



HAL
open science

Fabrication additive arc-fil (WAAM) pour la réparation de composants aéronautiques en Waspaloy : caractérisation microstructurale, mécanique et vieillissement métallurgique

Marjolaine Sazerat

► **To cite this version:**

Marjolaine Sazerat. Fabrication additive arc-fil (WAAM) pour la réparation de composants aéronautiques en Waspaloy : caractérisation microstructurale, mécanique et vieillissement métallurgique. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2024. Français. NNT : 2024ESMA0024 . tel-04884639

HAL Id: tel-04884639

<https://theses.hal.science/tel-04884639v1>

Submitted on 13 Jan 2025

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE

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

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

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

Présentée par :

Marjolaine SAZERAT

**Fabrication additive arc-fil (WAAM) pour la réparation de composants aéronautiques en
Waspaloy: caractérisation microstructurale, mécanique et vieillissement métallurgique**

Directeurs de thèse : Jonathan CORMIER et Azdine NAIT-ALI

Co-encadrante : Alice CERVELLON

Soutenue le 14 Novembre 2024

JURY

Eric CHARKALUK	Directeur de Recherche, LMS, Ecole Polytechnique, Palaiseau	Rapporteur
Cristelle PAREIGE	Professeure des Universités, GPM, Université de Rouen, Rouen	Rapporteuse
Salima BOUVIER	Professeure des Universités, Laboratoire Roberval, UTC, Compiègne	Examinatrice
Vladimir ESIN	Professeur des Universités, Institut Jean Lamour, Université de Lorraine, Nancy	Examineur
Jonathan CORMIER	Professeur des Universités, Institut P', ISAE- ENSMA, Poitiers	Examineur
Azdine NAIT-ALI	Maître de Conférences HDR, Institut P', ISAE- ENSMA, Poitiers	Examineur
Alice CERVELLON	Docteure ingénieure, Safran Aircraft Engines, Châtelleraut	Examinatrice

« Sans la curiosité de l'esprit, que serions-nous ? Telle est bien la beauté et la noblesse de la science : désir sans fin de repousser les frontières du savoir, de traquer les secrets de la matière et de la vie sans idée préconçue des conséquences éventuelles. »

Marie Curie, physicienne et chimiste

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier les membres du jury : **Vladimir ESIN**, président et examinateur, **Salima BOUVIER**, examinatrice, puis **Eric CHARKALUK** et **Cristelle PAREIGE**, rapporteurs. Merci d'avoir accepté et pris le temps d'évaluer mes travaux. La discussion et les questions qui ont suivies la présentation de soutenance ont été très enrichissantes, merci pour vos retours constructifs et les perspectives proposées.

Cette thèse s'est déroulée dans le cadre du projet OPERA (Optimisation des Procédés en Réparation Additive), financé par le FEDER (Fonds européen de développement régional) et la région Nouvelle-Aquitaine. Je remercie ces deux entités pour le financement qui a rendu possible cette étude. La thématique a été portée par Safran Aircraft Engines (SAE), notamment le site de Châtelleraut avec lequel le projet était en partenariat. Je tiens à remercier **André MALLIE** et **Sébastien RIX** pour le montage et lancement du projet ; **Lucie BAROT**, **Sophie GILLET**, **Lauris BEAUDOUIN-GOUJON** et **Pascal CHARPENTIER** pour la fabrication des murs ; **Alice CERVELLON** pour son investissement en tant qu'encadrante industrielle. Merci à vous tou.te.s, vous formez une équipe formidable avec laquelle il est fort agréable de travailler. J'aimerais également remercier **Fabien CORPACE**, **Guilhem SEURE** et **Elliott BREITTMAYER** (SAE Corbeil) pour leur participation aux réunions et les échanges techniques qui ont suivi.

Je tiens ensuite à remercier mes encadrants académiques à l'Institut P' / ISAE-ENSMA. Même si l'encadrement a un peu changé d'année en année, j'ai pendant toute cette aventure été extrêmement bien accompagnée. Je pense tout d'abord à mon premier duo d'encadrants, **Roland FORTUNIER** et **Patrick VILLECHAISE**, que je souhaite remercier chaleureusement. Roland, merci pour ton recul et ta gentillesse ; c'était toujours un plaisir d'échanger avec toi. Patrick, ou père Castor (personne ne vous a jamais vu dans la même pièce, étrangement...), merci pour tout le temps que tu m'as consacré, souvent à l'EBS, pour ta patience et ta bienveillance. J'ai beaucoup apprécié ta bonne humeur et tes histoires (de marmottes et orchidées notamment). A mes encadrants de « terrain » qui m'ont le plus suivie au quotidien (et ceux qui apparaissent officiellement !) **Jonathan CORMIER** et **Azdine NAIT-ALI**, un énorme merci. Jonathan , merci pour ta confiance depuis le début. Tu m'as laissé une grande autonomie, mais tu étais aussi toujours là quand j'en avais besoin. Merci de m'avoir permis de découvrir le merveilleux univers des superalliages base nickel, merci pour ton expertise technique, et puis tous les conseils que tu as pu me partager, à la fois sur du pro ou du perso. Azdine, encadrant soutien moral (c'est pas du pipeau), merci pour ton accompagnement dans toutes les étapes de la thèse, quand bien même ce n'était pas ton domaine de prédilection. Merci pour nos conversations aléatoires sur Teams et tes râlements sur les légumes.

Ces travaux de thèse sont aussi le fruit de collaborations importantes en interne à l'Institut P', dont avec la branche de l'Université de Poitiers basée au SP2MI pour tout ce qui concerne la microscopie électronique en transmission. Je tiens à remercier **Anne JOULAIN** pour son aide à la préparation de lames minces au PIPS, et **Dominique EYIDI** pour les nombreuses heures passées ensemble sur le MET. Dominique, tu es une personne solaire, avec laquelle il est si facile de discuter de tout : science, loisirs, voyages, musique, zéro ennui pendant les acquisitions. Merci d'avoir été aussi patient et pédagogue avec moi alors que je ne connaissais pas du tout le MET, et que j'étais un peu rouillée niveau cristallographie. Côté ISAE-ENSMA, je remercie **Samuel HEMERY** pour la corrélation d'images numériques lors des essais de traction sur micro-éprouvettes. Merci de m'avoir accordé de ton temps pour ces manip' ; je sais que ce n'était pas

forcément ce qu'on espérait observer et qu'on s'attendait à plus « wahou », mais au final cela a répondu à pas mal de nos questions ! Des simulations Thermo-Calc® ont été réalisées à travers une collaboration externe avec **Inmaculada LOPEZ-GALILEA** à la Ruhr-Universität Bochum. Inma, thank you for your wonderful work on the calculations, it really allowed to stitch everything together and draw a larger picture ! Thank you also for your thorough feedback on my papers. It was a pleasure working with you.

Un très grand merci à toute l'équipe ENDO du D1 de l'Institut P'. Je pense notamment à la fantastique équipe technique : **Denis** pour le montage du dossier financier du projet OPERA, **Florence** et **Amélie** pour les formations et l'accompagnement à la microscopie, **David** pour la tomographie, **Médéric** pour le polissage et le traitement thermique, **Guillaume** pour les essais d'attaques chimiques un peu exotiques et les tentatives d'essais de fissuration (dont je n'ai absolument pas parlé dans ce manuscrit, désolée !). Merci **Mikael** pour la formation au calculateur Vision, merci **Gérald** pour le support informatique, surtout le jour de la soutenance ! Mes remerciements vont aussi à l'équipe usinage, **Jacques**, **Laurent**, **Loïc**, pour les éprouvettes mécaniques réalisées avec soin. Enfin, je tiens à remercier l'équipe administrative. **Karine**, **Valérie**, **Francine**, merci pour votre gentillesse et votre patience, vous êtes essentielles dans le bon déroulement de la thèse de chaque doctorant grâce aux dossiers de réinscription, ordres de missions, etc. C'était toujours un plaisir de passer vous voir et discuter, on en ressort automatiquement avec le sourire !

C'est le tour des co-bureaux, les personnes ayant partagé le merveilleux bureau qu'est le B001 (haut lieu du fun) : à tou.te.s, merci pour les moments de convivialité comme les petits-déjeuners traditionnels du vendredi matin (fait-maison ou pas, c'est l'attention qui compte !). **Mélanie**, **Tiphaine**, les doyennes à mon arrivée, merci pour vos astuces et petits tips qui aident tellement en début de thèse ! **Rémy** (ou RémiS à l'oral) : merci pour la mousse au chocolat, les quelques covoiturages (sportifs, mollo dans les ronds-points) et tes chutes spectaculaires (dans le couloir, dans le bureau ... un talent vraiment). **Salva**, merci pour les fous rires et tes chaussettes extravagantes ! **Vincent**, merci pour tes délicieux gâteaux faits avec amour, pour le cat-sitting pendant mes vadrouilles, le partage des galères de rédaction. T'es une belle personne, je te souhaite le meilleur pour la suite. **Anaïs**, ton arrivée a été significative d'un vent de nouveauté et de légèreté dans le bureau. Merci pour les fous rires, et d'avoir pris le relais de shérif du nerf ; il faut continuer à faire régner (modérément) la terreur. **Louise**, merci d'avoir géré comme une cheffe les cagnottes, affiches, cadeaux, etc pour un grand nombre des dernières soutenances. T'es une girlboss tellement organisée et douée, en plus d'être hyper bienveillante ; ne change rien. **Shamanth**, thanks dude for the laughs and philosophical talks, the gaming sessions, the Subway cravings. **Julien** (aka Juju / Proutprout, toi qui aime tant employer les surnoms), « qui aurait parié que vous serions amis ? ». C'est vrai que c'était assez mal barré avec ton sanglier... Mais au final, tellement de bons moments avec toi que ce soit à l'escalade (on a vraiment créé une secte), les petits mots au bureau, les confidences, et j'en oublie. Merci, t'es un rayon de soleil. Si un jour tu vends ton surplus d'énergie, j'achète directement ! Aux derniers arrivés, je pense notamment à **Ali** et **David**, bon courage pour la suite de votre épopée doctorale !

Si le laboratoire est si plein de vie, c'est aussi grâce à de nombreux autres doctorants / post-docs / anciens. **Guillaume** (Gu' ou Monsieur Renard), merci pour les analyses de ségrégation à l'EDS et tes astuces d'attaque chimique ; merci aussi pour les moments festifs, les parties de Skull King, l'arbre à chat... **Maxime** (l'as de Mario Kart), merci pour le privilège des soirées film dans ton super home cinema. **Quentin** (le vieux grincheux, ou Qu'), je suis ravie de pouvoir te revoir à Bordeaux ! **Abel** (prophète ou devin askip), je te

souhaite le meilleur pour la suite, merci pour la pouicpouic-thérapie. **Florent**, merci pour tous les délires qu'on a pu partager, j'espère qu'on arrivera à garder le contact ! **Fabio**, merci pour mes derniers essais de traction, t'es vraiment le GOAT techniquement, en plus d'être hyper gentil (et d'avoir de belles dents). Je me souviendrais toujours de notre première discussion en salle de polissage ahah. **Manu** (monsieur anecdotes), merci pour les fous rires incontrôlables. Tu es sans aucun doute la personne la plus drôle que je connaisse (je me méfie en prenant le train maintenant). **Antonio**, je garde d'excellents souvenirs (et photos eheh) de notre croisière à Francfort ! Merci de m'avoir soutenue dans mon aigreur sur la fin de thèse :) **Rémi** (ou RémiL), les pannes de machine à café en fin de thèse c'est pas rigolo... Mais bon, t'es sympa quand même. **Bonickel**, t'es de si bonne compagnie, toujours un plaisir de discuter avec toi !

Entre le rendu du manuscrit et la soutenance, j'ai rejoint Safran Additive Manufacturing Campus (SAMC), où j'ai la chance d'avoir des supers collègues. Je pense à **Elise**, **Antoine** (si si la team DED, vous formez une équipe de choc), **Pierre** (merci d'être si drôle), mais aussi à **Rémi** (merci pour les recommandations musicales et tes réponses à tout), **Mélina** (t'es un vrai soleil), **Clément** (partenaire de veille – yessss –, je ne suis toujours pas remise de ton piment), **Nicolas**, **Damien**, **Kenny**, **Aude** et tellement d'autres ... Merci pour les fous rires le midi, les chocoblastages, les afterworks. Vous illuminez le quotidien !

Je voudrais remercier d'autres très belles rencontres, des personnes que je considère comme des ami.e.s si précieux. Mes voisins de Poitiers, **Brigitte** et **Jean-Pierre**, pour leur bienveillance à mon égard et toutes les interactions qu'on a pu avoir ces dernières années. **Stephanie**, mon amie d'enfance et cousine de cœur, qui suit toutes mes péripéties depuis le Canada : bestie, I can't ever thank you enough for being such an amazing friend and supporting me although there's a whole ocean between us. **Ludovic**, infailible binôme de TP depuis la prépa, merci d'être mon meilleur ami et de m'écouter râler depuis déjà tant d'années. Merci aussi d'avoir fait le déplacement pour ma soutenance, ça m'a fait tellement plaisir que tu sois là ! **Alexy**, je te remercie pour ton soutien sans faille, et pour nos beaux voyages qui m'ont bien changé les idées. Enjoy la vie parisienne ! **Clarisse**, tu es sans aucun doute une des personnes qui m'inspire et que j'admire le plus. Je suis si heureuse qu'on ait gardé le contact. Dans la même lancée, un grand merci à **Olia** et **Ksenia**. Мои дорогие друзья, спасибо за всё. Я надеюсь скоро увидимся. **Alex**, je suis tellement reconnaissante que tu sois venu me parler à la salle d'escalade ! Merci d'être un si bon ami, c'est hyper cool de pouvoir sortir avec toi sur Bordeaux.

Théotime, « tout a commencé à l'escalade ... » oui, mais c'était aussi le cat-sitting (une grande partie de ma vie tourne autour des chats, il est vrai), les soirées au Zinc (les afters pâtes carbo), et tellement d'autres aventures. Merci de m'avoir supportée sur la fin de la thèse, de la rédaction à la préparation de la soutenance. De m'avoir épaulée dans mes moments de doute ou de panique. De m'avoir nourrie, hébergée, chouchoutée si souvent. Merci de faire partie de ma vie ♡.

Pour finir, j'aimerais remercier ma famille, notamment **mes parents**, pour leur soutien sans faille depuis le début et surtout au cours de mes études. Je ne l'exprime peut-être pas toujours très bien mais je vous suis extrêmement reconnaissante. Merci à mon petit frère, **Pierre-Louis** (bon courage pour ta thèse !) et ma petite sœur, **Eugénie** (aka Ninie), pour les chouettes moments qu'on partage ensemble. Enfin, je considère ma petite **Freyja**, minette ultra collante et gourmande, comme un membre à part entière de ma famille, et je la remercie de tout mon cœur pour ses ronrons apaisants de ces 4 dernières années.

Table des matières du manuscrit

Introduction générale	1
I. Etat de l'art.....	7
I.1. Généralités sur les superalliages base nickel de type γ/γ'	7
I.2. Fabrication additive des superalliages base nickel.....	29
I.3. Soudabilité des superalliages base nickel	52
I.4. Hétérogénéités microstructurales et impact sur les propriétés mécaniques des superalliages base nickel élaborés par FA.....	57
Conclusion du chapitre I.....	77
II. Matériaux et techniques expérimentales.....	80
II.1. Waspaloy CMT et forgés de référence	80
II.2. Moyens de caractérisation microstructurale	86
II.3. Moyens de caractérisation mécanique	101
II.4. Modélisations thermodynamiques	107
Conclusion du chapitre II.....	109
III. Caractérisation du Waspaloy CMT post-fabrication	114
III.1. Microstructure brute de fabrication	114
III.2. Propriétés en traction.....	147
III.3. Propriétés en fluage isotherme sous air.....	171
Conclusion du chapitre III.....	184
IV. Stabilité thermique de la microstructure du Waspaloy CMT post-fabrication	187
IV.1. Vieillissement des précipités γ'	187
IV.2. Formation de phases secondaires	204
IV.3. Approche de l'équilibre thermodynamique.....	226
Conclusion du chapitre IV	237

V.	Effet d'un traitement thermique de revenu sur les propriétés mécaniques	240
V.1.	Propriétés en traction après revenu	240
V.2.	Propriétés en fluage après double revenu R1+R2.....	265
	Conclusion du chapitre V	279
VI.	Vers l'application industrielle.....	282
VI.1.	Considérations industrielles	282
VI.2.	Essai sur pièce réelle	286
VI.3.	Parachèvement et traitement thermique	295
	Conclusion du chapitre VI	297
	Conclusions générales et perspectives.....	299
	Annexes.....	i
	Annexe 1 : Propriétés en traction du Waspaloy forgé.....	ii
	Annexe 2 : Fractographie du Waspaloy CMT post-fabrication testé en traction de 20 à 850 °C	iv
	Annexe 3 : Propriétés en fluage du Waspaloy forgé.....	vi
	Annexe 4 : Fractographie du Waspaloy CMT post-fabrication testé en fluage de 700 à 850 °C.....	viii
	Annexe 5 : Micrographies MEB de la précipitation γ' après revenu.....	x
	Annexe 6 : Distributions des diamètres de précipités γ' après revenu.....	xv
	Annexe 7 : Compositions chimiques des cœurs de dendrite et des espaces interdendritiques	xvii
	Annexe 8 : Compositions chimiques des phases présentes dans les espaces interdendritiques à l'équilibre thermodynamique	xx
	Annexe 9 : Fractographie du Waspaloy CMT R1+R2 testé en traction à 20, 700 et 750 °C.....	xxii
	Annexe 10 : Fractographie du Waspaloy CMT R1+R2 testé en fluage de 700 à 850 °C.....	xxiii
	Références bibliographiques.....	xxv

Liste des abréviations

MRO	<i>Maintenance, Repair and Overhaul</i>
FA	<i>Fabrication Additive</i>
DED	<i>Directed Energy Deposition</i>
LMD	<i>Laser Metal Deposition</i>
WAAM	<i>Wire Arc Additive Manufacturing</i>
MIG	<i>Metal Inert Gas</i>
TIG	<i>Tungsten Inert Gas</i>
PAW	<i>Plasma Arc Welding</i>
CMT	<i>Cold Metal Transfer</i>
EBSD	<i>Electron Backscatter Diffraction</i>
EDS	<i>Energy Dispersive X-Ray Spectrometry</i>
MO	<i>Microscope Optique</i>
MEB	<i>Microscope Electronique à Balayage</i>
FEG	<i>Field Emission Gun</i>
BSE	<i>Back-Scattered Electrons</i>
SE	<i>Secondary Electrons</i>
FIB	<i>Focused Ion Beam</i>
PIPS	<i>Precise Ion Polishing System</i>
MET	<i>Microscope Electronique en Transmission</i>
HRTEM	<i>High Resolution Transmission Electron Microscopy</i>
STEM	<i>Scanning Transmission Electron Microscope</i>
HAADF	<i>High-Angle Annular Dark Field</i>
SAED	<i>Selected Area Electron Diffraction</i>
CBED	<i>Convergent-Beam Electron Diffraction</i>
DIC	<i>Digital Image Correlation</i>
ID	<i>Région InterDendritique</i>
CD	<i>Cœur de Dendrite</i>
ZAT	<i>Zone Affectée Thermiquement</i>
TCP	<i>Topologically Close-Packed</i>

Introduction générale

Les superalliages base nickel durcis par précipitation γ' , tel que le Waspaloy, sont couramment employés dans les parties chaudes des moteurs aéronautiques en raison de leurs excellentes propriétés mécaniques et leur bonne résistance à la corrosion à haute température. Les pièces constitutives des turboréacteurs sont généralement élaborées par des moyens conventionnels comme la fonderie ou le forgeage.

En lien avec l'accord de Paris de la COP 21 [1] et les objectifs de neutralité carbone, les motoristes aéronautiques (*Original Engine Manufacturer, OEM*) cherchent à améliorer le rendement de combustion de leurs turboréacteurs. Cela passe principalement par l'augmentation de la température d'entrée de turbine, et donc la conception de nouveaux turboréacteurs avec une meilleure efficacité thermodynamique. De plus, chez un grand nombre d'OEM, la vente se fait désormais sous contrat avec une promesse d'heures de vol et une maintenance incluse : c'est le principe du « *Fly-by-the-Hour* » ou « *Power-by-the-Hour* » [2], [3]. Les services de maintenance, réparation et révision (*Maintenance, Repair and Overhaul, MRO*) jouent alors un rôle crucial pour réduire les coûts économiques et écologiques associés au remplacement complet d'un composant dans les moteurs d'avions. Les conditions de service pouvant entraîner des dommages aux pièces comme des piqûres de corrosion, des traces d'usure par contact, ou encore des fissures dans des régions restreintes, il est intéressant de se pencher sur leur réparation dans le cas des composants de grande valeur. La Figure 0.1 présente un exemple des endommagements couramment observés sur une aube de turbine.

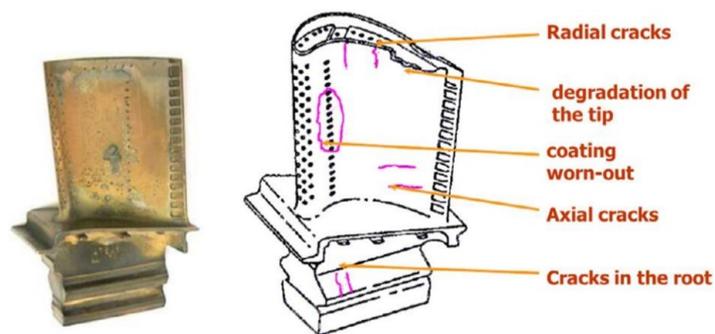


Figure 0.1. Schéma des endommagements typiques d'une aube de turbine [4].

La Fabrication Additive (FA), connue du grand public sous le terme « impression 3D », regroupe une grande variété de procédés. Pour les matériaux métalliques, une des plus anciennes catégories est celle des procédés arc-fil (*Wire Arc Additive Manufacturing, WAAM*), dont font partie les techniques traditionnelles de soudage comme le *Metal Inert Gas* (MIG), le *Tungsten Inert Gas* (TIG) et le *Plasma Arc*

Welding (PAW). Ces procédés sont employés en MRO depuis quelques décennies pour rétablir le contour initial et les dimensions de pièces telles que des aubes de turbine [5], [6], [7] et des bagues d'étanchéité [8]. Ces procédés sont néanmoins réputés pour engendrer de grandes Zones Affectées Thermiquement (ZAT), de fortes déformations en raison des contraintes résiduelles et la présence de fissuration en relaxation (*Strain Age Cracking, SAC*) dans la ZAT [9], [10]. Par chance, le plein essor de la FA a permis l'émergence de nouveaux moyens de réparation ; on peut parler de réparation additive. Les procédés à base poudre comme le *Laser Powder Bed Fusion* (LPBF) [11], [12], [13], [14] ou encore le *Laser Metal Deposition* (LMD) [15], [16], [17], [18] ont déjà été largement étudiés dans le cas des superalliages base nickel. Bien que ces technologies génèrent des ZAT réduites et considérablement moins de contraintes, elles sont toutefois plus lentes à déposer la matière et surtout plus coûteuses que les procédés à base fil. Dans un objectif de réparation, l'amélioration des cycles et de la productivité est essentielle. Les délais pour effectuer la réparation d'une pièce après sa réception sont très restreints (typiquement 15 à 20 jours), dans le but de répondre aux exigences des compagnies aériennes. Le *Cold Metal Transfer* (CMT), procédé arc-fil alternatif au soudage MIG, pourrait être un bon candidat pour cela. En effet, il offre un taux de dépôt de matière élevé, comme en MIG et supérieur au TIG, avec toutefois nettement moins d'apport de chaleur en raison du transfert de matière en régime de court-circuit [19], [20], [21], [22]. C'est ce procédé qui a été retenu pour ces travaux de thèse.

Financée par le FEDER (Fonds européen de développement régional) et la région Nouvelle-Aquitaine, cette thèse répond à une demande de Safran Aircraft Engines (SAE), et plus particulièrement, du site de Châtelleraut (86). Spécialisé dans la MRO des moteurs CFM56 et LEAP, c'est en collaboration avec cet établissement qu'a été lancé le projet OPERA (Optimisation des Procédés en Réparation Additive). Cette étude permet de contribuer à la montée en maturité du procédé CMT pour des applications de réparation de composants aéronautiques en Waspaloy. L'objectif est d'un jour atteindre la certification autorisant l'utilisation de pièces rechargées/réparées par ce procédé. Avec ce contexte industriel en tête, l'analyse menée garde néanmoins une dimension assez fondamentale étant donné les manques dans la littérature scientifique sur ce matériau combiné à ce procédé. Cela s'explique en partie par la faible soudabilité du Waspaloy [23], [24], [25]. De plus, les articles traitant des propriétés mécaniques de zones en superalliage γ/γ' réparées par WAAM sont limités. Les enjeux de ces travaux résident donc dans la caractérisation de la microstructure du Waspaloy CMT, et de l'interface avec le substrat, ainsi que dans l'étude des propriétés mécaniques qui en découlent.

L'ensemble des travaux menés est présenté dans ce manuscrit de thèse construit en 6 chapitres.

Dans le premier chapitre, un état de l'art est proposé afin d'établir les bases en termes de métallurgie des superalliages base nickel, de procédés de soudage et de FA. Les problématiques de soudabilité ainsi que les hétérogénéités microstructurales et mécaniques associées sont également présentées, étant donné leur dimension cruciale dans cette étude.

Le second chapitre est consacré à la description des moyens expérimentaux utilisés au cours de la thèse. Les matériaux, forgés et élaborés par CMT, avec les divers traitements thermiques appliqués sont présentés. Les protocoles de préparation d'échantillons et les équipements de caractérisation microstructurale tels que les microscopes sont détaillés. Les techniques de caractérisation mécanique sont également décrites.

Le troisième chapitre est dédié à la caractérisation du Waspaloy CMT brut de fabrication. Sa microstructure, tant à l'échelle granulaire que dendritique, est présentée. Sa précipitation γ' hétérogène entre les cœurs de dendrite et les espaces interdendritiques est étudiée. La ségrégation chimique qui en est responsable est mise en avant. Les hétérogénéités au sein d'un même mur, dans sa hauteur, sont analysées. Les propriétés mécaniques monotones, en traction et en fluage jusqu'à 850 °C, sont évaluées.

Le quatrième chapitre concerne la stabilité thermique de la microstructure du Waspaloy CMT. Dans un but d'optimisation du traitement thermique post-réparation, le grossissement des précipités γ' et les cinétiques de vieillissement sont étudiés par l'approche théorique de Lifshitz-Slyozov-Wagner (LSW). La formation de phases secondaires est observée : des carbures $M_{23}C_6$ sont identifiés par leur nature chimique et cristalline. Des diagrammes temps-température-transformation (TTT) expérimentaux sont établis pour les précipités γ' et les carbures secondaires. La question de l'équilibre thermodynamique est abordée expérimentalement par un revenu long, et numériquement par des simulations Thermo-Calc®.

Le cinquième chapitre adresse l'effet du traitement thermique de revenu sur le comportement en traction et en fluage, en comparaison avec l'état brut de fabrication. Le lien entre les propriétés obtenues et les évolutions microstructurales mises en lumière dans le chapitre précédent est établi.

Le dernier chapitre se veut comme une ouverture. Il vise à élargir les résultats obtenus sur les échantillons à l'application industrielle. L'optimisation de certains paramètres du procédé est discutée, et un essai de rechargement par CMT d'une pièce réelle est caractérisé. Les étapes restantes avant certification de ce couple matériau/procédé pour la réparation de grands composants sont mentionnées.

Chapitre I :

Etat de l'art

Table des matières du chapitre I : Etat de l'art

I.1.	Généralités sur les superalliages base nickel de type γ/γ'	7
I.1.a.	Popularité et applications	7
I.1.b.	Microstructures classiques et éléments d'alliages	8
I.1.b.i.	Matrice γ et précipités γ'	8
I.1.b.ii.	Phase η	11
I.1.b.iii.	Carbures et borures.....	12
I.1.b.iv.	Phases topologiquement compactes (TCP)	14
I.1.b.v.	Principaux éléments d'alliages et leurs effets	16
I.1.c.	Traitements thermiques classiques	17
I.1.c.i.	Mise en solution	17
I.1.c.ii.	Revenu ou vieillissement.....	18
I.1.d.	Croissance des précipités γ'	19
I.1.d.i.	Moteur du phénomène : équilibre thermodynamique et énergie d'interface	19
I.1.d.ii.	Mûrissement d'Ostwald et théorie de Lifshitz-Slyozov-Wagner	19
I.1.d.iii.	Coagulation	22
I.1.e.	Métallurgie du Waspaloy.....	23
I.1.e.i.	Origine et composition chimique	23
I.1.e.ii.	Microstructure du Waspaloy forgé après traitement thermique complet	23
I.1.e.iii.	Températures caractéristiques et transformations de phase lors du vieillissement	25
I.2.	Fabrication additive des superalliages base nickel.....	29
I.2.a.	Classification et principaux procédés	29
I.2.a.i.	Définition selon la norme	29
I.2.a.ii.	Classification et popularité des procédés à base poudre	29
I.2.a.iii.	Soudage et fabrication additive arc fil.....	30
I.2.b.	Cold Metal Transfer (CMT)	32
I.2.b.i.	Fonctionnement du procédé, description du cycle et avantages	32
I.2.b.ii.	Modes d'utilisation.....	33
I.2.b.iii.	Paramètres principaux	35
I.2.b.iv.	Comparaison du WAAM et du CMT avec d'autres procédés	38
I.2.c.	Avantages et limites du WAAM	40
I.2.c.i.	Avantages pour la réparation rapide de pièces de grandes dimensions.....	40
I.2.c.ii.	Défauts dans les superalliages base Ni élaborés par WAAM	41

I.2.d.	Métallurgie associée au rechargement par WAAM.....	44
I.2.d.i.	Nomenclature et généralités.....	44
I.2.d.ii.	Microstructures de superalliages WAAM.....	46
I.2.d.iii.	Microstructure du Waspaloy WAAM	49
I.3.	Soudabilité des superalliages base nickel	52
I.3.a.	Définition et évaluation de la soudabilité.....	52
I.3.b.	Fissuration à chaud (solidification et liquation).....	54
I.3.c.	Fissuration au revenu (Strain Age Cracking, SAC).....	56
I.4.	Hétérogénéités microstructurales et impact sur les propriétés mécaniques des superalliages base nickel élaborés par FA.....	57
I.4.a.	Source des hétérogénéités	57
I.4.b.	Hétérogénéités microstructurales principales.....	58
I.4.b.i.	Hétérogénéités de structure dendritique	59
I.4.b.ii.	Hétérogénéités de structure granulaire	61
I.4.b.iii.	Hétérogénéités chimiques.....	64
I.4.c.	Hétérogénéités dans les propriétés mécaniques	68
I.4.c.i.	Hétérogénéités de dureté	68
I.4.c.ii.	Hétérogénéités en traction	70
I.4.c.iii.	Hétérogénéités en fluage	72
I.4.c.iv.	Hétérogénéités des contraintes résiduelles	74
	Conclusion du chapitre I.....	77

I. Etat de l'art

Ce chapitre a pour objectif de poser les bases des thématiques étudiées dans les travaux de thèse, à travers une synthèse bibliographique. Entre autres, la métallurgie des superalliages base nickel γ/γ' est présentée. Les microstructures classiques sont décrites, de même que les traitements thermiques couramment appliqués pour les optimiser. Les relations microstructure – propriétés mécaniques sont mises en avant. Le principe de la FA est rappelé, avec un accent sur les procédés WAAM et le CMT en particulier, avant de détailler la métallurgie associée à ce type de rechargement. La notion de soudabilité, essentielle à cette étude, est développée et les différents types de fissures sont définis. Enfin, les hétérogénéités microstructurales issues de tels procédés sont abordées, ainsi que leur impact sur les propriétés mécaniques.

I.1. Généralités sur les superalliages base nickel de type γ/γ'

I.1.a. Popularité et applications

Le nickel (Ni) est le cinquième élément le plus abondant sur Terre, et possède une température de fusion égale à 1455 °C. Avec sa densité de 8907 kg·m⁻³ à température ambiante, il est en comparaison plus dense que les autres métaux couramment employés dans les applications aéronautiques (2698 kg·m⁻³ et 4508 kg·m⁻³ pour l'aluminium (Al) et le titane (Ti) respectivement) [26]. Les superalliages base Ni, développés et utilisés depuis les années 1950, sont des matériaux aux propriétés mécaniques excellentes, notamment à haute température. Cela les rend très attractifs pour de nombreuses industries : production d'énergie, pétrochimie, aéronautique et spatial. Ils constituent par exemple jusqu'à 40-50 % de la masse totale d'un moteur d'avion [27], et sont utilisés principalement au niveau des parties chaudes ; à savoir, la chambre de combustion et les turbines haute et basse pression (Figure I.1).

Les superalliages base Ni peuvent se distinguer en trois grandes catégories :

- Les superalliages durcis par précipitation : des solutés tels que le niobium (Nb), Al et Ti sont introduits en sursaturation dans la matrice γ (solution solide de Ni) et induisent la précipitation de phases durcissantes : la phase stable γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$) et la phase métastable γ'' (Ni_3Nb). On parle alors d'alliages de type γ/γ' ou γ/γ'' . Ces deux phases sont ordonnées et cohérentes avec la matrice. Elles ont aussi pour fonction d'augmenter la résistance au mouvement des dislocations générées lors de la déformation plastique, en forçant ces dernières à soit les contourner, soit les cisiller, en fonction de leur taille. Ce mode de durcissement est le plus répandu.
- Les superalliages durcis par solution solide (dits austénitiques) : des solutés tels que le chrome (Cr), le fer (Fe), le molybdène (Mo), le ruthénium (Ru), le tungstène (W) et le rhénium (Re) sont introduits dans

la matrice γ . En raison de leur grand rayon atomique, ils viennent induire une distorsion du réseau cristallin en se substituant aux atomes de Ni. Cela vient gêner le mouvement des dislocations et ainsi durcir l'alliage.

- Les superalliages durcis par renforcement des joints de grains : la formation de carbures et de borures peut améliorer la tenue générale de l'alliage à haute température. Principalement présentes aux joints de grains, ces particules permettent leur ancrage et limitent donc leur glissement.

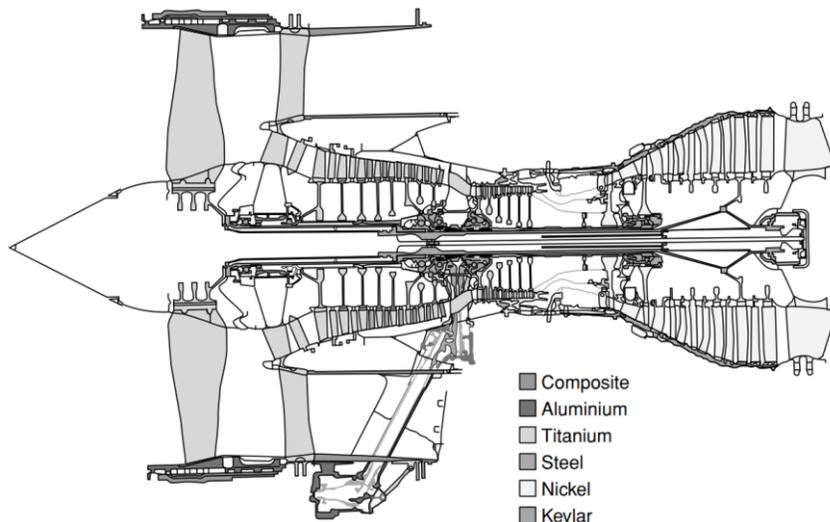


Figure 1.1. Illustration de la distribution des matériaux dans le moteur Trent 800 de Rolls-Royce [26].

Le superalliage étudié, le Waspaloy, étant du type γ/γ' , la suite de ce chapitre sera consacrée uniquement à cette catégorie de matériau.

1.1.b. Microstructures classiques et éléments d'alliages

1.1.b.i. Matrice γ et précipités γ'

La base microstructurale des superalliages base Ni est une solution solide, la matrice γ , composée essentiellement de Ni. Elle possède une structure cristalline cubique à faces centrées désordonnée : ses atomes sont distribués aléatoirement dans la maille (Figure 1.2(a)). La matrice γ peut également être stabilisée et renforcée par de nombreux autres éléments tels que Cr, Fe, Mo, Ru, W et Re [26].

Dans le cas des superalliages γ/γ' , le second élément microstructural majeur est la phase durcissante γ' . Ces précipités ont aussi une structure cristalline ordonnée de type $L1_2$ et de composition stœchiométrique $Ni_3(Al,Ti)$, telle qu'illustrée en Figure 1.2(b). Les atomes de Ti et Al sont situés aux sommets tandis que les atomes de Ni sont localisés au centre des 6 faces.

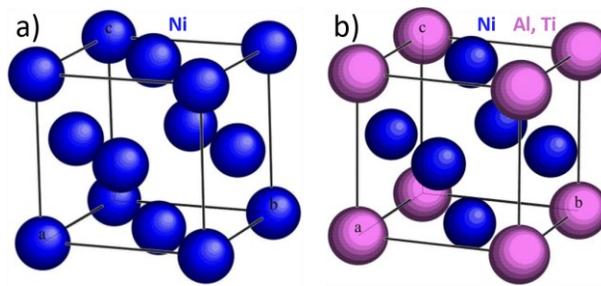


Figure 1.2. Structures cristallines cubiques à faces centrées : (a) désordonnée de la phase γ et (b) L_{12} ordonnée de la phase γ' . Adapté de [28].

Comme introduit précédemment, les précipités γ' permettent d'augmenter la résistance au mouvement des dislocations. Générées lors d'une déformation plastique, leur déplacement est freiné par la présence de ces particules. En fonction de leur taille, deux interactions sont possibles. Si les précipités γ' sont de petite taille, le cisaillement, montré en Figure 1.3(a), est privilégié. Dans le cas de gros précipités, le contournement est favorisé, et se manifeste par la formation de boucles d'Orowan (Figure 1.3(b)).

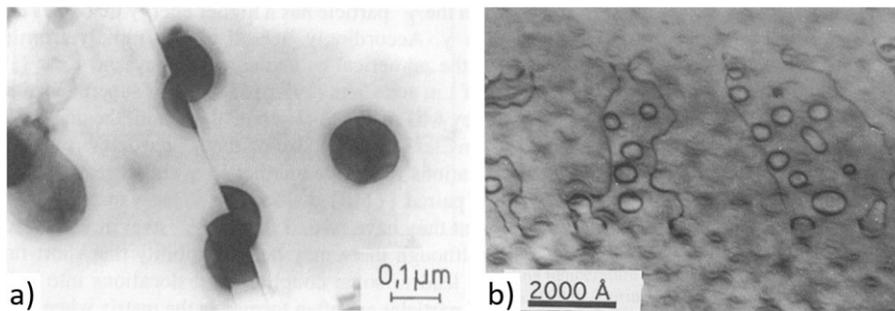


Figure 1.3. Interactions entre dislocations et précipités γ' : (a) cisaillement et (b) contournement [29].

Par cet effet de blocage, la fraction volumique de phase durcissante a une influence majeure sur les propriétés mécaniques. *Beardmore et al.* ont démontré cela en traction par l'étude d'une série d'alliages Ni-Cr-Al avec diverses fractions volumiques de phase γ' [30]. Il a été remarqué (Figure 1.4(a)) que la limite d'élasticité est étroitement liée à la fraction volumique et à la température. A 600-800 °C, températures proches de celles en service, une fraction de 40 % de γ' apparaît optimale. *Murakumo et al.* ont mis en lumière le même phénomène mais en fluage, pour un superalliage base Ni monogranulaire [31]. La Figure 1.4(b) montre le temps à rupture en fluage en fonction de la fraction volumique de phase γ' . Les alliages avec une microstructure consistant d'un mélange de matrice γ et précipités γ' sont les plus performants, et une fraction de 70 % de γ' semble procurer une résistance maximale au fluage.

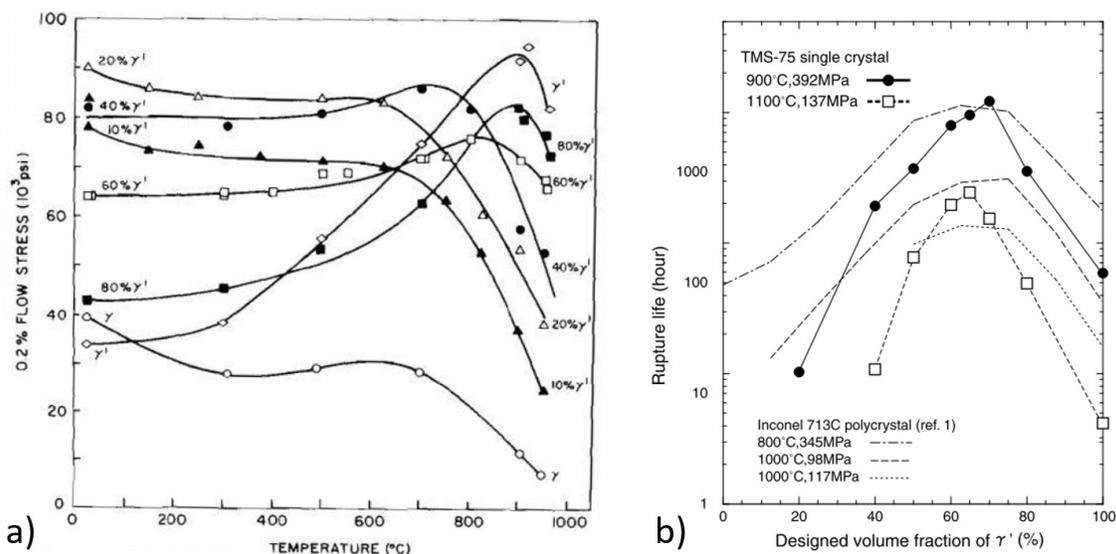


Figure 1.4. Effet de la fraction volumique de précipités γ' sur les propriétés en : (a) traction (limite d'élasticité) [30] et (b) fluage (durée de vie) [31].

Enfin, les précipités γ' tirent aussi leur caractère durcissant de leur cohérence avec la matrice γ , évaluée via le désaccord paramétrique δ , aussi appelé misfit (Équation 1) [32]:

$$\delta = \frac{2(a_{\gamma'} - a_{\gamma})}{(a_{\gamma'} + a_{\gamma})} \quad \text{Équation 1}$$

Avec $a_{\gamma'}$ et a_{γ} les paramètres de maille des précipités et de la matrice respectivement.

Ce misfit joue un rôle important dans la morphologie des précipités γ' . A faible misfit (0-0,2 %), les précipités sont sphériques, puis autour de 0,5-1,0 % ils deviennent cubiques et enfin prennent une forme plane au-delà de 1,25 % [33]. Les phases γ et γ' ont des paramètres de maille très proches, évalués à $\approx 3,56$ Å. Dans le cas de l'alliage d'étude, le Waspaloy, les valeurs connues de paramètre de maille sont $a_{\gamma} = 3,5773$ Å et $a_{\gamma'} = 3,5888$ Å [34]. Les relations d'orientations entre les deux phases sont de type cube-cube : $\{100\}_{\gamma} \parallel \{100\}_{\gamma'}$ et $\langle 010 \rangle_{\gamma} \parallel \langle 010 \rangle_{\gamma'}$ [26].

Ainsi, les excellentes propriétés mécaniques des superalliages base Ni durcis par précipitation γ' sont dictées par la fraction volumique de phase durcissante, la taille des précipités et le faible désaccord paramétrique entre ces derniers et la matrice γ . Cela fait des précipités γ' un enjeu et un objet d'étude important.

1.1.b.ii. Phase η

Lors d'expositions prolongées à haute température, les précipités γ' peuvent se dissoudre pour former la forme stable de la phase Ni_3Ti : la phase η . Cette dernière a une structure hexagonale compacte DO_{24} , décrite en Figure I.5., et $a_\eta = 5,101 \text{ \AA}$ et $c_\eta = 8,307 \text{ \AA}$ pour paramètres de maille. Les deux composés sont très proches, leur principale différence étant dans la séquence d'empilement des atomes : ABCA pour la phase γ' et ABAC pour la phase η [35]. Cette transformation est facilitée dans les alliages avec de grandes teneurs en Ti, Nb, tantale (Ta) et hafnium (Hf) [36]. Plus le ratio Ti/Al est élevé et plus la formation de phase η est favorisée [37], [38], [39]. Elle est également accélérée par la déformation, avec notamment la présence de fautes d'empilement, cela facilitant le changement de plans atomiques [40], [41].

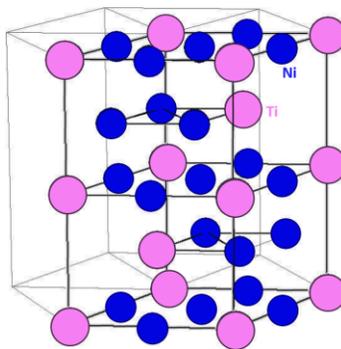


Figure I.5. Structure cristalline hexagonale compacte DO_{24} de la phase η . Adapté de [28].

Les précipités de phase η sont non cohérents avec la matrice γ , et précipitent avec les relations d'orientations suivantes : $\{111\}_\gamma \parallel \{0001\}_\eta$ et $\langle 110 \rangle_\gamma \parallel \langle 11\bar{2}0 \rangle_\eta$ [42]. Ils se présentent généralement sous forme de plaquettes, aiguilles ou encore en lattes (Figure I.6). La phase η est reconnue par nombre d'auteurs pour sa fragilité et ses effets délétères sur les propriétés mécaniques, notamment en traction à chaud, en fluage et en fatigue [36], [43], [44], [45], [46], [47]. D'autres études nuancent et avancent même un effet d'épingleage des joints de grains en cas de précipitation intergranulaire [48].

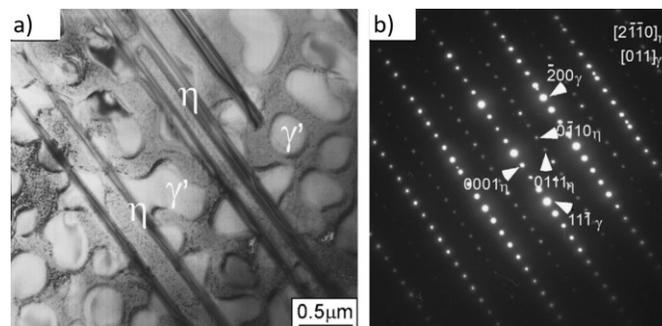


Figure I.6. Observations au microscope électronique en transmission de la phase η dans le superalliage TMW-5 : (a) image en champ clair des plaquettes et (b) cliché de diffraction permettant l'identification de la maille hexagonale compacte [49].

1.1.b.iii. Carbures et borures

La présence de bore (B) et de carbone (C) dans la composition des superalliages base Ni promeut la formation de borures et de carbures respectivement. En raison de leurs rayons atomiques bien plus petits que celui du Ni, ils ont tendance à ségréger aux joints de grains [26], intervenant ainsi dans le contrôle de la taille de grain [32]. Ils sont également présents dans les espaces interdendritiques. Pour les décrire, on emploie des notations où M désigne un élément métallique tel que Cr, Mo ou encore Ti par exemple, ces éléments ayant une grande affinité avec le C. Le Tableau I.1 récapitule les principaux carbures présents dans les superalliages base Ni, avec leurs caractéristiques cristallines et leurs potentielles compositions chimiques. On les classifie généralement en deux types :

- Primaires, de type MC : formés à la fin de la solidification, on les retrouve surtout aux joints de grains (intergranulaire) et dans les espaces interdendritiques (intragranulaire). En effet, les éléments comme le Cr et le Mo sont connus pour ségréger de cette manière lors de la transition liquide-solide [50]. Ils peuvent présenter diverses morphologies : globulaire, blocky (Figure I.7(a)), script (aussi dit en « écriture chinoise », Figure I.7(b)) ou encore nodulaire (Figure I.7(c)). Ils ne peuvent être remis en solution, leur température de fusion étant supérieure à 1800-2000 °C. A stœchiométrie, en-dessous de ces températures, le métal est liquide tandis que les carbures sont solides. Ils peuvent toutefois se décomposer lors d'expositions à 700-1000 °C [51].
- Secondaires, de types M_6C , M_7C_3 ou encore $M_{23}C_6$: ils sont issus de la décomposition des MC lors de traitements thermiques ou du vieillissement en service [25], [32], [51].

