. Yokokawa, H. Harada, Creep Deformation of a 6th Generation Ni-Base Single Crystal Superalloy at 800 °C and 735 MPa, in: *Superalloys 2016*, TMS, Seven Springs, Pennsylvania, USA, 2016: pp. 675–682. <https://doi.org/10.1002/9781119075646.ch72>.
- [155] A.H. Cottrel, The Formation of Immobile Dislocations during Slip, *Philosophical Magazine and Journal of Science*. 43 (1952) 645–647. <https://doi.org/doi:10.1080/14786440608520220>.
- [156] M. Zietara, S. Neumeier, M. Göken, A. Czyska-Filemonowicz, Characterization of γ and γ' phases in 2nd and 4th generation single crystal nickel-base superalloys, *Met. Mater. Int*. 23 (2017) 126–131. <https://doi.org/10.1007/s12540-017-6109-y>.
- [157] S. Raujol, M. Benyoucef, D. Locq, P. Caron, F. Pettinari, N. Clement, A. Coujou, Decorrelated movements of Shockley partial dislocations in the γ -phase channels of nickel-based superalloys at intermediate temperature, *Philosophical Magazine*. 86 (2006) 1189–1200. <https://doi.org/10.1080/14786430500254685>.
- [158] J.W. Edington, *Practical Electron Microscopy in Materials Science*, Van Nostrand Reinhold Company, Great Britain, 1976.
- [159] F. Pyczak, B. Devirent, H. Mughrabi, The Effects of Different Alloying Elements on the Thermal Expansion Coefficients, Lattice Constants and Misfit of Nickel-Based Superalloys Investigated by X-Ray Diffraction, in: *Superalloys 2004 (Tenth International Symposium)*, TMS, Seven Springs, Pennsylvania, USA, 2004: pp. 827–836. https://doi.org/10.7449/2004/Superalloys_2004_827_836.
- [160] W.T. Read, *Dislocations in Crystals*, McGraw-Hill Book Company, 1953.
- [161] S.H. Oh, M. Legros, D. Kiener, P. Gruber, G. Dehm, In situ TEM straining of single crystal Au films on polyimide: Change of deformation mechanisms at the nanoscale, *Acta Materialia*. 55 (2007) 5558–5571. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.06.015>.
- [162] J.S. Van Sluytman, C.J. Mocerri, T.M. Pollock, A Pt-modified Ni-base superalloy with high temperature precipitate stability, *Materials Science and Engineering: A*. 639 (2015) 747–754. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.05.023>.

Résumé en anglais

The increase in operating temperature of turbomachines has necessitated the development of new generations of single-crystal superalloys that are more resistant at high temperatures. Over the course of 40 years, their chemical composition has evolved to incorporate an increasing amount of refractory elements such as Re and Ru. However, this improvement in the mechanical properties at high temperatures of superalloys has been accompanied by a decrease in the yield strength at lower temperatures ($T < 700\text{ °C}$).

The aim of this thesis is to study the tensile behaviour at 650 °C of single-crystal nickel-based superalloys. For this purpose, 18 single-crystal superalloys from different generations were tensile tested at 650 °C with a strain rate of $5 \cdot 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ at the Pprime institute. This initial study provided a rich database and highlighted significant differences in yield strength (up to 300 MPa) between first-generation alloys and more advanced alloys. Particularly significant hardening was also observed in the PWA 1480 (1st generation) and TMS-238 (6th generation) alloys. Tensile tests interrupted at 0.5% and 1% plastic deformation were also conducted to characterize the deformation micro-mechanisms using transmission electron microscopy at CEMES.

These analyses revealed that in most alloys, plastic deformation is concentrated in slip bands and is carried by pairs of perfect dislocations. At 650 °C , the primary parameter influencing the yield strength appears to be the crossing of the γ/γ' interface. This parameter is mainly dependent on the antiphase boundary energy of the γ' phase. This fault energy was estimated using computational models in the 18 tested alloys and experimentally measured in the TROPEA superalloy. It turns out that the alloys with the highest yield strengths also have the highest antiphase boundary energies and are those with the highest concentrations of Ta and Ti. These two elements are generally present in greater quantities in first-generation superalloys, explaining their superior yield strength at 650 °C .

The high concentration of Re and Ru in some advanced superalloys has little influence on the yield strength since these elements tend to preferentially locate in the matrix. However, in the case of TMS-238, the high concentration of Re and Ru results in a narrow channel width and significant misfit. These factors limit the mobility of perfect dislocations and, in combination with low stacking fault energy, promote a decorrelated movement of Shockley partials. The observed hardening during tensile tests is a result of this low dislocation mobility in the γ phase.

Résumé

La hausse de la température de fonctionnement des turbomachines a nécessité le développement de nouvelles générations de superalliages monocristallins plus résistants à hautes températures. En 40 ans, leur composition chimique a évolué pour incorporer de plus en plus d'éléments réfractaires (Re et Ru). Cependant, cette amélioration des propriétés mécaniques à hautes températures des superalliages s'est accompagnée d'une baisse de la limite d'élasticité à basse températures ($T < 700\text{ °C}$).

Ce travail de thèse consiste à étudier le comportement en traction à 650 °C des superalliages base-Ni monocristallins. Pour cela, 18 superalliages monocristallins, issus des différentes générations, ont été testés en traction à $650\text{ °C}/5.10^{-4}\text{ s}^{-1}$ à l'institut Pprime. Cette première étude a permis d'acquérir une riche base de données et a mis en valeur des écarts importants de limite d'élasticité (jusqu'à 300 MPa) entre les alliages de première génération et des alliages plus avancés. Un écrouissage particulièrement important a aussi été observé dans les alliages PWA 1480 (1ère génération) et TMS-238 (6ième génération). Des essais interrompus à 0,5% et 1% de déformation plastique ont aussi été réalisés afin de caractériser les micromécanismes de déformation par microscopie électronique en transmission au CEMES.

Ces analyses ont montré que dans la plupart des alliages, la déformation plastique se concentre dans des bandes de glissement et est portée par des paires de dislocations parfaites. À 650 °C , le principal paramètre influençant la limite d'élasticité apparaît être le passage de l'interface γ/γ' . Ce paramètre dépend principalement de l'énergie de paroi d'antiphase de la phase γ' . Cette énergie de faute a été estimée à l'aide de modèles calculatoires dans les 18 alliages testés et mesurée expérimentalement dans le superalliage TROPEA. Il en ressort que les alliages avec les meilleures limites d'élasticité sont aussi ceux avec les plus hautes énergies de paroi d'antiphase et sont ceux avec les concentrations les plus élevées en Ta et Ti. Ces deux éléments sont en général présents en quantité plus importante dans les superalliages de 1ère génération, d'où leur meilleure limite d'élasticité à 650 °C .

La concentration élevée en Re et en Ru de certains superalliages avancés n'a que peu d'influence sur la limite d'élasticité, ces éléments se plaçant préférentiellement dans la matrice. Cependant, dans le cas du TMS-238, la concentration élevée en Re et en Ru induit une faible largeur de couloir et un *misfit* important. Ces éléments limitent la mobilité des dislocations parfaites et, combinés à une énergie de faute d'empilement basse, favorisent un mouvement décorrélé des partielles de Shockley. L'écrouissage observé durant les essais de tractions résulte de cette faible mobilité des dislocations dans la phase γ .