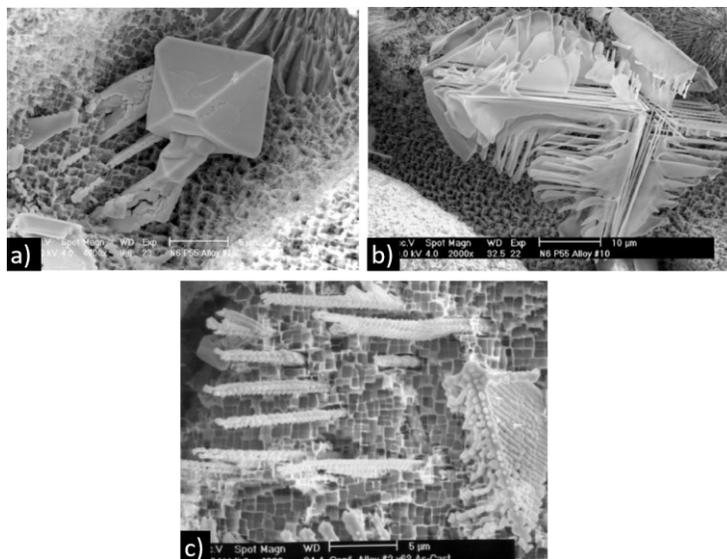


Figure I.7. Morphologies de carbures primaires dans les régions interdendritiques de superalliages base Ni : (a) blocky, (b) script ou « écriture chinoise » et (c) nodulaire [32].

Tableau I.1. Caractéristiques des principaux carbures rencontrés dans les superalliages base Ni [51], [52], [53], [54].

Type de carbure	Structure cristalline	Paramètres de maille	Compositions chimiques possibles
MC	Cubique	$a_{MC} = 4,3-4,7 \text{ \AA}$	TiC, NbC, CrC, HfC, TaC
M_6C	Cubique à faces centrées	$a_{M_6C} = 10,85-11,75 \text{ \AA}$	$Fe_3(W,Mo,Nb)_3C$
M_7C_3	Hexagonale	$a_{M_7C_3} \approx 13,98 \text{ \AA}$ $c_{M_7C_3} \approx 4,52 \text{ \AA}$	$(Cr,Fe,Mn,Ni)_7C_3$
$M_{23}C_6$	Cubique à faces centrées	$a_{M_{23}C_6} = 10,5-10,7 \text{ \AA}$	$(Cr,Fe,W,Mo,Ni)_{23}C_6$

Deux réactions classiques de décomposition des carbures primaires sont couramment évoquées dans la littérature [33], [55] :



En pratique, on peut parfois observer une zone de réaction/dégénération autour des carbures primaires, comme illustré en Figure I.8(a). Certains auteurs ont observé la décomposition de MC accompagnée de la formation de précipités de phase η (Figure I.8(b)), par la réaction suivante [56], [57], [58], [59] :



Il est également possible d'avoir des réactions en cascade. Cela a notamment été observé dans le cas du superalliage K444 : $MC + \gamma \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma'$ d'abord, puis $MC + \gamma \rightarrow M_6C + \gamma'$ et enfin $MC + \gamma \rightarrow M_6C + M_{23}C_6 + \eta$ [60].

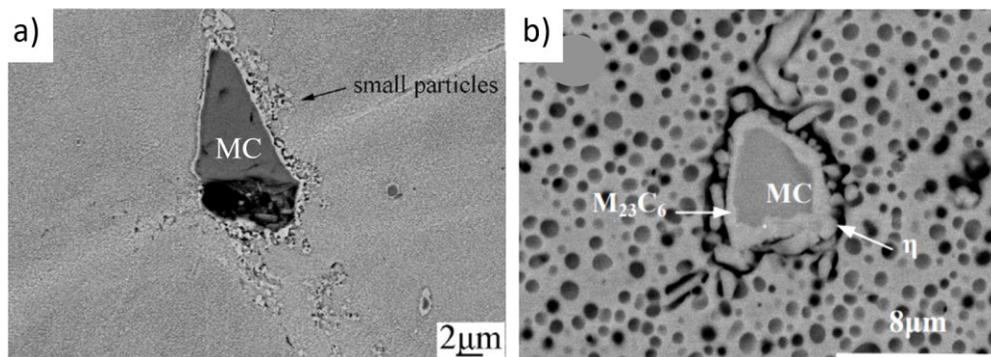


Figure I.8. Décomposition de carbures primaires MC : (a) zone de réaction autour de la particule [59] et (b) co-précipitation de $M_{23}C_6$ et η [57].

1.1.b.iv. Phases topologiquement compactes (TCP)

Lorsque la concentration en éléments réfractaires (W, Mo, Re, Nb, Ta) est élevée, une dernière catégorie de composants intermétalliques peut se former dans le superalliage. Il s'agit de phases topologiquement compactes (*Topologically Close-Packed, TCP*). Elles se forment généralement au cours du survieillissement de l'alliage, ou son vieillissement en service [61]. Elles sont considérées comme délétères pour les propriétés et la durabilité des matériaux en raison de leur fragilité [55], [62], [63]. En plus de cela, W, Mo et Re sont des stabilisateurs de phase γ , et les phases TCP sont habituellement enrichies en Cr et Co aussi. Par conséquent la précipitation des phases TCP a tendance à appauvrir la matrice en ces éléments, réduisant son durcissement par solution solide [62], [64], et abaissant la résistance à l'oxydation [65]. Ces composés sont variés, et possèdent des structures cristallines et des compositions chimiques complexes. Les plus communs sont σ , P, R et μ . On retrouve également les phases de Laves. La Tableau I.2 récapitule les principales phases TCP présentes dans les superalliages base Ni, avec leurs caractéristiques cristallines et leurs potentielles compositions chimiques.

Tableau I.2. Caractéristiques des principales phases TCP rencontrées dans les superalliages base Ni [33], [52], [66], [67].

Phase		Structure cristalline	Paramètres de maille	Compositions chimiques possibles
σ		Tétragonale	$a_{\sigma} = 8,80 \text{ \AA}$ $c_{\sigma} = 4,54 \text{ \AA}$	Co_2Mo_3 , $\text{Cr}_{46}\text{Fe}_{54}$, $\text{Cr}_8\text{Ni}_5\text{W}$
P		Orthorhombique	$a_P = 9,07 \text{ \AA}$ $b_P = 16,98 \text{ \AA}$ $c_P = 4,75 \text{ \AA}$	$\text{Cr}_{18}\text{Mo}_{42}\text{Ni}_{40}$
μ		Rhomboédrique	$a_{\mu} = 4,76 \text{ \AA}$ $c_{\mu} = 25,61 \text{ \AA}$	$(\text{Mo},\text{W},\text{Cr})_6(\text{Co},\text{Fe},\text{Ni})_7$: Mo_6Co_7 , Nb_6Co_7 , Mo_6Fe_7 , W_6Co_7
R		Rhomboédrique	$a_R = 10,90 \text{ \AA}$ $c_R = 19,34 \text{ \AA}$	$\text{Cr}_{18}\text{Mo}_{31}\text{Co}_{51}$
Laves	C14	Hexagonale	$a_{C14} = 4,76 \text{ \AA}$ $c_{C14} = 7,83 \text{ \AA}$	MgZn_2 , TiFe_2 , TaCo_2
	C15	Cubique à faces centrées	$a_{C15} = 6,71 \text{ \AA}$	MgCu_2 , TiCo_2 , TaCr_2
	C36	Hexagonale	$a_{C36} = 4,81 \text{ \AA}$ $c_{C36} = 15,80 \text{ \AA}$	MgNi_2 , TiCo_2

Les phases TCP, notamment σ et μ qui sont les plus couramment observées, ont tendance à précipiter à partir de carbures, via la décomposition des MC primaires. Pour cette raison, mais aussi car les éléments favorisant leur formation (W, Mo, Re, Nb) sont principalement ségrégués à cet endroit, les phases TCP sont souvent localisées dans les espaces interdendritiques [68], comme illustré par la Figure I.9(a). μ est connue pour être liée aux carbures secondaires M_6C (Figure I.9(b)) par la réaction $\text{MC} \rightarrow \text{M}_6\text{C} \rightarrow \mu$ [33],

[52], [65]. La nucléation de σ a aussi été observée aux interfaces de carbures $M_{23}C_6$ par la réaction $MC \rightarrow M_{23}C_6 \rightarrow \sigma$ [55], [69]. De plus, les deux phases peuvent se former l'une à partir de l'autre.

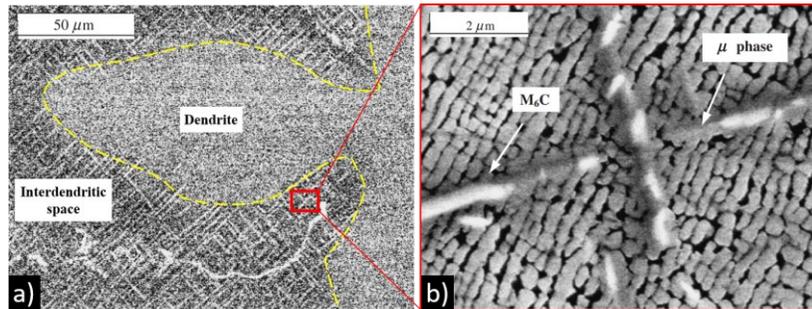


Figure 1.9. Phase μ dans un superalliage base Ni à solidification dirigée : (a) présence dans les espaces interdendritiques et (b) formation à partir des carbures secondaires M_6C . Adapté de [65].

Ces composés intermétalliques complexes se présentent communément sous la forme d'aiguilles (Figure 1.10(a)), de plaquettes ou en lattes (Figure 1.10(b)), pour former des figures de Widmanstätten semblables à un tressage de panier (Figure 1.10(c)). Cela rend difficile leur distinction avec la phase η , qui précipite en aiguilles également, sur la base d'observations microscopiques uniquement. Une analyse fine de la structure cristalline et de la composition chimique des précipités est donc cruciale pour les identifier.

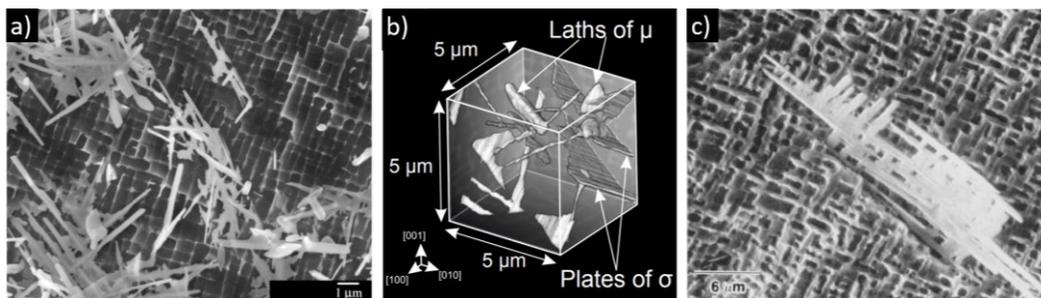


Figure 1.10. Morphologies de phases TCP : (a) aiguilles de phase μ [61], (b) lattes de phase μ et plaques de phase σ reconstruites en 3D [70] et (c) phase P en « tressage de panier » [67].

Ainsi la microstructure classique d'un superalliage base Ni durci par précipitation, tel que celui étudié dans ces travaux de thèse, consiste en une matrice austénitique γ dans laquelle on peut trouver les composés suivants :

- des précipités durcissants de phase γ' ;
- des phases intermétalliques stables (η par exemple) issues de la transformation de la phase γ pendant une exposition prolongée à haute température ;
- des carbures primaires MC issus de la solidification ;
- des carbures secondaires ($M_{23}C_6$, M_6C ou M_7C_3) issus de la décomposition des carbures primaires pendant le vieillissement ;
- des phases TCP (Laves, σ , P, R et μ), issues également du vieillissement métallurgique suite à un traitement thermique ou des conditions en service.

1.1.b.v. Principaux éléments d'alliages et leurs effets

Les superalliages base Ni ont des compositions chimiques complexes, avec en moyenne une dizaine d'éléments. Chacun joue un rôle spécifique sur la microstructure, par la précipitation de certains composés, et sur les propriétés de l'alliage. Comme illustré en Figure I.11, on peut de manière générale les distinguer en trois groupes :

- Eléments γ -gènes (Ni, Fe, Cr, Mo, W, Co) ;
- Eléments γ' -gènes (Al, Ti, Nb, Ta) ;
- Eléments ayant tendance à ségréger aux joints de grains (B, C, Zr).

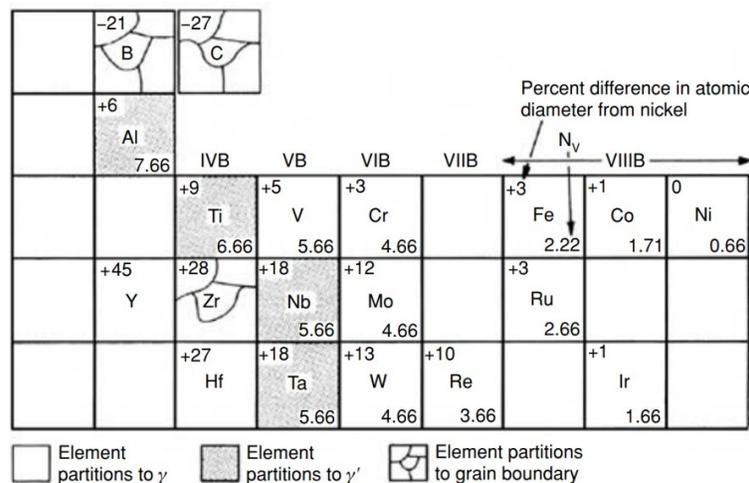


Figure I.11. Distribution des éléments chimiques entre matrice γ , précipités γ' et joints de grains [55].

Les phases présentes dans les superalliages base Ni ayant déjà été introduites et développées dans la partie précédente, avec les éléments chimiques qui les composent notamment, le Tableau I.3 résume leurs effets, bénéfiques ou négatifs.

Tableau I.3. Résumé des éléments chimiques présents dans les superalliages base Ni et leurs effets [25], [55], [71], [72], [73].

Effet		Ni	Fe	Cr	Mo	W	Co	Al	Ti	Nb	Ta	Hf	C	B	Zr	Re
Bénéfique	Renforcement γ															
	Formation et renforcement γ'															
	Renforcements joints de grains															
	Formation carbures															
	Résistance à la corrosion/oxydation															
	Baisse du coût de l'alliage															
Négatif	Formation η															
	Formation TCP															

I.1.c. Traitements thermiques classiques

Les traitements thermiques sont couramment utilisés dans le cas des superalliages base Ni après leur élaboration. Ils permettent de modifier la microstructure de solidification, dans le but de l'optimiser en vue de certaines utilisations pour avoir des propriétés mécaniques adaptées. Pour les alliages durcis par précipitation, le traitement thermique se fait généralement en deux grandes étapes, avec tout d'abord une mise en solution puis un ou plusieurs revenu(s).

I.1.c.i. Mise en solution

La mise en solution consiste à exposer l'alliage à une température élevée, entre 30 minutes et quelques heures, dans le but de dissoudre une partie des phases indésirables formées lors de la solidification. Ce type de traitement thermique vise à redistribuer les éléments chimiques pour uniformiser et obtenir une structure monophasée. Il s'agit généralement de remettre en solution la totalité ou une partie des précipités γ' . Ces derniers sont classés en trois populations, primaires, secondaires et tertiaires, en fonction de leur ordre d'apparition au cours du traitement thermique, leur localisation et leur taille. Les précipités γ' dits primaires sont, comme l'indique leur nom, les premiers présents car issus de l'élaboration. Ils sont localisés aux joints de grains et sont généralement de grande taille (quelques μm). Lors de la phase de refroidissement après la mise en solution, d'autres précipités de plus petite taille, et intragranulaires, forment. Ce sont les précipités secondaires (centaine de nm) et tertiaires (quelques dizaines de nm). La Figure I.12 présente une synthèse de leur distribution et leurs caractéristiques.

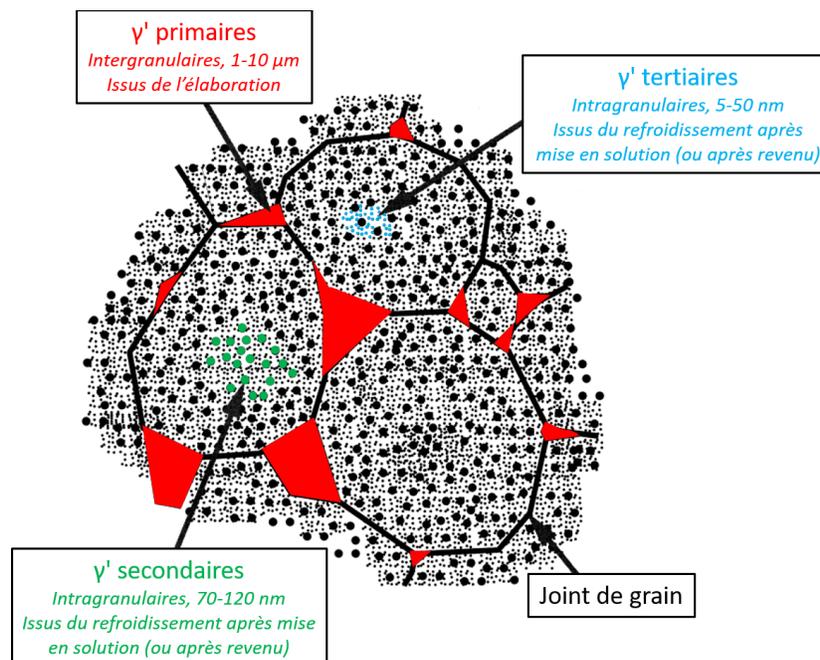


Figure I.12. Schéma de la distribution et classification générale des précipités γ' dans un superalliage base Ni après traitement thermique. Adapté de [74].

En fonction de la température choisie (T_1), vis-à-vis de la température de solvus des précipités γ' ($T_{\text{solvus } \gamma'}$) notamment, on peut distinguer deux types de mises en solution :

- Si $T_1 < T_{\text{solvus } \gamma'}$, le traitement est dit sub-solvus. La dissolution des précipités γ' primaires est partielle, et les particules non dissoutes présentes aux joints de grains ralentissent voire bloquent la croissance granulaire. Cela conduit à l'obtention de petits grains.
- Si $T_1 > T_{\text{solvus } \gamma'}$, le traitement est dit super-solvus. La dissolution des précipités γ' primaires est complète. Les joints de grains étant libérés, ils conduisent à des structures granulaires plus grossières.

La température de mise en solution joue donc un rôle important sur la taille de grains désirée. Un autre levier pour ajuster la microstructure est le refroidissement post mise en solution. La trempe appliquée permet, en effet, de contrôler les populations de précipités γ' intragranulaires qui germinent. Un refroidissement lent (trempe à l'air par exemple) entraînera plusieurs vagues de précipitations, avec des populations très distinctes en taille [75], [76]. Un refroidissement rapide (trempe à l'eau par exemple) mènera essentiellement à une unique population intragranulaire de précipités très fins.

1.1.c.ii. Revenu ou vieillissement

Le traitement thermique de vieillissement, aussi appelé revenu, constitue la dernière étape du traitement thermique classique des superalliages. Il consiste à maintenir, pendant plusieurs heures, l'alliage à une température inférieure au solvus de la phase γ' , et souvent proche des températures en service. Le but est d'optimiser et stabiliser la microstructure pour obtenir les propriétés d'usage souhaitées. Cela passe essentiellement par la précipitation de phase durcissante γ' pour en optimiser la fraction volumique. Il se déroule généralement en deux étapes :

- Un premier revenu s'effectue à relativement haute température (800-1000 °C), pour quelques heures. Il a pour motivation de faire précipiter un maximum de précipités γ' secondaires et tertiaires. Il sert aussi à fixer leur morphologie, notamment dans les alliages à fort misfit.
- Un second revenu est appliqué, avec un maintien de quelques dizaines d'heures cette fois-ci à plus faible température (600-800 °C). L'objectif est de stabiliser la microstructure, notamment en permettant le grossissement des précipités γ' .

Les revenus permettent également la précipitation de carbures secondaires aux joints de grains, par décomposition des carbures primaires MC. La formation de phases secondaires comme la phase η ou encore des TCP peut aussi survenir. Enfin, ce type de traitement thermique peut servir pour relaxer les contraintes résiduelles. En effet, suite à un refroidissement rapide, après la mise en solution par exemple ou encore dans le cas de pièces soudées/élaborées par FA, d'importants niveaux de contraintes ont pu être générés. On peut parler alors de traitement de détensionnement.

Dans ces travaux de thèse, les traitements thermiques appliqués sont essentiellement des revenus, dans une large gamme de température, afin d'étudier les évolutions microstructurales.

1.1.d. Croissance des précipités γ'

1.1.d.i. Moteur du phénomène : équilibre thermodynamique et énergie d'interface

La microstructure des superalliages base Ni peut être considérée comme un ensemble de particules solides (les précipités γ') dispersés dans une solution solide sursaturée (la matrice γ). Or, tout système de particules dispersées statistiquement dans un milieu et possédant une certaine solubilité dans celui-ci sera thermodynamiquement instable en raison d'une grande surface d'interface. Le système γ/γ' n'est donc généralement pas à l'équilibre thermodynamique [77]. Il peut être atteint en abaissant l'énergie totale du système, E_t , à son minimum. E_t peut se décomposer en la somme de l'énergie d'interface, E_i , et l'énergie élastique, E_e . Pour les superalliages base Ni, c'est E_i qui est prépondérante en raison de la grande fraction volumique de phase γ' et du grand nombre de précipités, donc d'interfaces [78], [79].

La réduction du nombre de précipités γ' et l'augmentation de la taille de ceux restant permettent d'abaisser cette énergie totale d'interface. Ce phénomène est surtout lié à la diffusion des solutés, et est activé thermiquement, d'où son occurrence lors des traitements thermiques de vieillissement ou encore dans les conditions de service de la pièce. Deux mécanismes peuvent être mis en œuvre pour assurer la croissance des précipités γ' : le mûrissement d'Ostwald, au cours duquel les petites particules se dissolvent dans la solution solide en faveur des plus gros, et la coagulation, où deux petits précipités se combinent pour en former un plus gros [80].

1.1.d.ii. Mûrissement d'Ostwald et théorie de Lifshitz-Slyozov-Wagner

Le principal mécanisme de réduction de l'énergie totale d'interface dans les superalliages base Ni est le mûrissement d'Ostwald. Il consiste en un transfert de masse par diffusion des régions à forte courbure d'interface vers les régions à faible courbure d'interface [81]. En pratique, il se manifeste par la croissance préférentielle des plus gros précipités au détriment des plus petits qui se dissolvent dans la matrice. Ce processus est gouverné par les gradients de concentration en solutés précipitants (γ' -gènes dans le cas de cette étude) autour des particules. Ces derniers sont causés par l'effet Gibbs-Thomson selon lequel la concentration à la surface des particules à l'équilibre thermodynamique avec des particules plus grandes est plus faible que celle avec des particules plus petites [77], [81]. Ainsi, plus une particule est de petite taille, plus la solubilité des solutés à sa surface est élevée. Les travaux de *Greenwood* ont permis de distinguer les « petits » et les « gros » précipités en fonction d'un rayon critique R_c [82]. Comme présenté

en Figure I.13, une particule au rayon $R < R_c$ va se dissoudre tandis que si $R > R_c$, elle grossit. La différence de concentration en solutés précipitants est un autre acteur clé dans ce processus.

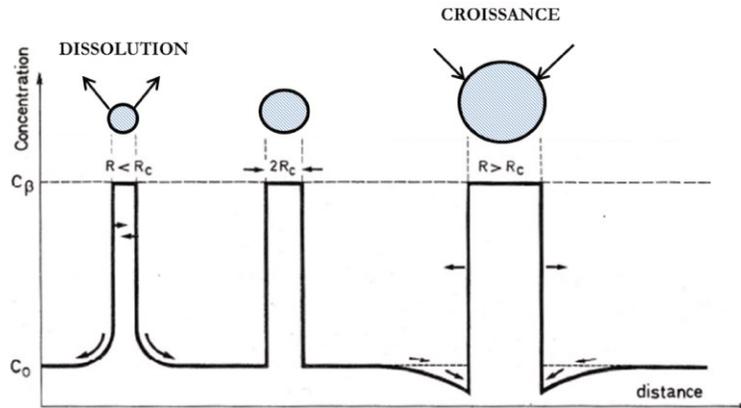


Figure I.13. Dissolution/croissance de précipités en fonction du rayon et de la concentration en solutés γ' -gènes à l'interface [82].

Le grossissement des précipités γ' par mûrissement d'Ostwald peut être décrit par une théorie très couramment employée dans la littérature, celle de *Lifshitz-Slyozov-Wagner* (LSW). Dans les années 60, ces trois scientifiques établissent qu'une loi cubique lie l'augmentation de la taille moyenne des précipités et le temps de vieillissement [83], [84]. La loi LSW s'exprime de la façon suivante :

$$\langle r(t) \rangle^3 - \langle r_0 \rangle^3 = k_{LSW} t \quad \text{Équation 5}$$

où t est le temps de vieillissement, $\langle r(t) \rangle$ est le rayon moyen des précipités en fonction du temps, $\langle r_0 \rangle$ est le rayon moyen initial et k_{LSW} est le coefficient cinétique. k_{LSW} est souvent considéré comme une combinaison de nombreux autres paramètres à travers l'expression suivante [78] :

$$k_{LSW} = \frac{8\sigma D C_e^\gamma V_m^{\gamma'}}{9RT} \quad \text{Équation 6}$$

où σ est l'énergie libre de surface de l'interface matrice/précipité, D est le coefficient de diffusion du soluté limitant, C_e^γ est la concentration du soluté limitant dans la matrice à l'équilibre, $V_m^{\gamma'}$ est le volume molaire du précipité γ' , R est la constante universelle des gaz parfaits et T est la température absolue. D est couramment écrit sous la forme d'une loi d'Arrhenius :

$$D = D_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad \text{Équation 7}$$

où D_0 est le facteur de fréquence et Q est l'énergie d'activation de la diffusion. De plus, cette théorie repose sur cinq grandes hypothèses :

- Les particules de phase grossissante sont sphériques ;
- Les particules sont fixes dans l'espace ;
- Les distances interparticulaires sont infiniment grandes par rapport au rayon des particules, ce qui signifie qu'il n'y a pas d'interaction entre elle, et que leur fraction volumique tend vers zéro ;
- Les deux phases considérées sont des composés parfaits ;
- La diffusion des solutés vers les particules sphériques se fait dans des conditions d'équilibre.

Ces hypothèses fortes peuvent sembler écarter les superalliages base Ni au premier abord, notamment car la fraction volumique de phase γ' est généralement élevée ($\approx 30\%$ pour le Waspaloy, et jusqu'à 60-70 % dans de nombreux superalliages monocristallins). De même, la morphologie sphérique des précipités γ' n'est pas toujours assurée et peut devenir cubique en fonction du misfit. Néanmoins, de nombreuses études ont reporté l'existence d'une telle relation pour le grossissement de précipités γ' intragranulaires (secondaires et tertiaires donc) dans le cas de superalliage polycristallins : *Flageolet et al.* pour le N18 à 700-800 °C [85], *Laurence et al.* pour le René 65 à 750-900 °C [86], *Hadjiapostolidou et Shollock* pour le René 80 à 850-1000 °C [87], ou encore *Picasso et al.* pour l'Inconel X-750 à 700 °C [88].

Enfin, des études de cinétique de croissance ont aussi été menées dans le cas du Waspaloy. *Kelekanjeri et al.* ont évalué les changements de rayons des précipités γ' primaires après trois mises en solution différentes (1045, 1090 et 1145 °C pendant 4 h) et des revenus de 0,1 h à 263 h à 779 et 796 °C [89]. Les résultats en Figure I.14(a) montrent l'existence d'une corrélation linéaire entre le cube du rayon et le temps de revenu ; le matériau valide donc bien la théorie LSW dans ces conditions. De plus, les échantillons avec le revenu à 796 °C grossissent plus rapidement que ceux à 779 °C. La température de mise en solution semble avoir très peu d'effet sur la cinétique de croissance. En revanche, les 17 °C d'écart entre les deux traitements de vieillissement exercent une influence marquée. Des analyses de cinétique de précipitation à plus haute température, à 960 et 1000 °C pour des durées entre 30 min et 8 h (Figure I.14(b)), ont été réalisées par *Wang et al.* pour le Waspaloy [90]. Là encore les données montrent une relation linéaire entre le cube du rayon et le temps de revenu, avec une augmentation de la valeur du coefficient cinétique (pente des droites) quand la température est plus élevée. Des énergies d'activation pour ce phénomène de croissance des précipités γ' à 960 et 1000 °C ont été déterminées à 255 kJ·mol⁻¹ et 257 kJ·mol⁻¹ respectivement. Les superalliages base Ni ont généralement des énergies d'activation de l'ordre de 250-290 kJ·mol⁻¹ [91], [92], [93], [94], [95], [96], avec toutefois certains alliages faisant preuve de plus grandes valeurs : 335 kJ·mol⁻¹ pour le N18 [97] et 350-358 kJ·mol⁻¹ pour le René 65 [86], [98]. Par ailleurs, *Burlot et al.* ont récemment établi des énergies d'activation allant de 472 à 562 kJ·mol⁻¹ pour le grossissement de précipités γ' intergranulaires dans l'AD730, le René 65 et le Waspaloy [99].

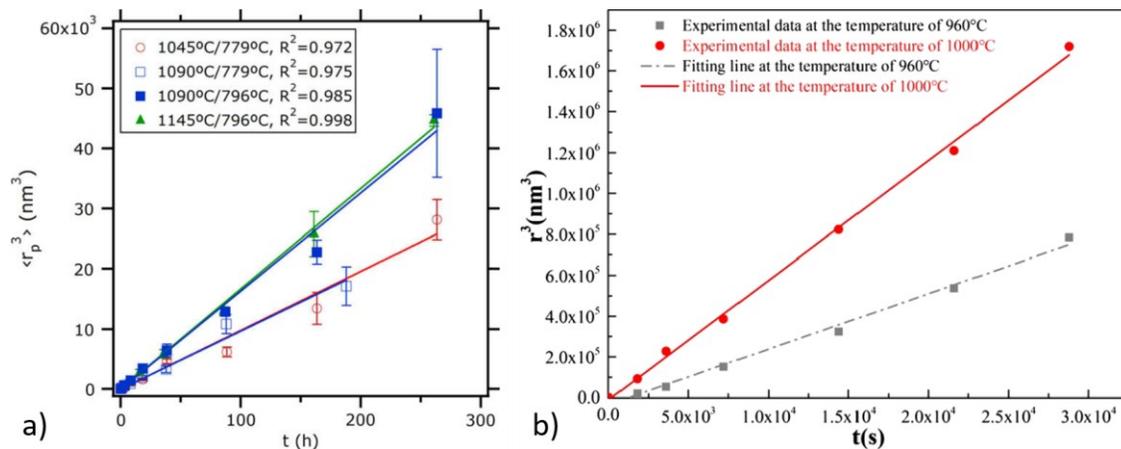


Figure 1.14. Cinétique de croissance des précipités γ' dans le Waspaloy : (a) à 779 et 796 °C après deux mises en solution différentes [89] et (b) à 960 et 1000 °C [90].

Ainsi la cinétique de croissance des précipités γ' du Waspaloy respecte la classique loi cubique LSW entre 779 et 1000 °C, d'après ces précédentes études. C'est donc avec cette théorie que nous essayerons de décrire le grossissement observé après les différents revenus appliqués dans cette étude.

1.1.d.iii. Coagulation

Le second mécanisme permettant l'abaissement de l'énergie totale d'interface est la coagulation. Ce phénomène se produit lorsque deux précipités sont suffisamment proches l'un de l'autre et que leurs champs de diffusion interagissent [100]. Il s'agit d'un phénomène stérique : lorsque la densité de précipités est importante, les précipités sont proches, et donc à mesure qu'ils grossissent, ils se touchent et coagulent. Il survient donc préférentiellement dans les matériaux à forte fraction volumique de précipités. Il s'agit aussi d'un mécanisme activé thermiquement qui mène à une diminution du nombre de précipités. Ces derniers ont toutefois une taille plus importante. Le volume de phase durcissante reste identique car l'unique particule issue de l'agglomération a un volume égal à la somme des deux précipités fusionnés. La surface totale des précipités diminue, atténuant ainsi la force motrice du mécanisme.

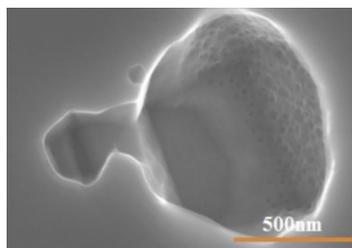


Figure 1.15. « Cou » de diffusion entre deux particules au début de la coagulation, lors d'un traitement thermique de 5 min à 1100 °C dans l'AD730™ [100].

La première étape de la coagulation est la formation d'un « cou » de diffusion entre les deux particules, comme illustré en Figure 1.15. Cette fonction se crée par le chevauchement des champs de

diffusion des précipités. Ensuite, une diffusion rapide le long de l'interface précipité-matrice conduit à sa migration et à l'agglomération finale des particules [101]. Les deux mécanismes de croissance peuvent coexister dans un même alliage. Dans l'AD730™, par exemple, *Masoumi et al.* ont déterminé que la coagulation contribue à hauteur de 97 % au grossissement, contre 3 % seulement pour le mûrissement d'Ostwald, entre 1080 et 1100 °C [100]. Il se peut aussi que l'un survienne en premier, souvent le mûrissement d'Ostwald, et ensuite l'agglomération est observée [102]. La coagulation est généralement observée lors de temps longs car la densité de précipités est importante et qu'ils sont gros.

1.1.e. Métallurgie du Waspaloy

1.1.e.i. Origine et composition chimique

Le Waspaloy a été développé et breveté en 1960 par *Rudolf Thielemann* [103], ingénieur chez Pratt & Whitney. L'alliage tire son nom du très connu moteur « *Wasp* » (guêpe) de l'entreprise, sur lequel il a été testé pour la première fois [104]. Ce superalliage base Ni est durci par précipitation de phase γ' . Il est utilisé pour les applications à haute température, notamment pour la fabrication de disques de turbines ; sa température maximale d'utilisation est couramment estimée à 750 °C, grâce à l'excellente stabilité thermique des précipités γ' [105]. Il est cependant de plus en plus souvent remplacé par l'Inconel 718, moins cher du fait de sa faible teneur en Co et son taux plus élevé en Fe. Ce remplacement est toutefois limité à des applications jusque 650 °C, les précipités γ'' (Ni_3Nb) métastables ayant vite tendance à se transformer en phase δ , thermodynamiquement stable et de même stœchiométrie.

La composition chimique générale du Waspaloy est présentée dans le Tableau I.4. L'important ratio Ti/Al est à noter, cela jouant en faveur de la précipitation de phase η . Nous verrons également en partie I.3 que cette grande teneur en (Al+Ti) implique pour ce matériau une faible soudabilité. Enfin, l'absence de Re, W, Nb et Ta, éléments encourageant la formation de phases TCP, laisse entendre que l'alliage est peu propice à leur apparition.

Tableau I.4. Composition chimique (% massique) du Waspaloy [106].

Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	C	Zr	Si	Mn	Cu	B	S	P
Base	18,00-21,00	12,00-15,00	3,50-5,00	2,75-3,25	1,20-1,60	<2,00	0,02-0,10	0,02-0,12	<0,75	<1,00	<0,50	0,003-0,01	<0,030	<0,030

1.1.e.ii. Microstructure du Waspaloy forgé après traitement thermique complet

Le Waspaloy forgé subit généralement un traitement thermique en 3 étapes, avec une mise en solution sub-solvus suivie de deux revenus, pour optimiser sa microstructure et ses propriétés mécaniques. La première étape est une mise en solution sub-solvus à 995-1035 °C pendant 2 à 4 h, suivie d'un premier

revenu à 845 °C pendant 4 h et d'un second à 760 °C pendant 16 h. Il s'agit là de la procédure pour mener à des propriétés optimales en traction à l'ambiante et à haute température, par l'obtention d'une structure à petits grains. Pour optimiser les propriétés en fluage et en fatigue, une mise en solution super-solvus (à 1080 °C par exemple) peut être mise en œuvre pour avoir de plus gros grains [106].

Dans la littérature, la plupart des études sur le Waspaloy forgé traitent du premier cas, avec le traitement thermique à mise en solution sub-solvus. Il en découle des petits grains maclés et équiaxes, de taille moyenne 25-55 μm [90], [107], [108], [109], comme présenté en Figure I.16(a). Les joints de grains sont décorés par des carbures primaires blocky et des carbures secondaires globulaires plus fins (Figure I.16(b)). Des analyses EDS (Figure I.16(c)) permettent de révéler que les MC sont enrichis en Ti et Mo, donc du type (Ti,Mo)C tandis que les secondaires sont enrichis en Cr et Mo, du type (Cr,Mo)₂₃C₆.

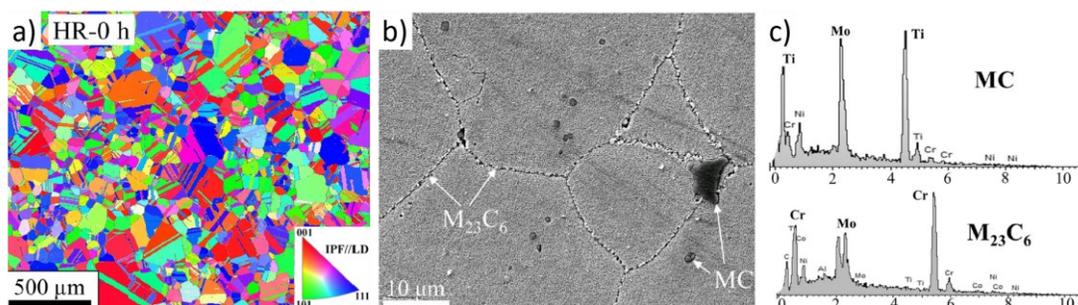


Figure I.16. Structure granulaire du Waspaloy forgé après traitement thermique classique en 3 étapes : (a) cartographie EBSD, (b) carbures $M_{23}C_6$ globulaires aux joints de grains et (c) spectres EDS des deux types de carbures. Adapté de [108].

Au sein des grains, la précipitation γ' est sphérique et bimodale, telle qu'illustrée en Figure I.17. La population de « gros » précipités a un diamètre de 135-300 nm, tandis que le second groupe de plus petits précipités sont autour de 35-90 nm de diamètre [90], [109], [110], [111].

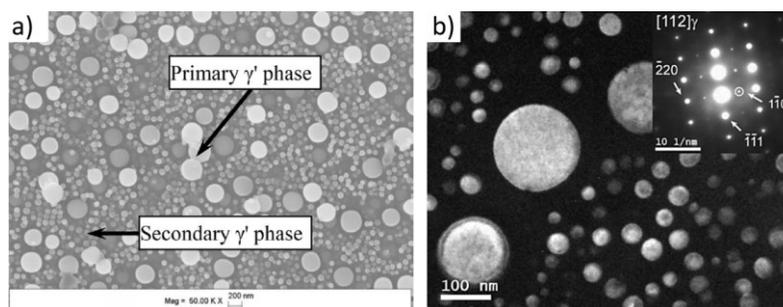


Figure I.17. Précipitation γ' bimodale du Waspaloy forgé après traitement thermique complet: (a) au MEB [90] et (b) au MET [84].

Même en ayant appliqué un traitement thermique complet au matériau, sa microstructure n'est pas à l'équilibre thermodynamique et peut donc continuer d'évoluer lorsqu'il se retrouve exposé à haute température ultérieurement. Il est alors important de connaître quelles transformations peuvent survenir, et à quelles températures.

1.1.e.iii. Températures caractéristiques et transformations de phase lors du vieillissement

Plusieurs logiciels, comme JMatPro ou Thermo-Calc®, permettent de prédire les transformations de phases et leurs températures associées pour un matériau de composition chimique donnée. *Liu et al.* sont les principaux auteurs à s'être intéressés à la stabilité du Waspaloy exposé de manière prolongée à haute température. Ils se sont notamment penchés sur l'effet de différents ratios de Ti/Al, en travaillant avec 3 variantes : ratio élevé (2,14), ratio moyen (1,44) et ratio bas (0,74) [108]. Pour les 3 nuances, les mêmes phases sont prédites à l'équilibre par Thermo-Calc® : γ , γ' , MC, $M_{23}C_6$ et σ . Toutes sont observées expérimentalement, à l'exception de la phase σ . Le Waspaloy n'est en effet pas sujet à la précipitation de phases TCP, aucune étude à ce sujet n'ayant été trouvée dans la littérature ; il est toutefois concevable que cela survienne en cas de ségrégation chimique extrême [112].

Les fractions molaires des phases prédites dans la gamme de température 600-1500 °C sont présentées en Figure I.18, pour les 3 ratios. Le ratio Ti/Al le plus faible permet de maximiser la fraction volumique en γ' , et d'augmenter les températures de solvus des précipités γ' (≈ 1035 - 1050 °C) et des carbures secondaires $M_{23}C_6$ (≈ 955 - 1025 °C). De plus, à partir de mesures expérimentales après vieillissement de 10 000 h à 800 °C, il a été conclu qu'un plus faible ratio nécessite plus longtemps pour atteindre l'équilibre thermodynamique et suggère donc une meilleure stabilité thermique de la phase γ' dans ces conditions.

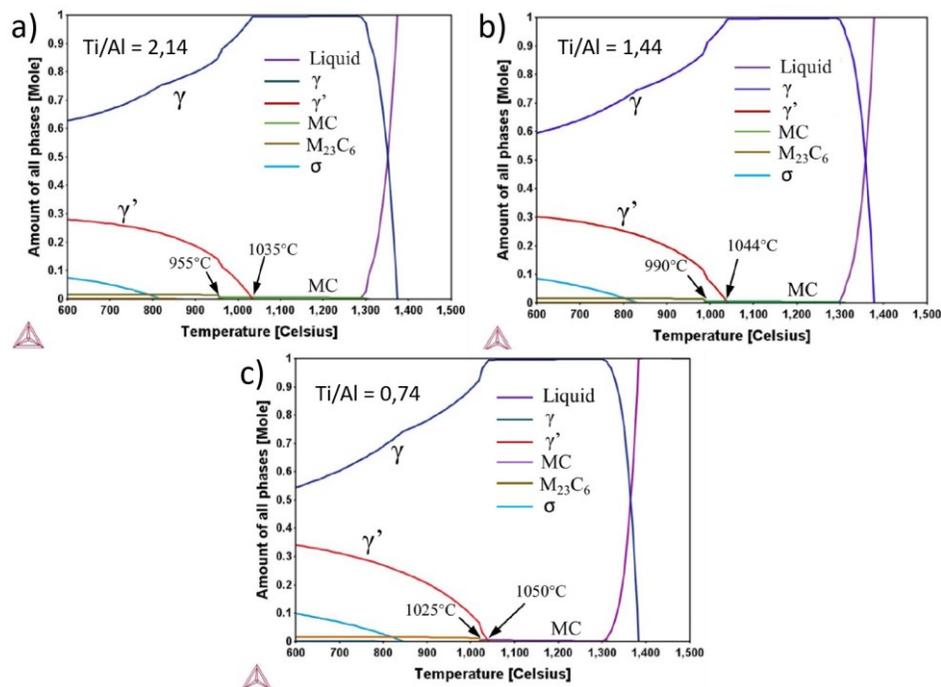


Figure I.18. Prédictions Thermo-Calc® (base de données TCNI6) des phases à l'équilibre dans le Waspaloy en fonction du ratio Ti/Al : (a) élevé – 2,14, (b) moyen – 1,44 et (c) bas – 0,74. Adapté de [108].

Les carbures secondaires $M_{23}C_6$, issus de la décomposition des carbures primaires MC lors des revenus, ont généralement dans le Waspaloy une morphologie globulaire telle que celle présentée en Figure I.16(b). Ces derniers présentent une relation d'orientation cube-cube avec la matrice γ et les précipités γ' : $\{001\}_{M_{23}C_6} \parallel \{001\}_{\gamma/\gamma'}$ et $\langle 001 \rangle_{M_{23}C_6} \parallel \langle 001 \rangle_{\gamma/\gamma'} [108]$. Toutefois, il a été observé lors du vieillissement des morphologies plus allongées, de type lattes ou plaquettes. Cela est connu et reporté dans les aciers depuis la fin des années 1960 : les précipités allongés dans les directions $\langle 110 \rangle_{\gamma}$ forment des figures de Widmanstätten et ont une croissance selon le plan $\{111\}_{\gamma}$ [113], [114]. *Sabol et Stickler* ont conclu que de tels carbures existaient également dans les superalliages base Ni [115]. De récentes études recensent en effet la présence de carbures $M_{23}C_6$ en aiguilles dans l'alliage C-HRA-2 (équivalent de l'Inconel 617B sans phase γ') [116], ainsi que sous forme de plaquettes dans le Waspaloy, autour des carbures MC [117]. La Figure I.19(a) illustre bien l'Équation 2, avec la formation conjointe de $M_{23}C_6$ et de phase γ' . Les auteurs ont montré que la croissance de ces précipités se fait, comme pour les aciers, dans le plan $\{111\}_{\gamma}$ et selon la direction $\langle 02\bar{2} \rangle_{\gamma}$, tel qu'illustré en Figure I.19(b,c).

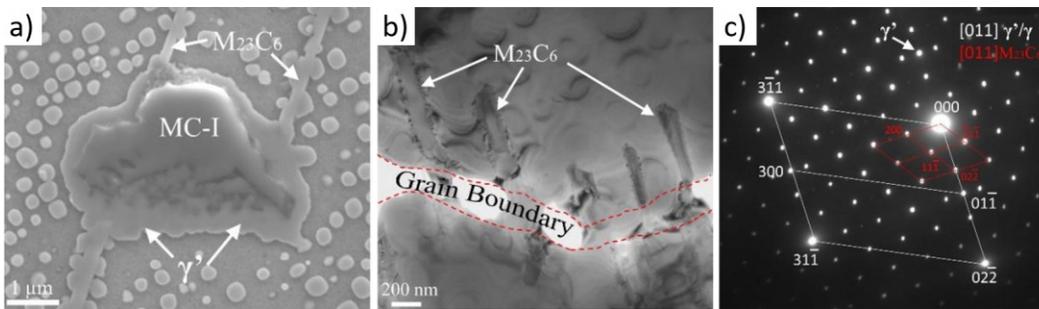


Figure I.19. Formation de carbures secondaires $M_{23}C_6$ en plaquettes dans le Waspaloy : (a) décomposition d'un carbure primaire MC, (b) croissance directionnelle aux joints de grains et (c) cliché de diffraction des phases γ , γ' et $M_{23}C_6$ [117].

La phase η , non observée après traitement thermique, est aussi reportée dans le Waspaloy lors du vieillissement [108], [117], [118], [119]. Sa précipitation est d'autant plus facilitée dans le matériau que le ratio Ti/Al est élevé [47], [118]. On trouve généralement les plaquettes/ lattes de phase η à proximité des carbures primaires MC (Figure I.20(a)), en lien avec leur dégradation et la formation synchrone de carbures secondaires $M_{23}C_6$ (Équation 4). *Liu et al.* ont étudié cette transformation de phase dans le Waspaloy après exposition prolongée (10 000 h) à 780 °C. Ils proposent deux mécanismes pour la formation de phase η , à partir de précipités γ' extra-larges (Figure I.20(b)). Ces précipités γ' extra-larges peuvent se former soit par coagulation pure, avec un précipité un peu plus gros qui annexe ses voisins plus petits (Figure I.21(a)), soit par agrégation de précipités fins autour d'un carbure primaire de petite taille (Figure I.21(b)). La phase η nucléée au sein même du précipité γ' dans le premier cas, tandis qu'elle se forme à l'interface entre le carbure et le précipité γ' dans le second. Par la suite, les lattes de phase η se développent au détriment de leur hôte.

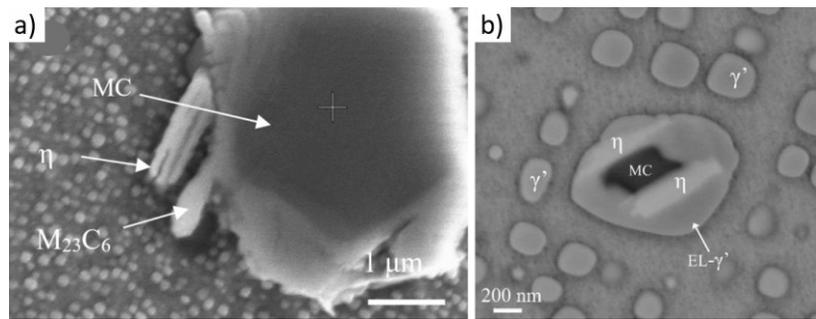


Figure I.20. Formation de phase η dans le Waspaloy à partir de carbures primaires MC : (a) co-nucléation avec les carbures $M_{23}C_6$ [119] et (b) au sein d'un précipité γ' « extra-large » [117].

La présence de fautes d'empilement est constatée dans les deux cas, en cohérence avec la littérature détaillée en partie I.1.b.ii. De plus, l'un des deux mécanismes a une cinétique plus rapide que l'autre. En effet, la nucléation de phase η survient plus rapidement avec l'aide de petits carbures qui permettent une diffusion facile et rapide du Ti nécessaire à la formation des lattes. On peut alors conclure qu'en fonction de leur taille, les carbures primaires MC jouent des rôles différents dans l'apparition de phase η . Lorsqu'ils sont gros ($> 1 \mu\text{m}$), ils se décomposent en $M_{23}C_6 + \eta$ tel que décrit dans la littérature classique. S'ils sont de petite taille ($< 1 \mu\text{m}$), ils peuvent servir de centre de coagulation pour les précipités γ' et fournir une interface γ'/MC qui promeut la nucléation de phase η .

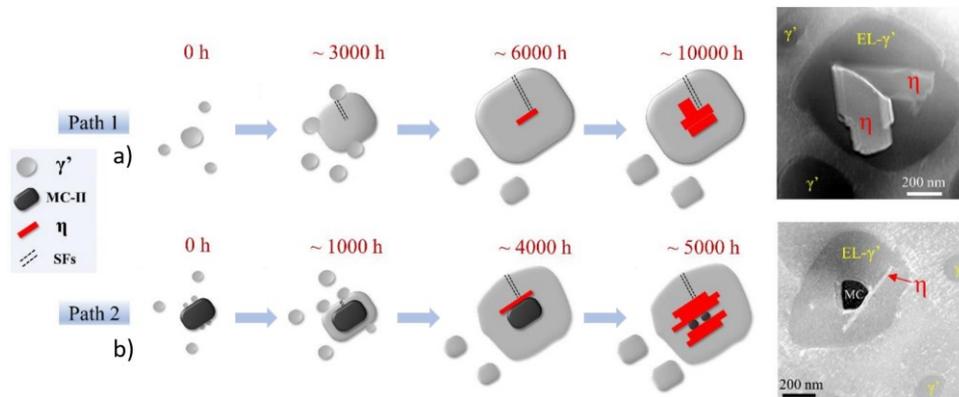


Figure I.21. Mécanismes de formation de phase η dans le Waspaloy à partir de précipités γ' extra-larges (EL- γ'), de petits carbures primaires (MC-II) et de fautes d'empilements (SFs). (a) Mécanisme par coagulation pure de γ' , et (b) par coagulation autour d'un carbure MC. Adapté de [117].

En termes de températures caractéristiques pour toutes ces transformations, *Utada et al.* ont comparé les résultats expérimentaux obtenus par analyse thermique de type calorimétrie différentielle à balayage (*Differential Scanning Calorimetry, DSC*) avec les prédictions de Thermo-Calc® (base de données TTNi8) [107]. Les données sont présentées dans le Tableau I.5. Cette fois-ci, ce sont les phases TCP σ et μ qui sont prédites, et non plus η . Enfin, *Andersson et al.* ont établi le diagramme pseudo-binaire Ti/Ni du Waspaloy (Figure I.22) [120]. Il en ressort une température de liquidus à $1350 \text{ }^\circ\text{C}$ et de solidus à $1280 \text{ }^\circ\text{C}$, en cohérence avec les données de *Utada et al.* [107].

Tableau I.5. Comparaison de données expérimentales DSC et de la simulation Thermo-Calc® pour le Waspaloy [107].

	DSC (°C)	Thermo-Calc® (°C)
Liquidus	1369	1364
Solidus	1287	1266
MC	-	1304
γ'	1044	1022
$M_{23}C_6$	-	964
σ/μ	598	664

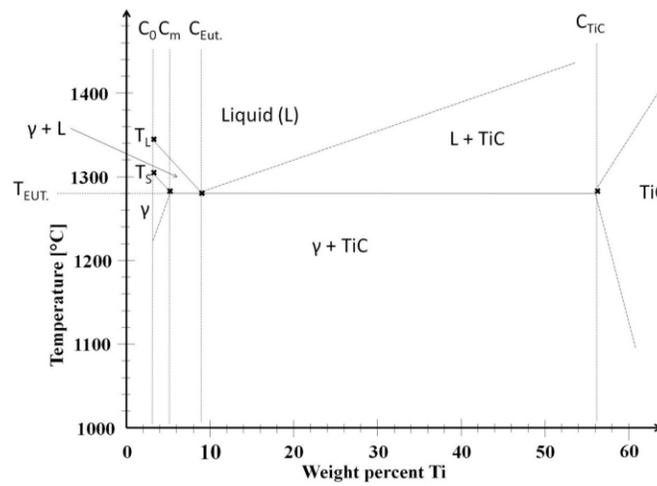


Figure I.22. Diagramme de phase pseudo-binaire Ti/Ni du Waspaloy [120].

Ainsi, on peut de manière générale retenir pour le Waspaloy les transformations et températures suivantes :

- Précipités γ' : grossissement à 600-1000 °C [90], [121] et dissolution totale à 1022-1050 °C ;
- Carbures primaires MC : décomposition à 700-1000 °C et dissolution totale à 1280-1305 °C ;
- Carbures secondaires $M_{23}C_6$: formation à 700-1000 °C (par décomposition des carbures primaires MC) et dissolution totale à 955-1025 °C ;
- Phase η : formation lors d'expositions longues (quelques milliers d'heures) au-delà de 750 °C ;
- Phases TCP σ et μ : souvent prédites par les simulations thermodynamiques à l'équilibre, mais non observées expérimentalement dans la littérature. Leur formation serait toutefois envisageable en cas de ségrégation chimique extrême.

I.2. Fabrication additive des superalliages base nickel

I.2.a. Classification et principaux procédés

I.2.a.i. Définition selon la norme

Selon l'ISO/ASTM 52900, datant de 2015, la fabrication additive (FA) est un terme très général regroupant toutes les technologies permettant, sur la base d'une représentation géométrique, de créer des objets physiques par addition successive de matière, souvent sous la forme de couches. Le mot « additive » est employé pour distinguer des deux autres grands types de fabrication : la mise en forme (forgeage, coulage, moulage par injection etc.) et l'usinage (fabrication « soustractive », avec enlèvement sélectif de matière par fraisage, perçage, grenailage etc.) [122].

I.2.a.ii. Classification et popularité des procédés à base poudre

Dans la très grande famille que représente la FA, on peut classer les procédés de plusieurs façons. La Figure I.23, par exemple, montre une classification selon, premièrement, le type de source de chaleur (laser, faisceau d'électrons ou arc électrique) puis selon la nature de la matière première (poudre ou fil). Les procédés à base poudre sont les plus connus et les plus étudiés depuis une dizaine d'années, avec notamment la fusion sélective par laser (*Selective Laser Melting, SLM*) et la fusion par faisceau d'électrons (*Electron Beam Melting, EBM*), deux technologies basées sur le principe de fusion sur lit de poudre (*Powder Bed Fusion, PBF*) illustré en Figure I.24(a). Ces derniers sont adaptés à la fabrication de pièces entières. Pour les applications de réparation, les procédés de dépôt de matière sous flux d'énergie dirigé (*Directed Energy Deposition, DED*) sont plus adéquats, consistant en une fusion directe de poudre, ou de fil, sur un substrat à partir d'une source d'énergie (laser, faisceau d'électrons, arc électrique). La Figure I.24(b)) montre l'exemple de la fusion laser par projection de poudre (*Laser Metal Deposition, LMD*).

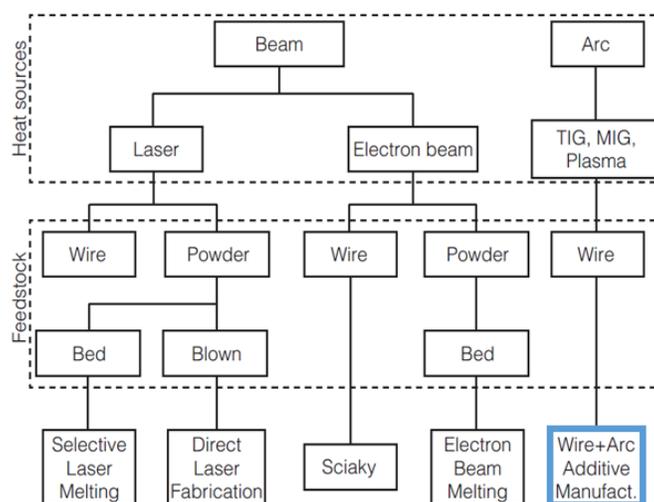


Figure I.23. Classification des procédés de FA en fonction de la source de chaleur et du type de matière première [123].

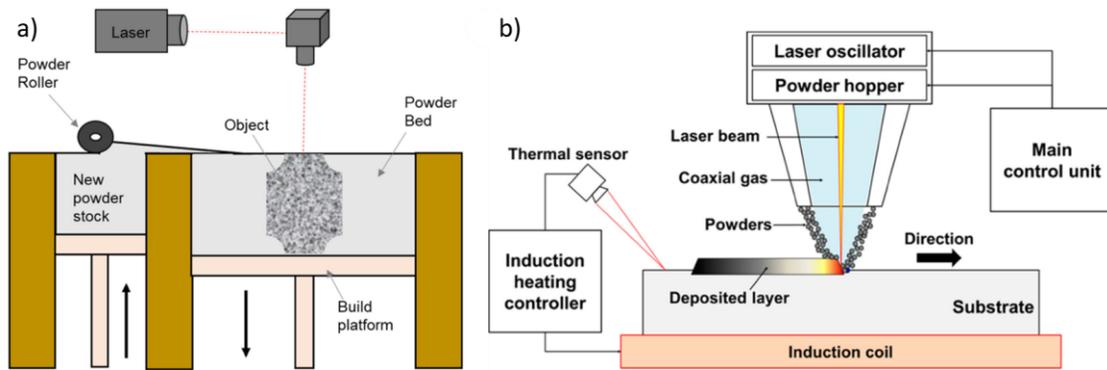


Figure 1.24. Schémas explicatifs de procédés de FA à base poudre : (a) SLM et (b) LMD-poudre [124].

De nombreuses études sur les superalliages élaborés par FA à base poudre sont disponibles dans la littérature. Les microstructures et les propriétés mécaniques sont connues [125], [126], [127], [128], [129], [130], [131]. Les procédés arc-fil, bien qu'ancestraux, sont nettement moins étudiés pour cette classe de matériaux, et encore moins dans le cas du Waspaloy.

1.2.a.iii. Soudage et fabrication additive arc fil

Le soudage à l'arc électrique, dont l'invention remonte au début des années 1800 [132], est souvent connu comme un moyen d'assemblage de deux composants métalliques. Il peut toutefois être vu comme un ancêtre de la FA. A travers l'idée de superposition des cordons pour en faire des objets, l'un des premiers à conceptualiser le soudage comme possible procédé de FA est *Baker*. Il dépose dès 1920 un brevet pour une « méthode de formation de dépôts métalliques, comprenant l'établissement d'un arc entre une électrode fusible et une base métallique, et la manipulation de cette électrode pour produire des dépôts superposés pour former les parois d'un récipient » [133]. Quelques figures du brevet illustrant ce propos sont présentées en Figure 1.25.

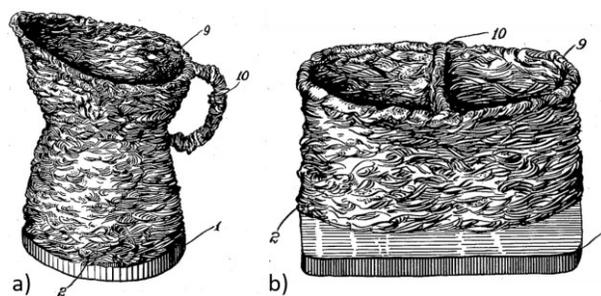


Figure 1.25. Premières conceptualisations d'objets réalisables par superposition de cordons de soudage [133].

Depuis, l'idée s'est développée et on peut parler de fabrication additive arc-fil (*Wire Arc Additive Manufacturing, WAAM*). On distingue en général 3 procédés majeurs : le soudage à électrode fusible (*Metal Inert Gas, MIG* ou encore *Gas Metal Arc Welding, GMAW*), le soudage à électrode non fusible

(*Tungsten Inert Gas, TIG* ou encore *Gas Tungsten Arc Welding, GTAW*) et le soudage plasma (*Plasma Arc Welding, PAW*) [134], [135]. Dans le cas du soudage MIG, la fusion est assurée par un arc électrique établi entre le bout du fil électrode fusible et la pièce à recharger (Figure I.26(a)), sous la protection d'un gaz inerte (type hélium et/ou argon). Cela préserve également le bain de fusion et le substrat. Les procédés de soudage TIG et PAW se basent eux aussi sur un arc électrique mais l'électrode est non fusible ; il est donc nécessaire d'avoir un système d'alimentation séparé pour le fil de rechargement. Ces deux technologies sont les plus utilisées à l'heure actuelle pour la réparation mais ne seront pas détaillées dans ce manuscrit, le *Cold Metal Transfer (CMT)* n'étant ni plus ni moins qu'une variante du soudage MIG. Son fonctionnement et ses particularités sont détaillées dans la partie suivante.

Les modes de transfert de matière en soudage MIG, et leurs déclinaisons, peuvent être représentés dans un graphique avec la tension (U) en fonction du courant (I). La Figure I.26(b) montre une version récente de cette classification, par *lordachescu et Quintino* [21]. Ils peuvent être définis en trois catégories, en fonction de l'élément clé qui permet le détachement de la matière fondue :

- Court-circuit (mode A), avec la force résultant de la tension superficielle. C'est ce mode de transfert qui est pratiqué en CMT ;
- Globulaire (mode B), avec la force résultant de la gravité. On peut distinguer deux déclinaisons : goutte globulaire (B1) et globulaire repoussé (B2) ;
- Spray (mode C), avec la force résultant de la pression d'arc. On peut distinguer trois déclinaisons : goutte à goutte (C1), diffusion continue (C2) et en rotation (C3).

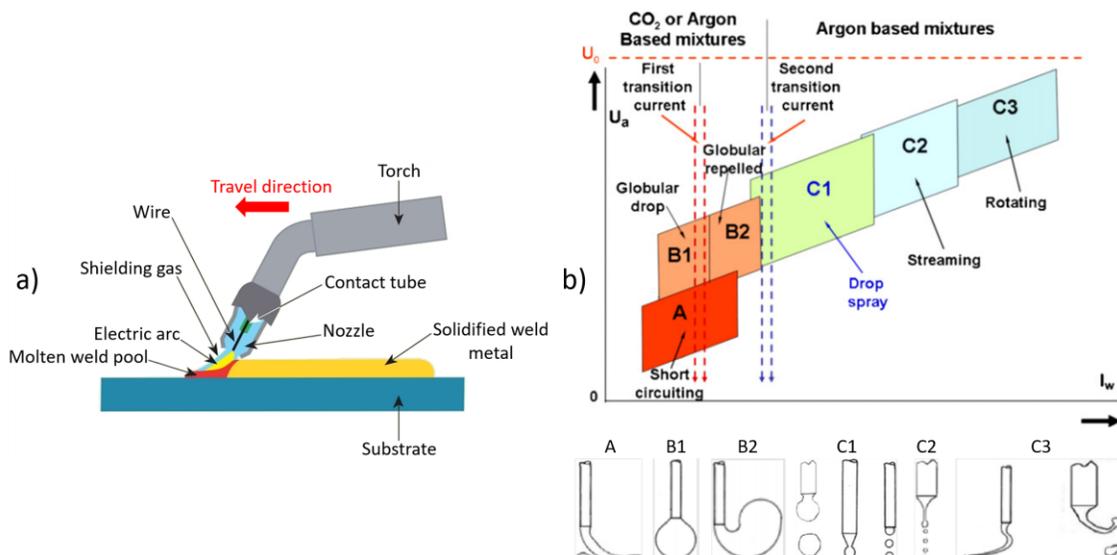


Figure I.26. Soudage MIG : (a) schéma de principe et (b) modes fondamentaux de transfert de matière [21].

1.2.b. Cold Metal Transfer (CMT)

1.2.b.i. Fonctionnement du procédé, description du cycle et avantages

Développé par l'entreprise autrichienne Fronius au début des années 2000, le *Cold Metal Transfer* (CMT) a d'abord été investigué pour le soudage à l'arc des aciers et des alliages d'aluminium [136], [137], [138]. Il apparaît comme une variante du soudage MIG, où l'adjectif « froid » est introduit pour souligner l'apport de chaleur très réduit par rapport au procédé conventionnel. Il a en particulier été pensé pour souder des tôles minces en raison de la ZAT réduite. En effet, le procédé repose sur le mouvement de va-et-vient du fil électrode, qui permet un transfert de matière très précis en court-circuit contrôlé [19]. Le transfert de la goutte entre le fil électrode et le substrat est illustré en Figure I.27(a). Ce dépôt se fait à basse tension et bas courant (Figure I.27(b)), ce qui le rend très stable, précis et surtout, contrôlé.

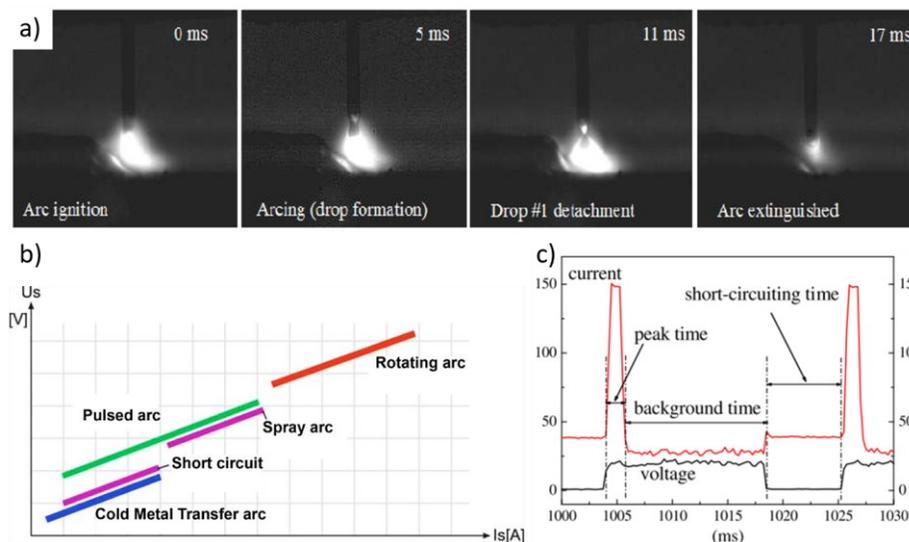


Figure I.27. Procédé CMT : (a) visualisation du détachement de la goutte [139], (b) comparaison des courants et tensions avec les autres modes de transfert [140] et (c) évolution du courant et de la tension au cours du cycle [141].

Feng *et al.* ont étudié le procédé CMT en terme de courant et de tension ; les formes d'onde lors d'un cycle sont présentées en Figure I.27(c). Le cycle est défini comme la période nécessaire pour déposer une goutte de matière fondue dans le bain de fusion [142]. Il peut être découpé en trois phases :

- La phase de pointe de courant (« *peak time* ») est responsable de l'allumage de l'arc et de la fonte du fil électrode pour former la goutte. La tension de l'arc reste constante tandis qu'il y a un pic de courant ;
- La phase de fond (« *background phase* ») consiste en une réduction brusque du courant afin d'empêcher le transfert globulaire de la goutte formée sur la pointe du fil électrode vers le bain de fusion. La tension reste relativement faible jusqu'au court-circuit.
- La phase de court-circuit (« *short-circuiting time* ») correspond au contact du fil électrode avec le bain de fusion. La tension de l'arc est amenée à zéro. Le courant est parallèlement très faible,

contrairement au soudage MIG conventionnel où il croît rapidement. Le court-circuit est détecté par le système automatisé qui envoie un signal à l'alimentateur de fil ; ce dernier est rétracté par une force de traction arrière. Ce retrait permet d'augmenter la tension superficielle de la goutte et engendre son transfert dans le bain de fusion. L'arc est ensuite rallumé, le fil électrode est avancé à nouveau et le cycle est répété autant de fois que nécessaire.

A partir de l'échelle de l'axe des abscisses en Figure I.25(c), il est important de noter la brièveté d'un cycle. Une goutte est déposée toutes les 18 ms environ, donc le procédé permet le dépôt d'une cinquantaine de gouttes de métal fondu en l'espace d'une seconde. De plus, bien que principalement étudié pour les alliages d'aluminium, quelques analyses ont été publiées pour les superalliages base Ni. En particulier, *Benoit et al.* ont montré que le procédé CMT était tout à fait adapté au soudage de l'Inconel 718 [20]. Il a été déterminé le procédé CMT engendre des taux de refroidissement très semblables à ceux du soudage laser (par exemple $1168\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$ pour le Haynes 282 [143] et $813\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$ pour l'Inconel 738 [144]), dans le cas de dépôts d'un unique cordon [19]. Pour des structures multicouches, *Van et al.* ont mesuré des taux bien inférieurs, entre 5,4 et $50\text{ °C}\cdot\text{s}^{-1}$ [145].

1.2.b.ii. Modes d'utilisation

Fronius propose divers modes d'utilisation de son procédé CMT. Le mode conventionnel, tel que décrit dans la partie précédente, est lui-même déclinable en 3 variantes en jouant avec le type d'arc employé [146] :

- CMT *pulse* (CMT-P) (Figure I.28(a)) : Cette variante reprend le procédé conventionnel en ajoutant des impulsions. Cela engendre donc un apport de chaleur supérieur, nécessaire pour certaines applications.
- CMT *advanced* (CMT-ADV) (Figure I.28(b)) : Alors que le procédé conventionnel emploie un courant à polarité positive, le CMT-ADV intègre des alternances de polarités négatives et positives, avec l'inversion pendant la phase de court-circuit. Il y a donc combinaisons de cycles CMT polarisés négativement et de cycles CMT polarisés positivement. Cela réduit l'apport de chaleur par rapport au CMT classique.
- CMT *pulse advanced* (CMT-PADV) (Figure I.28(c)) : Le CMT-PADV reprend le principe d'inversion de polarité de courant avec la superposition d'impulsions. Il y a donc combinaison de cycles CMT polarisés négativement et de cycles à impulsions polarisés positivement. C'est cette variante du CMT qui permet d'avoir l'apport de chaleur le plus faible.

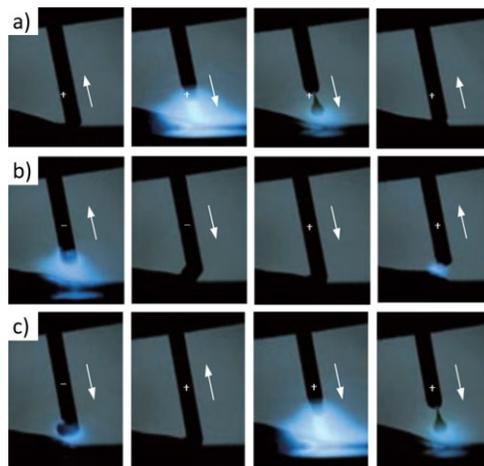


Figure 1.28. Visualisation du transfert de matière et des inversions de polarité de courant en fonction du mode d'arc : (a) CMT-P, (b) CMT-ADV et (c) CMT-PADV [146].

Cong *et al.* ont étudié le mode conventionnel et ses variantes CMT-P, CMT-ADV et CMT-PADV et suivi l'évolution du courant et la tension d'arc au cours du temps pendant un cycle [147]. Les formes d'ondes sont présentées en Figure 1.29. Gierth *et al.* ont mené une étude similaire [148]. Ils ont déterminé, pour une même vitesse d'avance, que l'apport de chaleur était le plus faible avec le mode CMT-PADV, tel qu'annoncé par Fronius. Ces mêmes auteurs se sont également intéressés à l'effet du mode d'arc sur le temps nécessaire pour fabriquer une même structure. Pour une pièce qui prend 5 h et 20 min à être construite en CMT conventionnel, le CMT-ADV permet un gain de temps de 22 % et le CMT-PADV de 33 %. Ceci est une information très intéressante, notamment dans le domaine de la MRO, où il faut recharger des pièces de plus en plus vite, pour respecter les délais impartis.

Plus récemment, le CMT *cycle step* a été introduit [149], [150]. Il permet de définir à la fois le nombre de gouttes individuelles transférées au bain de fusion et le temps de pause entre les cycles, proposant ainsi un mode de dépôt discontinu. L'aspect des structures est légèrement différent, avec la présence d'ondulations bien définies dans les cordons. Peng *et al.* ont étudié le CMT *cycle step*, et en particulier l'effet du temps de pause pour un nombre de cycles CMT donné pour le soudage/brasage l'alliages d'aluminium avec des aciers [151]. La Figure 1.30 illustre les changements dans l'apparence des cordons en faisant évaluer ce paramètre. Il en a été conclu que l'apport de chaleur diminue en augmentant ce temps d'intervalle, entraînant des cordons moins larges et des ondulations moins denses. En raison des temps de pause, cette alternative a une moins bonne productivité que le procédé continu conventionnel (jusqu'à deux fois plus lente) et consomme donc davantage de gaz protecteur [152]. Toutefois, l'apport de chaleur en est réduit et permet un dépôt très précis, particulièrement adapté aux applications de revêtement (*cladding*), aux composants très fins ou aux sections à la dissipation de chaleur problématique.

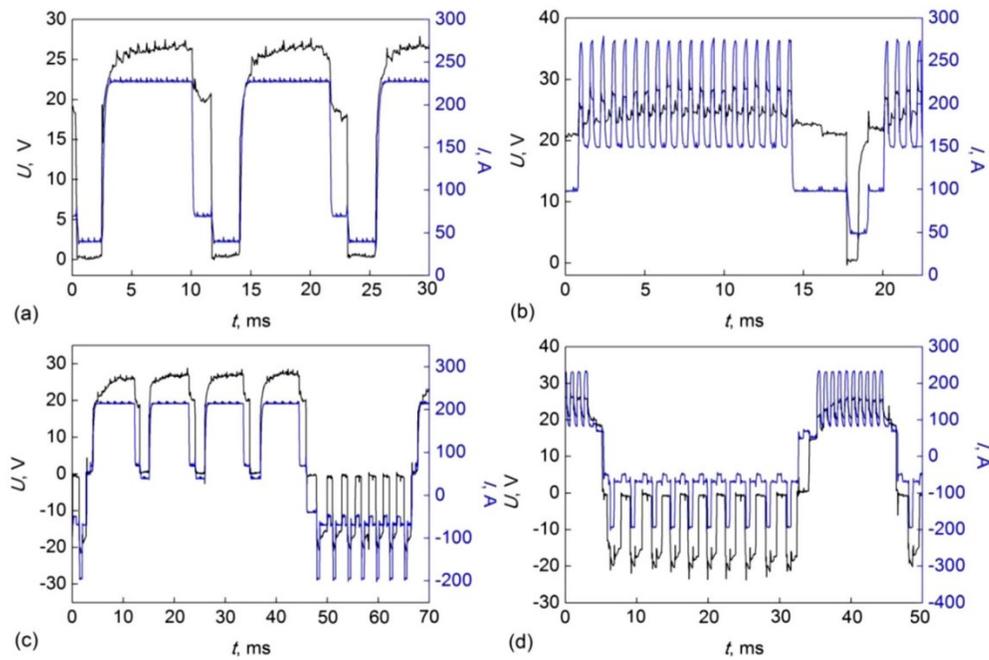


Figure 1.29. Caractéristiques de courant et de tension en fonction du mode employé : a) CMT conventionnel, (b) CMT-P, (c) CMT-ADV et (d) CMT-PADV [147].



Figure 1.30. Apparence de cordons en CMT cycle step en faisant varier le temps de pause pour un nombre de cycles fixé à 4. Adapté de [151].

1.2.b.iii. Paramètres principaux

Les paramètres du procédé sont des éléments majeurs sur lesquels il est possible de jouer pour obtenir différentes microstructures, et donc différentes propriétés mécaniques associées. Parmi les principaux paramètres, on retrouve notamment :

- La vitesse de dévidage du fil (*Wire Feed Speed, WFS*) est le paramètre majeur du procédé CMT. Elle correspond à la vitesse à laquelle le fil (métal d'apport) est amené à travers la torche, et prend souvent

des valeurs entre 4,5 et 8 m·min⁻¹ [20], [136], [139], [147]. Il a été prouvé que lorsque WFS augmente, les cordons sont plus larges, plus étalés, mais aussi plus profonds [19] ;

- La vitesse d'avance de la torche (*Travel Speed, TS*) correspond à la vitesse à laquelle la torche se déplace par rapport à la surface du substrat, ou de la pièce à recharger. Les valeurs données à ce paramètre sont généralement comprises entre 0,25 et 1,0 m·min⁻¹ [139], [153], [154]. *Cong et al.* ont établi qu'une TS élevée entraîne l'obtention d'un cordon plus étroit et moins profondément ancré dans le substrat [147] ;
- La tension (U) et le courant (I) sont automatiquement ajustés, dans le cas de postes à souder récents, par un microprocesseur dans une synergie pré-enregistrée qui simplifie l'utilisation de l'équipement. La synergie est choisie en fonction de la WFS désirée [20], [138], [139], [154] ;
- L'apport de chaleur (*Heat Input, HI*), qui tient généralement compte de U et I, donc dépend très fortement de la WFS [20], [138], [153], [155]. Les valeurs dans la littérature sont de l'ordre de 50 à 350 J·mm⁻¹. D'après l'American Society of Mechanical Engineers (ASME), en particulier la section IX [156] qui est devenue un guide de conduite international en matière de soudage, il convient pour un procédé contrôlé par la forme d'onde, comme le CMT, d'utiliser la formule générale en Équation 8 pour calculer l'apport de chaleur [156] :

$$HI = \frac{P_{fournie} \cdot t_{arc}}{longueur} \quad \text{Équation 8}$$

La puissance peut être calculée par le produit du courant et de la tension. De plus, il est possible de découper le temps d'arc, t_{arc} , en 3 parties : t_p le temps de pointe de courant, t_f le temps de fond et t_{cc} le temps de court-circuit. De même, on fait l'hypothèse que le courant prend 3 valeurs : I_p pendant le pic, I_f pendant la phase de fond, et I_{cc} pendant le court-circuit. Or t_p constitue 50 % de la période d'un cycle, tandis que t_f et t_{cc} constituent chacun 25%. L'Équation 8 devient alors l'Équation 9 [153] :

$$HI = \frac{U \cdot t_{arc} \left(\frac{I_p}{2} + \frac{I_f}{4} + I \right)}{longueur} \quad \text{Équation 9}$$

Selon *Pickin et al.*, augmenter WFS augmente P qui entraîne une augmentation de HI [139]. *Ola et Doern* ont également démontré l'existence d'une relation linéaire entre HI et WFS [19] ;

- Le débit de gaz protecteur (D), argon pur ou mélange argon/hydrogène, qui prend souvent des valeurs entre 15 et 20 L·min⁻¹ [19], [20], [147].

D'autres paramètres, moins souvent pris en considération, existent et peuvent avoir un impact sur la qualité du cordon obtenu :

- La correction de la longueur d'arc (*Arc Length Correction, ALC*) peut être ajustée entre -30 % et +30 [154]. Un arc court favorise la vitesse de dévidage (WFS) mais affecte les contre-dépouilles, alors qu'un arc long permet l'obtention de meilleures arêtes et d'un cordon de soudure plus large [157] ;
- La correction dynamique (*Dynamic Correction, DC*) ajuste la force de détachement de la gouttelette [149], [157]. Elle prend des valeurs entre -5 et +5 [154] ;
- La distance entre la pointe de l'électrode et le substrat (*Contact Tip to Work Distance, CTWD*, ou *Stick Out*), qui affecte la pénétration du substrat, le taux de dépôt ainsi que l'aspect général du cordon, notamment sa hauteur [139], [157]. Une valeur entre 10 et 15 mm lui est généralement assignée. *Henckell et al.* ont montré qu'augmenter CTWD mène à une augmentation du diamètre de la goutte formée, comme illustré en Figure I.31(a,b). Cela engendre des couches plus hautes, donc des murs plus hauts et une rugosité en surface plus prononcée (Figure I.31(c-e)).

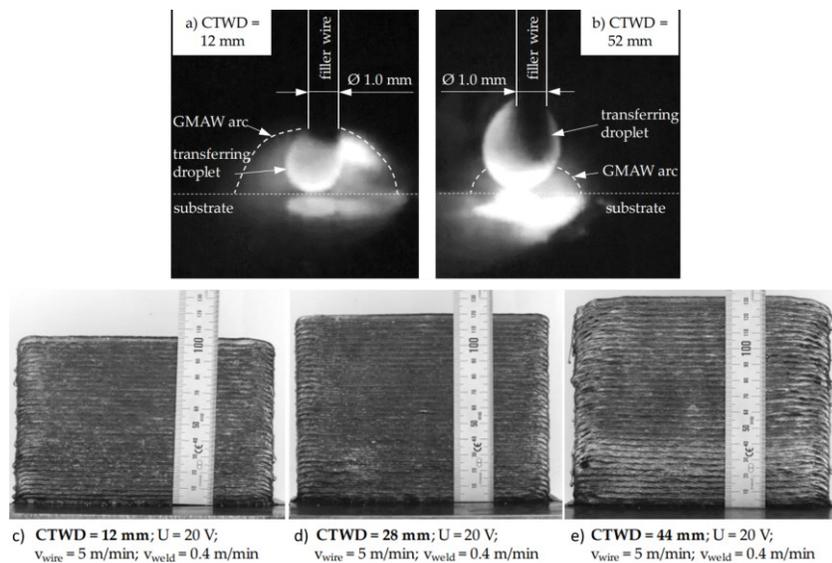


Figure I.31. Effet de CTWD en soudage MIG sur : (a,b) la taille de la goutte et (c-e) sur la hauteur du mur [158].

Dès 1992, *Dickens et al.* ont entrepris d'étudier le « soudage 3D », en particulier les effets des principaux paramètres du procédé sur les variables géométriques (hauteur et largeur des cordons) [159]. Ces derniers (courant, WFS, CTWD, diamètre du fil et TS) sont synthétisés dans le Tableau I.6.

Tableau I.6. Résumé des effets des paramètres du procédé [159].

Increasing Variable	Effect on Measured Variable			
	Arc Voltage	Current	Bead Width	Bead Height
Voltage	↑	=/↑	↑	↓
Wire Feed	↓	↑	↑	↑
Stickout	↑	↓	↓	↑
Wire Diameter	↓	↑	↑	↑
Velocity	=	=	↓	↓

1.2.b.iv. Comparaison du WAAM et du CMT avec d'autres procédés

A partir de la présentation qui a été faite du procédé et connaissant ses principaux paramètres, il est intéressant de comparer le CMT (ou le WAAM en général) à d'autres procédés de FA, notamment ceux à base poudre. *Martina* a produit le graphique radar en Figure I.32 sur la base de son expérience avec les différents types de procédés [160]. Les procédés WAAM contrastent des procédés à base poudre (lit ou projection) grâce à leur excellente utilisation de la matière première, taux de dépôt et les économies financières qui en résultent. On peut noter également la plus grande liberté de pièce à fabriquer en termes de taille. En revanche, ils sont peu précis en raison de l'épaisseur des cordons déposés, et ne permettent pas autant de détails et de géométries complexes que les procédés à base poudre. En effet, la résolution en WAAM est d'environ 1,5-3 mm, tandis qu'elle peut atteindre 30-40 µm pour les technologies PBF [161], [162], [163].

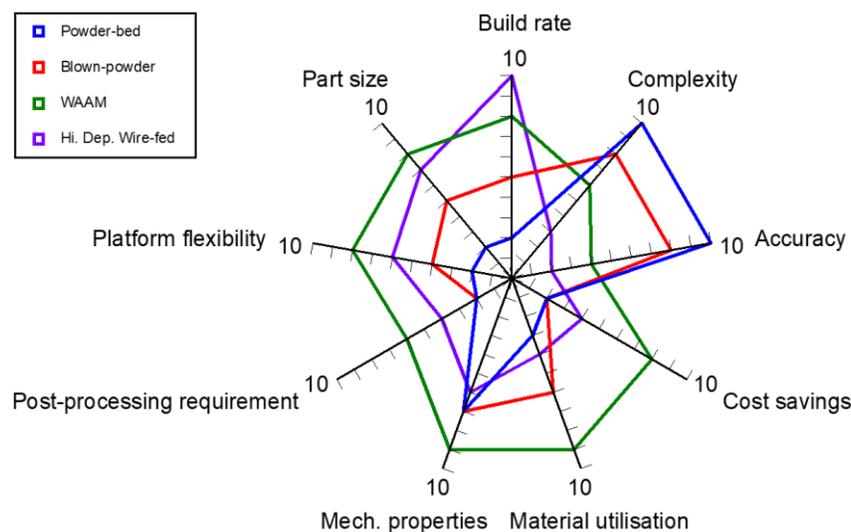


Figure I.32. Graphique radar de comparaison entre WAAM et procédés à base poudre [160].

En particulier, *Kindermann et al.* ont étudié l'Inconel 718 élaboré par CMT et l'ont comparé à d'autres moyens de FA (EBM, SLM et LMD) [164]. A partir de données issues de plusieurs études, ils ont résumé les différences des procédés en termes de largeur (Figure I.33(a)) et hauteur du dépôt (Figure I.33(b)), ainsi que des paramètres (Figure I.33(c)). Le CMT est le procédé produisant les dépôts les plus larges et les plus hauts, avec le plus grand apport de chaleur HI. En effet, le HI pour le CMT est 1000 fois plus élevé que pour l'EBM et le SLM, et 10 fois plus élevé que pour le LMD. Les auteurs en ont conclu que les procédés SLM et EBM sont avantageux pour les petits composants à géométries complexes, alors que le CMT et le LMD sont adaptés aux grands composants structurels.

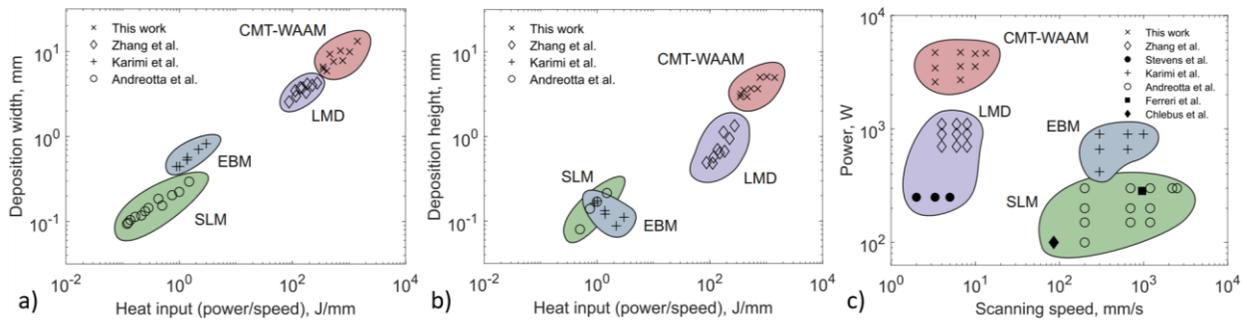


Figure 1.33. Comparaison du CMT avec les procédés LMD, EBM et SLM pour : (a) la largeur du dépôt, (b) la hauteur du dépôt et (c) les paramètres du procédé [164].

Lu et al. ont également comparé un procédé WAAM et un procédé DED à base poudre (LMD) appliqués à l'Inconel 718 [165]. Pour une même vitesse de $3 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$, les deux procédés nécessitent des densités d'énergie volumétrique (Q_e) très différentes pour obtenir des cordons de bonne qualité : $14\text{-}27 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-3}$ pour le WAAM et $24\text{-}46 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-3}$ pour le LMD (Figure 1.34). Le volume total d'énergie absorbée par unité de temps dans le procédé LMD est inférieur à celui du WAAM, ce qui entraîne cette différence dans des conditions de puissance effective égale. Le WAAM est plus efficace que le LMD en raison de son excellente utilisation de la matière première pour une puissance et une vitesse égale entre les deux procédés.

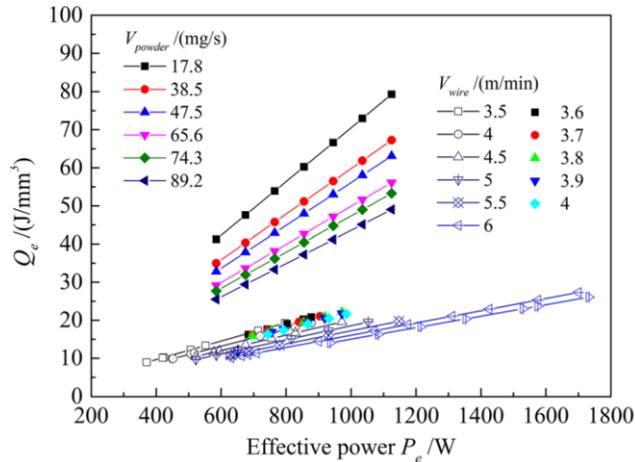


Figure 1.34. Relation entre la densité d'énergie volumétrique effective et la puissance effective en fonction de la matière première (fil pour le WAAM et poudre pour le LMD) [165].

1.2.c. Avantages et limites du WAAM

1.2.c.i. Avantages pour la réparation rapide de pièces de grandes dimensions

Les procédés WAAM, de manière générale, présentent des avantages majeurs pour la réparation rapide de pièces métalliques de grandes dimensions [135], [154], [166], [167], [168], [169], [170]:

- Un taux de dépôt élevé, typiquement entre 2 et 4 kg·h⁻¹. Cela permet de grandement réduire le temps de fabrication (-40 à -60 %) et le temps d'usinage post-fabrication (- 15 à - 20 %) en comparaison avec la fabrication classique « soustractive » [166].
- Un coût inférieur à la fabrication « soustractive » également, avec jusqu'à -69 % [123]. De plus, les procédés à base de poudre reviennent parfois encore plus chers que la mise en forme et l'usinage classiques. La consommable, à savoir le fil, et le système robot, sont généralement moins onéreux que la poudre et les machines à enceinte fermée nécessaires à son utilisation. Le WAAM est alors très compétitif.
- Une facilité de stockage de la matière première. En effet, les poudres peuvent être responsables de problèmes respiratoires par inhalation en raison de leur taille micrométrique [171], [172]. Certains métaux, comme le Ni, sont qui plus est allergisants et cancérigènes. Le fil présente alors moins de risques sur la santé et nécessite moins de précautions dans son utilisation et son stockage.

De plus, les technologies de FA font preuve de différentes valeurs d'efficacité énergétique en fonction de leur source d'énergie [173], [174]. En effet, les procédés base laser ont une efficacité entre 30 % et 50 % [175], tandis que les procédés à faisceau d'électrons (EBM par exemple) ont prouvé une efficacité entre 90 et 95 % [176], [177]. Des études ont établi une efficacité énergétique entre 70,2 % et 84 % pour les procédés de type MIG [178], [179]. En particulier, pour le procédé CMT, *Pépe et al.* l'ont déterminée égale à 85 % [180].

L'efficacité matière est également meilleure dans le cas des procédés WAAM. Effectivement, dans le cas de nombreux procédés à base poudre, seulement une petite portion des particules du lit de poudre ou projetées sont fondues et fusionnées pour en faire une pièce. Le reste peut être récupéré et réutilisé un certain nombre de fois, avant d'être considérée comme trop différente en termes de chimie, de contamination (gazeuse ou par humidité), ou encore de caractéristiques physiques (taille des particules, densité apparente ou fluidité) [181]. Des études sont menées sur la réutilisabilité [182], [183] et la recyclabilité [184] des poudres pour déterminer des critères en permettant une utilisation optimale. Avec les procédés WAAM, la totalité du fil fondu est déposé, avec l'exception de quelques éventuelles éclaboussures ou de petits morceaux de fil infondus [135]. Le CMT, plus particulièrement, la capacité de produire des soudures à faible apport de chaleur, avec une ZAT réduite, et donc une faible déformation structurelle et de faibles contraintes résiduelles [19], [137].

1.2.c.ii. Défauts dans les superalliages base Ni élaborés par WAAM

Les technologies WAAM, aussi prometteuses soient-elles, ne garantissent pas pour autant l'absence totale d'imperfections dans les pièces fabriquées. *Wu et al.* ont résumé sous forme de graphique radar, dans la Figure I.35, la sensibilité de divers types de matériaux aux défauts couramment rencontrés en WAAM [185]. Dans le cas des superalliages base Ni, l'oxydation n'est que très peu problématique grâce à leur excellente résistance. On remarque toutefois une très forte susceptibilité à la fissuration, ainsi qu'une sensibilité moyenne au délaminage, à la mauvaise finition en surface, la porosité, les contraintes résiduelles et la déformation associée. Ce sont les défauts typiques du soudage.

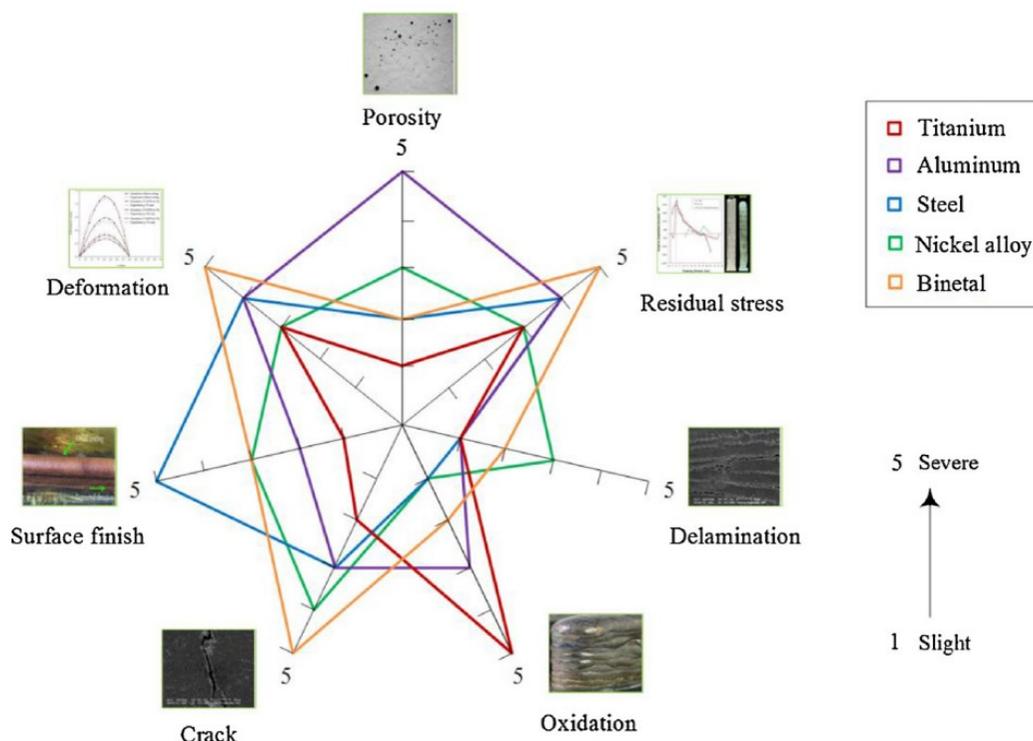


Figure I.35. Graphique radar des défauts rencontrés en WAAM et leur sévérité en fonction du matériau [166].

La finition en surface est effectivement moins bonne qu'avec les technologies à base poudre ; les cordons étant plus grossiers, la rugosité est généralement plus importante. Cependant, pour une application en réparation, les surfaces des parties rechargées seront amenées à être usinées afin de retrouver toutes leurs fonctionnalités et le dimensionnel souhaité. Les défauts majeurs concernant l'application envisagée pour le CMT sont donc la fissuration, le délaminage, la porosité et les contraintes résiduelles. En tant que principal challenge dans le soudage du Waspaloy, la fissuration sera détaillée dans la partie I.3, entièrement dédiée à la notion de soudabilité.

Le délaminage consiste en la séparation de deux couches successives ou entre le rechargement et le substrat. Ce détachement résulte généralement d'une température de dépôt inappropriée ou d'une refonte incomplète des couches inférieures. Le gauchissement et le flambage sont des déformations du substrat survenant en raison de l'intensité des contraintes résiduelles, et notamment si la limite d'élasticité du matériau y est inférieure [186]. Ces trois phénomènes peuvent être évités en contrôlant bien le dépôt de matière, notamment en faisant en sorte de réduire l'apport de chaleur, ce qui serait moins problématique avec le procédé CMT qu'avec d'autres procédés WAAM plus énergétiques.

La porosité désigne l'ensemble de cavités (pores) enfermées dans le cordon. Les pores sont réputés pour conduire à un abaissement des propriétés mécaniques, et notamment en fatigue [148], [170]. Les pores font office de sites d'amorçage pour des microfissures quand le diamètre dépasse les 50-100 μm [187]. Il est important de distinguer la porosité inhérente au matériau de la porosité inhérente au procédé :

- La porosité induite par le matériau est souvent sphérique, et due à la présence de gaz. La matière première, que ce soit le substrat ou le fil, peut être contaminée en surface (graisse, humidité ou composés hydrocarbonés). Ces polluants, difficiles à nettoyer, sont facilement absorbés dans le bain de fusion et génèrent de la porosité après solidification [185]. De plus, certains matériaux sont plus susceptibles à l'apparition de pores ; c'est le cas des alliages d'aluminium [147].

- La porosité induite par le procédé est généralement non sphérique, et principalement causée par un dépôt instable et un manque de fusion, avec des paramètres non-optimisés (vitesse de dévidage, vitesse d'avance et apport de chaleur notamment) [188]. Il faut trouver le juste milieu entre l'élimination de la porosité et la possible surchauffe/brûlure du matériau. Pour les superalliages base Ni élaborés en WAAM, c'est essentiellement de ce type de porosité dont il s'agit. *Hassel et Carstensen* ont par exemple remarqué la présence de micropores (< 10 μm) le long des joints de grains entre deux cordons successifs dans un mur d'Inconel 617 MIG (Figure I.36) [189]. Cela entraîne une réduction de la surface de contact entre les couches successives, ce qui affaiblit leur liaison.

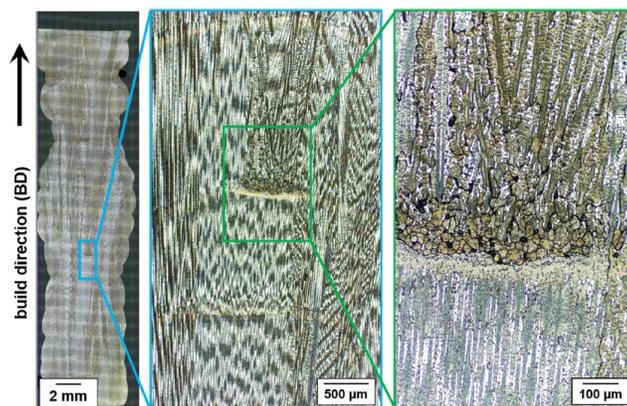


Figure I.36. Présence de microporosité entre deux cordons dans l'Inconel 617 MIG [189].

Les contraintes résiduelles sont définies comme celles restant dans un corps immobile et en équilibre avec son environnement, donc sans aucun chargement externe [190]. Comme pour les autres technologies de FA, leur génération est inévitable lors du procédé CMT. Leur étude est critique en raison des conséquences graves d'un niveau élevé de contraintes résiduelles. En effet, la pièce fabriquée (ou réparée) peut subir une déformation conséquente, avec perte de la tolérance géométrique, un éventuel délaminage, et surtout une détérioration des propriétés mécaniques. Parmi les principales origines des contraintes résiduelles en FA, on retient surtout les importants gradients spatiaux de température dû aux phases de chauffage et refroidissement ainsi que la dilatation et la contraction thermique du matériau [191]. Elles peuvent être catégorisées en fonction de l'échelle sur laquelle elles s'auto-équilibrent :

- Les contraintes résiduelles macroscopiques (type I) sont celles à plus grande échelle. Elles sont dues à des désaccords, thermiques ou mécaniques, qui s'étendent sur des grandes distances, allant jusqu'à la totalité de la pièce ;
- Les contraintes microscopiques (type II) sont à moyenne échelle. Elles concernent les désaccords au niveau des grains et sont quasiment toujours présentes dans les matériaux polycristallins du fait que les propriétés élastiques et thermiques des grains voisins orientés différemment sont différentes ;
- Les contraintes nanoscopiques (type III), à l'échelle atomique, résultent généralement de la présence de dislocations ou d'un manque de cohérence [190], [192].

On néglige souvent les contraintes de type II et III, pour ne tenir compte que de celles de type I qui sont majoritaires. Plusieurs techniques de mesures existent : perçage, méthode du contour, diffraction des rayons X et diffraction de neutrons. Cette dernière est la plus utilisée, malgré son coût important, car elle est non-destructive, directe et précise. *Benoit et al.* ont utilisé cette méthode pour estimer les contraintes résiduelles de l'Inconel 718 CMT en monocordon [20]. Les contraintes résiduelles sont maximales au centre du cordon, avec 100-150 MPa, et tendent vers zéro sur les côtés. Au centre du cordon, les valeurs les plus élevées sont atteintes pour une profondeur de 2 mm, en particulier dans la direction transversale (~200 MPa). Les contraintes normales présentent un pic de 150 MPa à cette position aussi, soit environ 14% de la limite d'élasticité de l'Inconel 718. *Pinto et al.* ont comparé, du point de vue des contraintes résiduelles, le procédé CMT avec le soudage MIG conventionnel par diffraction des rayons X [137]. Ils en ont conclu que les contraintes résiduelles sont en compression au sein du cordon, et en traction dans le substrat. Les contraintes résiduelles en CMT sont légèrement inférieures à celles en MIG, grâce à l'apport de chaleur plus faible.

1.2.d. Métallurgie associée au rechargement par WAAM

1.2.d.i. Nomenclature et généralités

Dès 1959, *Nippes* s'intéresse à la microstructure obtenue après soudage. Il développe alors un premier modèle, très simplifié, présenté en Figure I.37(a). Il distingue la zone fondue (*Fusion zone, FZ*) de la zone affectée thermiquement (*Heat-affected zone, HAZ*, ou ZAT) [193]. La FZ n'est ni plus ni moins que la zone correspondant au matériau fondu déposé ; c'est-à-dire, le fil électrode qui a fondu et a été déposé. La ZAT est la zone du substrat adjacente à la FZ, non fondue mais affectée par la chaleur du dépôt.

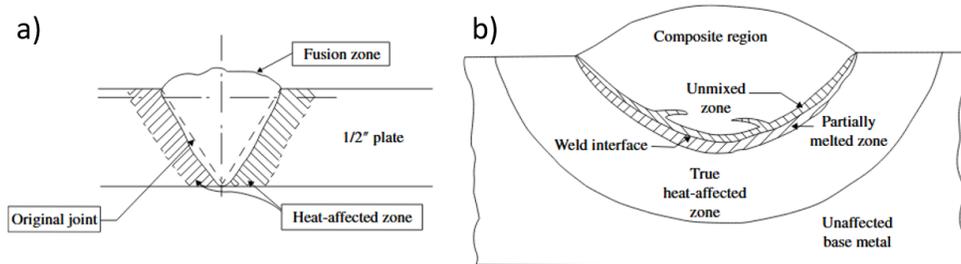


Figure I.37. Régions d'un cordon de soudage : (a) modèle simpliste de *Nippes* [193] et (b) modèle de *Savage et al.* [194].

En 1976, *Savage et al.* complexifient ce premier modèle (Figure I.37(b)). On voit alors l'apparition de sous-régions dans les deux grandes zones définies précédemment. La FZ peut se décomposer tout d'abord en zone composite (*Composite zone, CZ*), qui se situe au cœur du cordon et correspond à la région où le métal substrat et le métal du fil sont mélangés de manière composite. Autour de la CZ, à la frontière avec la ZAT, on peut définir une zone non-mélangée (*Unmixed zone, UMZ*) qui correspond à la zone où le métal substrat a été fondu et resolidifié mais ne s'est pas mélangé avec le métal du fil électrode. La ZAT peut également se découper en deux parties. On distingue la zone partiellement fondue (*Partially melted zone, PMZ*) où on peut observer une fusion très localisée de certains constituants, et la « vraie » ZAT qui est une région différenciée où toutes les réactions se font à l'état solide. Il n'y a dans la « vraie » ZAT ni fusion ni liquéfaction [194], [195]. Dans le cas de cette étude, par souci de simplification, nous nous limiterons au modèle simplifié de *Nippes* en termes de nomenclature (Figure I.37(a)).

Pour les superalliages base Ni durcis par précipitation, *DuPont et al.* ont décrit les évolutions microstructurales dans la FZ et la ZAT [196]. Dans la FZ, la caractéristique microstructurale principale est la ségrégation des éléments d'alliages dans la structure dendritique. Le comportement de solidification de la FZ est contrôlé par le comportement de redistribution des solutés. Cette ségrégation dépend fortement de la diffusivité des éléments et du taux de refroidissement. On caractérise souvent ce phénomène par le coefficient de ségrégation k , exprimé de manière simplifiée en fonction de la composition de la phase solide C_{solide} et celle de la phase liquide $C_{liquide}$ tel que dans l'Équation 10 :

$$k = \frac{C_{solide}}{C_{liquide}} \quad \text{Équation 10}$$

Les éléments avec une valeur de $k < 1$ sont donc préférentiellement localisés dans le liquide (les espaces interdendritiques), tandis que ceux avec $k > 1$ sont plutôt dans le solide (les cœurs de dendrite). Lorsque k est proche de 1, cela suggère une distribution peu ségréguée du soluté. En particulier, les éléments Fe, Cr, et Co ont tendance à cela grâce à leur rayon atomique similaire à celui du Ni. Les éléments Mo, Ti et Al ont tendance à ségréger dans le liquide. Enfin, le C est l'élément avec le comportement à la ségrégation le plus marqué, ce qui explique la formation de carbures (MC essentiellement) à la fin de la solidification, dans les espaces interdendritiques.

Les réactions métallurgiques couramment observées dans la ZAT lors du soudage de tels matériaux sont la croissance des grains, la ségrégation aux joints de grains, la liquéfaction des joints de grains et la liquation constitutionnelle [197], [198]. La croissance des grains est d'autant plus marquée s'ils sont de petite taille initialement dans le substrat et dépend de l'historique thermique imposé par le procédé. La ségrégation aux joints de grains de certains solutés ou impuretés peut, de plus, causer une liquéfaction préférentielle de ces derniers. La liquation constitutionnelle est un mécanisme qui nécessite la réaction entre une particule "constitutive" (carbures essentiellement) et la matrice environnante de telle sorte qu'une fusion locale se produise à l'interface. Dans ces conditions, la particule elle-même ne fond pas, ayant une température de fusion supérieure à celle du substrat. Il s'agit essentiellement de la fonte de la composition intermédiaire dans la zone de réaction entre la particule et la matrice (Figure I.38).

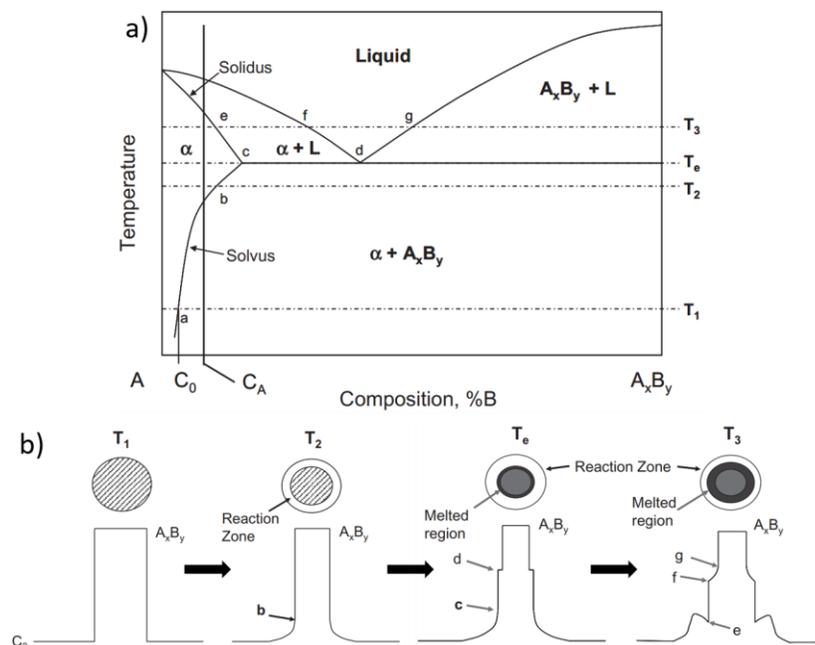


Figure I.38. Principe de la liquation constitutionnelle : (a) diagramme binaire annoté et (b) schéma du mécanisme [196].

I.2.d.ii. Microstructures de superalliages WAAM

L'Inconel 718, en tant que matériau très utilisé dans l'industrie aéronautique, est également très étudié. De nombreuses recherches ont déjà été menées sur son élaboration par FA de type WAAM, et plus particulièrement en CMT, en raison de sa grande soudabilité. Les résultats majeurs en termes de microstructure sont présentés dans cette partie.

Benoit et al. sont parmi les premiers à caractériser l'Inconel 718 CMT, et plus particulièrement à mettre en évidence sa structure granulaire par EBSD [20]. Le substrat, dans la partie inférieure de la cartographie (Figure I.39(a)), est composé de petits grains équiaxes ($\approx 12 \mu\text{m}$), tandis que la FZ, dans la partie supérieure est caractérisée par de gros grains colonnaires ($\approx 120 \mu\text{m}$ de large). Cette texture granulaire se forme pendant la solidification : la croissance des grains suit le gradient de température, ce qui crée ces grains allongés en direction de la surface. Aucun manque de fusion n'a été reporté au niveau des extrémités du cordon et de l'interface. Cela indique que le procédé, bien que réputé « froid », apporte assez d'énergie pour joindre correctement le cordon au substrat. La cartographie en indice de qualité présentée en Figure I.39(b) montre qu'à l'interface, dans un même grain, deux microstructures peuvent être observées. La partie supérieure dans la FZ contient des particules alignées selon la direction cristallographique $\langle 100 \rangle$, tandis que la partie inférieure dans la ZAT est dépourvue de particules. La largeur de la ZAT est estimée à $500 \mu\text{m}$, sur la base d'une macrographie après attaque chimique au réactif de Kalling.

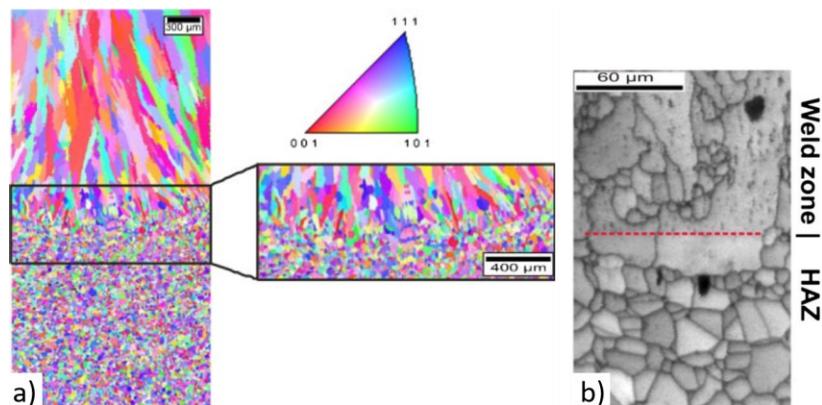


Figure I.39. Structure granulaire de l'Inconel 718 CMT à l'interface : (a) cartographie EBSD en IPF et (b) en indice de qualité [20].

Ola et Doern se sont intéressés de plus près à la microstructure dans la FZ de l'Inconel 718 CMT déposé en monocouche (une unique couche, type *cladding*, sans superposition verticale). La Figure I.40(a) montre une structure dendritique colonnaire, avec les dendrites primaires orientées verticalement depuis l'interface, là où débute la solidification. Le substrat présente des carbures primaires enrichis en Nb (particules claires) et en Ti (particules foncées). *Andersson et Sjöberg* ont pu observer, dans l'Inconel 718 TIG, le phénomène de liquation constitutionnelle dans la ZAT, autour de ces carbures [199]. A plus grand

grossissement (Figure I.40(b,c)), la présence de phases de Laves est constatée dans les espaces interdendritiques. De plus, la phase δ qui n'est initialement pas présente post-fabrication (Figure I.41(a)) précipite sous forme d'aiguilles dans les espaces interdendritiques et aux joints de grains lors de traitements thermiques post-soudage (Figure I.41 (b,c)) [200].

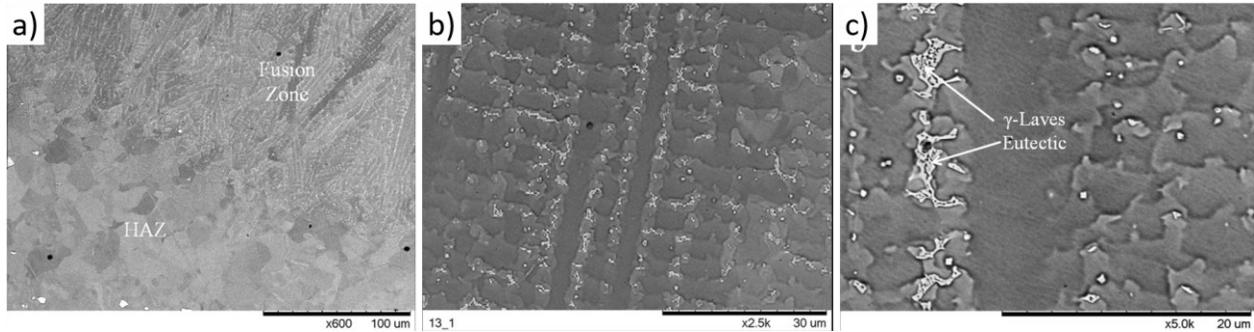


Figure I.40. Micrographies MEB de la microstructure de l'Inconel 718 CMT : (a) interface, (b) structure dendritique et (c) phases de Laves dans les espaces interdendritiques [19].

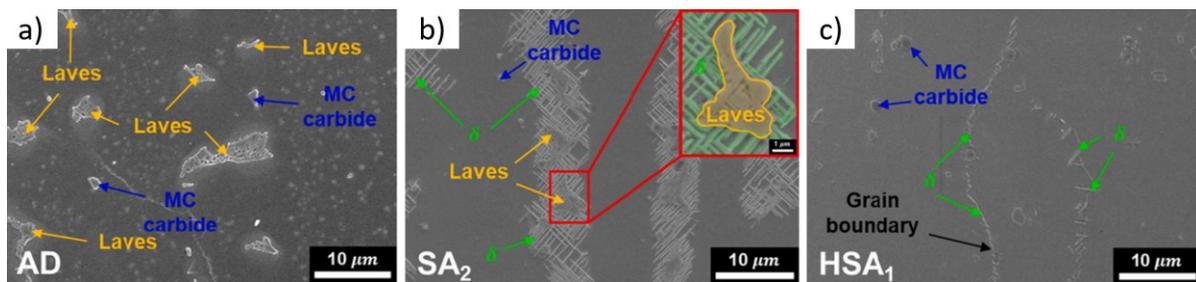


Figure I.41. Evolution de la microstructure de l'Inconel 718 CMT en fonction du traitement thermique : (a) post-fabrication, (b) mise en solution 970 °C / 1 h puis vieillissement 720 °C / 8 h + 620 °C / 8 h et (c) homogénéisation 1150 °C / 1 h suivie d'une mise en solution 970 °C / 1 h puis vieillissement 720 °C / 8 h [200].

D'autres auteurs ont étudié, toujours pour l'Inconel 718, les dépôts multicouches, avec superposition à la verticale de cordons [145], [164]. C'est notamment le cas de *Kindermann et al.* Une bonne liaison métallurgique entre les couches peut être observée en Figure I.42(a). Cela se confirme en Figure I.42 (b) où le contour de la première couche est dessiné et la limite intercouche est représentée. La structure granulaire est colonnaire, orientée verticalement au centre du mur. Sur les côtés du mur, on remarque que certains grains ont eu une croissance vers l'extérieur, en direction du bord ; cela indique un changement du flux thermique à cette région. La limite entre les couches a été identifiée par un changement dans l'orientation des dendrites près du contour de la première couche, indiquant la fin de la région de refonte. La courbure de la limite intercouche est probablement due à la plus grande pénétration du processus CMT au centre du bain de fusion.

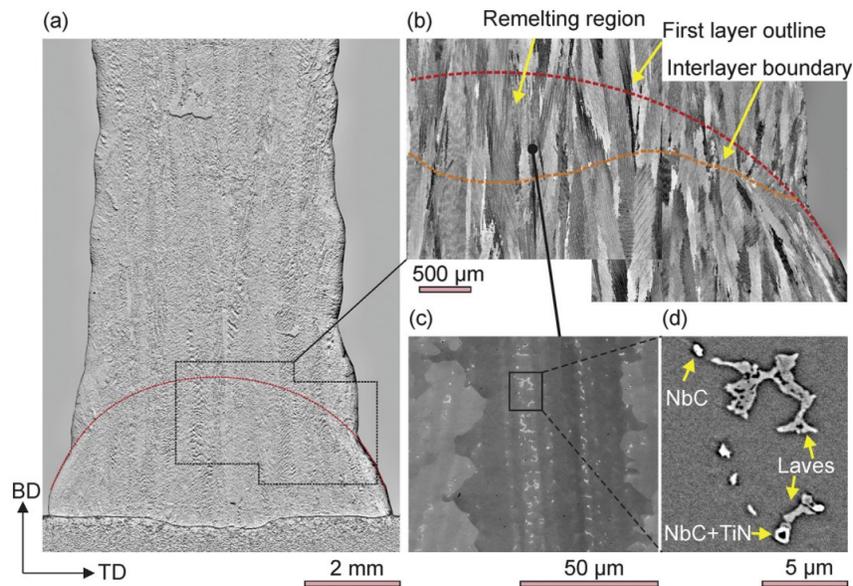


Figure I.42. Dépôt multicouche d'Inconel 718 CMT : a) coupe transversale du mur, (b) structure granulaire avec délimitation des couches, (c) structure dendritique et (d) principales phases présentes dans la FZ [164].

Van et al. ont observé les mêmes grains colonnaires, qui croissent par épitaxie à travers plusieurs cordons, à l'exception du haut de la dernière couche (Figure I.43(a)) [145]. Cela s'explique par le taux de refroidissement plus rapide du haut du mur, et le gradient thermique plus faible. Une structure dendritique équiaxe est obtenue. Ils ont observé aussi l'effet d'une pause de 30 à 60 s entre le dépôt de chaque couche (Figure I.43(b)). En laissant refroidir chaque cordon plus longtemps, le mur est plus haut et moins large.

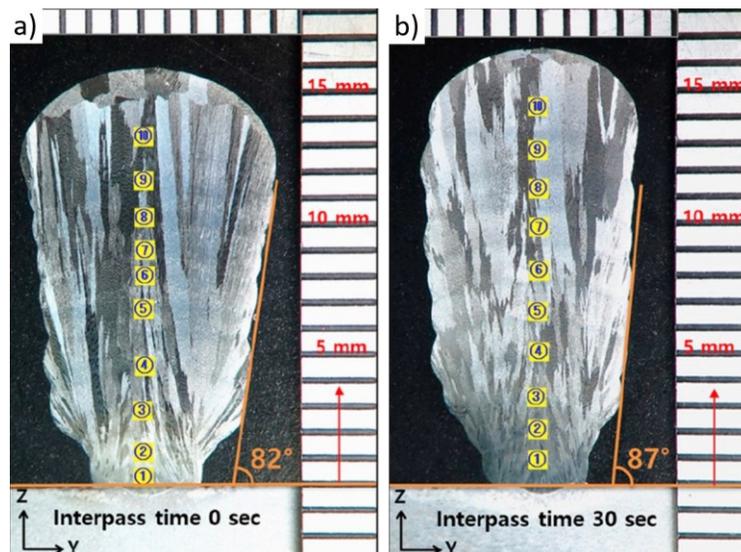


Figure I.43. Micrographies optiques de murs d'Inconel 718 CMT : (a) sans pause entre chaque couche et (b) avec 30 s de pause entre le dépôt de chaque couche [145].

1.2.d.iii. Microstructure du Waspaloy WAAM

Comme décrit précédemment, l'Inconel 718, superalliage cousin du Waspaloy, est déjà très étudié dans la littérature pour des applications en WAAM et en CMT notamment. Le Waspaloy, en revanche, n'a pas encore été traité avec ce procédé en particulier. Par manque de soudabilité (voir partie I.3), seuls quelques articles sont disponibles sur son élaboration en WAAM, et uniquement avec le procédé TIG.

Gregori et Bertaso ont réalisé des dépôts monocouches de Waspaloy TIG [9]. La Figure I.44(a) montre une coupe transversale d'un cordon, où la FZ, la ZAT et le substrat sont identifiables. La Figure I.44(b) est un zoom sur l'interface et permet d'apprécier mieux les différences entre les trois régions. Le substrat, un disque de Waspaloy, a une distribution bimodale de la taille des grains. On retrouve dans la FZ de grands grains colonnaires orientés vers la surface du cordon. Des petits précipités, analysés comme des carbures de type MC, ont été identifiés dans les espaces interdendritiques. La ZAT, en revanche, est quasiment dépourvue de précipités et affiche une structure granulaire équiaxe. Les auteurs y ont observé le phénomène de liquation constitutionnelle au niveau des carbures aux joints de grains (Figure I.44(c)). *Qian et Lippold*, entre 2001 et 2003, sont parmi les premiers à étudier la soudabilité du Waspaloy pour la réparation de pièces forgées [23], [24]. Ils reportent cette liquation constitutionnelle dans ce superalliage et l'associent à l'interaction des TiC avec la matrice γ , qui forme une zone de réaction et résulte en l'apparition de carbures eutectiques. Ce mécanisme serait à l'origine des principales fissures intergranulaires dans la ZAT après traitement thermique.

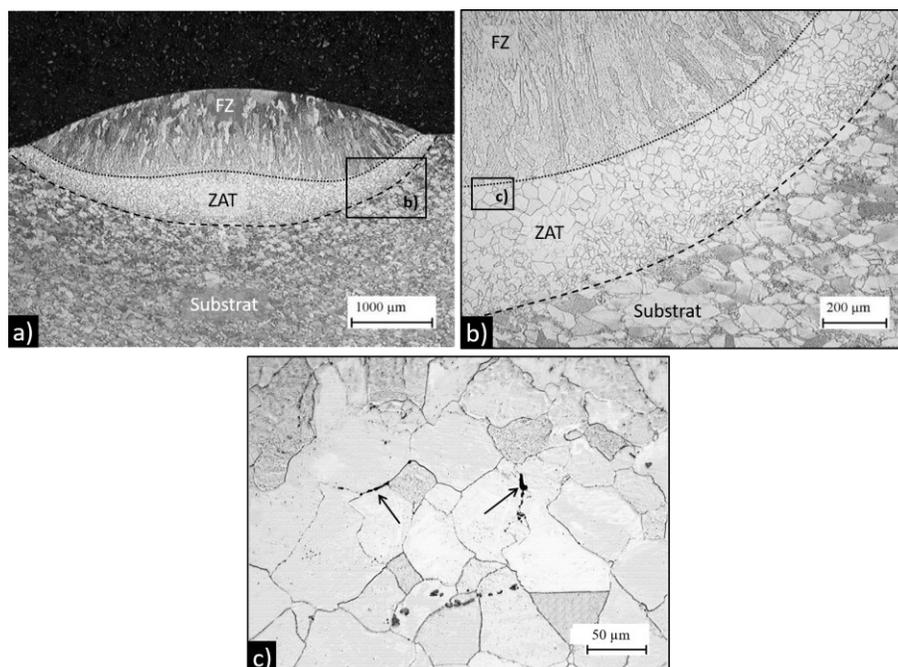


Figure I.44. Waspaloy TIG : (a) coupe transversale d'un monocordon, (b) interface à plus grand grossissement et (c) liquation constitutionnelle de carbures aux joints de grains. Adapté de [9].

Andersson et Sjöberg ont aussi étudié le Waspaloy TIG. Ils ont constaté la liquation constitutionnelle de TiC aux joints de grains dans la ZAT [199]. Des « ficelles » de ces carbures ont pu être observées le long des grains (Figure I.45(a)). Dans la FZ, la présence de fissures intergranulaires (Figure I.45(b)) est constatée. Ces dernières interviennent au niveau de joints de grains ayant subi une migration, notamment en raison de la chaleur apportée avec le dépôt successif de cordons.

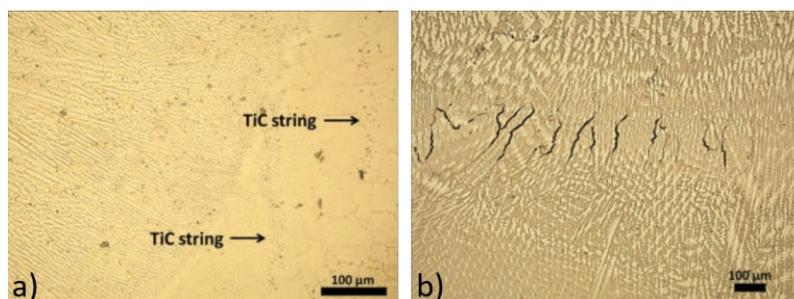


Figure I.45. Microstructure du Waspaloy TIG : (a) ficelles de carbures TiC dans la ZAT et (b) fissures intergranulaires dans la FZ [199].

Kaldellis et al. se sont intéressés à leur tour au Waspaloy TIG [201] et à son traitement thermique post-soudage en trois étapes : une mise en solution de 2 h à 996 °C, suivie d'un premier revenu de 4 h à 843 °C et enfin un second de 16 h à 760 °C. Le matériau élaboré par TIG a été comparé à celui fabriqué par EBM. Il en ressort que la FZ du Waspaloy TIG consiste en des dendrites de phase γ , cruciformes, de largeur et d'orientation non uniformes. Le procédé EBM, étant donné son apport de chaleur moindre et son taux de refroidissement plus rapide, permet l'obtention de dendrites colonnaires nettement plus fines. Après traitement thermique, les phases détectées par diffraction des rayons X sont les précipités γ' , des carbures primaires (MC) et des secondaires ($M_{23}C_6$ et M_6C) dispersés dans la matrice γ .

Enfin, Hussein et al. ont investigué la microstructure et les propriétés mécaniques du Waspaloy DED laser-fil, par la fabrication de murs en déposant successivement plusieurs cordons à la verticale [202], [203]. Un exemple de coupe transversale de murs de 5 cordons observée au microscope optique (MO) est présenté en Figure I.46(a). La couche indiquée comme L0 correspond à un passage autogène appliqué pour réchauffer le substrat, afin d'assurer que le premier cordon (L1) soit correctement lié et ne présente pas de fissure. Les diverses couches se distinguent par des lignes lumineuses, et ont une épaisseur moyenne d'environ 1,5 mm. Le dernier cordon (L5) est plus épais car il comprend à la fois la matière nouvellement déposée et la partie refondue du cordon sous-jacent. La Figure I.46(b) illustre la structure dendritique colonnaire trouvée dans le mur, avec une croissance à travers plusieurs cordons. Les dendrites, bien qu'orientées plutôt à la verticale, montrent une déviation de près de 30 ° car rapport à la direction de construction du mur. Les auteurs expliquent qu'elles suivent le sens de déplacement de la source de chaleur. La partie supérieure de la dernière couche (L5) présente, sur les derniers 500 μm, un changement

abrupt de direction de croissance des dendrites (Figure I.46(c)). Ce n'est pas un changement de structure dendritique colonnaire vers équiaxe, mais bien une transition d'une direction de croissance quasiment parallèle à la verticale à une direction parallèle au déplacement de la source de chaleur. Il a été montré par EDS que les éléments Ti et Mo ségrègent dans les espaces interdendritiques tandis que l'élément Cr est plutôt concentré dans les dendrites. La présence de carbures primaires du type (Ti,Mo)C est observée dans les espaces interdendritiques avec des morphologies globulaires et script (« écriture chinoise »), comme illustré en Figure I.46(d). A l'état post-fabrication, la précipitation de carbures secondaires M_6C ou $M_{23}C_6$ n'est pas mise en évidence par diffraction des rayons X. En revanche, la présence de précipités γ' est confirmée par cette technique, dans le Waspaloy DED brut de fabrication, mais leur petite taille (< 50 nm) les rend difficilement observables au MEB. Des analyses DSC ont permis de démontrer des différences de précipitation γ' dans la hauteur du mur, en raison de l'historique thermique complexe et du dépôt successif de cordons faisant l'effet d'un traitement thermique sur les cordons inférieurs.

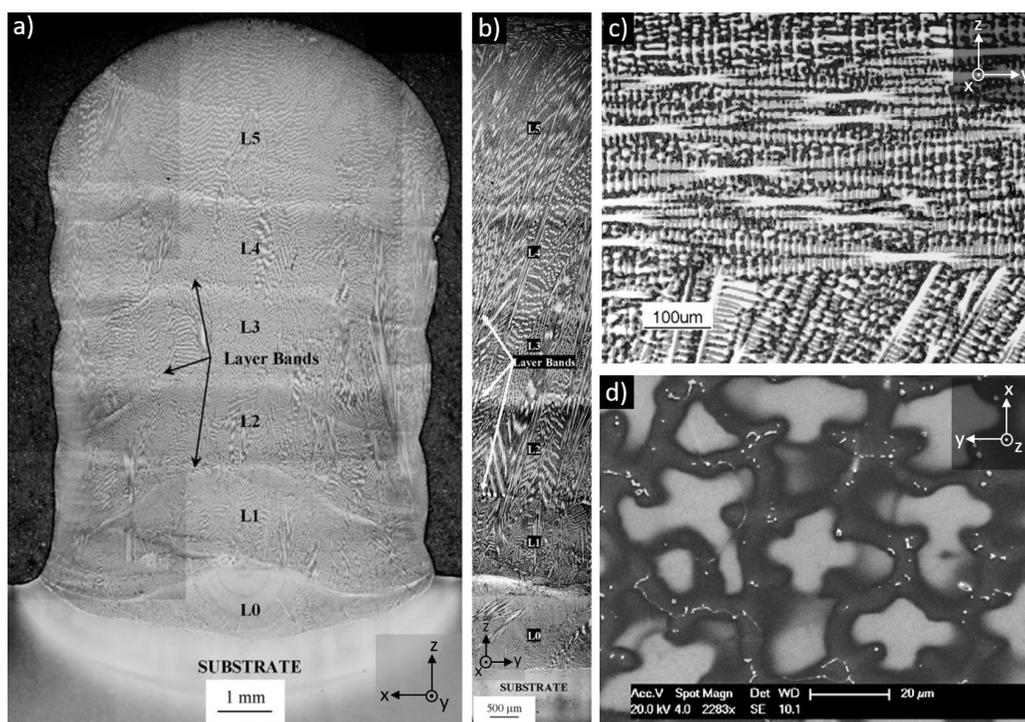


Figure I.46. Waspaloy DED laser-fil : (a) coupe transversale du mur observée au MO, (b) observation latérale, (c) changement brusque de direction de croissance des dendrites dans la partie supérieure du dernier cordon et (d) présence interdendritique de carbures MC. Adapté de [202].

En somme, le Waspaloy WAAM a très peu été étudié, et les quelques articles disponibles à l'heure actuelle traitent essentiellement de son élaboration par TIG (arc-fil) ou LMD (laser-fil). La microstructure du Waspaloy WAAM consiste en une structure dendritique colonnaire, avec une ségrégation chimique marquée et la présence de carbures (Ti,Mo)C dans les espaces interdendritiques. Des précipités γ' ultra-fins ont été observés à l'état post-fabrication, avec des variations dans la hauteur des dépôts. La littérature

manque toutefois de données quant à la caractérisation mécanique du Waspaloy WAAM. De même, les seuls traitements thermiques appliqués post-soudage sont ceux préconisés pour le matériau forgé, à savoir une mise en solution suivie d'un double revenu. Ces derniers ne sont pas nécessairement adaptés aux matériaux élaborés par FA, en raison de leurs microstructures complexes et des hétérogénéités chimiques résultant du procédé. Ces travaux de thèse ont donc pour objectifs de compléter ces manques de la littérature en caractérisant le Waspaloy CMT à la fois microstructuralement et mécaniquement, ainsi qu'en explorant une plus grande variété de traitements thermiques.

I.3. Soudabilité des superalliages base nickel

I.3.a. Définition et évaluation de la soudabilité

La soudabilité peut être définie comme la résistance intrinsèque d'un matériau à la fissuration [196]. L'aspect qualitatif du cordon de soudage obtenu peut également être pris en compte. En fonction de leur composition, notamment leur teneur en Al et Ti, les matériaux ne sont pas égaux en termes de susceptibilité à la fissuration [195], [196], [204]. C'est *Prager et Shira*, dès 1968, qui avancent le fait que ces deux éléments ont une forte influence sur les caractéristiques de précipitation de la phase γ' . Ils en déduisent que plus la teneur en éléments durcisseurs (Al+Ti) est élevée, plus l'alliage est sensible à la fissuration [205]. La Figure I.47 illustre ce modèle, avec l'exemple de quelques superalliages base Ni commerciaux : l'Inconel 718 est placé comme l'un des plus facilement soudables, tandis que le Waspaloy apparaît comme marginalement soudable en raison de sa grande teneur en Al et Ti.

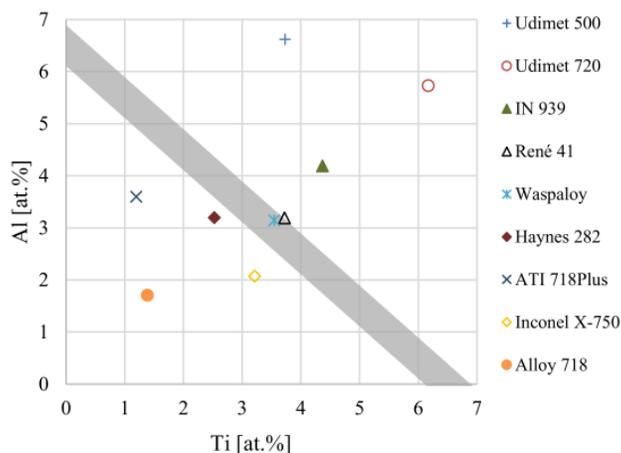


Figure I.47. Soudabilité de quelques superalliages base Ni en fonction de leur fraction atomique en Al et Ti [206]. Faible soudabilité au-dessus de la zone grise.

Le Varestreint (*Variable Restraint*), développé dans les années 1960 par *Savage et Lundin* [207], est aujourd'hui la principale méthode de test de soudabilité [208]. Bien que ce test ne soit pas encore standardisé, il existe des lignes directrices proposées par l'ISO 17641 [209], [210]. Cela consiste à évaluer la susceptibilité d'une soudure à se fissurer pendant son refroidissement à partir de la température de fusion. Il s'agit donc ici de fissuration à chaud (voir partie I.3.b). Une contrainte est appliquée à un

échantillon pendant son soudage, en courbant à l'endroit où la torche passe. La courbure est généralement assez rapide : de l'ordre de 5 à 25 cm·s⁻¹ [195]. On en distingue 3 types :

- Le Varestreint conventionnel (Figure I.48(a)), dit aussi longitudinal, avec la contrainte parallèle à la direction de soudage. Ce variant permet d'étudier la fissuration dans la FZ et la ZAT ;
- Le Transvarestreint (Figure I.48(b)), avec la contrainte perpendiculaire à la direction de soudage, permet d'étudier la fissuration dans la FZ principalement ;
- Le spot, où un unique point est déposé (Figure I.48(c)), qui permet d'étudier la fissuration dans la ZAT.

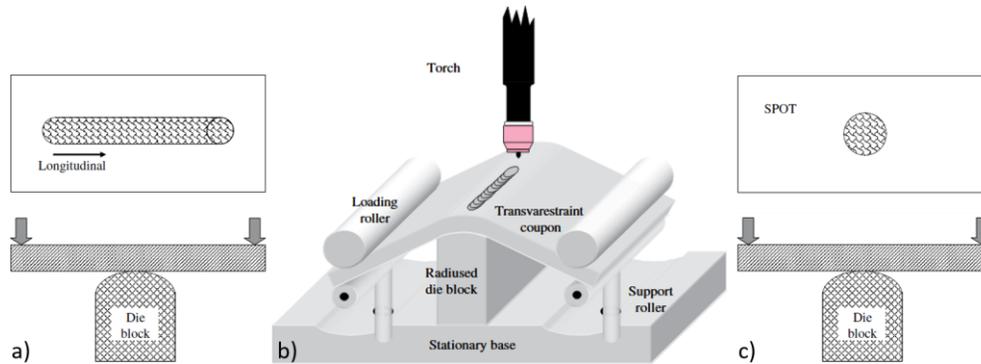


Figure I.48. Types de tests Varestreint : (a) longitudinal, (b) transversal et (c) spot [211].

Une fois le test réalisé, on observe la surface de l'échantillon au MO à faible grandissement (x20-50). Il est courant ensuite de mesurer la longueur totale de fissuration (*Total Crack Length, TCL*) en faisant la somme de toutes les longueurs des fissures [211]. *Andersson*, au cours de sa thèse, a travaillé sur la soudabilité du Waspaloy et de l'Inconel 718 [204]. Suite à un test Varestreint sur ces matériaux soudés, la TCL a été tracée en fonction de la déformation calculée (Figure I.49). On constate que le Waspaloy est bien plus résistant à la fissuration à chaud que l'Inconel 718. Cela s'explique notamment par son plus faible intervalle de solidification (70 °C contre 170 °C pour l'Inconel 718 [120]).

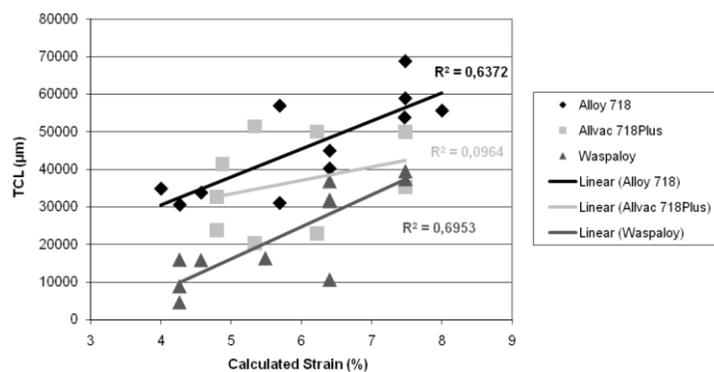


Figure I.49. TCL de l'Inconel 718 et du Waspaloy après un test Varestreint [204].

Les différents types de fissurations pouvant survenir lors du soudage (ou de la FA de type WAAM) des superalliages base Ni sont décrits dans les parties qui suivent.

1.3.b. Fissuration à chaud (solidification et liquation)

Deux grands types de fissuration, tous deux liés à l'état liquide du matériau, interviennent au cours du soudage ou de la FA. Comme illustré en Figure I.50, on distingue la fissuration par solidification de la fissuration par liquation.

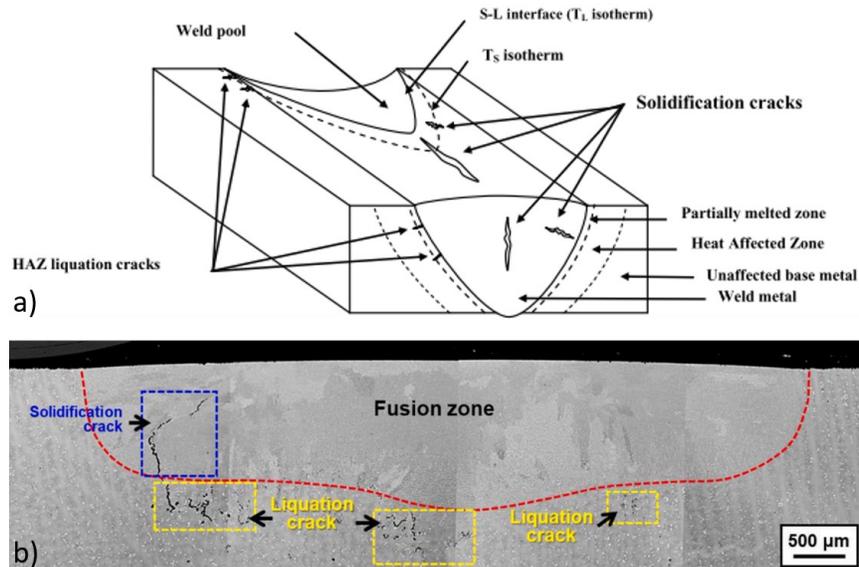


Figure I.50. (a) Schématisation des phénomènes de fissuration à chaud [204] et (b) CM247LC rechargé par TIG [212].

La fissuration par solidification a d'abord été théorisée par *Pumphrey et Jennings* en 1948 dans leur ouvrage « *A Consideration of the Nature of Brittleness at Temperatures above the Solidus in Castings and Welds in Aluminum Alloys* » puis par *Pellini* en 1952 dans son ouvrage « *Strain theory of hot tearing* ». Cependant, c'est *Borland* en 1960 qui combine ces deux théories, les modifie et propose sa théorie généralisée (« *Generalized theory of super-solidus cracking in welds* ») qui est encore retenue aujourd'hui [204]. Il divise la solidification en quatre étapes :

- 1) Formation primaire des dendrites, avec d'importants mouvements de phases solide et liquide ;
- 2) Emboîtement des dendrites et formation continue des phases liquide et solide ;
- 3) Développement des joints de grains. Les dendrites en réseau semi-continu restreignent le mouvement de phase liquide ;
- 4) Solidification : les dernières gouttes de liquide se solidifient.

Ces fissures de solidification sont préférentiellement localisées dans la FZ. Elles sont intergranulaires, survenant essentiellement le long des joints de grains et des sous-joints de solidification, à savoir dans les espaces interdendritiques [196]. De plus, un matériau à grains équiaxes (comme le substrat) est moins susceptible à fissurer qu'un matériau, ou une région comme la FZ, avec de longs grains

colonnaires [213]. La Figure I.51 montre un exemple de fissure par solidification dans les espaces interdendritiques de l'Inconel 718 moulé. Certains solutés comme B, C et Zr sont présents dans les compositions chimiques d'alliages pour renforcer les joints de grains ; toutefois, il été montré que B et Zr peuvent avoir un effet délétère sur la fissuration par solidification [196]. En effet, leur forte ségrégation aux joints de grains lors de la solidification entraîne la formation de constituants eutectiques à bas point de fusion. Cela peut favoriser ce type de fissuration.

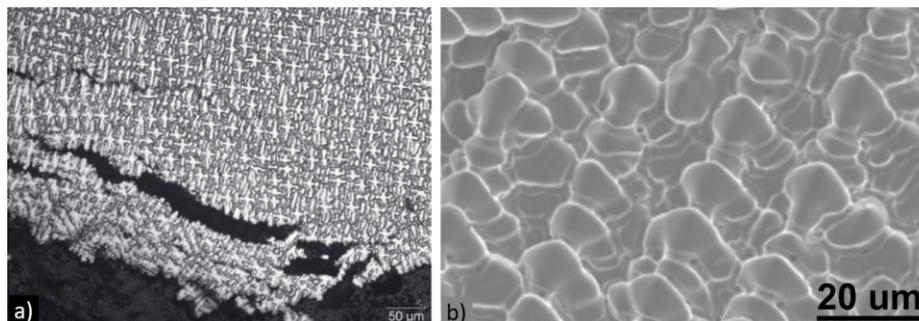


Figure I.51. Fissuration par solidification dans l'Inconel 718 : (a) fissures multiples et propagation le long des espaces interdendritiques et (b) fractographie associée [214].

La fissuration par liquation a généralement lieu dans la ZAT et est associée à la formation de films liquides le long des joints de grains dans la zone partiellement fondue (PMZ) [196]. Cela peut survenir à la fois par ségrégation aux joints de grains et par liquation constitutionnelle de certaines particules comme les carbures MC. Les fissures apparaissent donc principalement intergranulaires. De plus, il a été démontré qu'une structure granulaire grossière favorise la fissuration par liquation dans la ZAT. En effet, la taille de grains détermine la concentration de film liquide le long des joints de grains et la vitesse à laquelle il se solidifie. De gros grains engendrent moins de surface de joints de grains et favorisent ainsi la continuité du film liquide, réduisant par conséquent la zone d'interface solide-solide entre grains [215], [216]. *Gregori et Bertaso* ont reporté l'observation de fissures de liquation dans la ZAT du Waspaloy TIG (Figure I.52) [9].

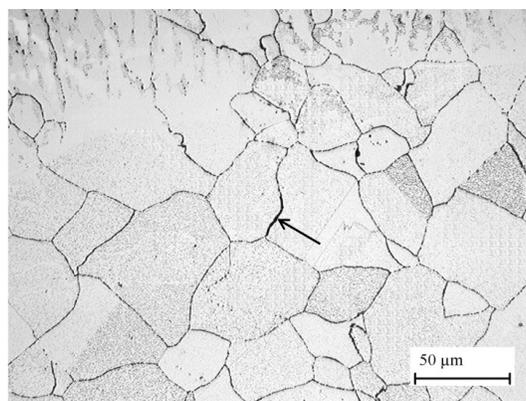


Figure I.52. Microfissures par liquation dans la ZAT du Waspaloy TIG [9].

1.3.c. Fissuration au revenu (Strain Age Cracking, SAC)

La fissuration au revenu, ou *Strain Age Cracking* (SAC), consiste en un durcissement dans la partie fortement contrainte du mur, souvent les couches inférieures. En effet, le dépôt successif de cordons les uns sur les autres fait l'effet de traitements thermiques consécutifs et entraîne ainsi un durcissement du matériau. Ce phénomène peut également subvenir après le soudage ou la FA, lors du traitement thermique post-soudage souvent mis en place pour optimiser la microstructure et relâcher les contraintes résiduelles. Il est assez spécifique à la classe des superalliages durcis par précipitation. Dans la littérature, il a été constaté chez le Waspaloy WAAM une dureté plus importante des couches inférieures en comparaison avec les couches supérieures [199], [202].

L'Inconel 718 est quasiment immunisé contre le phénomène de SAC grâce à son taux léthargique de durcissement [55] (Figure I.53(a)), les cinétiques de précipitation γ'/γ'' étant bien plus faibles. Le Waspaloy, lui, a une cinétique rapide de précipitation et une stabilité réduite des carbures [206]. Le SAC se manifeste par des fissures intergranulaires, telle que celle en Figure I.53(b). La taille de grain est un facteur important dans l'apparition de fissures par SAC. En effet, cette dernière est souvent initiée dans la PMZ ou plus globalement dans la ZAT, et est favorisée par la présence de gros grains [206], [217]. Avec l'analyse métallographique seule, il est souvent complexe de déterminer la nature exacte de la fissure, la fissuration par solidification, par liquéfaction, ou encore par SAC se manifestant toutes de manière intergranulaire. *Lippold* recommande de confirmer la nature de la fissure grâce à l'analyse du faciès de rupture [211].

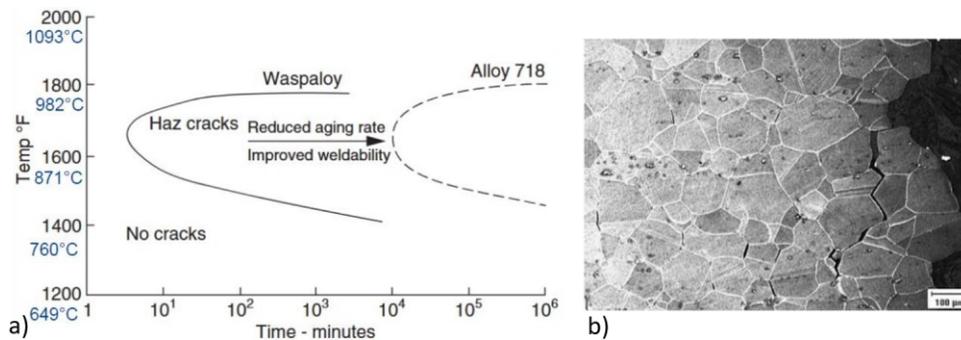


Figure I.53. (a) Différence de cinétique de précipitation entre le Waspaloy et l'Inconel 718 [218] et (b) fissure de revenu dans le Waspaloy [219].

I.4. Hétérogénéités microstructurales et impact sur les propriétés mécaniques des superalliages base nickel élaborés par FA

Les pièces produites par FA sont souvent l'objet de microstructures hétérogènes à l'état post-fabrication en raison de la variation des conditions thermiques, notamment le gradient thermique et les vitesses de refroidissement, lors du dépôt successif de couches les unes sur les autres. En particulier, des fluctuations considérables de la microstructure de solidification hors équilibre sont constatées dans la direction de construction. Ces dernières peuvent à leur tour engendrer des hétérogénéités dans les propriétés mécaniques. La Figure I.54 présente un résumé graphique.

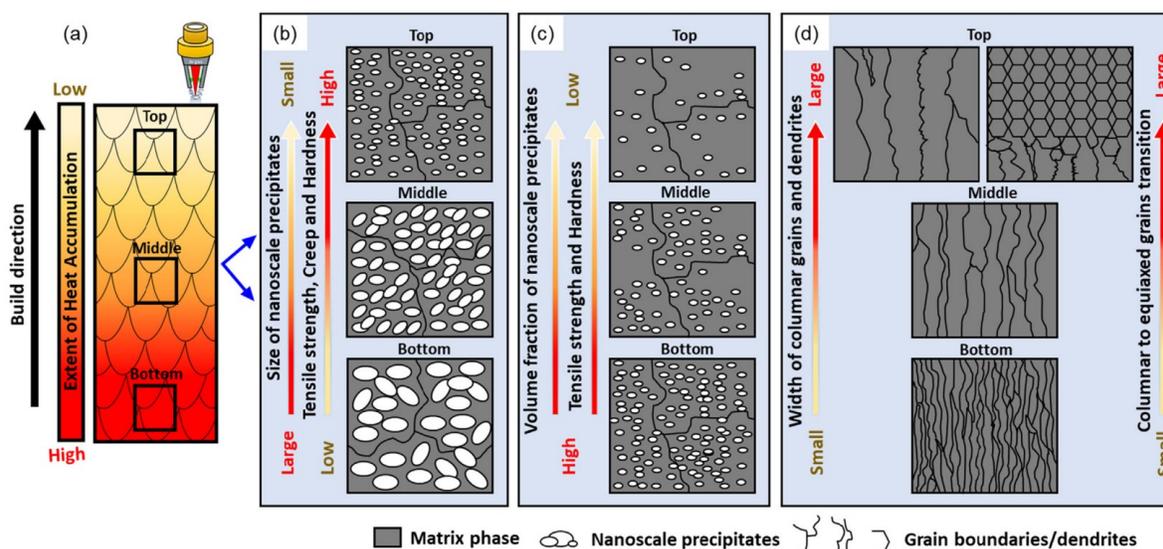


Figure I.54. Hétérogénéités microstructurales dans les superalliages base Ni produits par FA et leur effet de gradient sur les propriétés mécaniques. (a) Variation typique de l'apport de chaleur dans la structure et (b) influence de l'historique thermique sur la microstructure dans le cas où la fraction volumique de précipités durcissants ne varie pas. (c) Cas où la fraction volumique de précipités durcissants varie selon la position dans la structure. (d) Différence de structure dendritique et granulaire [124].

I.4.a. Source des hétérogénéités

La principale source des hétérogénéités est la complexité de l'historique thermique lors de la FA. Il débute par la fusion et la solidification du premier cordon sur un substrat, puis le dépôt des cordons successifs s'accompagne d'un apport de chaleur suffisant pour refondre partiellement la précédente couche. Cela a l'effet d'un court traitement thermique qui peut entraîner des transformations de phase à l'état solide. Ce processus est répété jusqu'à l'obtention de la structure désirée.

Le dépôt de matière de manière ascendante engendre une variation des conditions thermiques dans la structure. C'est ce phénomène qui est responsable de la majorité des hétérogénéités. En effet, le taux de refroidissement varie en fonction de la position dans la hauteur de la pièce, avec une tendance à avoir de plus grands gradients thermiques et taux de refroidissement dans les couches inférieures [220].

La Figure I.55 illustre quelques profils de température obtenus lors de la FA d'Inconel 718 avec des procédés à sources de chaleur variées.

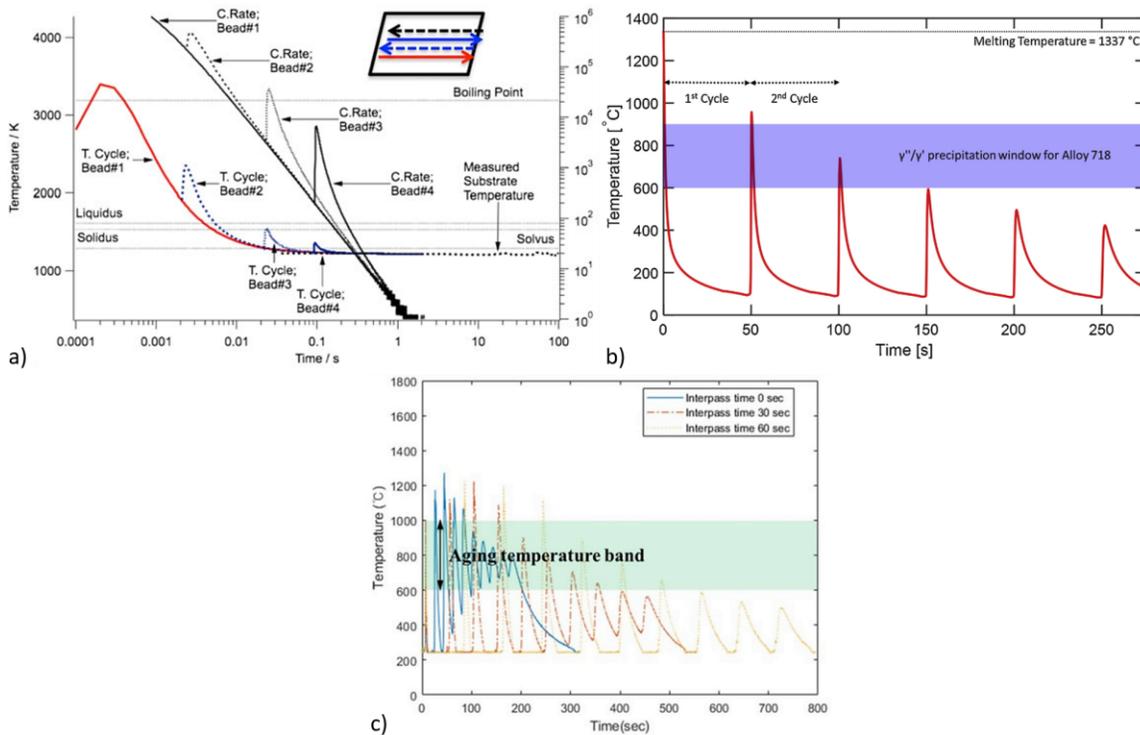


Figure I.55. Profils de température mesurés avec divers procédés : (a) EBM [221], (b) LMD-poudre [17] et (c) CMT [145].

Pour la fusion avec faisceau d'électrons (EBM), la Figure I.55(a) montre les cycles thermiques typiques calculés pour des couches déposées successivement [221]. Une réduction rapide de la largeur du pic de température et de la vitesse de refroidissement sur plusieurs ordres de grandeur sont observées. La Figure I.55(b) retrace l'historique thermique vue par le premier cordon déposé avec un procédé de fusion laser par projection de poudre (LMD-poudre) lors de la construction des 6 premiers cordons d'un mur de 15 couches [17]. On constate que ce premier cordon est sujet à de multiples pics de température dans la plage de précipitation des phases durcissantes γ' et γ'' ; le dépôt successif de matière a bien l'effet d'un court traitement thermique de revenu sur les cordons inférieurs. Le même effet est constaté pour une fusion à l'arc électrique, dans le cas du CMT (Figure I.55(c)) [145].

I.4.b. Hétérogénéités microstructurales principales

Les hétérogénéités de microstructure observées dans les superalliages base Ni élaborés par FA incluent des différences dans la structure dendritique, dans la structure granulaire et d'ordre chimique, avec des variations dans la composition chimique, la constitution des phases, ainsi que la morphologie des précipités à l'état solide.

1.4.b.i. Hétérogénéités de structure dendritique

Les deux paramètres majeurs gouvernant la structure de solidification sont le taux de solidification noté R, et le gradient de température noté G. En fonction de ces derniers, la structure peut être planaire, cellulaire, dendritique colonnaire ou encore dendritique équiaxe [213]. Le ratio G/R détermine le mode de solidification tandis que le produit G.R contrôle la taille de la structure. La Figure I.56(a) présente la théorie générale des différents modes de solidification et des effets de taille en fonction de G et R. Ce type de graphique s'appelle une carte de solidification. Plus G/R augmente, plus la structure passe de planaire à dendritique équiaxe. Plus le produit G.R (taux de refroidissement) diminue, plus la structure sera grossière. Un effort a été fait par plusieurs auteurs pour déterminer les cartes de solidification de quelques superalliages base Ni, afin de savoir à quelle structure s'attendre lors de leur solidification. La Figure I.56(b) montre un exemple pour l'Inconel 690 [222], et la Figure I.56(c) pour l'Inconel 718 [223].

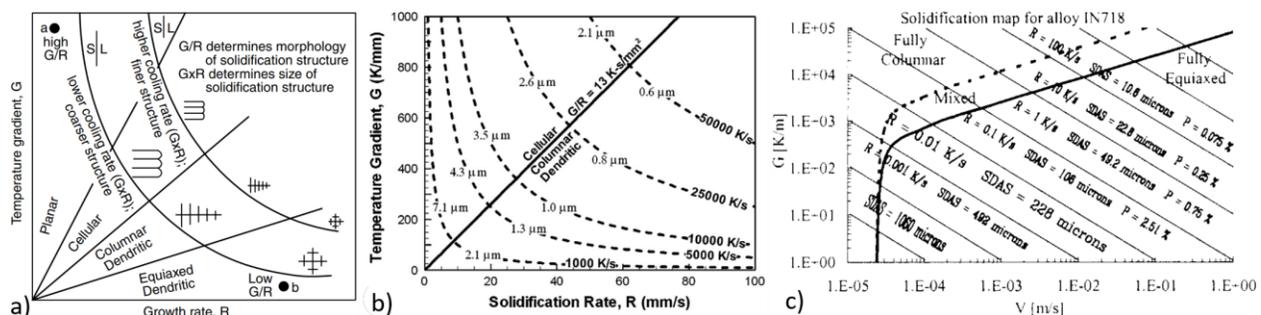


Figure I.56. Cartes de solidification : (a) théorique [213], (b) pour l'Inconel 690 [222] et (c) pour l'Inconel 718 [223].

Étant donné que de nombreuses technologies de FA utilisent des sources de chaleur identiques aux procédés de soudage traditionnels tels que les arcs, les lasers et les faisceaux d'électrons, les microstructures obtenues se ressemblent fortement [191]. En particulier, la structure de solidification résultante est souvent dendritique colonnaire, comme pour les alliages de fonderie. C'est le cas, par exemple, de l'Inconel 718 produit par LMD présenté en Figure I.57(a) [224]. A l'intérieur de la structure dendritique, on trouve un assemblage cellulaire de sous-grains entre lesquels se concentrent des réseaux de dislocations (Figure I.57(b)) [225]. Le mécanisme généralement accepté pour la formation de tels réseaux de dislocations est la forte contrainte thermique, en raison des cycles rapides avec alternance locale de chauffage et de refroidissement.

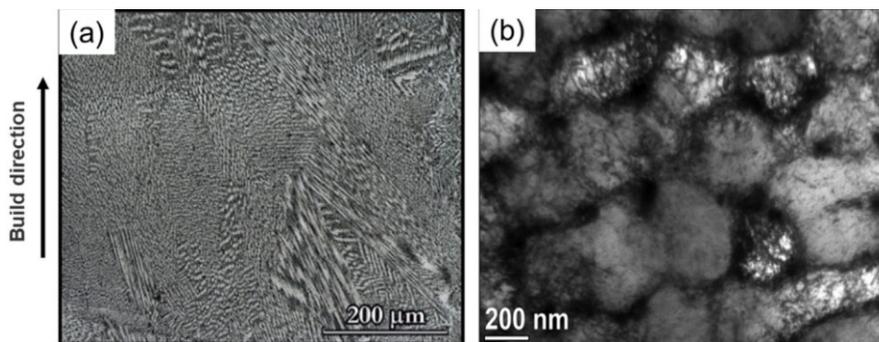


Figure 1.57. Structure de solidification de l'Inconel 718 produit par FA : (a) dendrites colonnaires fine après LMD [224] et (b) réseaux de dislocations entre les sous-grains après SLM [225].

De plus, des variations dans la taille des dendrites peuvent survenir dans la hauteur d'une même structure en raison des changements de taux de refroidissement. Des dendrites plus grossières se forment quand le refroidissement est plus lent, tandis que des dendrites plus fines sont observées lors de refroidissements rapides. La structure dendritique présentera donc une hétérogénéité substantielle en raison des vitesses de solidification à divers endroits de la construction par FA, en particulier dans la hauteur. *Wang et Chou* ont reporté ce phénomène dans l'Inconel 718 produit par L-PBF. Ils constatent une augmentation de la largeur des dendrites dans la hauteur de la construction [226]. La vitesse de refroidissement est généralement plus élevée au début du processus, avec le dépôt des premiers cordons, du fait de la conduction thermique plus élevée entre le substrat et le bain de fusion. Le taux de refroidissement diminue au fur et à mesure que la structure grandit avec l'accumulation des couches. Cela résulte en l'obtention de dendrites plus fines dans le bas d'un mur par exemple, avec un espacement primaire des bras de dendrites faible. Ce dernier voit sa valeur augmenter avec la hauteur du mur, pour avoir des dendrites grossières dans la partie supérieure du mur.

Il y a cependant une exception pour la dernière couche du fait de son contact direct avec l'environnement sans dépôt ultérieur : sa structure dendritique est généralement plus fine que dans les couches précédentes du fait du refroidissement plus rapide. Cela a souvent été observé pour les superalliages base Ni élaborés par LMD [227], [228], SLM [229], EBM [230], mais aussi par WAAM [231] et par CMT en particulier (Figure 1.58(a)) [145]. Enfin, toujours au niveau de cette dernière couche, une transition de structure dendritique colonnaire vers une structure dendritique équiaxe est communément observée, en raison de l'abaissement du gradient thermique (Figure 1.56(a)). Cela est illustré en Figure 1.58(b) dans le cas du K648 LMD [232].

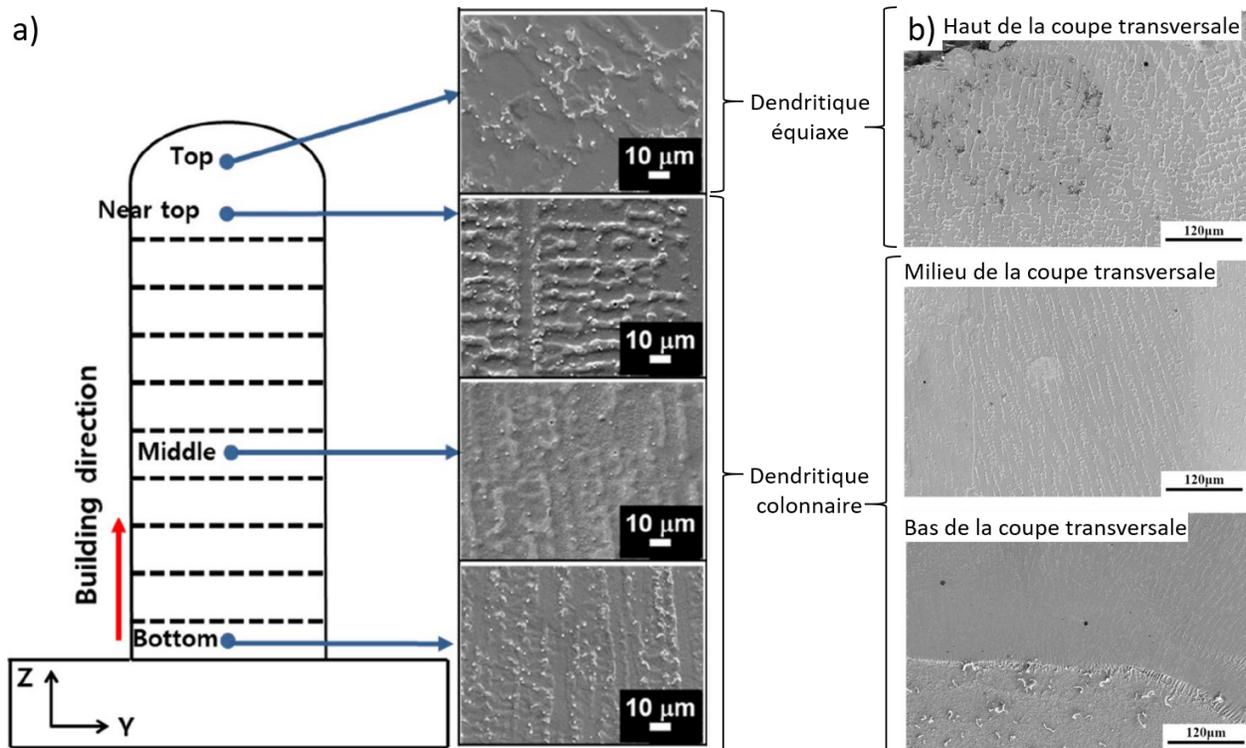


Figure 1.58. Variations de la structure dendritique selon la hauteur dans un mur : (a) d'Inconel 718 CMT et (b) de K648 LMD. Adapté de [145] et [232] respectivement.

En résumé, la structure de solidification des superalliages base Ni produits par FA, et notamment en WAAM, est essentiellement dendritique colonnaire. Après le dépôt de la première couche, la croissance dendritique se fait par épitaxie à travers les couches suivantes dans une direction parallèle, ou presque, à la direction de construction de la pièce ou du mur. La dernière couche fait exception du fait du gradient thermique plus faible ; il en résulte fréquemment une transition colonnaire vers équiaxe dans cette région.

1.4.b.ii. Hétérogénéités de structure granulaire

La structure granulaire en FA est souvent unique, issue de l'effet combiné du dépôt successif de couches avec une stratégie donnée, de la solidification rapide et des directions des gradients thermiques. Tous ces facteurs jouent sur la direction et la vitesse de croissance des grains, de même que sur leur taille et leur morphologie [191]. Similairement à la structure dendritique, la structure granulaire est dépendante de la vitesse de solidification (R) et du gradient thermique (G) : la carte de solidification présentée en Figure 1.56(a) peut s'appliquer aux grains. En effet, lors du procédé de FA, des variations spatiales de R et G existent dans le bain de fusion en raison du déplacement de la source de chaleur, comme le montrent *Wei et al.* en Figure 1.59 par la simulation du soudage TIG d'un alliage d'aluminium 6082 [233]. La conclusion générale est que G/R , qui détermine essentiellement si la structure sera équiaxe ou colonnaire, augmente lorsque la vitesse de balayage (ou déplacement de la source de chaleur) diminue. G/R diminue en

s'éloignant de la limite du bain de fusion. Des grains colonnaires sont donc préférentiellement obtenus dans le bain de fusion et des grains équiaxes autour.

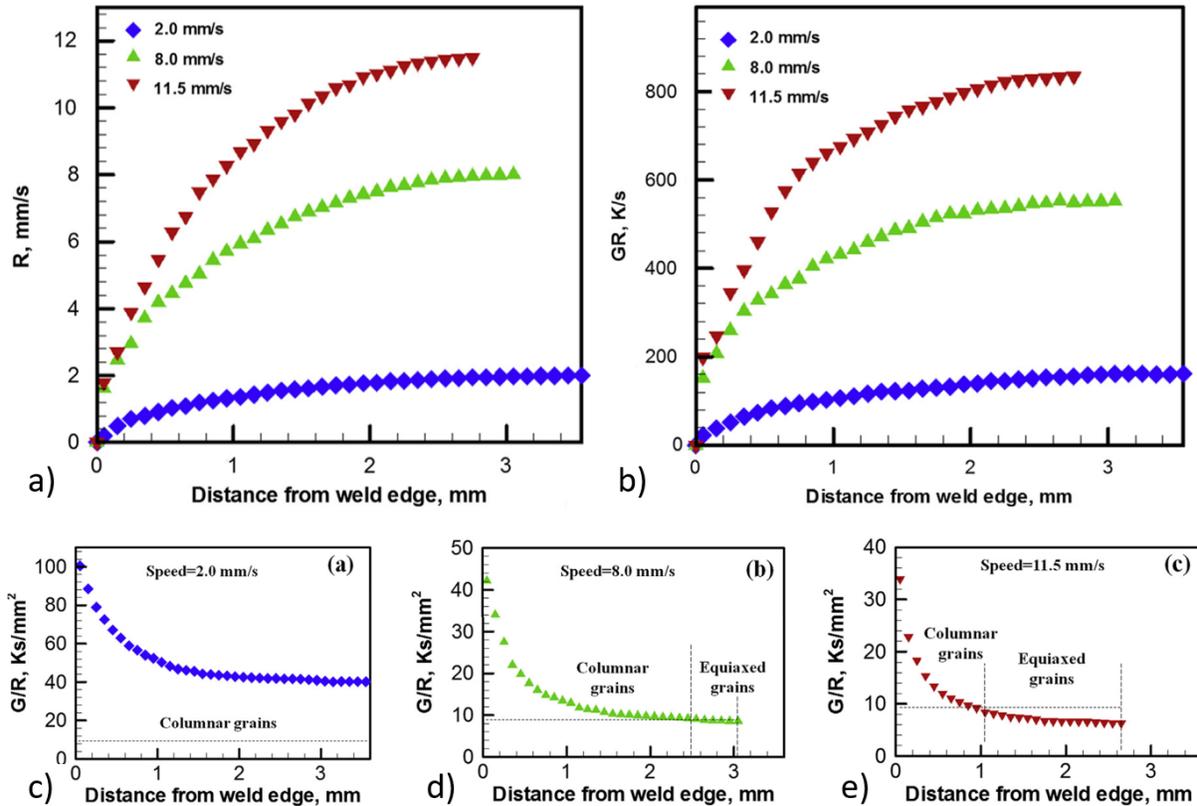


Figure I.59. Evolution du taux de solidification (R) et du gradient thermique (G) en fonction de la position à la limite du bain de fusion, pour différentes vitesses de balayage dans l'alliage d'aluminium 6082 soudé par TIG [233].

La tendance expérimentalement, pour les superalliages base Ni, est toutefois à l'obtention de grains colonnaires s'étendant à travers plusieurs couches [12], [124], [234], [235], comme introduit en partie I.2.d.ii. Dans cette structure colonnaire, d'autres variations peuvent encore survenir, telles que la taille et la largeur des grains dans la direction de construction. La Figure I.60(a) en montre un exemple pour un superalliage Ni-Co-Cr-Mo-Al-Ti-B non-soudable traité par EBM [236]. Les grains ont une croissance par épitaxie de couche en couche, et leur largeur se voit augmenter dans la hauteur du mur. Les grains les plus fins, d'environ 30 μm de large sont au plus proche du substrat, tandis qu'ils grossissent jusqu'à 150 μm dans le milieu du mur et atteignent jusqu'à 1 mm dans la partie supérieure. Le gradient de largeur des grains colonnaires est semblable à celui observé dans la technique de Bridgman pour la croissance des monocristaux, basée sur la solidification directionnelle [26]. En conséquence, la densité de joints de grains diminue fortement du bas vers le haut du mur (Figure I.60(b)). La structure granulaire des superalliages base Ni élaborés par FA peut donc être tout à fait similaire à celle obtenue en solidification dirigée [237]. Ces grains colonnaires larges sont caractérisés, on le verra en partie I.4.c, par des propriétés mécaniques

anisotropes. Ils contrastent fortement des grains équiaxes, généralement plus petits, qui génèrent des propriétés plus uniformes [233].

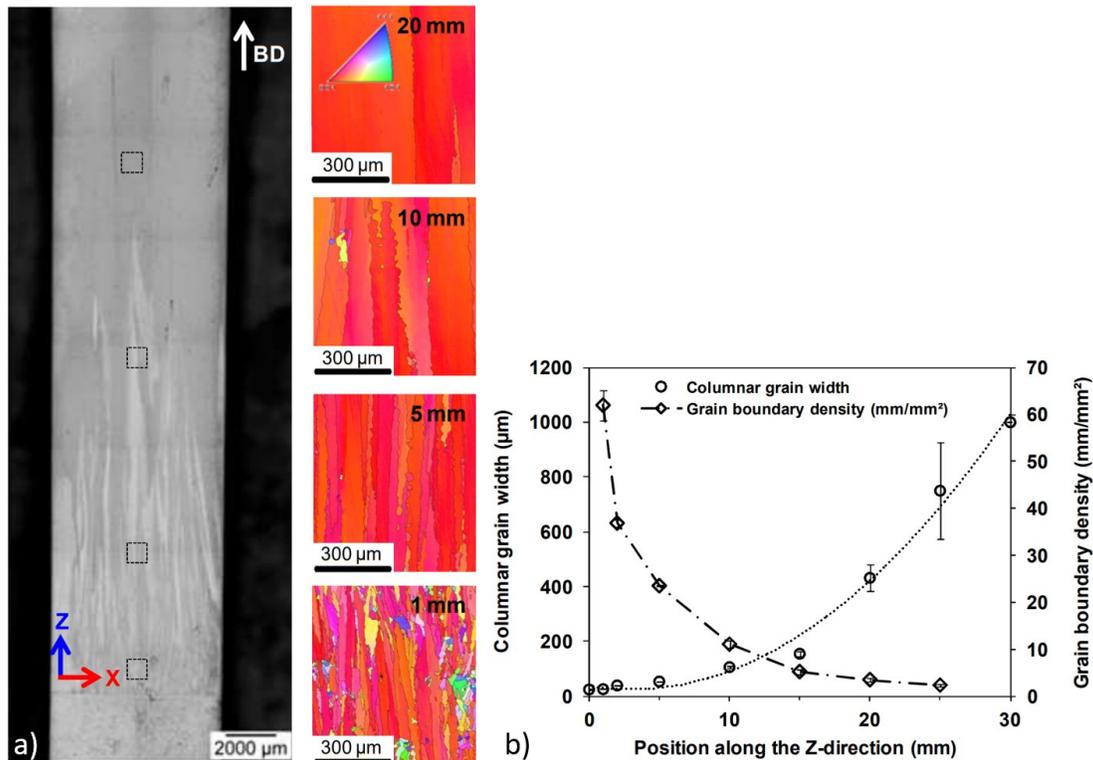


Figure 1.60. Structure granulaire d'un superalliage base Ni à haute teneur de γ' à l'état post-fabrication produit par EBM : (a) micrographie optique et cartographies EBSD en IPF associées à différentes hauteurs dans le mur, (b) évolution de la largeur des grains colonnaires et de la densité de joints de grains dans la direction de construction [236].

Même si la structure granulaire est majoritairement colonnaire, il arrive d'observer une transition colonnaire vers équiaxe en fonction des paramètres de fabrication de certains procédés. En EBM, par exemple, il est possible de localement altérer la structure granulaire (Figure 1.61) en changeant brusquement de stratégie de balayage [239], [240]. En LMD, ce même type de transition est observé dans la couche supérieure de structures [241], [242], [243] et est attribué à une diminution du gradient de température et une augmentation de la vitesse de l'interface, similairement à la solidification dendritique présentée précédemment.

Enfin, d'autres méthodes peuvent être mises en œuvre pour casser la structure colonnaire généralement issue de la FA de type DED. Au cours du dépôt, des dispositifs d'écroutissage comme le martelage [244] ou le galetage [245] appliqués in-situ, entre chaque passe, peuvent permettre d'affiner grandement la taille de grains. Après la fabrication, un traitement thermique de mise en solution à température suffisamment élevée permet une recristallisation et donc une transition vers une structure plus équiaxe [246].

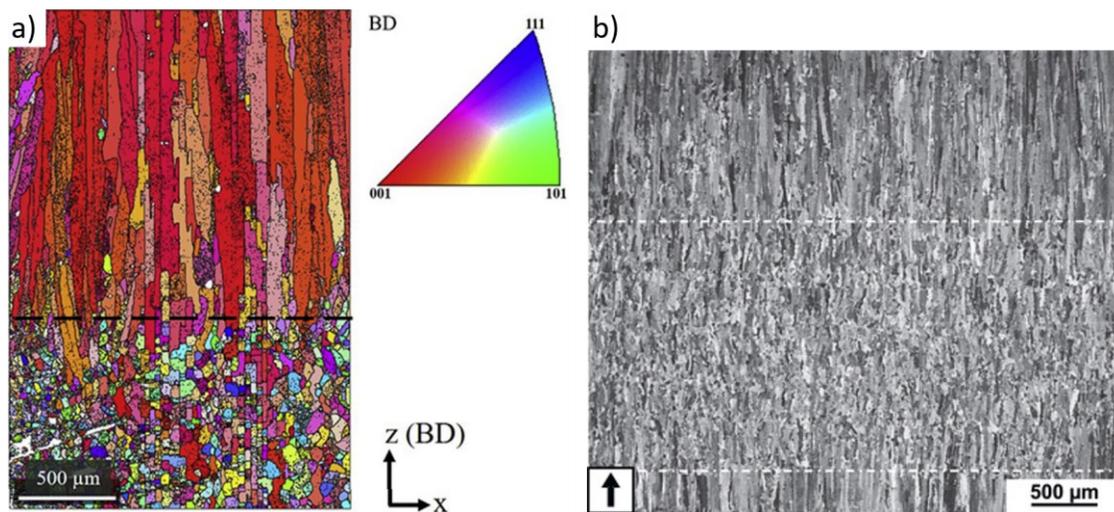


Figure 1.61. Variations locales dans la structure granulaire de l'Inconel 718 élaboré par EBM : (a) [247] et (b) [239].

1.4.b.iii. Hétérogénéités chimiques

Le dernier grand type d'hétérogénéité microstructurale rencontrée dans les superalliages base Ni traités en FA est d'ordre chimique. L'hétérogénéité chimique en FA provient principalement des conditions de fabrication pendant la solidification. Tout d'abord, en fonction de la matière première et de l'alliage choisi, il est possible de perdre une partie des éléments chimiques par évaporation lors de la fabrication. Dans le cas de procédés nécessitant un vide poussé notamment, l'évaporation d'éléments volatiles a été observée [248]. Cela est d'autant plus favorisé par d'importants taux de dépôt ou des densités de puissance laser élevées [249]. Comme illustré en Figure 1.62(a) par *Panwisawas et al.* avec l'évolution de la pression de vapeur en fonction de la température, les éléments les plus susceptibles de s'évaporer en premier sont Al, Cr, Fe et Co [250]. Ces auteurs ont constaté une perte de Co et Cr allant jusqu'à 1,2 % atomique par rapport aux autres éléments dans des structures de divers superalliages base Ni fabriqués par SLM, en comparaison avec les poudres initiales. *Mukherjee et al.* ont également observé dans l'Inconel 625 LMD-poudre, où le Cr s'évapore à hauteur de 0,0117 % massique [251]. Comme introduit précédemment, chaque couche et chaque localisation dans la structure fabriquée en FA fait l'expérience d'un historique thermique unique. On peut alors s'attendre à ce que la variation de la composition chimique due à l'évaporation varie en fonction de la hauteur de la construction.

De plus, l'hétérogénéité chimique qui se produit pendant la solidification des superalliages à base Ni est basée sur le degré de ségrégation élémentaire. En effet, comme introduit en partie 1.2.d.i, les éléments d'alliage ségrègent préférentiellement dans le solide (qui donnera la matrice, les cœurs de dendrite) ou dans le liquide lors de la solidification. Cette distribution se fait selon le coefficient de ségrégation de chaque élément et est spécifique à chaque matériau. La Figure 1.62(b) présente les valeurs de ce coefficient pour les principaux éléments d'alliage dans le cas de quelques superalliages base Ni bien

connus. Pour le Waspaloy, Ti, Al et Mo ont une affinité marquée pour la phase liquide et vont donc exhiber de plus grandes teneurs dans les espaces interdendritiques, tandis que Co a tendance à se concentrer dans la matrice. Le Cr affiche un coefficient égal à 1, indiquant une distribution homogène. Malgré leurs similarités et leurs utilisations proches, on peut noter les différences significatives entre le Waspaloy et l'Inconel 718 au regard de la ségrégation dendritique.

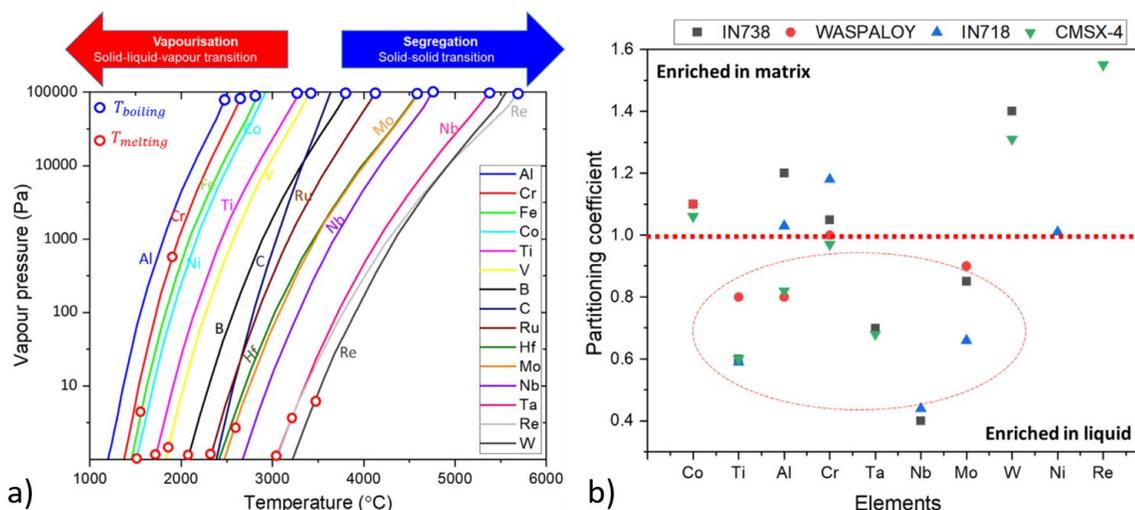


Figure 1.62. (a) Pression de vapeur des principaux éléments des superalliages base Ni en fonction de la température [250] et (b) coefficient de ségrégation dans le solide (matrice, cœur de dendrite) et le liquide (espace interdendritique) pour quelques superalliages base Ni [124], sur la base de [252], [253].

Cette ségrégation élémentaire issue de la solidification hors équilibre des superalliages engendre des différences de composition chimique notables entre les cœurs de dendrite et les espaces interdendritiques. Un gradient de concentration en solutés est observé entre les deux régions, comme l'illustre la Figure I.63(a). Il s'agit là d'une simulation pour l'Inconel 718 LMD-poudre où, en accord avec la Figure I.62(b), Nb et Fe sont les éléments à la plus ségrégation la plus prononcée [254]. Ces changements locaux de composition chimique résultent à leur tour en des changements locaux de thermodynamique et cinétique, influençant également certaines transformations de phase lors de traitements thermiques post-FA. En effet, de nombreux auteurs ont reporté des diagrammes Temps-Température-Transformation (TTT) significativement distincts entre les cœurs de dendrite et les espaces interdendritiques pour les superalliages base Ni en FA [15], [145], [200], [254], [255]. Pour l'Inconel 718 par exemple, que ce soit en LMD-poudre (Figure I.63(b)) [254] ou en CMT (Figure I.64(a,b)) [200], les régions interdendritiques ont une cinétique de précipitation plus rapide pour les phases γ' , γ'' et δ . Cela s'explique par la concentration plus importante de Ti et Nb dans ces régions, étant données les compositions de ces trois phases ($Ni_3(Al,Ti)$ et Ni_3Nb pour rappel). Les nez des courbes en C sont également à des températures supérieures, indiquant une meilleure stabilité de ces phases à haute température dans les régions interdendritiques.

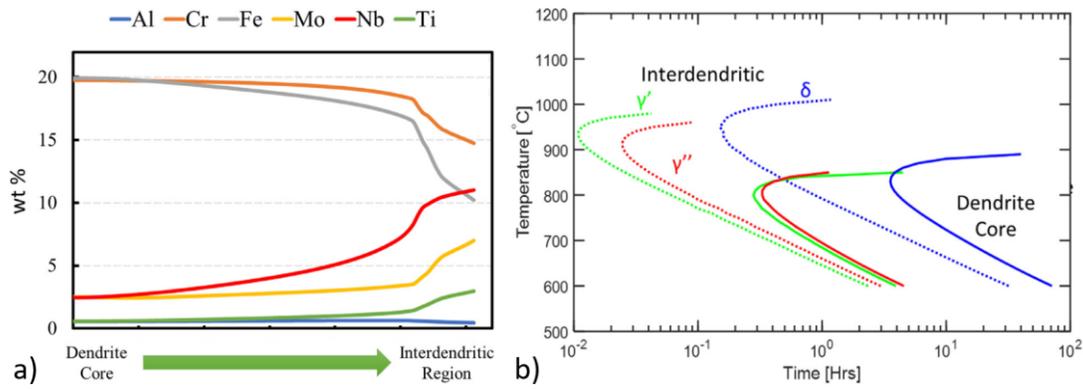


Figure 1.63. Inconel 718 LMD-poudre : (a) gradient de composition chimique dans la structure dendritique et (b) diagramme TTT généré par JMatPro à partir des compositions chimiques des espaces interdendritiques et des cœurs de dendrite [254].

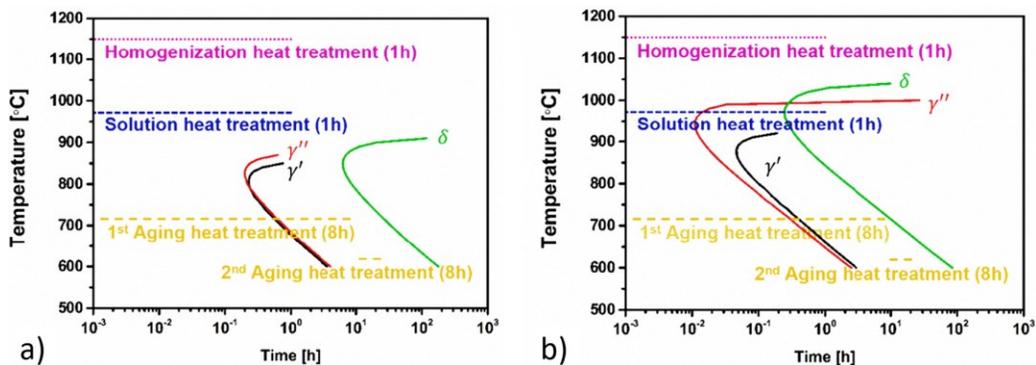


Figure 1.64. Diagrammes TTT de l'Inconel 718 CMT générés par JMatPro pour : (a) les cœurs de dendrite et (b) les espaces interdendritiques [200].

Enfin, pour certaines phases, des changements de fraction volumique, de taille et de morphologie sont observés en fonction de leur position dans la hauteur de la structure fabriquée par FA. Dans l'Inconel 718 SLM [226], les phases de Laves montrent une fraction volumique de 1 % plus élevée dans la partie supérieure du mur que dans les premières couches. Ce phénomène est associé à la ségrégation plus importante du Nb dans les derniers cordons. En raison des cycles thermiques successifs, les cordons du bas de la structure démontrent une homogénéisation des teneurs en solutés entre les cœurs de dendrite et les espaces interdendritiques. En effet, *Yeoh et al.* ont reporté dans leur étude de l'Inconel 718 LMD-poudre un gradient de teneur en Nb dans les dendrites suivant la direction de construction [227]. Les couches inférieures affichent environ 4 % massique tandis que celles tout en haut sont à moins de 3 %. Dans un mur d'Inconel 718 CMT, *Van et al.* ont montré que les précipités de phases de Laves se présentent sous différentes morphologies en fonction de leur localisation [145]. De forme très discrète dans le bas, ils prennent une apparence de plus en plus continue voire lamellaire en montant dans le mur (Figure 1.65), puis un retour à une nature discrète dans le dernier cordon. De tels gradients morphologiques ont également été notés en EBM [256]. Ils résultent de changements dans les conditions de solidification mais aussi de l'effet d'homogénéisation in-situ du dépôt de cordons les uns sur les autres.

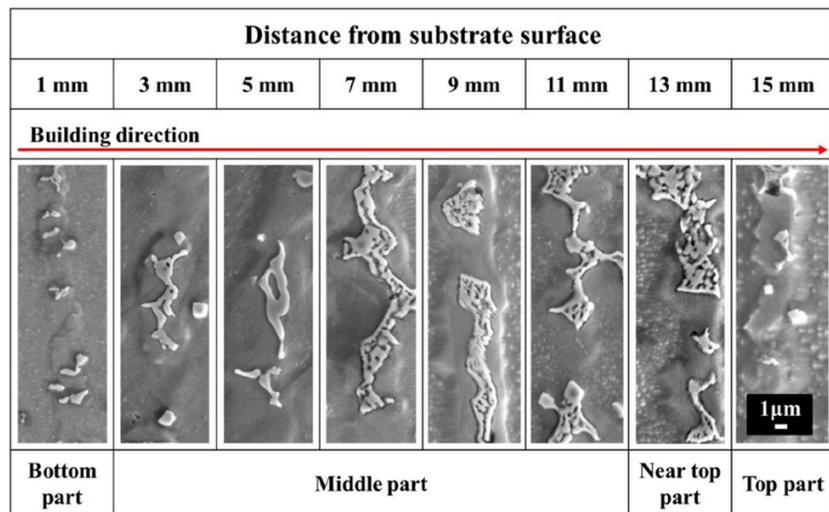


Figure I.65 : Evolution de la forme des phases de Laves dans la hauteur d'une structure en Inconel 718 CMT [145].

Autre caractéristique microstructurale majeure dans le cas des superalliages durcis par précipitation, les précipités γ' manifestent aussi une hétérogénéité entre les cœurs de dendrite et les espaces interdendritiques, ainsi qu'un gradient de taille dans la hauteur de la structure fabriquée. Pour les mêmes raisons de ségrégation élémentaire évoquées dans le paragraphe précédent, c'est-à-dire un enrichissement local en Al et Ti dans les espaces interdendritiques, les précipités γ' s'y trouvent généralement plus gros et plus nombreux que dans les cœurs de dendrite [13]. A partir de la Figure I.62(b), on peut s'attendre à ce type d'hétérogénéités de précipitation γ' dans le Waspaloy. De plus, il existe également un gradient de taille des précipités selon la direction de construction. *Ramsperger et al.* ont observé cela dans le CMSX-4 EBM, comme illustré en Figure I.66(a) [257]. La Figure I.66(b) trace l'évolution de la taille et de la fraction volumique des précipités γ' en fonction de la distance au dernier cordon. Il en ressort une fraction volumique constante autour de 72 %, indépendamment de la hauteur de l'échantillon, mais une variation significative de la taille des précipités : 380 ± 50 nm dans le bas contre 100 ± 50 nm dans le haut, à 14,5 mm d'écart entre les deux mesures. Cette manifestation est associée au dépôt successif de couches qui, par les hautes températures liées au procédé et l'apport de chaleur cumulé, fait l'effet d'un traitement thermique de vieillissement dans les couches inférieures. *Hussein et al.* ont remarqué un gradient de taille de précipités γ' semblable selon la direction de construction dans le cas du Waspaloy produit par LMD-fil [202], [203].

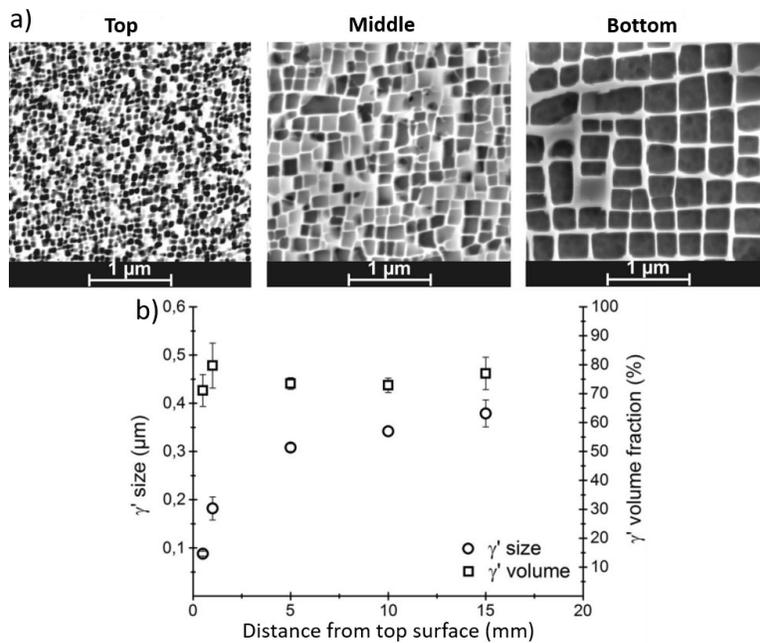


Figure 1.66. Evolution dans la hauteur d'une structure en CMSX-4 EBM de : (b) la microstructure γ/γ' et (c) la taille et la fraction volumique des précipités γ' . Adapté de [257].

Ainsi, de nombreuses hétérogénéités microstructurales sont induites par les procédés de FA (et de soudage) dans les superalliages base Ni. Ces dernières exercent une influence certaine sur les propriétés mécaniques, que ce soit en terme d'anisotropie liée à la structure granulaire principalement colonnaire et fortement texturée $\langle 001 \rangle$, ou en terme de distributions hétérogènes de précipités durcissants, avec en plus des gradients de taille et fraction volumique dans la hauteur des structures. La partie suivante traite des hétérogénéités dans les propriétés mécaniques résultant des hétérogénéités microstructurales.

1.4.c. Hétérogénéités dans les propriétés mécaniques

1.4.c.i. Hétérogénéités de dureté

Les hétérogénéités de distribution de précipités durcissants, tel que le gradient de taille des précipités γ' présentés précédemment, sont les principales responsables de variations de dureté observées dans les constructions FA. Les mesures de dureté ont tendance à être plus élevées dans le bas des structures que dans le haut en raison de la plus grande quantité de précipités qui y est observée. *Sun et al.* ont évalué l'évolution de dureté Vickers dans la hauteur d'une structure en Inconel 718 EBM [258]. Comme illustré en Figure 1.67(a), à l'état post-fabrication, la dureté décroît en montant vers les couches supérieures, allant d'environ 410 HV dans le bas à 370 HV dans le haut. Après traitement thermique complet en trois étapes, le matériau montre une dureté supérieure et plus uniforme. La mise en solution a permis de considérablement réduire la taille des précipités de phase δ , et les revenus ont mené à la formation de nombreux précipités γ' et γ'' de petite taille.

Pour l'Inconel 718 CMT, *Van et al.* ont observé un effet similaire (Figure I.67(b)) : le maximum de dureté (290 HV) est atteint dans le bas du mur, à 4 mm du substrat, entre la 3^{ème} et 4^{ème} couche, et décroît ensuite fortement jusqu'à tomber à 250 HV dans la dernière couche [145]. L'Inconel 718 étant durci par précipitation, son durcissement est généralement assuré par un traitement thermique. L'apport de chaleur est assez important en CMT pour obtenir l'effet d'un revenu in-situ au dépôt de chaque nouveau cordon : les auteurs reportent en effet une fraction surfacique de précipités γ' et γ'' supérieure dans le centre du mur. De plus, avec le faible taux de refroidissement lié à l'accumulation de chaleur, les grains (et les dendrites) sont de plus en plus grossiers dans la hauteur du mur. Selon la relation de Hall-Petch, les régions à grains fins et présentant un plus grand nombre de joints de grains résultent en une dureté accrue [259], [260]. De la même manière, une structure dendritique fine donne des valeurs de dureté plus élevées. On observe en effet un pic de dureté dans la partie supérieure du dernier cordon (Figure I.67(b)) en raison du transfert de chaleur par convection, permettant un refroidissement et une trempe rapides.

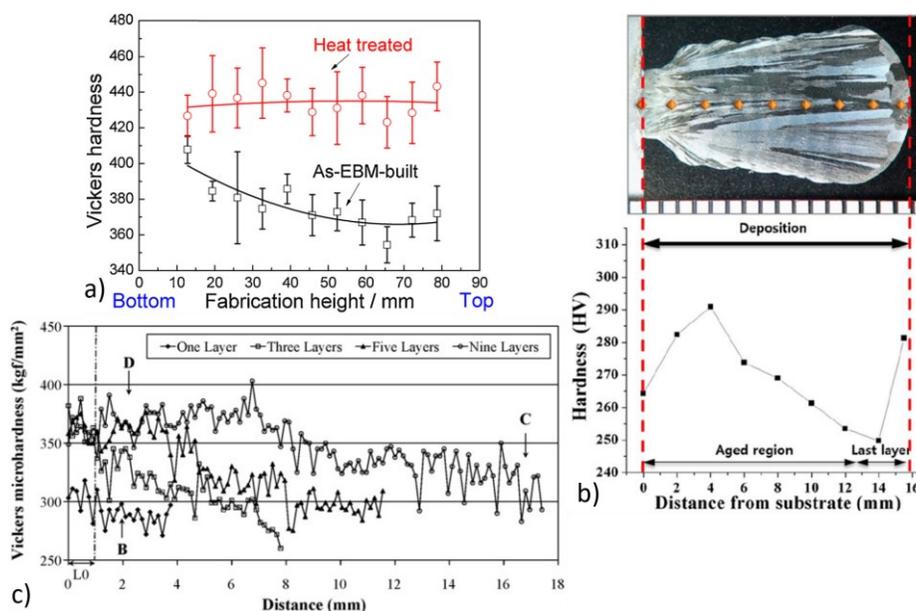


Figure I.67. Evolution de la dureté à l'état post-fabrication : (a) Inconel 718 EBM [258], (b) Inconel 718 CMT [145] et (c) Waspaloy LMD-fil [202].

Enfin, sur le Waspaloy LMD-fil (Figure I.67(c)), *Hussein et al.* ont mesuré des variations de microdureté Vickers le long de murs à 1, 3, 5 et 9 cordons [202]. Les dépôts multicordons présentent de manière distincte des valeurs plus grandes dans les couches inférieures que dans celles supérieures. Le dernier cordon du mur à 9 couches affiche une dureté moyenne de 325 $\text{kgf}\cdot\text{mm}^{-2}$ tandis qu'elle n'est que d'environ 280 $\text{kgf}\cdot\text{mm}^{-2}$ pour le dépôt monocordon. Pour une hauteur donnée, la dureté augmente nettement avec le nombre de couches déposées. Ces changements sont associés à l'effet des multiples cycles de chauffage/refroidissement sur la microstructure, la distribution des solutés et la précipitation γ' .

1.4.c.ii. Hétérogénéités en traction

De manière semblable à ce qui a été décrit pour la dureté dans la partie précédente, les propriétés en traction des superalliages base Ni dépendent fortement des précipités durcissants (γ' et γ''), de la morphologie des grains et des dendrites. Elles sont aussi considérablement influencées par les textures cristallographiques prononcées dans la direction de construction, qui mènent à une anisotropie à l'ambiante et à haute température.

La présence de précipités durcissants à l'état post-fabrication dépend fortement du procédé de FA employé, et en particulier des températures atteintes lors de la construction. Pour l'Inconel 718, par exemple, il a été montré que les échantillons fabriqués par EBM font preuve de meilleures propriétés en traction que ceux produits par DED ou SLM [261]. Cela s'explique par l'effet accru de précipitation in-situ lors du dépôt par EBM, en lien avec les températures importantes atteintes dans la chambre (au-dessus de 1000 °C). De plus, pour un même set de paramètres et une même géométrie/orientation d'éprouvettes, *Sames et al.* ont établi que le taux de refroidissement avait un effet marqué sur les propriétés obtenues en traction pour l'Inconel 718 EBM brut de fabrication [221]. Un refroidissement lent permet de meilleures limites d'élasticité et résistance maximale qu'un refroidissement rapide : 869 MPa et 1108 MPa contre 590 MPa et 942 MPa respectivement. En revanche, les échantillons refroidis lentement font preuve d'une moins bonne ductilité. Cela suggère que le temps supplémentaire passé en température pendant un refroidissement lent permet un durcissement efficace du matériau par précipitation. De plus, dans le Waspaloy TIG, il a été montré que la limite d'élasticité est plus importante dans les échantillons prélevés dans le bas du mur que dans ceux usinés dans la partie supérieure [203], en lien avec la précipitation in-situ de phase γ' et l'effet de revenu décrit précédemment.

Deng et al. ont étudié les propriétés en traction à l'ambiante de l'Inconel 718 EBM en fonction de la direction de chargement (parallèle ou perpendiculaire à la direction de construction) et des différents états métallurgiques : post-fabrication (« AM »), double revenu uniquement (« H0 »), mise en solution à différentes températures (930 °C/« H1 »), 980 °C/« H1 » et 930 °C/« H1 ») [262]. Les résultats présentés en Figure 1.68(a,b) montrent des différences notables entre les deux directions donc la présence de propriétés anisotropes. Les éprouvettes verticales affichent une meilleure résistance maximale et limite d'élasticité que les éprouvettes horizontales. Les traitements thermiques permettent d'améliorer ces propriétés mais ne les homogénéisent pas, à l'exception du « H0 » qui réduit considérablement les écarts. *Seow et al.* ont réalisé des essais à température ambiante et à 650 °C sur de l'Inconel 718 WAAM, et conclu qu'une légère anisotropie (15 % environ) était présente à l'état post-fabrication [263]. Après traitement thermique en trois étapes, l'Inconel 718 WAAM préserve une petite anisotropie à l'ambiante mais semble

quasiment isotrope à 650 °C. Dans le cas de l'Inconel 617 MIG, *Hassel et Carstensen* ont également trouvé des écarts de propriétés en traction (Figure I.68(c)) en fonction du sens de prélèvement par rapport à la direction de construction (0, 45 et 90 °) [189]. Les échantillons à 0 et 90 ° ont des propriétés comparables, mais celui à 45 ° présente une meilleure limite d'élasticité et une résistance en traction améliorée en contrepartie d'une ductilité réduite. L'anisotropie en ductilité dans la littérature a principalement été associée aux grains colonnaires, qui ont une tendance au délaminage au niveau des joints de grains lors de sollicitations perpendiculaires à leur longueur [264].

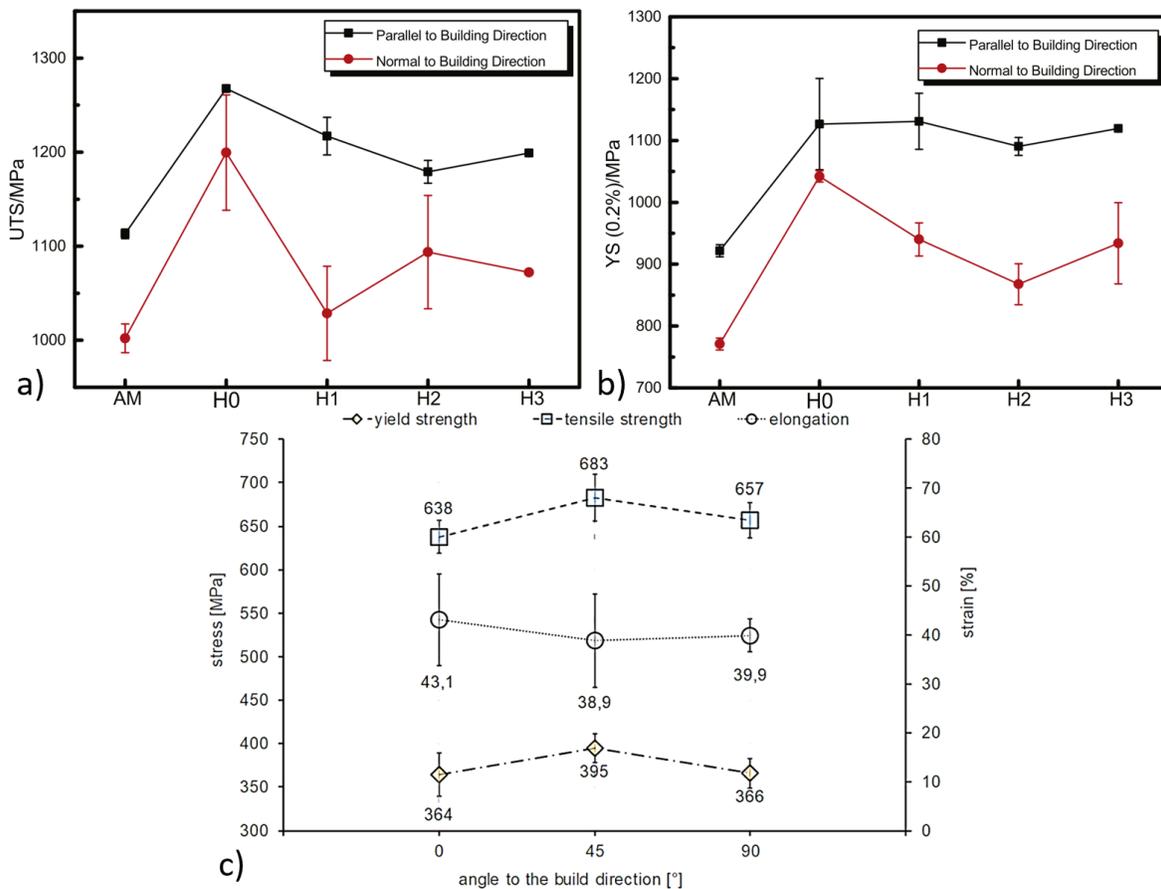


Figure I.68. Propriétés en traction à l'ambiante : (a,b) de l'Inconel 718 EBM post-fabrication et après divers traitements thermiques [262] et (c) de l'Inconel 617 MIG [189].

L'élasticité est quant à elle principalement affectée par la texture cristallographique, et très faiblement par la précipitation γ' [265]. Contrastant avec les résultats en Figure I.68(a,b), *Deng et al.* ont prouvé pour l'Inconel 718 EBM un module de Young bien différent entre une sollicitation en traction dans la direction de construction des éprouvettes (≈ 105 GPa) ou perpendiculaire à cette dernière (≈ 135 GPa), et ce quel que soit l'état métallurgique [262]. La précipitation γ' optimisée après traitement thermique n'a donc pas un impact notable sur cette variable. L'explication principale est la forte texture $\langle 001 \rangle$ dans la direction de construction qui mène à un moins bon module d'élasticité lors d'un chargement parallèle que

lors d'un chargement perpendiculaire [266]. Ce principe est illustré en Figure I.69, avec une représentation 3D du module de Young en fonction de l'axe de chargement en traction.

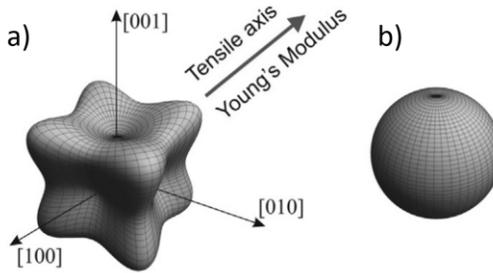


Figure I.69. Représentation 3D du module de Young en fonction de l'orientation de l'axe de chargement en traction : (a) cas typique d'un superalliage base Ni monocristallin et (b) cas d'un matériau parfaitement isotrope [266].

Peu d'études ont ainsi été menées sur les propriétés en traction du Waspaloy WAAM, et celles disponibles dans la littérature traitent essentiellement du Waspaloy TIG. L'évaluation des propriétés en traction du Waspaloy CMT sera donc une nouveauté apportée à travers ce travail de thèse.

I.4.c.iii. Hétérogénéités en fluage

Bien que de nombreuses études aient été dédiées à l'évaluation des propriétés en fluage des superalliage base Ni élaborés par FA [127], [267], [268], [269], [270], [271], très peu traitent des hétérogénéités du comportement en fluage. Cependant, comme pour la dureté et la traction, on peut s'attendre à ce que le comportement en fluage soit hétérogène en raison des hétérogénéités microstructurales présentées en Introduction générale. La vitesse de déformation étant dépendante de la taille des précipités γ' notamment [272], [273], [274], elle devrait varier dans la hauteur des structures FA.

Bürger et al. reportent des différences de comportement en fluage dans le CMSX-4 EBM en fonction des localisations de prélèvement des éprouvettes : haut ou milieu des barres fabriquées par EBM [127]. Le matériau post-fabrication est évalué, ainsi que l'effet d'un traitement thermique en trois étapes. Dans des conditions à haute température et faible contrainte (1050 °C / 160 MPa), en Figure I.70(a), les échantillons post-fabrication du milieu fluent plus rapidement que ceux du haut et ont une durée de vie inférieure. L'application du traitement thermique permet d'améliorer les propriétés en fluage, en atteignant de meilleures durées de vie et en réduisant la vitesse de déformation. L'échantillon traité thermiquement du milieu accumule de la déformation plus vite, mais la ductilité est meilleure que celui du haut. Les durées de vie sont similaires. Dans le régime à basse température et haute contrainte (850 °C / 600 MPa), en Figure I.70(b), l'écart entre post-fabrication et traité thermiquement est nettement plus marqué, avec des durées de vie plus que doublées pour la seconde condition. Un comportement en fluage légèrement meilleur peut être noté pour les échantillons prélevés dans le haut des barres, peu importe

l'état métallurgique. La ductilité et la durée de vie sont relativement plus grandes. Ces résultats sont la conséquence des effets de taille des précipités γ' . En effet, en fluage à 850 °C / 600 MPa, de plus petits précipités favorisent le cisaillement et le glissement $\langle 112 \rangle \{111\}$ qui a un très grand libre parcours moyen.

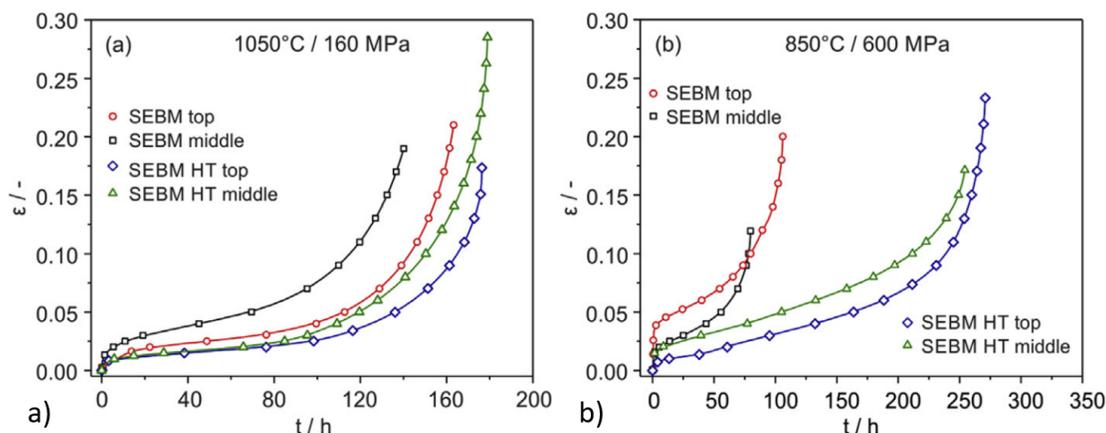


Figure I.70. Comportement en fluage du CMSX-4 EBM post-fabrication et traité thermiquement (HT) en fonction des localisations de prélèvement des éprouvettes : (a) haute température et faible contrainte et (b) basse température et haute contrainte [127].

Lors de la fabrication par EBM, la précipitation de phase γ' est observée, et les précipités sont d'autant plus larges que la région a été exposée longuement aux températures élevées du procédé. De plus gros précipités γ' se trouvent alors dans le bas et le milieu de la structure, que dans le haut. Aussi, dans le cas des alliages polycristallins, la vitesse de déformation en fluage est connue pour être plus importante en cas de précipités de plus grande taille [275]. Ce phénomène explique, qu'à l'état post-fabrication, les éprouvettes du milieu fluent plus vite. Il est intéressant de noter que le traitement thermique ne gomme pas entièrement cet effet.

Enfin, comme en traction, des propriétés anisotropes ont été constatées en fluage en raison de la morphologie et de l'orientation cristallographique des grains. *Kunze et al.* ont montré pour l'Inconel 738LC SLM une différence de comportement en fluage à 850 °C selon si les éprouvettes étaient verticales ou horizontales (Figure I.71) [271]. Les échantillons verticaux, avec la direction de chargement parallèle à la direction de construction, présentent de meilleures propriétés. Le matériau est caractérisé par une texture fibreuse $\langle 100 \rangle$, avec des grains colonnaires préférentiellement alignés dans la direction de construction. En fluage, la contrainte est donc principalement appliquée parallèlement aux grains colonnaires (« Z-plane ») dans les éprouvettes verticales, expliquant leur avantage. A l'inverse, elle est appliquée principalement transversalement aux joints de grains dans le cas des éprouvettes horizontales. Il est bien connu que les joints de grains normaux à l'axe de contrainte principal ont un effet néfaste en fluage [276]. C'est ce phénomène qui avantage bien souvent les superalliages base Ni à solidification directionnelle (à

grains colonnaires également) ou encore les alliages monocristallins par rapport aux matériaux coulés/forgés conventionnels [237], [240], [277].

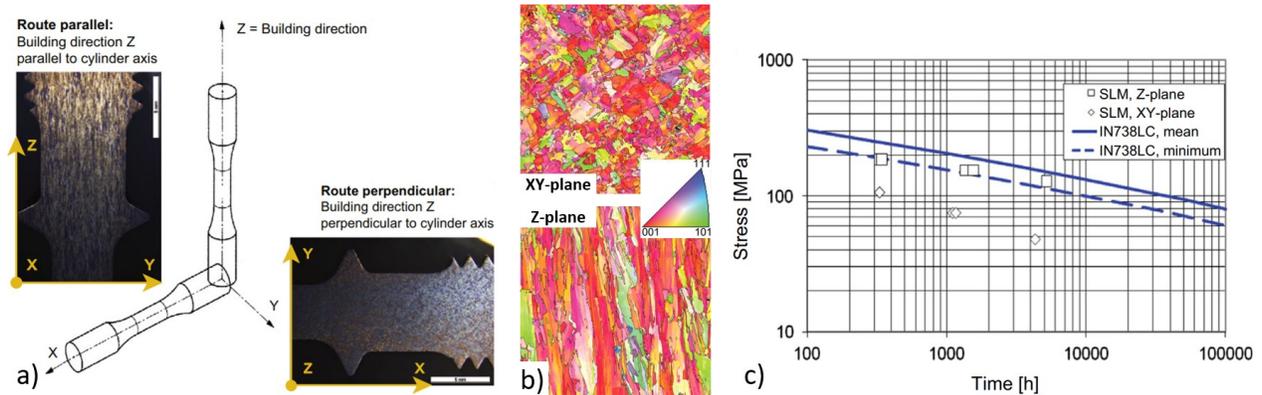


Figure 1.71. Inconel 738LC SLM : (a) deux directions de prélèvement, (b) cartographies EBSD associées et (c) contrainte en fonction du temps pour atteindre 1 % de déformation plastique totale lors d'essais de fluage à 850 °C. Adapté de [271].

On notera qu'aucune donnée n'a été trouvée dans la littérature concernant les propriétés en fluage ni de l'Inconel 718 WAAM, ni du Waspaloy WAAM. Ces travaux de thèse permettent de combler ce manque. Les propriétés en fatigue sont également d'un intérêt majeur dans l'étude des matériaux issus de la FA, en raison notamment de l'effet des défauts (évoqués en partie I.2.c.ii) sur la durée de vie fatigue [148], [170], [187]. Les hétérogénéités en fatigue ne sont ici pas détaillées car non étudiées dans cette thèse.

1.4.c.iv. Hétérogénéités des contraintes résiduelles

Le dernier type d'hétérogénéités mécaniques présenté dans cet état de l'art est lié aux contraintes résiduelles. Décrites en partie I.2.c.ii, elles sont indésirables mais quasiment inévitables lors de l'utilisation de procédés de FA. Plusieurs études se focalisent sur leur évaluation dans les superalliages base Ni produits par FA.

Tout d'abord, les contraintes résiduelles sont distribuées dans la structure de manière hétérogène. En raison du gradient thermique et de ses évolutions lors de la construction en FA, les contraintes résiduelles induites varient également en fonction de la localisation dans la structure [278], [279]. *Wu et al.* ont estimé par la méthode du perçage incrémental les contraintes résiduelles dans le Ti-6Al-4V et l'Inconel 718 TIG [280]. Les deux matériaux ont des distributions de contraintes semblables (Figure I.72(a)) dans les directions transverses (selon x) et longitudinales (selon y). Les côtés des échantillons affichent des contraintes en traction (≈ 200 MPa pour l'Inconel 718) tandis que le centre est en compression (≈ -100 MPa). *Ahmad et al.* ont aussi étudié les contraintes résiduelles dans l'Inconel 718 L-PBF, par la méthode des contours [281]. Les résultats en Figure I.72(b) montrent de fortes contraintes en compression (300-

400 MPa) dans la partie centrale de l'échantillon, et d'importantes contraintes en traction en surface et le long des bords. Les différences de taux de refroidissement et de dissipation de chaleur dans ces régions sont les principales causes des variations mesurées. En effet, les contraintes résiduelles dépendent essentiellement des champs de température vus par la structure lors de la phase de refroidissement [186].

Prenons un cas simplifié où, lors de la construction, toute la nouvelle couche est ajoutée instantanément. Lorsqu'une nouvelle couche est déposée, sa température est plus élevée que celle de la couche inférieure. Cette dernière se refroidissait jusqu'alors uniformément dans la direction de construction, provoquant une expansion de la nouvelle couche. Cette expansion est toutefois entravée par la présence de la couche inférieure, entraînant alors des contraintes de compression dans la nouvelle couche et des contraintes de traction dans la couche sous-jacente. Quand la construction est terminée, la dernière couche commence à se refroidir plus rapidement que la partie inférieure ne peut le faire, générant des contraintes de traction dans la nouvelle couche et des contraintes de compression dans la partie inférieure. Cela est cohérent avec les observations expérimentales de la littérature présentées en Figure I.72. Dans la réalité, tout cela est plus complexe, avec des distributions de contraintes résiduelles plus hétérogènes encore, en particulier dans le plan, car la température varie également au sein d'une même couche.

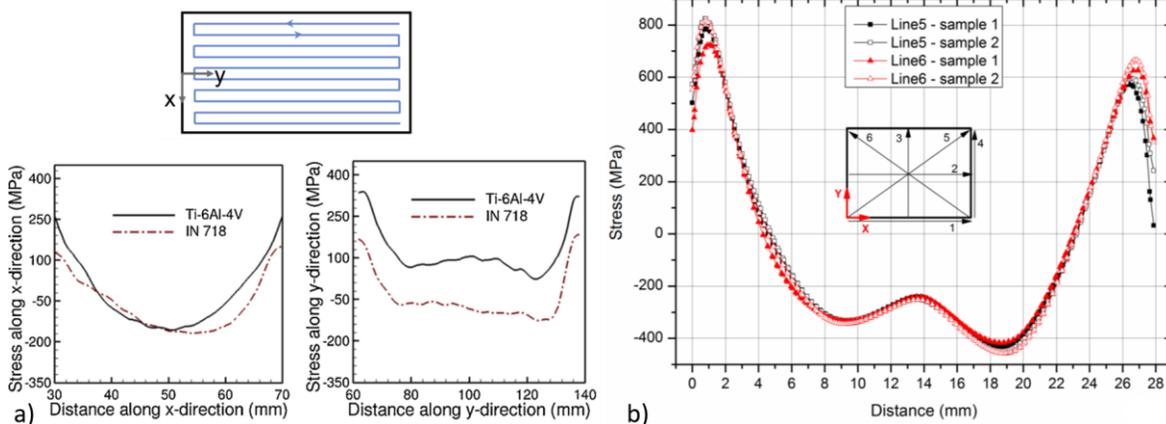


Figure I.72. Contraintes résiduelles dans l'Inconel 718 : (a) TIG [280] et (b) L-PBF [281].

Ensuite, l'évolution des contraintes thermiques cycliques lors du dépôt peut conduire à l'accumulation de gradients de déformation plastique localisés. Cela est connu pour influencer de manière significative la réponse d'un matériau, générant des changements locaux dans la microstructure et les propriétés associées. Les travaux de *Foster et al.* sur l'Inconel 718 L-PBF en présente un exemple type [282]. Les auteurs mettent en lumière une dureté hétérogène dans les constructions, et l'attribuent à la déformation plastique accumulée qui survient en raison de l'évolution transitoire de la contrainte

thermique. Ces contraintes thermiques cycliques se manifestent par la présence de réseaux cellulaires de dislocations dans les structures dendritiques et interdendritiques de la plupart des superalliages.

Enfin, ces déformations plastiques cycliques peuvent affecter les transformations de phase à l'état solide. *Lopez-Galilea et al.* ont reporté que les contraintes résiduelles générées pendant la FA de type SLM du CMSX-4 entraînent une forte densité de dislocations, favorisant la nucléation de phases TCP (μ et Laves) [283]. Autre exemple, *Mataveli Suave et al.* ont prouvé des différences de cinétiques de précipitation δ et γ'' dans l'Inconel 625 en fonction de s'il est vieilli sous forme de tôle laminée mise en solution (« AR ») ou après fluotournage (« SS ») [284]. Ce procédé de mise en forme induit un état précontraint qui accélère la formation de phase δ (Figure 1.73(a)) et ralentit indirectement celle des précipités γ'' (Figure 1.73(b)).

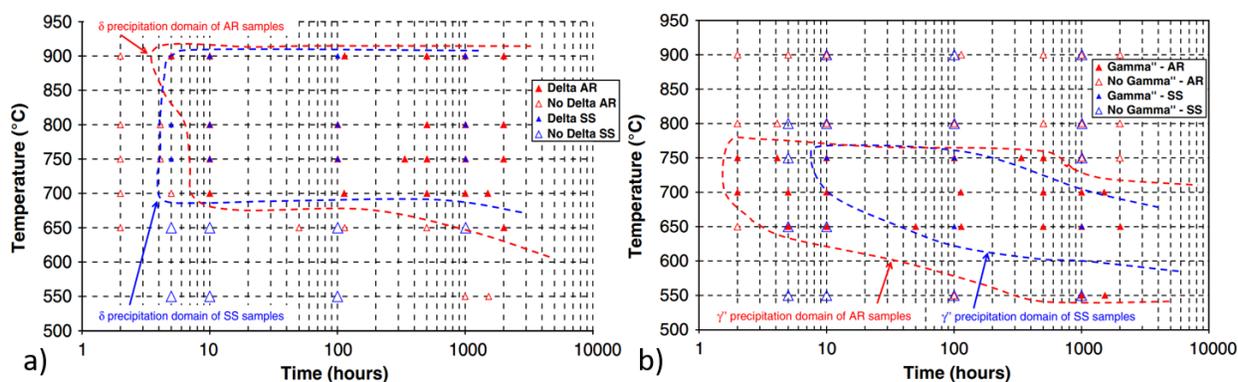


Figure 1.73. Effet d'un état précontraint dans l'Inconel 625 sur les cinétiques de précipitation : (a) de la phase δ et (b) de la phase γ'' [284].

Conclusion du chapitre I

Les superalliages base nickel γ/γ' ont été introduits de manière générale, avec leurs microstructures classiques et les traitements thermiques associés. Lors de ces traitements thermiques, la précipitation γ' mûrit, c'est-à-dire que les particules réduisent en nombre mais voient leur rayon grossir selon la théorie classique de *Lifshitz, Slyozov et Wagner*. La métallurgie du Waspaloy forgé a été présentée, ainsi que les possibles transformations de phase à l'état solide et leurs températures caractéristiques. Le procédé CMT a ensuite été détaillé, et comparé au regard d'autres procédés de FA. Les microstructures issues de FA type WAAM ont été abordées, avec un accent sur l'Inconel 718, le Waspaloy étant nettement moins étudié en raison de sa soudabilité marginale. Il est, en effet, particulièrement sensible à la fissuration au revenu. Enfin, il a été montré que de nombreuses hétérogénéités microstructurales résultent de la complexité et la multiplicité du cycle thermique lors du dépôt. Des gradients de structure dendritique, granulaire et d'ordre chimique sont couramment observés dans la direction de construction. La microstructure et les propriétés mécaniques étant étroitement liés, ces variations se répercutent en dureté, traction et fluage. Les contraintes résiduelles, indissociables de la FA, sont également distribuées de manière non-uniforme.

A l'issue de cet état de l'art, et compte tenu des manques reportés dans la littérature au sujet du Waspaloy WAAM, ces travaux de thèse ont pour but de :

- Caractériser sa microstructure à l'état post-fabrication, en termes de structure granulaire, dendritique et précipitation γ' . Une attention particulière sera portée aux hétérogénéités induites par le procédé. De même, l'étude de l'interface avec le substrat est un axe crucial, cet élément étant la caractéristique principale qui distingue la réparation de la FA classique ;
- Evaluer ses propriétés mécaniques monotones, en traction et en fluage plus particulièrement. Des liens sont établis avec la microstructure, notamment avec les possibles gradients de taille de grains, dendrites et précipités γ' . Les essais seront réalisés à l'ambiante et en température ;
- Etudier son vieillissement microstructural à travers l'application de divers traitements thermiques de revenu dans une large gamme de température (700-1000 °C). Les cinétiques de croissance des précipités γ' seront analysées, et la formation de phases secondaires sera observée. Des diagrammes Temps-Température-Transformation expérimentaux seront dressés, et des simulations thermodynamiques seront réalisées pour comparer. Enfin, l'effet des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques sera évalué.

Chapitre II :

Matériaux et techniques
expérimentales

Table des matières du chapitre II : Matériaux et techniques expérimentales

II.1.	Waspaloy CMT et forgés de référence	80
II.1.a.	Fabrication de murs en Waspaloy CMT	80
II.1.b.	Traitements thermiques du Waspaloy CMT	82
II.1.c.	Waspaloy forgé à grains fins	85
II.1.d.	Waspaloy forgé à gros grains	85
II.2.	Moyens de caractérisation microstructurale	86
II.2.a.	Préparation des échantillons	86
II.2.b.	Microscopie optique (MO).....	89
II.2.c.	Microscopie électronique à balayage (MEB)	90
II.2.c.i.	Imagerie et analyse des précipités γ'	90
II.2.c.ii.	Energy Dispersive X-Ray Spectrometry (EDS)	92
II.2.c.iii.	Diffraction d'électrons rétrodiffusés (Electron Backscatter Diffraction, EBSD).....	93
II.2.d.	Microscopie électronique en transmission (MET)	95
II.2.d.i.	Principe général de la microscopie électronique en transmission	95
II.2.d.ii.	Utilisation pour l'imagerie	95
II.2.d.iii.	Utilisation pour la diffraction	97
II.2.d.iv.	Technique de stéréo microscopie	99
II.2.d.v.	Equipements utilisés pendant les travaux de thèse	100
II.2.e.	Tomographie à rayons X	100
II.3.	Moyens de caractérisation mécanique	101
II.3.a.	Essais de traction à l'ambiante sur micro-éprouvettes	101
II.3.a.i.	Essais à rupture	101
II.3.a.ii.	Essais in-situ avec corrélation d'images numériques	102
II.3.b.	Essais de traction en température sur éprouvettes cylindriques	103
II.3.c.	Essais de fluage isotherme sous air	105
II.3.d.	Essais de microdureté	106
II.4.	Modélisations thermodynamiques	107
II.4.a.	A l'équilibre thermodynamique.....	107
II.4.b.	Solidification hors équilibre : modèle de Scheil-Gulliver	107
Conclusion du chapitre II.....		109

II. Matériaux et techniques expérimentales

Ce chapitre décrit les moyens expérimentaux utilisés lors de la thèse. Les matériaux élaborés par CMT, ainsi que les divers traitements thermiques appliqués sont présentés. Des échantillons de matière forgée ont servi de références au cours de cette étude et sont donc exposés aussi. Les protocoles de préparation d'échantillons et les équipements de caractérisation microstructurale tels que les microscopes sont détaillés. Les techniques de caractérisation mécanique sont également développées.

II.1. Waspaloy CMT et forgés de référence

II.1.a. Fabrication de murs en Waspaloy CMT

Le matériau de cette étude est le Waspaloy produit par CMT, fourni sous la forme de murs par le site Safran Aircraft Engines de Châtelleraut. A l'aide d'un portique à commande numérique et d'un système de soudage Fronius en mode CMT, du fil de Waspaloy (spécification AMS 5828G et diamètre 0,9 mm) est fondu et déposé en cordons superposés à la verticale. La composition chimique du fil, ainsi que celle résultante dans un mur construit avec celui-ci, sont présentées en Tableau II.1. La première a été déterminée par spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS) par le laboratoire Filab, tandis que la seconde provient d'une analyse *Energy Dispersive X-Ray Spectrometry* (EDS) sur un Microscope Electronique à Balayage (MEB).

Tableau II.1. Composition chimique (% massique) du fil de Waspaloy et du mur à l'état post-fabrication.

	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	C	Si	Mn	Cu	B	S	P
Fil <i>(ICP-MS)</i>	Base	19,40	13,20	4,30	2,90	1,40	1,20	0,08	0,06	0,03	0,02	0,003	<0,005	<0,005
Mur <i>(EDS-MEB)</i>	Base	19,59	13,31	4,39	2,94	1,50	1,35	0,08	0,06	0,03	0,02	0	0	0,006

Un dispositif d'inertage à l'argon est employé avec un débit de 15 L·min⁻¹ à la torche et 25 L·min⁻¹ dans le trainard ou la boîte de confinement. Les paramètres du procédé dépendent du type de mur fabriqué : mur fin ou mur épais. En effet, la vitesse de dévidage du fil (WFS) ainsi que la vitesse d'avance de la torche (TS) ne peuvent être les mêmes dans ces deux cas. Pour un mur épais, il faut assurer une bonne liaison entre les cordons à l'horizontale et à la verticale. Aussi, le mur étant plus massif, il faut un déplacement plus rapide de la torche afin ne pas apporter trop de chaleur. Les paramètres employés pour ces travaux sont récapitulés dans le Tableau II.2.

Tableau II.2. Paramètres du procédé CMT utilisés dans la fabrication des murs étudiés.

Type de mur	Synergie	Mode	Vitesse de dévidage du fil (WFS)	Vitesse d'avance de la torche (TS)
Fin	CMT 3535	Cycle step	7 m·min ⁻¹	0,25 m·min ⁻¹
Epais	CMT 3535	Continu	6 m·min ⁻¹	0,50 m·min ⁻¹

Avec un unique cordon dans l'épaisseur, les murs fins ou « monocordons » (Figure II.1(a,b)) sont ceux les plus représentatifs de l'application de réparation industrielle et ont servi à toute la caractérisation de la microstructure. Cependant, pour un besoin d'éprouvettes cylindriques de traction et fluage, la fabrication de murs épais ou « multicordons » (Figure II.1(c,d)), avec plusieurs cordons dans l'épaisseur, a été nécessaire. Pour la caractérisation du rechargement seulement, sans préoccupation de l'interface dans un premier temps, le substrat était une tôle d'Hastelloy X pour son coût inférieur à celui du Waspaloy.

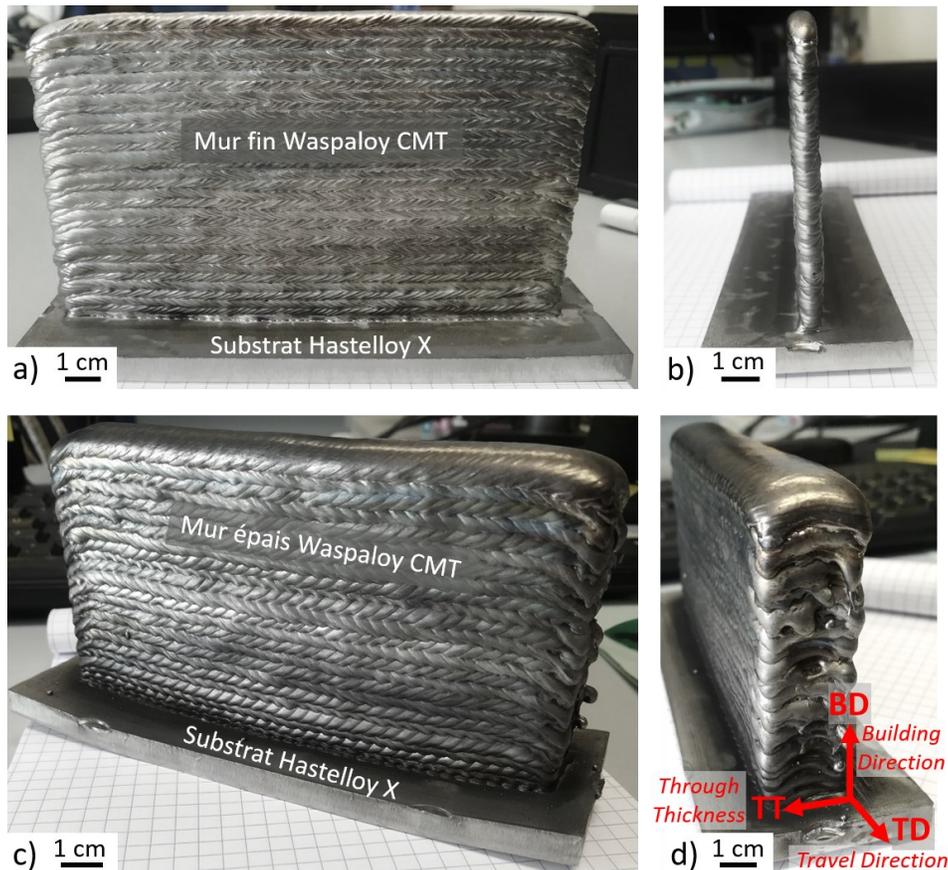


Figure II.1. Exemples de murs 100 % rechargement : (a,b) mur fin et (c,d) mur épais.

Par la suite, des murs fins (Figure II.2(a,b)) et épais (Figure II.2(c,d)), semblables aux précédents, ont été construits sur du substrat Waspaloy forgé. Ce substrat a connu une mise en solution sub-solus à 1020 °C afin de réinitialiser sa microstructure. Cela le rend proche de la pièce type à réparer, qui aura

également à subir ce traitement thermique avant le rechargement par CMT. Ces murs avec substrat Waspaloy ont ainsi permis d'étudier la microstructure de l'interface, notamment la ZAT, et d'évaluer sa tenue en traction. Dans la suite du manuscrit, les figures et résultats seront souvent décrits en fonction du repère suivant : la direction de construction du mur (Building Direction, BD), la direction de déplacement de la torche (Travel Direction, TD) et dans l'épaisseur du mur/cordon (Through Thickness, TT). La Figure II.1(d) présente la nomenclature de manière claire.

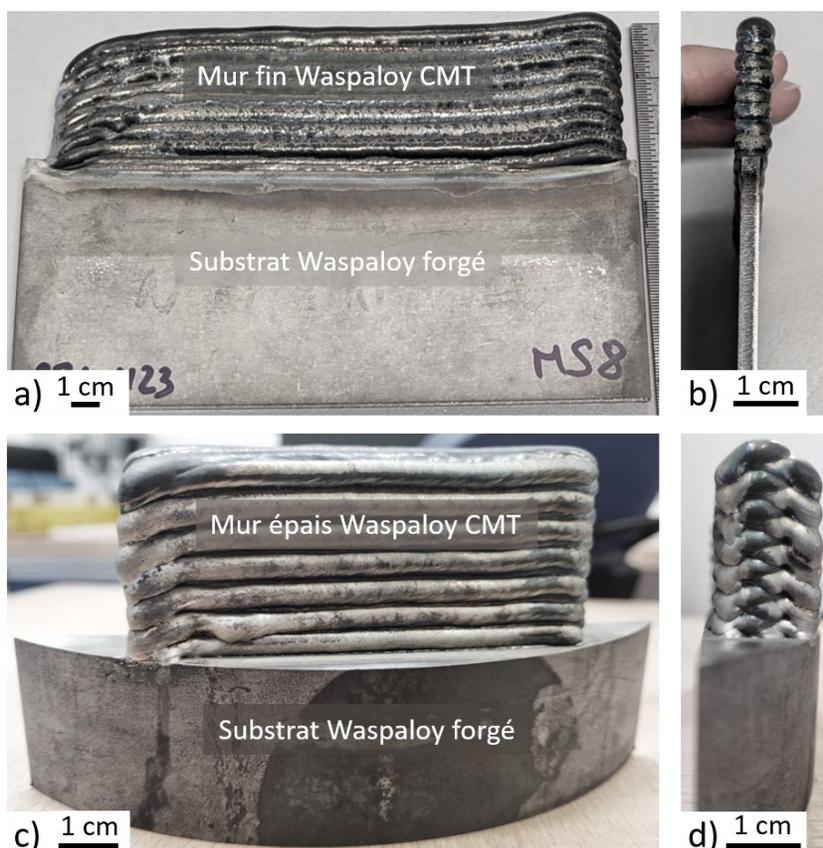


Figure II.2. Exemples de murs avec interface : (a,b) mur fin et (c,d) mur épais.

II.1.b. Traitements thermiques du Waspaloy CMT

Comme évoqué dans le chapitre bibliographique (partie I), les traitements thermiques jouent un rôle majeur dans l'optimisation de la microstructure, et donc des propriétés mécaniques, des superalliages base Ni durcis par précipitation. Les revenus, en particulier, agissent fortement sur les précipités γ' et se sont imposés comme un axe d'étude crucial dans ce travail.

Le traitement thermique standard du Waspaloy forgé, préconisé par la spécification AMS 5706, est présenté en Figure II.3. Il consiste en une mise en solution sub-solus à 1020 °C pendant 2 h, avec une trempe à l'huile (*Oil Quench, OQ*) suivie d'un double traitement de revenu : 850 °C / 4h, trempe à l'air (*Air*

Quench, AQ) puis 760 °C / 16 h / AQ. Ce double revenu, que l'on surnommera « R1+R2 » pour la suite, sera appliqué par l'industriel sur la pièce rechargée par CMT. Ainsi, le Waspaloy CMT R1+R2 a été étudié en termes de microstructure et de tenue mécanique en traction et fluage.

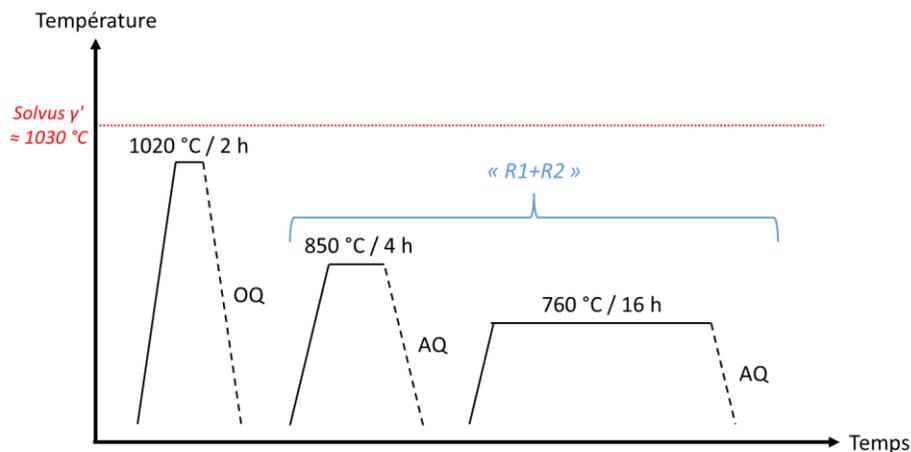


Figure II.3. Traitement thermique standard du Waspaloy, selon l'AMS 5706.

Dans le but d'étudier la stabilité thermique du Waspaloy CMT, une grande variété d'autres traitements thermiques, essentiellement des revenus, a été appliquée. Une large gamme de température, entre 700 et 1100 °C, a été explorée et pour des durées allant de 5 min à 725 h. Cela a notamment permis d'établir des diagrammes TTT pour le Waspaloy CMT et d'étudier les cinétiques de précipitation γ' . Cette plage de valeurs a été choisie pour les raisons suivantes :

- 700-750 °C sont des températures élevées d'utilisation du matériau en service mais plausibles ;
- 760-850 °C sont des températures classiques de revenus, typiquement celles indiquées par l'AMS 5706 ;
- 900-1000 °C sont des températures exploratoires pour évaluer les domaines d'existence de phases secondaires ;
- 1000-1100 °C permet l'estimation expérimentale de la température de solvus des précipités γ' .

La totalité des traitements thermiques décrits ci-dessus a été réalisée dans des fours Nabertherm P310 et P330, avec un contrôle de la température à l'aide d'un thermocouple S permettant une précision de ± 1 °C. Tous les revenus ont été suivis d'une trempe à l'air. Le Tableau II.3 récapitule les traitements thermiques mis en œuvre pour cette étude et leurs utilités respectives.

Tableau II.3. Récapitulatif des traitements thermiques mis en œuvre et de leurs utilisations respectives.

Traitement thermique	Durée (h)	Utilisation				
		Diagrammes TTT	Cinétique de précipitation γ'	Essais de traction	Mesures ségrégation par EDS	Identification de phase au MET
Post-fabrication		X	X	X (+ fluage)	X	
R1+R2 (850 °C / 4 h + 760 °C / 16 h)				X (+ fluage)		
700 °C	4	X	X	X		
	8	X	X	X	X	
	16	X	X	X		
	48	X	X	X		
	96	X	X	X		
760 °C	0,5	X				
	1	X				
	2	X				
	4	X	X	X		
	8	X	X	X		
	16	X	X	X	X	
	48	X	X	X		X
	96	X	X	X		
800 °C	0,5	X				
	1	X				
	2	X				
	4	X	X			
	8	X	X			
	16	X	X			
	48	X	X			
	96	X	X			
845 °C	0,25	X				
	0,5	X				
	1	X				
	2	X				
	4	X	X	X		
	8	X	X	X		
	16	X	X	X	X	
	48	X	X	X		X
96	X	X	X			
900 °C	0,08	X				
	0,25	X				
	0,5	X				
	1	X				
	2	X				
	4	X	X			
	8	X	X			
	16	X	X		X	
	48	X	X			
96	X	X				
950 °C	0,08	X				
	0,25	X				
	0,5	X				
	1	X				
	2	X				
	8	X				
	16	X				
	48	X				
1000 °C	0,25	X				
	1	X				
	2	X				
	4	X				
	16	X				
1050 °C	1	X				
	2	X				
1100 °C	16	X				

II.1.c. Waspaloy forgé à grains fins

Afin d'avoir des références avec lesquelles comparer la microstructure et les propriétés mécaniques du Waspaloy CMT, des échantillons et éprouvettes de matériau forgé ont été étudiés également. Elaborée par Aubert & Duval, c'est la nuance commerciale PER3 du Waspaloy qui a été utilisée.

Afin d'observer l'effet de la taille de grains et de la précipitation γ' , deux états métallurgiques différents ont été considérés. Le premier est l'état sub-solvus correspondant à celui de la matière telle que fournie. Les barres ont connu préalablement une mise en solution sous la température de solvus des précipités γ' , à 1020 °C pendant 4 h, avant de se voir appliquer le double revenu R1+R2.

La microstructure obtenue une taille de grains fine (en moyenne $21 \pm 6 \mu\text{m}$), comme illustré en Figure II.4(a). Des carbures sont présents aux joints de grains. Dans ces derniers, on observe une précipitation γ' bimodale (Figure II.4(b)). Tous deux sphériques, les précipités secondaires ont un diamètre moyen de 200 nm tandis que la population tertiaire mesure environ 20 nm. Cet état sub-solvus est caractéristique du substrat dans l'application industrielle, c'est-à-dire qu'il représente convenablement la pièce à recharger.

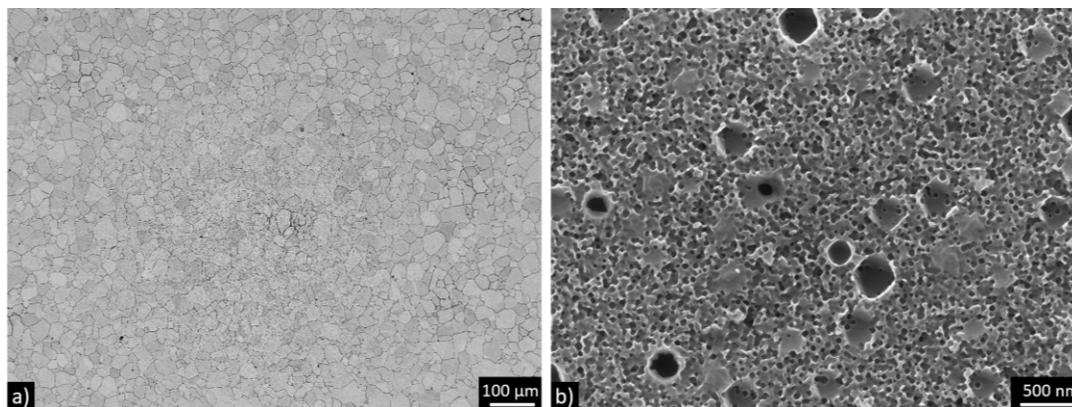


Figure II.4. Microstructure du Waspaloy sub-solvus observée au MEB: (a) structure granulaire en mode rétrodiffusé (Back-Scattered Electrons, BSE) et (b) précipités γ' en mode secondaire (Secondary Electrons, SE).

II.1.d. Waspaloy forgé à gros grains

Un second type de Waspaloy forgé (nuance commerciale PER3 d'Aubert & Duval) a été employé, avec cette fois-ci un état super-solvus afin de générer de gros grains. Sur des barres sub-solvus, une première mise en solution de 2 h à 1135 °C a permis de réinitialiser la microstructure avant d'appliquer 1040 °C pendant 4 h et finir avec un revenu de 16 h à 760 °C.

Le rendu, présenté en Figure II.5(a), est une structure à gros grains, avec une taille moyenne de $270 \pm 112 \mu\text{m}$. La population de précipités γ' est toujours sphérique, mais cette fois-ci unimodale et très fine : les particules font environ 14 nm (Figure II.5(b)). Nous montrerons que les deux états forgé, sub- et super-solvus, se comportent distinctement en traction et fluage en raison de leurs structures granulaires et leurs précipitations γ' très différentes.

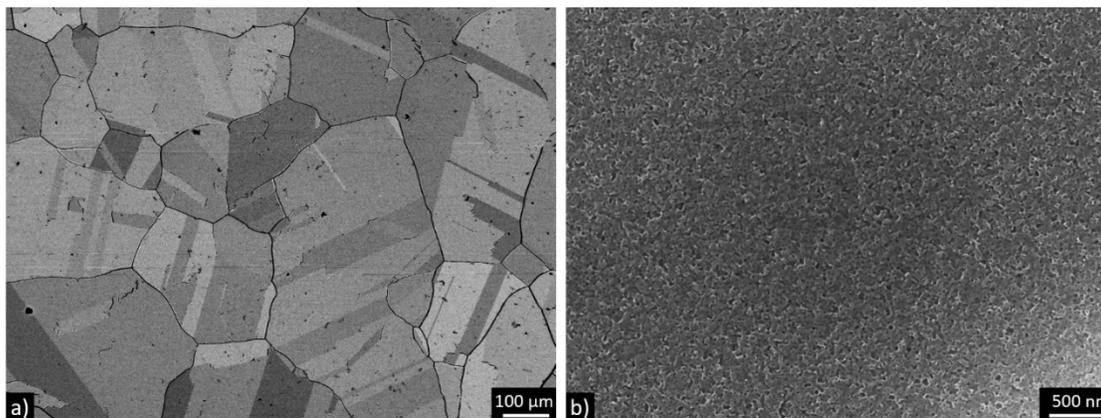


Figure II.5. Microstructure du Waspaloy super-solvus observée au MEB: (a) structure granulaire en mode BSE et (b) précipités γ' en mode SE.

II.2. Moyens de caractérisation microstructurale

Ces travaux de thèse nécessitent la caractérisation de la microstructure du Waspaloy CMT à diverses échelles, du macro- au microscopique. Le vieillissement métallurgique après les traitements thermiques de revenu est, de plus, un élément important de cette étude. Une bonne procédure de préparation des échantillons est alors cruciale pour ensuite réaliser des observations de qualité. Dans cette partie, les étapes de polissage et d'attaque chimique sont décrites, et les moyens de microscopie optique, électronique à balayage et en transmission sont présentés, avec les différents détecteurs utilisés. Un protocole d'analyse d'images permettant l'obtention de statistiques sur les précipités γ' a été établi.

II.2.a. Préparation des échantillons

Les échantillons destinés aux observations métallographiques sont dans un premier temps prélevés dans les murs avec un procédé d'électroérosion. Ils sont ensuite polis mécaniquement avec des papiers abrasifs aux carbures de silicium (SiC), de grade 320 à 4000, en prenant soin de polir bien plan. Un polissage de finition sur draps, pour obtenir un fini miroir, est appliqué à l'aide de suspensions diamantées de granulométrie $3 \mu\text{m}$, puis $1 \mu\text{m}$. Cet état de polissage n'est toutefois pas satisfaisant pour les observations, et il est nécessaire pour un grand nombre d'analyses d'ajouter une étape supplémentaire.

Pour les observations au MEB, la solution A3 de Struers (méthanol + 2-butoxyéthanol + acide perchlorique), conservée au réfrigérateur à 3 °C, est utilisée pour appliquer un polissage électrolytique avec un courant de 45 V. La surface d'intérêt, sélectionnée avec un cache en plastique (Figure II.6(a)), est exposée pendant 5 s dans le cas d'analyses en mode rétrodiffusé (*Back-Scattered Electrons, BSE*) ou pour réaliser des cartographies par diffraction d'électrons rétrodiffusés (*Electron Backscatter Diffraction, EBSD*). Cette technique permet de révéler les grains mais aussi mettre en relief les précipités γ' , notamment en bordure du cache, résultant en un effet d'attaque « positive » comme illustré en Figure II.6(b). De plus, l'érouissage résiduel après polissage mécanique est considérablement réduit. Cependant, pour décrire plus finement l'état de précipitation γ' , il est préférable de procéder à un polissage électrolytique plus long, de 8 s, suivi d'une attaque chimique à l'eau régale (1/3 acide nitrique + 2/3 acide chlorhydrique). En fonction de l'ancienneté de la solution, mais aussi de la taille moyenne des précipités γ' dans l'échantillon (et donc du traitement thermique appliqué), l'eau régale a été diluée et appliquée par immersion, entre 3 et 10 s. Cela a pour effet de dissoudre préférentiellement les précipités γ' , laissant ainsi leur silhouette dans la matrice γ intacte. Cette attaque, dont un exemple est présenté en en Figure II.6(c), est ainsi dite « négative ».

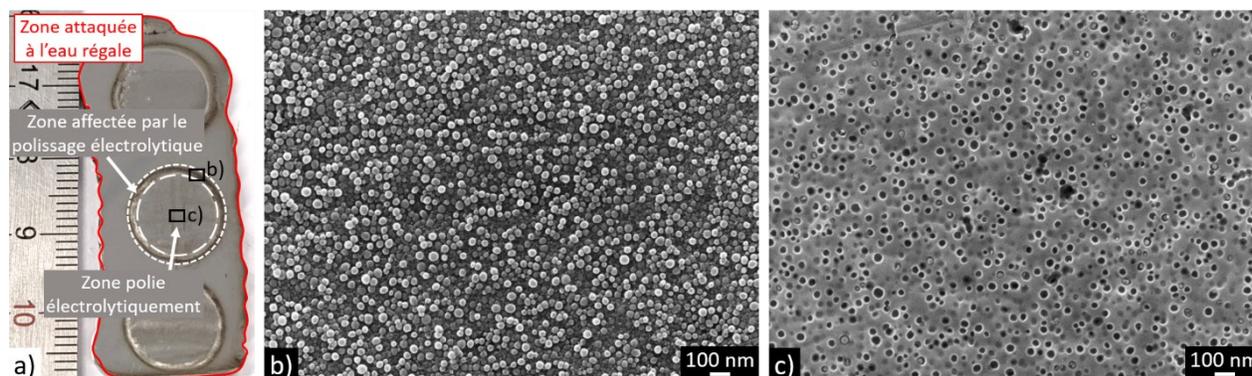


Figure II.6. Polissage électrolytique et attaque chimique d'un échantillon : (a) schéma explicatif des différentes zones, (b) exemple d'attaque « positive » en bordure de zone polie électrolytiquement et (c) exemple d'attaque « négative » à l'eau régale.

Un autre type d'attaque chimique a parfois été employé pour les observations à la loupe binoculaire et au microscope optique (MO). Le réactif de Kalling n°2 (chlorure de cuivre(II) + acide chlorhydrique + éthanol) permet de révéler la structure granulaire. La Figure II.7 en montre un exemple. Son application a été réalisée par badigeonnage avec un coton-tige sur la surface concernée.



Figure II.7. Echantillon poli et attaqué avec le réactif de Kalling n°2.

De plus, pour un besoin d'identification de phase par microscopie électronique en transmission (MET) en collaboration avec le SP2MI (Université de Poitiers), la préparation de lames minces a été nécessaire. Dans un échantillon ayant subi un revenu de 48 h à 845 °C, une première lame mince rectangulaire a été prélevée avec un MEB FEI Helios Nanolab G3 CX équipé d'une sonde ionique focalisée (*Focused Ion Beam, FIB*). Cet équipement permet un usinage très fin, à l'échelle microscopique, grâce à un canon à ions de gallium (Ga^+) qui abrase la matière. Avant tout micro-usinage, la zone d'intérêt est sélectionnée (Figure II.8(a)), recouverte de couches protectrices en platine (Figure II.8(b)) et des tranchées sont creusées par bombardement ionique, comme illustré en Figure II.8(c). La future lame est ensuite extraite à l'aide d'un micromanipulateur (Figure II.8(d)) et collée sur une grille en cuivre (Figure II.8(e)) servant de support pour les observations au MET. A ce stade, l'échantillon est encore trop épais pour permettre une transparence aux électrons. Une étape finale d'amincissement par abrasion ionique est nécessaire pour obtenir une lame suffisamment fine, avec une épaisseur inférieure à 100 nm typiquement, telle que présentée en Figure II.8(f).

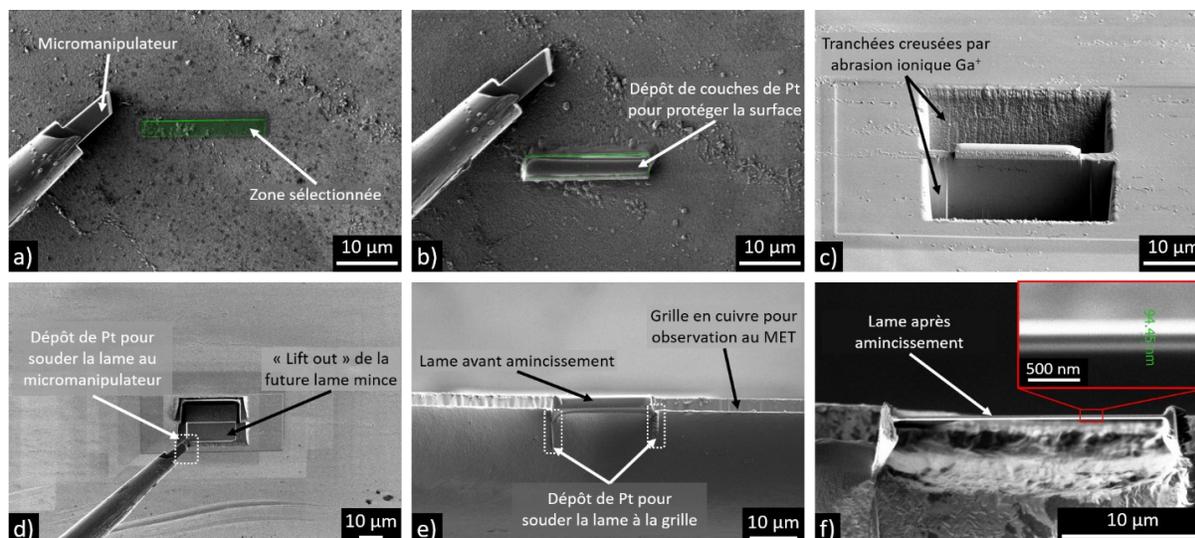


Figure II.8. Procédure d'usinage de lame mince au FIB: (a) sélection de la zone d'intérêt, (b) protection par un dépôt de Pt, (c) création de tranchées par abrasion ionique, (d) retrait (« lift out ») de la future lame, (e) soudage de la lame à la grille en cuivre et (f) amincissement de la lame.

Dans le but de réaliser des observations complémentaires, notamment dans des axes de zones très différents de ceux possibles avec la première lame usinée au FIB, une seconde lame mince a été nécessaire. Préparée entièrement manuellement cette fois-ci, une carotte de 3 mm de diamètre a tout d'abord été prélevée par électroérosion dans un morceau de mur ayant subi un revenu de 48 h à 760 °C. Un disque d'environ 500 µm d'épaisseur a ensuite été découpé dans le cylindre avant de procéder à un polissage mécanique au papier SiC, de grade 1000 à 4000, afin d'affiner jusqu'à environ 40 µm. Le disque subi ensuite un amincissement et un polissage ionique (*Precise Ion Polishing System, PIPS*) sur un Gatan 691 du SP2MI (Université de Poitiers), avec l'aide de Anne JOULAIN. Cet équipement permet, sous vide, de bombarder la surface de la lame avec des ions d'argon (Ar⁺) à l'aide de deux canons. Avec la rotation de l'échantillon, et en jouant avec la tension (entre 2,4 et 3 keV) ainsi que l'angle de pulvérisation (entre -8/+8 ° et -4/+4 °), il est possible d'amincir préférentiellement le centre du disque, tout en produisant une sorte de dentelle autour. Cela multiplie la quantité de zones transparentes aux électrons et facilite donc les possibilités d'observations en microscopie en transmission.

Le Tableau II.4 récapitule les procédures de préparation des échantillons en fonction des observations souhaitées.

Tableau II.4. Synthèse des procédures de préparation en fonction de l'analyse désirée.

Analyse désirée	Préparation
Observations au MO : mise en valeurs des joints de grains	Finition 1 µm + attaque réactif de Kalling n°2
Observations microscopiques fines : précipités γ'	Finition 1 µm + polissage électrolytique (8 s) + attaque eau régale
Observations microscopiques plus grossières : BSE et EBSD	Finition 1 µm + polissage électrolytique (5 s)
Lame mince pour observations en transmission	FIB <u>ou</u> Papier abrasif SiC grade 4000 + PIPS

II.2.b. Microscopie optique (MO)

Sur les échantillons polis miroir et attaqués, les grands éléments de microstructure, comme l'interface entre le substrat et le rechargement par CMT ou encore les différentes couches, ont été rapidement repérés avec une loupe binoculaire Leica MZ9s.

Un microscope optique (MO) Zeiss Axio Imager 2 a été utilisé pour réaliser des « *mappings* » (ou mosaïques) de manière automatisée sur de grands échantillons, en champ clair ainsi qu'en champ sombre. Il a aussi été employé pour les essais de traction in-situ avec corrélation d'images numériques.

II.2.c. Microscopie électronique à balayage (MEB)

II.2.c.i. Imagerie et analyse des précipités γ'

La microscopie électronique à balayage (MEB) permet la formation d'images en balayant la surface d'un échantillon avec un faisceau d'électrons. L'échantillon est placé dans une chambre sous vide, au-dessus de laquelle est située la colonne électronique. Le premier élément de la colonne est la source d'électrons, appelée également canon à électrons : à émission thermoïonique avec un filament de tungstène pour les microscopes conventionnel, ou à émission par effet de champ. Le faisceau d'électrons émis par le canon est accéléré à l'aide d'une haute tension puis focalisé grâce à des lentilles électromagnétiques. L'interaction entre les électrons du faisceau et l'échantillon déclenche la production de rayonnements (rayons X notamment) et de particules (électrons secondaires et rétrodiffusés). Captés par des détecteurs adaptés, ils permettent de se renseigner sur la surface balayée et former une image. Le mode secondaire (*Secondary Electrons, SE*) permet d'obtenir un contraste surtout topographique, tandis que le mode rétrodiffusé (*Back-Scattered Electrons, BSE*) souligne un contraste de numéro atomique entre phases, ainsi qu'un contraste d'orientation cristalline entre les grains. La technique MEB peut également être couplée à d'autres détecteurs pour réaliser non seulement de l'imagerie mais aussi des analyses chimiques par EDS (voir partie II.2.c.ii) ou encore des études d'orientation cristallographique par EBSD (voir partie II.2.c.iii).

Deux MEB ont été utilisés pour l'acquisition de micrographies dans cette étude. L'imagerie en mode SE a été réalisée en grande majorité sur un JEOL 7000F équipé d'un canon à émission de champ (*Field Emission Gun, FEG*). Une tension d'accélération de 25 kV et une distance de travail de 8 à 10 mm ont généralement été pratiquées pour l'acquisition d'images sur cet équipement. Grâce à sa petite taille de sonde, ce MEB-FEG accorde une excellente résolution à fort grossissement, adaptées notamment à l'analyse de la précipitation γ' . Les observations en mode BSE et les analyses fractographiques ont été faites sur un MEB conventionnel, le Tescan Vega 3, opérant avec une tension d'accélération de 25 kV également. Un courant de sonde plus élevé et une distance de travail de 15 mm sont mis en place dans le cas où le détecteur BSE est utilisé, dans le but d'éjecter davantage d'électrons diffusés.

Ces travaux de thèse nécessitant le suivi de l'évolution des précipités γ' au cours du temps, après exposition à haute température lors de revenus notamment, une procédure d'analyse d'images a été mise en place. A partir de micrographies en mode SE acquises au MEB-FEG, dont un exemple est présenté en Figure II.9(a), des statistiques de taille de précipités γ' sont obtenues. En prenant soin de distinguer les régions interdendritiques (ID) des cœurs de dendrites (CD), des images avec attaque « négative » ont été

analysées de sorte à mesurer au moins 200 précipités dans chaque zone et à chaque condition de traitement thermique. La plus petite taille de précipité mesurée est de 5 nm de diamètre, au grandissement $\times 110\,000$. En fonction des états métallurgiques (du revenu appliqué), la taille des particules varie beaucoup et des grandissements de $\times 25\,000$ à $\times 110\,000$ ont été adoptés. Les mesures sont faites manuellement, c'est-à-dire une à une et à l'appréciation de l'opérateur, avec le logiciel Fiji (version étendue du logiciel open source ImageJ) [285]. Les micrographies MEB sont préalablement améliorées au niveau du contraste pour bien distinguer les précipités de la matrice. Le choix a été fait de ne pas tenir compte des halos de surbrillance autour des précipités dans la mesure des diamètres (Figure II.9(b)). Cet anneau résulterait d'un effet de bord généré lors de l'attaque, mais il se pourrait également qu'une partie du précipité en fasse réellement partie, entraînant ainsi une sous-estimation du diamètre effectif.

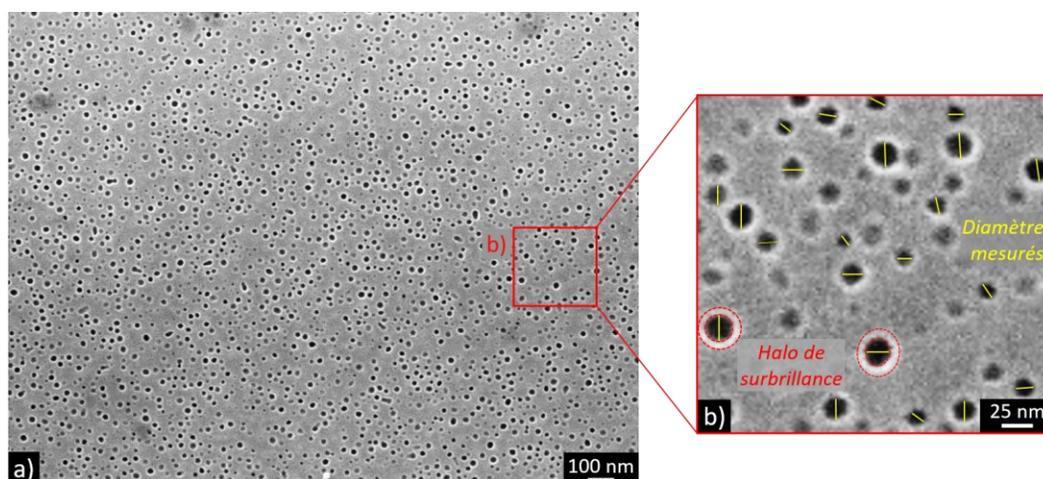


Figure II.9. (a) Exemple de micrographie MEB servant à l'analyse de la précipitation γ' et (b) méthode manuelle de mesure des diamètres.

Bien qu'un protocole répétable et automatisé ait été souhaité dans un premier temps, notamment en raison de la grande quantité de conditions de traitement thermique à analyser, des difficultés ont été rencontrées. Tout d'abord, l'attaque chimique à l'eau régale est difficilement reproductible à l'identique et l'effet obtenu varie significativement en fonction de la concentration de la solution, son ancienneté ou encore si l'immersion est un peu trop longue. 1 à 2 s de trop peuvent suffire à surattaquer un échantillon (Figure II.10(a)) et rendre l'analyse difficile. De plus, la quantité et la taille des précipités γ' variant fortement en fonction du revenu appliqué, et étant hétérogène entre CD et ID, une même attaque chimique ne peut convenir à chaque fois. Les densités de dislocations résiduelles affectent aussi la répétabilité de l'attaque chimique. Enfin, la formation de phases secondaires au contraste fort dans les espaces interdendritiques a rapidement été observé (voir partie IV.2). Comme l'illustre la Figure II.10(b), des plaquettes ressortant très blanches en mode SE viennent perturber le seuillage. Une tentative d'utilisation du plugin « *Trainable Weka Segmentation* » [286], un algorithme de segmentation avec une

phase d'entraînement préalable, n'a malheureusement pas eu de succès. Pour toutes ces raisons, la méthode de mesure des précipités un à un et manuellement est certes fastidieuse, mais applicable à toute image. De plus, toute technique d'analyse induit des incertitudes. Il ne s'agit pas ici de réaliser une description quantitative de précision mais plutôt une estimation pour en tirer des tendances, une comparaison relative entre les différents traitements thermiques de revenus.

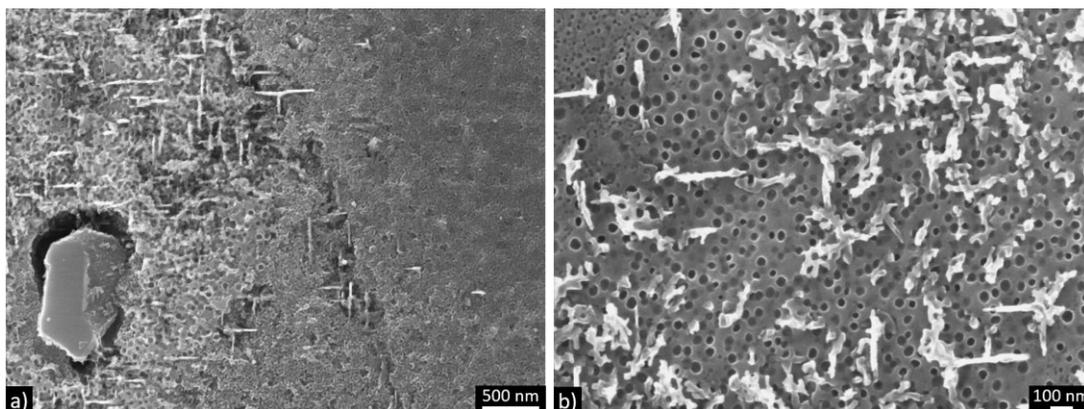


Figure II.10. Micrographies MEB du Waspaloy CMT après revenu de 16 h à 760 °C: (a) surattaque à l'eau régale et (b) phases secondaires dans les ID.

II.2.c.ii. Energy Dispersive X-Ray Spectrometry (EDS)

La technique de spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (*Energy Dispersive X-Ray Spectrometry, EDS*) est employée sur un MEB (ou un MET) pour caractériser chimiquement un échantillon. Toujours sur le principe des interactions électrons-matière, ce sont cette fois-ci des photons X qui sont émis dans une partie de la poire d'interaction sous la surface de l'objet et récupérés par un détecteur adapté qui sont exploités. Chaque émission a une énergie spécifique liée à la transition énergétique dont elle est issue et peut donc être reliée à un élément chimique précis. Expérimentalement, on obtient en chaque point scanné par le faisceau d'électrons un histogramme, aussi appelé un spectre, représentant la distribution des rayons X détectés en fonction de leur énergie. Ce spectre est composé d'un fond continu, ou rayonnement de freinage, issu des interactions élastiques entre électrons primaires et noyaux atomiques, ainsi que de pics caractéristiques correspondant aux raies de chaque élément chimique. On peut, par cette méthode, réaliser des analyses :

- Qualitatives, pour savoir quels éléments sont présents et où. Cela se fait à partir de l'identification des raies d'un spectre;
- Quantitatives, pour savoir en quelles proportions est présent chaque élément et pouvoir déterminer une composition chimique. Cela se fait, après identification des raies d'un spectre, en tenant compte de leur intensité, donc du nombre de photons reçus à cette énergie caractéristique.

L'acquisition de cartographies élémentaires est également possible par EDS, et est particulièrement adaptée aux matériaux hétérogènes. Une surface donnée est balayée par le faisceau d'électrons, et un spectre est acquis à chaque pixel. Grâce à un logiciel qui traite chaque spectre, l'intensité relative de chaque raie (donc chaque élément) est retranscrite par un pixel de couleur plus ou moins intense. Cela permet de facilement visualiser la distribution spatiale des éléments majeurs. La limite principale de l'EDS est la non-détectabilité des éléments très légers (H, He et Li), et une grande difficulté à analyser les éléments légers (Be, B, C, N, O, F) en raison de leurs photons X de trop basse énergie (< 1 keV). Pour ces derniers, une analyse qualitative est possible, bien que délicate, et l'analyse quantitative est hasardeuse. Cela est de moins en moins difficile avec la meilleure sensibilité des nouveaux détecteurs. La technique EDS peut alors permettre la quantification des éléments légers dans le cas de carbures ou carbonitrures dès lors que ces éléments sont présents avec des teneurs supérieures à 15-20 % atomique.

Dans le cadre de cette thèse, un MEB conventionnel JEOL 6100 a servi pour des analyses EDS afin d'estimer la ségrégation chimique dans le rechargement CMT. L'équipement a été utilisé avec une tension d'accélération de 15 kV et une distance de travail de 17 mm. Le détecteur de photons est un détecteur Bruker AXS au silicium. Les acquisitions et le traitement des spectres ont été faits avec le logiciel Esprit. Pour un échantillon post-fabrication et plusieurs échantillons après revenu, la composition chimique des CD et des ID a été évaluée par analyse quantitative. Cela a permis de caractériser la ségrégation chimique et suivre son évolution avec les différents traitements thermiques. Les données n'ont été validées qu'à la condition que la somme des teneurs élémentaires soit de 100 %. De plus, dans la suite du manuscrit, ces données seront précisées sous l'appellation « EDS-MEB ». D'autres analyses EDS ont, en effet, été faites sur un MET (voir partie IV.2) et seront désignées par « EDS-MET ».

II.2.c.iii. Diffraction d'électrons rétrodiffusés (Electron Backscatter Diffraction, EBSD)

La diffraction d'électrons rétrodiffusés (*Electron Backscatter Diffraction, EBSD*) est une technique d'analyse cristallographique mise en œuvre sur un MEB. Quand le faisceau d'électrons est focalisé sur un point d'intérêt, les atomes en surface de l'échantillon dispersent une partie des électrons ce qui forme une source divergente d'électrons. Certains de ces électrons dits rétrodiffusés sont incidents sur des plans atomiques à des angles spécifiques satisfaisant les conditions de Bragg. Cela provoque leur diffraction sous la forme de cônes, chacun correspondant à un plan atomique. Interceptés sur un écran de phosphore, ces cônes apparaissent comme un ensemble de bandes (paires de lignes droites) et forment ce qu'on appelle un diagramme de Kikuchi. Une caméra à bas niveau de lumière permet de collecter les clichés créés sur l'écran. Les diagrammes dépendent du réseau cristallin analysé et peuvent alors renseigner sur orientation

cristallographique locale. En indexant les clichés, on peut alors relier l'orientation de chaque cristal, donc chaque grain, aux axes macroscopiques de l'échantillon.

En pratique, il faut un échantillon bien préparé (plan et poli miroir), sans écrouissage résiduel de surface (on procède donc à un polissage électrolytique) pour obtenir des diagrammes de diffraction de qualité et pouvoir indexer correctement. De plus, pour maximiser l'émission d'électrons rétrodiffusés et augmenter le contraste des diagrammes, l'échantillon est incliné à 70 ° par rapport à l'horizontale. Les analyses EBSD sont souvent faites en séries et présentées sous forme de cartographies : on balaye une surface bien définie avec le faisceau d'électrons et on indexe l'orientation, en chaque point d'acquisition. On définit un type de maillage (carré ou hexagonal) et un pas d'acquisition. Deux types de cartographies sont particulièrement courants : celles en indice de qualité (IQ), en nuance de gris, qui renseignent sur la microstructure du matériau, notamment les joints de grains, et celles en orientation cristallographique (*Inverse Pole Figure, IPF*), où la couleur assignée aux grains dépend de l'orientation mesurée et de la direction macroscopique selon laquelle elle est codée. Les deux peuvent être superposées pour combiner les informations ; la mention « IQ+IPF » est alors précisée.

La réalisation de cartographies EBSD dans ces travaux de thèse a été possible grâce à l'implication de Patrick VILLECHAISE. Un second MEB conventionnel de type JEOL 6100, opérant à une tension d'accélération de 25 kV, a été employé pour cela. Le logiciel OIM a permis l'acquisition et le post-traitement des cartographies. Le pas d'acquisition et la surface analysée dépendant fortement de la microstructure étudiée, ces paramètres seront précisés à la présentation de chaque cartographie dans les prochains chapitres. Cette technique a permis d'étudier la texture cristalline des grains dans le rechargement par CMT, à savoir leur morphologie, leur orientation cristallographique et leur taille. L'interface avec le substrat a également été observée. Les axes macroscopiques selon lesquels sont codées les cartographies en IPF seront précisés à chaque fois. Ce sont les mêmes que ceux introduits en Figure II.1(d), à savoir : la direction de construction du mur (*Building Direction, BD*), la direction de déplacement de la torche (*Travel Direction, TD*) et dans l'épaisseur du mur/cordon (*Through Thickness, TT*).

II.2.d. Microscopie électronique en transmission (MET)

II.2.d.i. Principe général de la microscopie électronique en transmission

La microscopie électronique en transmission (MET) met en œuvre un faisceau d'électrons émis par un canon à électrons porté à haute tension (généralement de 100 à 300 kV), qui va traverser un échantillon très mince (≤ 100 nm) après avoir été focalisé par des lentilles magnétiques. La résolution spatiale des observations en transmission est excellente, de l'ordre de l'ångström, soit un ordre de grandeur au-dessus de celle du MEB (qui est de l'ordre du nanomètre). On utilise donc cette technique pour des études très fines de la microstructure, comme l'analyse de la structure cristalline d'une phase donnée, ou de défauts cristallins. Bien que dans un MET et dans un MEB le type de canon à électrons et les lentilles condenseurs de la colonne soient similaires, l'échantillon se place, dans le cas du MET, au milieu de la colonne, avant la lentille objectif en dessous de laquelle se trouvent des lentilles intermédiaires et des lentilles de projection.

Le MET, hors appareillages de microanalyse, est utilisé principalement de deux manières : pour l'imagerie et pour la diffraction. Le passage du mode image au mode diffraction se fait par le changement de focalisation des lentilles intermédiaires. Toutes les techniques mises en œuvre sur un MET au cours de ces travaux de thèse sont décrites dans les parties qui suivent.

II.2.d.ii. Utilisation pour l'imagerie

Le MET peut être employé pour réaliser de l'imagerie de deux façons :

- En mode balayage (*Scanning Transmission Electron Microscope, STEM*) qui consiste à focaliser le faisceau d'électrons en une sonde fine qui vient balayer la surface de l'échantillon (comme au MEB) tout en le traversant. Le détecteur annulaire à grand angle en champ sombre (*High-Angle Annular Dark-Field, HAADF*) est fréquemment employé pour sa sensibilité aux variations du nombre atomique et à la densité locale de l'échantillon. Il donne ainsi accès au contraste chimique. Ce mode d'utilisation permet notamment de réaliser en parallèle des analyses EDS. L'EDS-MET en sonde locale se fait sur le même principe que l'EDS-MEB présenté précédemment, mais les données obtenues sont plus précises du fait du plus petit volume d'interaction, en lien avec la faible épaisseur de la lame.

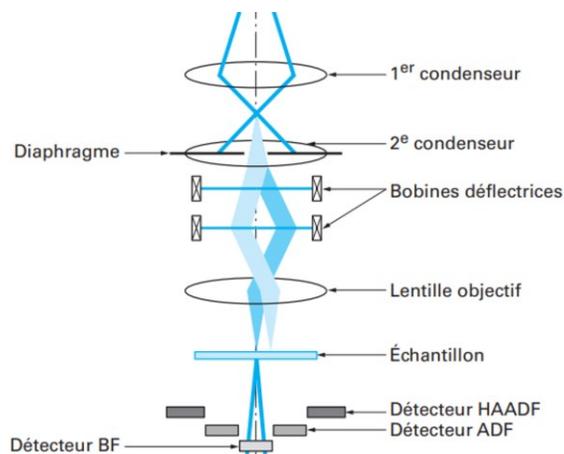


Figure II.11. Principe de fonctionnement du mode STEM sur un MET [287].

- En mode conventionnel (Figure II.12(a)), qui présente quelques similitudes avec la MO. Un faisceau stationnaire, pouvant être large (plusieurs dizaines de micromètres) ou focalisé traverse l'échantillon mince et l'image électronique de l'échantillon, obtenue grâce à la lentille objective, est projetée sur un écran fluorescent à l'aide des lentilles intermédiaire et de projection. Il est possible de contrôler le type de contraste avec le diaphragme placé après la lentille objective.

- Avec un petit diaphragme, on obtient un contraste de diffraction (image à un faisceau) en sélectionnant soit le faisceau direct (champ clair) soit un faisceau diffracté (champ sombre). Le contraste de l'image obtenue dépend des conditions locales de diffraction, à savoir les variations d'épaisseur, d'orientation et la présence ou non de défauts cristallins dans la zone observée.

- Avec un diaphragme plus large, on obtient un contraste de phase (image à plusieurs faisceaux) en faisant interférer le faisceau transmis et les faisceaux diffusés/diffractés. Cela mène à la formation de figures d'interférences reproduisant les arrangements des colonnes atomiques dans l'échantillon observé. C'est l'imagerie électronique à haute résolution (*High Resolution Transmission Electron Microscopy, HRTEM*), qui permet d'observer les périodicités de la structure cristalline.

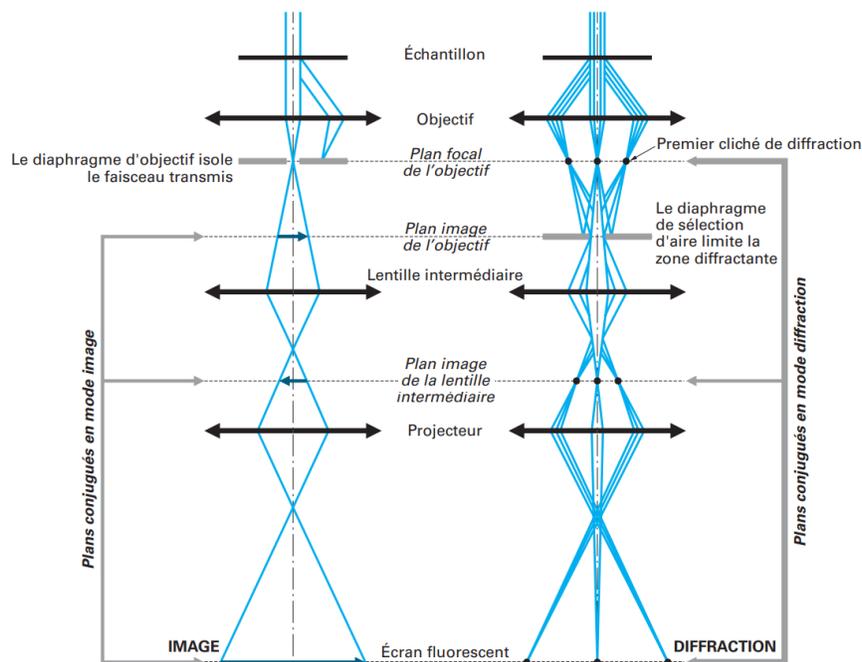


Figure II.12. Trajectoire des électrons en fonction des modes du MET: (a) en imagerie conventionnelle et (b) en diffraction [287].

II.2.d.iii. Utilisation pour la diffraction

Cette utilisation de l'équipement se base sur le comportement ondulatoire des électrons, qui sont diffractés en fonction de l'organisation des atomes qu'ils rencontrent dans l'échantillon cristallin. Le faisceau incident est alors diffracté sur différents plans atomiques et les faisceaux diffractés forment une figure de diffraction dans le plan focal de la lentille objectif (Figure II.12(b)). Les clichés de diffractions obtenus, composés de taches claires sur fond noir, permettent de caractériser la maille cristalline d'une phase. Ils sont l'équivalent d'une coupe plane de l'espace réciproque, en faisant l'hypothèse que la sphère d'Ewald est plate, la longueur d'onde des électrons étant très inférieure aux distances interatomiques.

Il est courant de réduire la taille du faisceau d'électrons incident sur l'échantillon à l'aide d'un diaphragme de sélection d'aire placé dans le plan image de la lentille objectif : on parle alors de diffraction en aire sélectionnée (*Selected Area Electron Diffraction, SAED*). Cela permet de restreindre la zone diffractante et d'analyser précisément une phase ou un défaut.

Après acquisition des clichés de diffraction, les réflexions sont indexées selon les indices de Miller à partir des distances et des angles entre le faisceau direct (réflexion centrale notée 000) et les faisceaux diffractés. Il existe dans la littérature des références pour les structures cristallines et les axes de zones les plus communément étudiés (Figure II.13(a,b)), ainsi que des logiciels de simulation [288]. Des exemples de clichés de diffraction expérimentaux des phases γ et γ' sont présentés en Figure II.13(c,d).

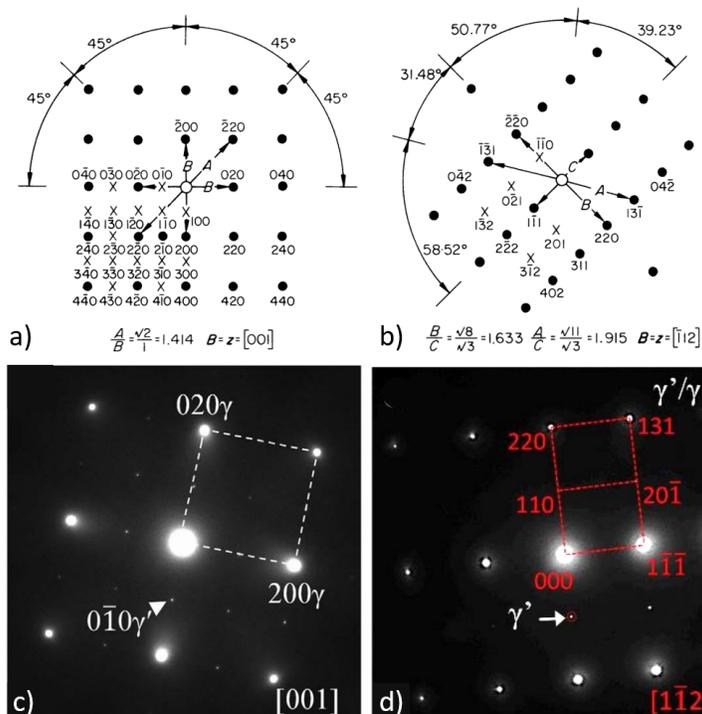


Figure II.13. Références pour indexation des clichés de diffraction de la structure cubique à faces centrées en axes de zone (a,b) [001] et [-112] respectivement. Les croix dans un quadrant du diagramme indiquent les positions des réflexions présentes dans le cas de la maille ordonnée $L1_2$ [289]. Exemples expérimentaux de clichés de diffraction pour γ'/γ en axes de zones (c) [001] [290] et (d) [-112] [117].

La plus ancienne technique de diffraction mise en œuvre sur un MET est la diffraction électronique en faisceau convergent (*Convergent-Beam Electron Diffraction, CBED*) [291]. Il s'agit de faire converger le faisceau d'électrons en cône sur l'échantillon. Cela permet de réaliser une expérience de diffraction sur plusieurs angles d'incidence simultanément. Dans le plan focal de l'objectif, contrairement à la diffraction en aire sélectionnée où on trouvait des réflexions ponctuelles ou quasi-ponctuelles, le cliché formé en CBED est constitué de disques diffractés. L'analyse de ces disques permet d'étudier la symétrie (groupe d'espace) du cristal. En construisant la sphère d'Ewald (Figure II.14) pour différents axes de zone, et en tenant compte de la diffraction sur les zones de Laue d'ordre supérieur (*High Order Laue Zone, HOLZ*), le paramètre de maille peut être déterminé avec une précision d'environ 2 % [291]. Le cliché SAED constitue la zone de Laue d'ordre 0 (*Zero Order Laue Zone, ZOLZ*), et le rayon de l'anneau constituant la zone de Laue d'ordre 1 (*First Order Laue Zone, FOLZ*) permet de remonter au paramètre de maille :

$$G_1 = \left(\frac{2H}{\lambda}\right)^{1/2} \quad \text{Équation 11}$$

Avec G_1 le rayon projeté de la FOLZ, H l'espacement des plans réciproques parallèles au faisceau d'électrons et λ la longueur d'onde des électrons. A partir de la relation inverse entre l'espace réel et

l'espace réciproque, on peut donc déterminer le paramètre de maille, inverse de l'espacement des plans réciproques, avec l'expression suivante :

$$\frac{1}{H} = \frac{2}{\lambda G_1^2} \quad \text{Équation 12}$$

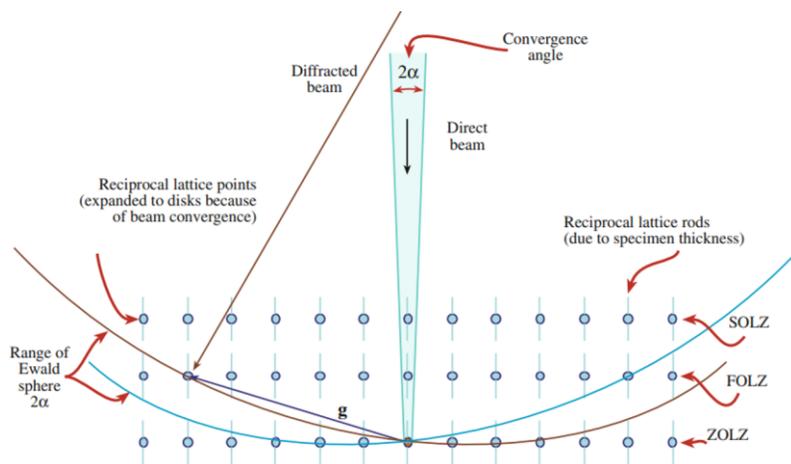


Figure II.14. Interception de la sphère d'Ewald avec le réseau réciproque [291].

Un cliché CBED est donc beaucoup plus riche en informations structurales sur le cristal analysé qu'un cliché SAED. Il permet l'extraction de données tridimensionnelles sur la maille cristalline.

II.2.d.iv. Technique de stéréo microscopie

Les images de MET sont une projection 2D d'un objet 3D. Afin d'obtenir des informations sur la troisième dimension telles que les dimensions et l'orientation cristalline de précipités par exemple, une technique de stéréo microscopie a été utilisée. Celle-ci permet de déterminer les caractéristiques géométriques de tout objet contenu dans la lame mince. Dans le cas d'un précipité anisotrope, une étape essentielle est la rotation de l'échantillon pour aligner individuellement ce précipité le long de l'axe d'inclinaison du porte-objet du MET, ce qui permettra de déterminer d'abord le plan dans lequel croît ce précipité. Sur la zone d'intérêt, pour chaque angle d'inclinaison (donc pour chaque axe de zone) choisi, on acquiert une image en champ clair et le cliché de diffraction correspondant. Ceci est réalisé pour au moins trois axes de zone. Le report sur une projection stéréographique des informations obtenues à partir des projections du précipité et des axes de zone choisis permet de remonter à sa direction préférentielle de croissance.

II.2.d.v. Equipements utilisés pendant les travaux de thèse

Dans cette étude, deux MET opérant à une tension d'accélération de 200 kV ont été utilisés pour une grande variété d'analyses, avec l'aide précieuse de Dominique EYIDI. Le premier est un TALOS F200S G2 de la marque Thermo Scientific, situé à l'Institut P' de Poitiers, ayant une résolution de 0.16 nm en STEM-HAADF et pourvu d'un canon à émission de champ (FEG) de type Schottky. De nombreuses images et observations en diffraction à aire sélectionnée ont été réalisées pour déterminer la structure cristalline de la phase secondaire inconnue qui précipite aux joints de grains et dans les ID. La technique CBED a également été employée dans le but de déterminer le paramètre de maille de cette dernière. La stéréo microscopie a permis de déterminer les caractéristiques géométriques et cristallographiques de précipités en forme de plaquettes. Les analyses EDS-MET ont révélé la composition chimique de ces phases secondaires.

L'imagerie conventionnelle en champ clair a été mise en œuvre pour l'observation des défauts cristallins (dislocations et fautes d'empilement), et des images haute résolution en axe de zone [001] ont été réalisées en complément des clichés de diffraction. D'autres observations en haute résolution ont été effectuées à l'Institut Jean Lamour (Université de Lorraine) sur un second MET, le JEOL ACCEL ARM Cold FEG 200F qui a une résolution de 0,08 nm en STEM-HAADF. Cet équipement a l'avantage d'être doublement corrigé, en sonde et en image, des aberrations sphériques des lentilles magnétiques. Des images en axes de zone [112] et [110] ont pu être obtenues.

II.2.e. Tomographie à rayons X

La porosité et les manques de fusion étant des défauts communs en FA, il était inconcevable de ne pas les étudier. En raison de leur présence interne et discrète, ils sont difficilement observables en microscopie et il a été préférable d'employer la tomographie à rayons X pour les détecter. Pour cela, un microtomographe à rayons X, modèle Ultratom du fabricant RX Solutions, a été utilisé avec une source Hamamatsu à microfoyer de type scellé. Les conditions d'opération étaient de 40-150 kV et 0-500 μ A.

Un cylindre de 4 mm de diamètre a été prélevé par électroérosion dans la hauteur d'un mur fin. Ce diamètre réduit a été choisi de sorte à avoir une résolution suffisante à la détection de petits pores ; une résolution de 5 μ m a pu être atteinte. La longueur tomographiée est de 17 mm, soit l'équivalent de presque 6 cordons CMT, pour que l'analyse soit représentative. Après acquisition, cet outil nécessite une reconstruction 3D avec l'algorithme de Feldkamp. Ce dernier est basé sur le principe de rétroprojection filtrée pour une géométrie de faisceau conique. Les données en sortie sont des slices dans les trois directions (X, Y et Z) de l'espace de l'échantillon analysé. On choisit alors la plus pertinente, dans le cas du

cylindre il s'agit de celle où la section circulaire apparaît clairement. Les slices brutes après reconstruction étant très claires (Figure II.15(a)), il est recommandé d'optimiser le contraste et la brillance pour bien faire ressortir les pores en foncé et la matrice en clair (Figure II.15(b)). Il est également possible d'appliquer des filtres pour lisser et moyennner la matrice qui contient parfois des artefacts. La dernière étape, illustrée en Figure II.15(c) consiste à binariser l'image avec le vide (les pores et l'extérieur de l'échantillon) en blanc et la matrice en noir. Tout ce traitement d'images se fait sur le logiciel Fiji.

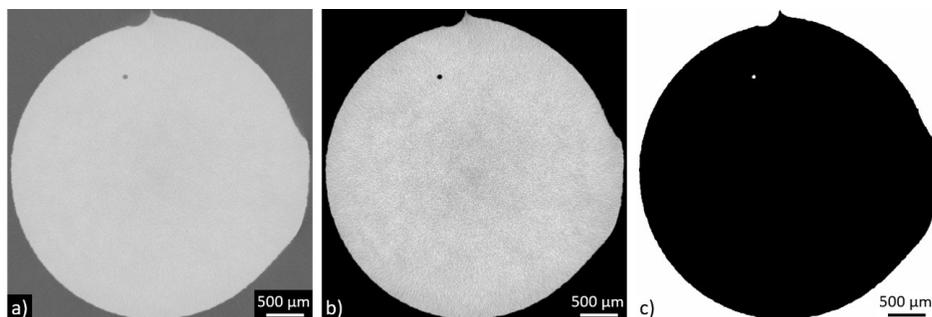


Figure II.15. Analyse de la porosité par tomographie à rayons X: (a) slice brute après reconstruction, (b) amélioration du contraste et de la brillance après traitement de l'image et (c) binarisation de l'image.

Un code MATLAB est ensuite employé pour exploiter le stack de slices binarisées et en obtenir une analyse statistique des pores. En sortie, on récupère un tableur avec une liste de tous les pores détectés, associés à leur volume et des données concernant leur sphéricité et leur orientation dans l'espace. Un fichier pour la visualisation 3D sur Paraview est également généré, de sorte à voir la répartition des pores dans l'échantillon.

II.3. Moyens de caractérisation mécanique

La réalisation d'essais mécaniques a été un deuxième grand axe de ces travaux de thèse. L'analyse des propriétés en traction, de l'ambiante à 850 °C, et en fluage à 700-850 °C est crucial pour les superalliages base Ni. La microdureté a également été employée pour évaluer l'étendue de la ZAT et les potentielles différences entre les cordons. Les moyens de caractérisation mécaniques sont ici décrits.

II.3.a. Essais de traction à l'ambiante sur micro-éprouvettes

II.3.a.i. Essais à rupture

Une première campagne d'essais de traction à rupture a été menée en début de thèse sur des éprouvettes plates de petites dimensions. Ces micro-éprouvettes, dont le plan est présenté en Figure II.16(a), sont adaptées aux murs fins et ont permis la réalisation d'essais à l'ambiante. Elles ont été prélevées par électroérosion selon deux directions, horizontales (H) et verticales (V), de sorte à pouvoir estimer l'anisotropie (Figure II.16(b)). La tenue de l'interface a également été étudiée avec des éprouvettes

à cheval entre le rechargement et le substrat, horizontales (IntH) et verticales (IntV). De plus, plusieurs états métallurgiques ont été testés : le Waspaloy CMT post-fabrication et après divers revenus expérimentaux à 700-845 °C, pendant 4-96 h. Pour chaque éprouvette, les tranches ainsi que les faces principales ont été polies sur papier SiC jusqu'au grade 4000 pour éliminer l'érouissage lié à l'usinage.

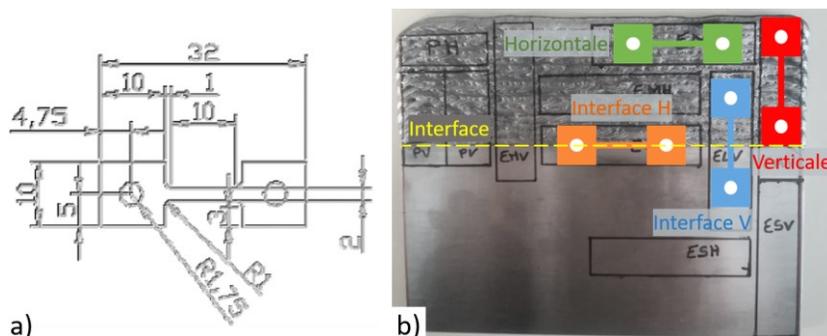


Figure II.16. Micro-éprouvettes pour essais de traction à l'ambiante : (a) géométrie avec dimensions (en mm) et (b) schéma de positionnement dans un mur fin.

Les essais ont été réalisés sur une machine électromécanique Instron 8862MT, à l'ambiante et avec une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} . La déformation de la partie utile a été suivie avec un extensomètre Instron base 10 mm modifié pour obtenir une base effective de 8,78 mm.

II.3.a.ii. Essais in-situ avec corrélation d'images numériques

D'autres essais sur micro-éprouvettes ont été réalisés, cette fois-ci in-situ avec corrélation d'images numériques (*Digital Image Correlation, DIC*). Le but est de visualiser les potentielles zones où la déformation est favorisée, que ce soit dans le rechargement, la ZAT ou encore le substrat. La technique utilisée est similaire à celle employée par *Huet et al.* [292]. Pour cela, une micro-machine de traction Deben avec une cellule de charge de 5 kN est employée, sous MO Zeiss Axio Imager 2 en mode champ sombre. Le chargement est appliqué de manière incrémentale, avec un mapping de la zone étudiée à chaque palier de contrainte. Le taux de déplacement imposé est de $0,05 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$. Ces essais ont été réalisés avec l'aide considérable de Samuel HEMERY. L'analyse par DIC est assurée avec l'aide la boîte à outils NCorr sur Matlab [293].

Comme présenté en Figure II.17, deux types de micro-éprouvettes ont été étudiés, toutes verticales, mais prélevées à diverses localisations dans des murs fins. Deux éprouvettes avec l'interface centrée dans la partie utile ont été testées, afin de détecter une éventuelle déformation préférentielle dans la ZAT notamment. La première est de paramétrie classique, telle que présentée en Tableau II.2, avec une ZAT peu marquée. La seconde, en revanche, a été usinée dans un mur de paramétrie confidentielle, car proche de celle employée pour l'application industrielle. La ZAT y est nettement plus marquée, avec

deux sous-régions et des marqueurs microstructuraux plus importants. A la suite de ces deux essais, il a été considéré intéressant de suivre la déformation dans les 3 à 4 premiers cordons. Pour cela, une troisième éprouvette a été usinée, cette fois-ci avec uniquement les premiers cordons dans la partie utile, et l'interface dans une tête. Tous ces essais ont été faits sur le Waspaloy CMT à l'état post-fabrication. Les faces des éprouvettes, ainsi que les tranches sont préalablement polies sur papier SiC jusqu'au grade 4000. Spécifiquement pour ce type d'essai, la préparation poursuit avec un polissage des faces jusqu'à 1 μm , avant un rapide polissage avec un mélange d'OPS (suspension de silice colloïdale, de granulométrie 0,25 μm) et de peroxyde d'hydrogène. Une technique de mouchetis avec des particules d'OPS est ensuite appliquée sur la surface à étudier, conformément aux lignes directrices fournies dans de précédentes études de ce type [294], [295].

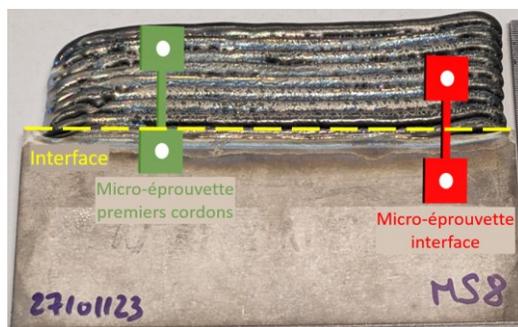


Figure II.17. Positionnement des micro-éprouvettes d'essais in-situ dans un mur fin avec interface.

II.3.b. Essais de traction en température sur éprouvettes cylindriques

Par nécessité de réaliser d'autres essais mécaniques, notamment de traction en température et de fluage isotherme, des éprouvettes cylindriques ont été prélevées dans des murs épais puis tournées. Leur géométrie est présentée en Figure II.18(a). En raison de leurs têtes de diamètre 6 mm, on les surnomme « M6 ». Pour ces deux types d'essais, les éprouvettes sont polies jusqu'au grade 4000, avec un polissage final le long de l'axe de sollicitation.

Les essais de traction en température ont été réalisés sur une machine électromécanique Instron 8562 équipée d'une cellule de charge de 100 kN. La vitesse de déformation imposée est de 10^{-3} s^{-1} , et le suivi se fait avec un extensomètre base 12,5 mm refroidi à l'eau. Ce dernier est appuyé contre la partie utile pour mesurer la déformation dans les premiers stades, jusqu'à environ 2 % de déformation totale. Il est ensuite décollé, pour ne pas être abîmé, et la déformation est suivie jusqu'à rupture avec le déplacement du vérin. Le chauffage est assuré par un four en céramique à résistance. La montée en température se fait à $15 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ jusqu'à $T_{\text{cible}} - 30 \text{ }^\circ\text{C}$ puis à $3 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ ensuite, jusqu'à T_{cible} . La stabilisation thermique est de 15 min avant le chargement de chaque essai.

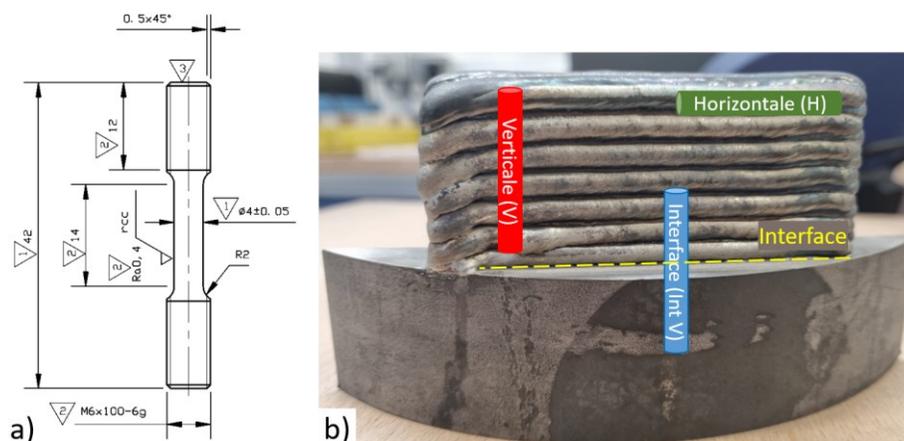


Figure II.18. Eprouvettes cylindriques « M6 » pour essais de traction en température et fluage : (a) Géométrie avec dimensions (en mm) et (b) schéma de positionnement dans un mur épais avec interface.

Le Waspaloy CMT post-fabrication a été testé de l'ambiante jusqu'à 850 °C, tandis que l'état R1+R2 a été étudié à l'ambiante puis à 700-750 °C. Toujours pour estimer l'anisotropie, des éprouvettes verticales (V) et horizontales (H) sont testées. L'interface verticale (IntV) a été étudiée après R1+R2. Des essais sur matériau forgé (PER3 sub- et super-solvus) ont également été réalisés pour comparaison. Tous les essais de traction en température sur éprouvettes M6 sont synthétisés en Tableau II.5. Un essai a été réalisé à chaque condition (température d'essai, traitement thermique et direction de prélèvement).

Tableau II.5. Matrice des essais de traction sur éprouvettes cylindriques.

Température d'essai (°C)	Matériau testé		
	Waspaloy CMT		Waspaloy forgé (sub- et super-solvus)
	Post-fabrication	R1+R2	
Ambiante	X	X	X
500	X		X
600	X		X
700	X	X	X
750		X	
800	X		X
850	X		X

Toutes les courbes contrainte/déformation issues des essais de traction sont tracées en mode conventionnel, sur la base d'une hypothèse de déformation homogène le long de la partie utile. Si cela est critiquable, les essais avec corrélation d'images numériques présentés en partie III.2.a.ii tendent à montrer que les hétérogénéités de déformation (associées aux hétérogénéités de microstructure) dans les éprouvettes 100 % CMT sont relativement peu marquées et peuvent justifier cette simplification.

II.3.c. Essais de fluage isotherme sous air

Afin d'étudier la tenue en fluage du Waspaloy CMT, des essais de fluage isotherme sous air ont été menés à rupture. Les éprouvettes sont de type M6 (Figure II.18(a)) et polies jusqu'au grade 4000, comme pour les essais de traction en température.

La machine utilisée est une SETRA 2400 N37 double ligne, présentée en Figure II.19(a). La sollicitation à charge constante se fait par l'intermédiaire de poids suspendus à chacun des deux bras de levier (Figure II.19(b)). Le chauffage est assuré par un four Pyrox à résistances. La consigne est une montée en température la plus rapide possible jusqu'à $T_{cible} - 30 \text{ } ^\circ\text{C}$ puis $100 \text{ } ^\circ\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ jusqu'à T_{cible} . La stabilisation thermique est de 3 h avant chaque essai, afin d'assurer l'équilibrage thermique des lignes. En raison des poids suspendus, la mise en charge se fait en deux étapes. On bloque d'abord les bras de leviers avec un vérin, et on y installe les poids. Ensuite on peut débloquer le vérin pour appliquer le chargement. Le suivi de déformation est assuré à l'aide d'un système LVDT (*Linear Variable Displacement Transducer*) laser.

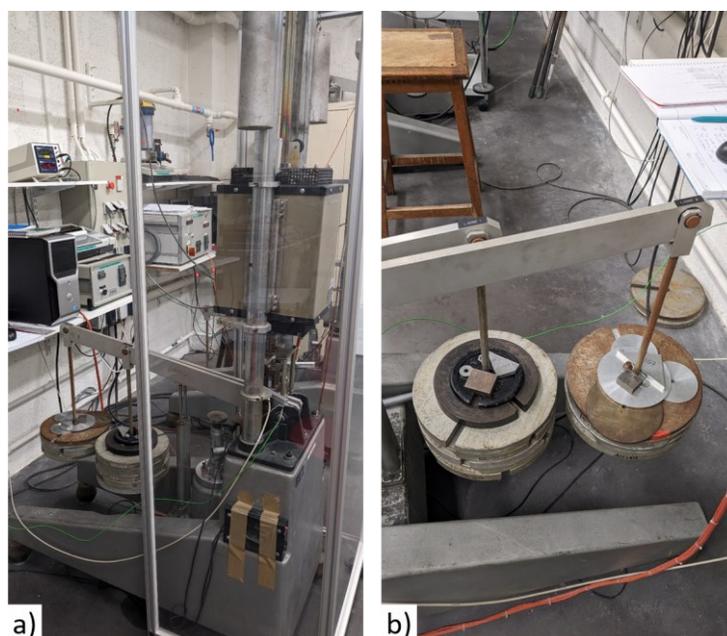


Figure II.19. Machine de fluage SETRA 2400 N37: (a) allure générale et (b) poids suspendus aux bras de levier.

Le Waspaloy CMT a été étudié dans les états post-fabrication et R1+R2. A chaque condition d'essai, une éprouvette verticale et une éprouvette horizontale ont été testées simultanément, une sur chaque ligne. Les essais à 700 et 850 °C ont également été conduits sur le matériau forgé (PER3 sub- et super-solvus) pour comparaison. La matrice d'essais en fluage isotherme sous air est récapitulée en Tableau II.6. Un essai a été réalisé à chaque condition (température et contrainte d'essai, traitement thermique et direction de prélèvement).

Tableau II.6. Matrice des essais de fluage isotherme sous air.

Conditions d'essai		Matériau testé	
Température (°C)	Contrainte (MPa)	Waspaloy CMT (post-fabrication et R1+R2)	Waspaloy forgé (sub- et super-solvus)
700	500	X	X
	600	X	X
	650	X	X
750	400	X	
800	250	X	
	300	X	
850	210	X	X
	260	X	X

II.3.d. Essais de microdureté

Dans le but d'étudier l'interface, et en complément des observations microscopiques et des essais avec DIC, des essais de microdureté ont été réalisés au site Safran Aircraft Engines de Châtellerault avec la contribution d'Alice CERVELLON. Ils permettent une mesure très localisée de la dureté. La microdureté Vickers est couramment utilisée pour caractériser la ZAT, cette dernière n'étant pas toujours bien définissable par microscopie. Cette technique se base sur la mesure d'empreintes faites avec un diamant de forme pyramidale à base carrée, les faces opposées faisant un angle de 136°. On mesure les diagonales de l'empreinte, et plus elles sont grandes, moins le matériau est dur. Différentes charges peuvent être appliquées. La microdureté se calcule avec F la charge appliquée et d la moyenne des diagonales de l'empreinte de la manière suivante :

$$HV = \frac{2F \sin \frac{136}{2}}{gd^2} \approx \frac{0,189F}{d^2} \quad \text{Équation 13}$$

Les échantillons avec interface sont préalablement enrobés, pour garantir leur planéité, puis polis miroir. Des essais en HV0,3 (masse de 300 g) ont été réalisés en filiation linéaire sur un appareil Mitutoyo HM-200. Une grande matrice de 440 indentations en HV0,1 (masse de 100 g) a été faite sur pièce réelle, avec le même équipement, à cheval sur l'interface, en incluant un peu de rechargement, la ZAT entière et le substrat sous-jacent. Matlab a été utilisé pour compiler les résultats sous forme de cartographie à gradient de couleurs.

II.4. Modélisations thermodynamiques

Le procédé CMT induit des taux de refroidissement inférieurs aux procédés à base poudre, influant fortement sur la microségrégation et le développement de la structure dendritique. Avec l'aide du logiciel Thermo-Calc®, la microstructure du Waspaloy CMT peut être approchée par calcul de Scheil-Gulliver, et les cinétiques de précipitation γ' peuvent être comparées aux calculs à l'équilibre. La détermination des phases présentes ainsi que leurs compositions chimiques est également possible. Ces données, corrélées aux observations expérimentales, permettent de dresser un tableau complet du Waspaloy CMT. Les calculs ont été réalisés par Inmaculada LOPEZ-GALILEA à Ruhr University Bochum, sur la version 2023a du logiciel et avec la base de données TCNI10.

II.4.a. A l'équilibre thermodynamique

Le premier type de calcul réalisé est celui des fractions volumiques de phases à l'équilibre thermodynamique. Il est également possible d'obtenir les compositions chimiques de chaque phase présente à une température donnée. Ces modélisations supposent l'équilibre thermodynamique, et se font selon l'approche CALPHAD (*CALculation of PHase Diagrams*). Cette dernière consiste à évaluer simultanément toutes les phases d'un système chimique donné et à minimiser l'énergie de Gibbs du système global à partir de celles optimisées pour chaque phase considérée [296].

Les calculs ont été faits à partir de la composition chimique du fil (présentée en Tableau II.1), mais aussi à partir de la composition chimique moyenne des ID à l'état post-fabrication (mesurée par EDS). En effet, les ID sont beaucoup plus susceptibles de former des composés intermétalliques que les CD.

II.4.b. Solidification hors équilibre : modèle de Scheil-Gulliver

Les calculs à l'équilibre sont utiles en première approximation toutefois très éloignés des conditions réelles ; le taux de refroidissement est trop élevé pour permettre une distribution des éléments selon l'équilibre thermodynamique. Un second type de calcul, tenant cette fois-ci compte de la solidification hors équilibre du matériau, a ensuite été réalisé. Le modèle de Scheil-Gulliver a été employé pour obtenir des modélisations plus réalistes. Trois hypothèses clés sont émises pour utiliser ce modèle :

- La diffusion de tous les éléments dans la phase liquide est infiniment rapide ;
- La diffusion de tous les éléments dans les phases solides est nulle ;
- L'interface liquide/solide est à l'équilibre thermodynamique.

Cette modélisation a été réalisée avec la variante « Scheil with Fast Diffusers », dans laquelle le C a été considéré comme un élément à diffusion rapide. En effet, le C est un élément essentiel dans la formation de carbures. Il se dissout de manière interstitielle et présente donc des taux de diffusion très rapides : l'hypothèse d'une absence de diffusion dans la phase solide pendant la solidification n'est donc pas correcte pour cet élément.

Expérimentalement, on peut observer un ratio 25/75 pour les fractions volumiques des ID et des CD respectivement. Il est alors adéquat de supposer que, lors de la solidification, ce sont les derniers 25 % de liquide qui génèrent les ID. En partant de la composition chimique du fil (Tableau II.1), on peut connaître l'évolution de la fraction molaire du liquide (Figure II.20(a)) et sa composition chimique en fonction de la température (Figure II.20(b)).

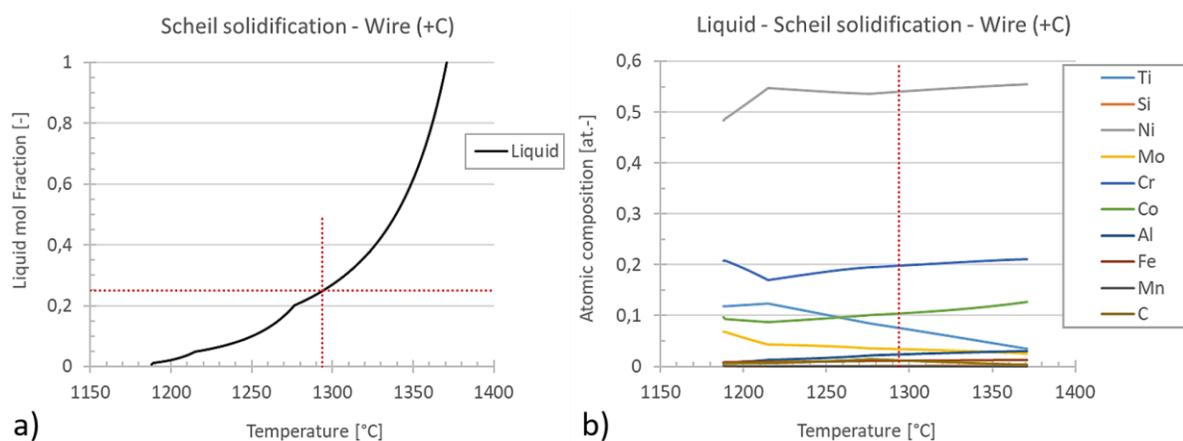


Figure II.20. Calcul de Scheil à partir de la composition du fil avec C comme élément à diffusion rapide : (a) évolution de la fraction molaire du liquide pendant la solidification de Scheil, et (b) évolution de la composition chimique du liquide pendant la solidification de Scheil. Les lignes pointillées rouges indiquent le moment où 75 % de la solidification a eu lieu ($T = 1294\text{ °C}$), c'est-à-dire qu'il reste 25 % du liquide.

La composition chimique des derniers 25 % de liquide peut alors être déterminée ; elle est présentée en Tableau II.7. A partir de cette dernière, de nouvelles modélisations à l'équilibre thermodynamique ont été réalisées pour déterminer les phases présentes dans les ID, leurs fractions volumiques et leurs compositions chimiques.

Tableau II.7. Composition chimique (% massique) des derniers 25 % de liquide, à partir du calcul de Scheil à 1294 °C .

	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	C	Si	Mn
Derniers 25 % de liquide	Base	18,27	10,83	5,81	6,41	1,10	1,06	0,26	0,05	0,04

Conclusion du chapitre II

Le matériau d'étude est le Waspaloy CMT, analysé à l'état post-fabrication et après divers traitements thermiques de revenu. En particulier, le double revenu (850 °C/4 h/AQ + 760 °C/16 h/AQ, noté « R1+R2 ») préconisé par la spécification AMS 5706 est étudié. Il s'agit de celui qui sera appliqué à la pièce réparée dans son entièreté dans le cadre industriel. Pour étudier la stabilité de l'alliage à haute température, une variété d'autres revenus ont été appliqués dans la gamme de température 700-1000 °C et pour des durées allant de 5 min à 725 h. Afin d'avoir des références avec lesquelles comparer la microstructure et les propriétés mécaniques du Waspaloy CMT, des échantillons et éprouvettes de matériau forgé ont été étudiés également, avec une condition à grains fins et une condition à gros grains.

Le premier axe majeur d'analyse est la caractérisation microstructurale, menée à travers une importante combinaison de moyens de microscopie :

- L'observation des grands éléments de microstructure comme l'interface entre le substrat et le rechargement, ou encore la distinction rapide entre les différentes couches est faite par MO. La microscopie MEB est utilisée de manière intensive pour observer la microstructure, dont les précipités γ' dans les cœurs de dendrite (CD) et les espaces interdendritiques (ID). Collectées à chaque condition de revenu, les images permettent l'obtention de statistiques de diamètres moyens et de distribution, pour ensuite évaluer les cinétiques de précipitation. Des analyses EDS-MEB sont effectuées pour mettre en lumière la ségrégation chimique dans la structure dendritique à l'état post-fabrication, et suivre son évolution après divers revenus. La structure granulaire et les orientations cristallographiques sont quant à elles déterminées par EBSD ;

- De multiples techniques de microscopie MET sont employées pour un besoin d'identification de phase, plus particulièrement des particules inconnues aux joints de grains et des plaquettes interdendritiques apparaissant après exposition thermique. La diffraction en sélection d'aire et l'imagerie haute résolution permettent la détermination de leur structure cristalline. La technique CBED est employée pour mesurer leur paramètre de maille plus précisément qu'avec les clichés de diffraction. Une méthode de stéréo microscopie est appliquée pour évaluer la direction cristallographique préférentielle de croissance des plaquettes. Enfin, des analyses EDS-MET sont réalisées pour obtenir les compositions chimiques des deux types de précipités ;

- La tomographie aux rayons X permet la détection de possibles défauts communs en FA tels que les pores ou les manques de fusion, de même que d'éventuelles fissures entre cordons en fonction de la résolution. En raison de leur présence interne et discrète, ils sont difficilement observables en microscopie.

Le second grand axe est dédié à l'étude des propriétés mécaniques du Waspaloy CMT :

- Des essais de traction à rupture sur micro-éprouvettes, à température ambiante, sont réalisés pour plusieurs états métallurgiques : post-fabrication et après divers revenus expérimentaux à 700-845 °C, pendant 4-96 h. Ils permettent notamment de faire le lien avec la croissance observée des précipités γ' après traitement thermique ;
- D'autres essais de traction sur micro-éprouvettes, à température ambiante toujours, sont mis en œuvre *in-situ* sous un MO avec une méthode de corrélation d'images numériques pour tenter de distinguer si une région en particulier se déforme de manière préférentielle : la ZAT, le premier cordon ou encore les cordons suivants ;
- Des essais de traction en température (jusqu'à 850 °C) sur éprouvettes cylindriques sont menés pour le matériau post-fabrication et après R1+R2, avec à chaque fois un prélèvement vertical et horizontal dans le rechargement pour estimer l'étendue de l'anisotropie. Les deux types de Waspaloy forgé sont également testés pour comparaison ;
- Enfin, des essais de fluage isotherme sous air et à 700-850 °C sont faits sur éprouvettes cylindriques pour le matériau post-fabrication et après R1+R2, avec toujours un prélèvement dans les deux directions. Les deux types de Waspaloy forgé sont aussi évalués ;

Pour finir, des calculs thermodynamiques à l'équilibre, mais aussi tenant compte de la solidification hors équilibre (via le modèle de Scheil-Gulliver), sont réalisés avec le logiciel Thermo-Calc®.

Chapitre III :

Caractérisation du Waspaloy CMT

post-fabrication

Table des matières du chapitre III : Caractérisation du Waspaloy CMT post-fabrication

III.1.	Microstructure brute de fabrication	114
III.1.a.	Structure granulaire et orientation cristallographique.....	115
III.1.a.i.	Cartographies EBSD	115
III.1.a.ii.	Estimation de la taille de grains et non-centrage de la texture	117
III.1.a.iii.	Synthèse de la texture cristallographique	118
III.1.b.	Structure dendritique et précipitation γ'	119
III.1.b.i.	Structure dendritique de solidification du Waspaloy CMT	119
III.1.b.ii.	Estimation des vitesses de refroidissement lors du dépôt.....	121
III.1.b.iii.	Evaluation de la ségrégation chimique par EDS	122
III.1.b.iv.	Précipitation γ' à l'état post-fabrication.....	126
III.1.b.v.	Synthèse sur la structure de solidification du Waspaloy CMT et sa précipitation γ'	127
III.1.c.	Hétérogénéités dans les murs	128
III.1.c.i.	Dépôt monocordon : mur fin	128
III.1.c.ii.	Dépôt multicordons : mur épais.....	129
III.1.c.iii.	Synthèse : comparaison monocordon / multicordons	130
III.1.d.	Etude des défauts liés à la FA	132
III.1.d.i.	Porosité	132
III.1.d.ii.	Fissuration par solidification	134
III.1.d.iii.	Anomalie dendritique elliptique.....	136
III.1.e.	Distinction de la Zone Affectée Thermiquement (ZAT)	137
III.1.e.i.	En micrographie	137
III.1.e.ii.	Par EBSD	141
III.1.e.iii.	Par microdureté	142
III.1.e.iv.	Synthèse : caractérisation de la ZAT et de sa largeur en CMT	144
III.1.f.	Synthèse sur la microstructure du Waspaloy CMT post-fabrication	146
III.2.	Propriétés en traction.....	147
III.2.a.	Propriétés en traction à l'ambiante sur micro-éprouvettes	148
III.2.a.i.	Essais à rupture	148
III.2.a.ii.	Essais avec corrélation d'images : localisation de la déformation	150
III.2.a.iii.	Synthèse sur les essais de traction à température ambiante	159

III.2.b.	En température sur éprouvettes cylindriques	161
III.2.b.i.	Essais à rupture jusqu'à 850 °C.....	161
III.2.b.ii.	Comparaison mur fin (micro-éprouvette) / mur épais (éprouvette cylindrique) à température ambiante	163
III.2.b.iii.	Comparaison avec les échantillons forgés.....	164
III.2.b.iv.	Estimation de l'anisotropie	166
III.2.b.v.	Fractographie	167
III.2.c.	Synthèse sur les propriétés en traction à l'état brut de fabrication	170
III.3.	Propriétés en fluage isotherme sous air.....	171
III.3.a.	Courbes déformation-temps	171
III.3.b.	Etude de la contraction en début d'essai	173
III.3.c.	Approche de Larson-Miller	176
III.3.d.	Fractographie et analyse de coupes longitudinales.....	178
III.3.e.	Synthèse sur les propriétés en fluage à l'état brut de fabrication.....	182
Conclusion du chapitre III.....		184

III. Caractérisation du Waspaloy CMT post-fabrication

Suite à l'état de l'art dressé en chapitre I et ayant connaissance des techniques expérimentales mises en œuvre dans ces travaux (chapitre 0), ce premier chapitre de résultats est dédié à la caractérisation du Waspaloy CMT brut de fabrication. Sa microstructure, tant à l'échelle granulaire que dendritique, est présentée. Sa précipitation γ' hétérogène entre les cœurs de dendrite et les espaces interdendritiques est étudiée. La ségrégation chimique qui en est responsable est mise en avant. Les hétérogénéités au sein d'un même mur, dans sa hauteur, sont analysées. Les propriétés mécaniques monotones, en traction et en fluage jusqu'à 850 °C, sont évaluées.

III.1. Microstructure brute de fabrication

Si la microstructure du Waspaloy conventionnel (forgé ou coulé-forgé) est bien connue, celle du Waspaloy CMT l'est beaucoup moins. Sur la base des quelques études sur le Waspaloy WAAM (voir partie I.2.d.iii), il faut s'attendre à une microstructure organisée de façon hiérarchique, à étudier à plusieurs échelles : granulaire, dendritique puis phases en présence. Le rechargement CMT est donc tout d'abord analysé brut de fabrication, avant l'application de tout traitement thermique. En raison de la nature hétérogène liée au procédé de FA, une ségrégation chimique prononcée et des gradients de taille de précipités γ' dans la direction de construction sont observés. La solidification rapide et l'historique thermique complexes associés au procédé induisent également la présence de défauts comme de la porosité et de la fissuration par solidification.

La question de la définition d'une Zone Affectée Thermiquement (ZAT), dernier point abordé dans cette première partie, est essentielle. En effet, il y a ici un objectif de réparation, et non pas juste de fabrication. Cela implique un substrat – la pièce à recharger – qui ne sera pas retiré après le dépôt, et change donc beaucoup par rapport à la production de pièce entière avec ce type de procédé. La santé et la tenue de l'interface entre le substrat et le rechargement CMT sont des enjeux majeurs. La profondeur de la ZAT est, de plus, un critère important pour le bureau d'études. Dans le cas de ces travaux de thèse, le fil utilisé pour le rechargement et le substrat sont tous deux en Waspaloy. Comment distinguer la ZAT alors ? Quelle est sa profondeur avec le procédé CMT, supposé induire un plus faible apport de chaleur que les procédés de soudage TIG et MIG ? Quatre approches différentes sont présentées pour caractériser cette ZAT : observation au microscope optique, observation au MEB, analyse EBSD et mesures de microdureté.

III.1.a. Structure granulaire et orientation cristallographique

III.1.a.i. Cartographies EBSD

L'étude de la microstructure brute de fabrication débute par l'analyse de la structure granulaire, à savoir la taille des grains et leur orientation cristallographique. La Figure III.1 présente trois cartographies EBSD réalisées sur un mur fin : une à l'interface selon la direction de déplacement de la torche (TD), une autre à l'interface dans l'épaisseur (TT) et enfin une selon la direction de construction (BD). Un pas d'acquisition de $0,6 \mu\text{m}$ a été employé, pour être adapté à la fois aux petits grains du substrat et à ceux plus gros du rechargement CMT. L'orientation cristallographique est codée selon BD.

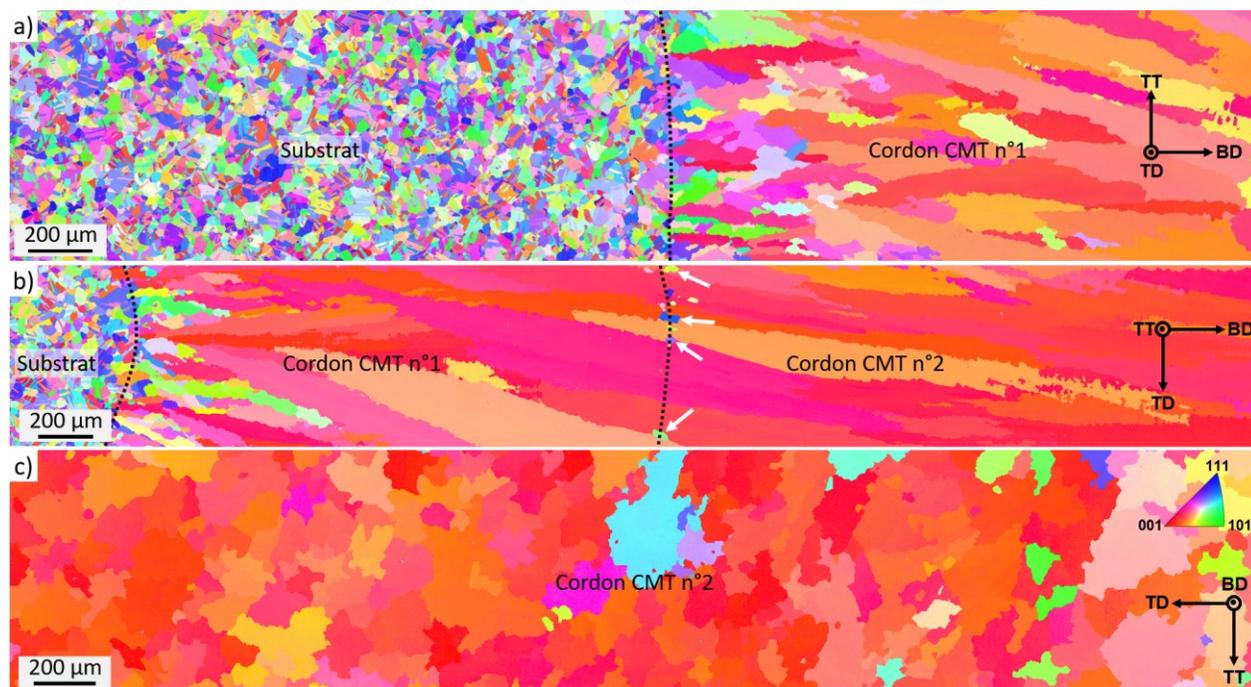


Figure III.1. Cartographies EBSD en IPF : (a) de l'interface dans le sens de déplacement de la torche ($3,9 \times 0,78 \text{ mm}$), (b) de l'interface dans l'épaisseur ($5,3 \times 0,89 \text{ mm}$) et (c) coupe transversale du second cordon ($4,0 \times 0,78 \text{ mm}$). Orientations cristallographiques codées suivant la direction de construction (BD).

Le substrat en Waspaloy forgé est composé de petits grains équiaxes de taille moyenne $23 \pm 1 \mu\text{m}$ (Figure III.1(a)). Orientés aléatoirement, ils présentent également des joints de macles. Le rechargement CMT se distingue par ses grains colonnaires longs et larges, quasiment parallèles à la direction de construction en raison du gradient thermique. Ils s'étendent sur plusieurs cordons (Figure III.1(b)) et peuvent atteindre jusqu'à 3 à 5 mm grâce à la croissance par épitaxie. Le phénomène survient par refusion du dessus de la couche inférieure lors du dépôt de métal fondu pour créer un nouveau cordon. L'épitaxie permet de sélectionner, dans la couche inférieure, les grains les plus faciles à développer. Pour les cristaux cubiques à faces centrées comme c'est le cas ici, la croissance est facilitée dans les directions contenant le

moins d'atomes et de plus faible module pour minimiser l'énergie élastique, à savoir la famille $\langle 001 \rangle$ [297]. Elle est en revanche peu favorisée dans les plans plus denses comme (111), par exemple. On retrouve effectivement une coloration rouge prononcée sur ces trois cartographiques, indiquant une forte texture $\langle 001 \rangle$ selon BD. Ces longs grains colonnaires orientés $\langle 001 \rangle$ sont classiques des superalliages élaborés par FA [12], [124], [234], [235], [236]. Des exceptions sont toutefois observables dans les régions entre deux cordons successifs. La Figure III.1(b) l'illustre avec quelques petits grains orientés aléatoirement, flèches sur la figure, entre les couches n°1 et n°2. Cette texture cristallographique pourrait, lors des essais de traction réalisés en partie III.2, être à l'origine d'une anisotropie sur le module de Young [262], [265], [266]. La structure granulaire du Waspaloy CMT est comparable à celle obtenue par solidification dirigée.

Une coupe transversale des grains colonnaires, au niveau du second cordon, est proposée en Figure III.1(c). Cette cartographie permet d'apprécier la forme dendritique des grains, avec leurs joints dentelés à l'aspect tortueux. Cela pourrait suggérer la présence de particules, des carbures notamment, aux joints de grains ; c'est le phénomène d'épinglage Zener. Habituellement observé après traitement thermique sous l'effet de la migration de joints de grains [298], il l'est également souvent dans les superalliages base Ni produits par FA à : dans le Haynes 230 LMD [299], l'AD730TM LPBF [300] et l'Inconel 718 CMT [301], par exemple. Leur présence à l'état post-fabrication peut sembler surprenante étant donnée les taux de refroidissements rapides liés à ces procédés. La raison à cela semble être la ségrégation chimique aux joints de grains d'éléments comme B, C et Zr qui promeut la formation de carbures, borures et carbonitrides à cette localisation. Ces joints de grains tortueux sont, toutefois, réputés très bénéfiques pour les propriétés mécaniques en général et notamment en fluage, dans des conditions dites de fluage diffusion. Les avantages seraient davantage marqués à haute température – basse contrainte, avec une considérable amélioration de la durée de vie et de l'allongement à rupture [298]. Des augmentations de la durée de vie jusqu'à 200 % ont été obtenus à 900 °C sur des éprouvettes de Haynes 230 avec des joints dentelés, en comparaison avec son homologue aux joints classiques « lisses » [302]. Le Waspaloy CMT post-fabrication a donc de gros grains colonnaires avec des joints ondulés, laissant déjà présager de bonnes propriétés en fluage.

En reprenant la cartographie en Figure III.1(a), et en y superposant l'indice de qualité (IQ), la Figure III.2(a) est obtenue. Le pas d'acquisition très fin utilisé permet de capter la présence de particules alignées au sein des grains. Il sera montré en partie III.1.b.iii (Figure III.9) qu'il s'agit de carbures primaires dans les régions interdendritiques (ID). Avec le logiciel OIM, en isolant quelques grains comme en Figure III.2(b-d), il peut être montré que les alignements de carbures suivent à chaque fois les traces des plans $\{001\}$ du

système cubique. Cela suggère, au sein même des grains colonnaires, une orientation $\langle 001 \rangle$ des structures de solidification, ici des dendrites colonnaires.

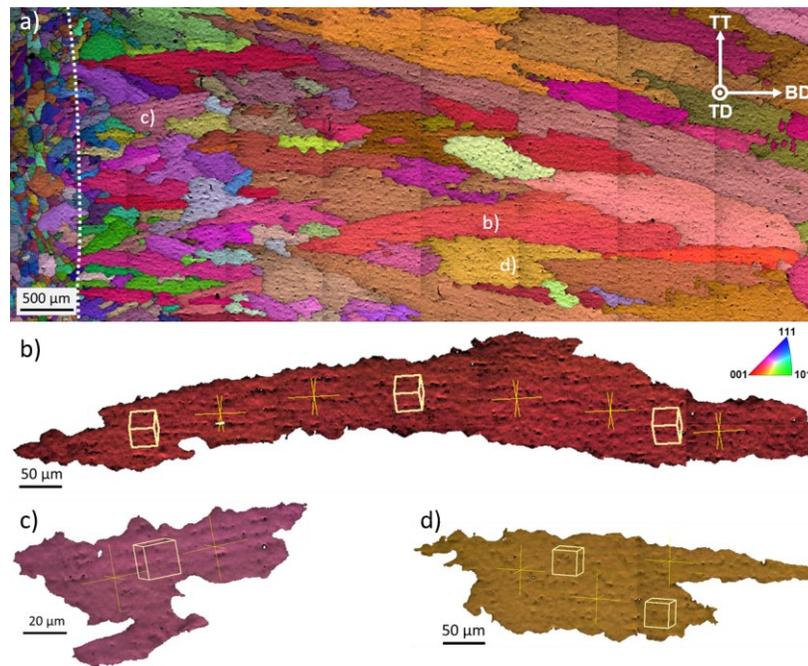


Figure III.2. Analyse EBSD de l'interface selon TD (Figure III.1(a)) : (a) cartographie EBSD en IPF+IQ, (b-d) quelques grains isolés avec les traces des plans $\{001\}$ du système cubique.

III.1.a.ii. Estimation de la taille de grains et non-centrage de la texture

Les dimensions des grains varient légèrement en fonction de la position dans le chargement. Bien qu'ils soient colonnaires dans toute la structure, ils sont plus courts et moins épais au niveau de l'interface que dans les cordons supérieurs. Cela se voit bien sur les cartographies en Figure III.1(a,b). A partir du cordon n°2, la structure granulaire est plus « stable » et représentative du rechargement global. Ainsi, en réalisant une coupe transversale des grains colonnaires de la deuxième couche (Figure III.1(c)), une estimation de leur largeur « stable » est possible. L'analyse est réalisée avec OIM ; la distribution de taille de grains est présentée en Figure III.3(a). Il en ressort une taille moyenne de $201 \pm 66 \mu\text{m}$. Cela est semblable aux évaluations de *Kindermann et al.* sur l'Inconel 718 CMT : ils mesurent une taille de grains de $204 \pm 5 \mu\text{m}$ dans la direction horizontale, pour un dépôt avec une vitesse d'avance de la torche de $0,4 \text{ m}\cdot\text{min}^{-1}$ [164]. Ici, une vitesse plus faible de $0,25 \text{ m}\cdot\text{min}^{-1}$ a été utilisée (voir partie II.1.a pour les paramètres de fabrication), pouvant expliquer que les grains soient légèrement plus gros.

Une forte texture cristallographique $\langle 001 \rangle$ est obtenue, comme l'illustre la Figure III.3(b). Toutefois, cette dernière n'est pas parfaitement centrée. Les figures de pôle en Figure III.3(c) montrent une déviation d'environ $+7^\circ$ par rapport à TD et -8° par rapport à BD. Ce léger décentrage de la texture

semble dû au déplacement de la torche lors du dépôt. Ce déplacement, dans la direction de TD, induit une petite inclinaison du gradient thermique et donc une inclinaison des grains colonnaires, bien que foncièrement quasiment parallèles à BD. Cette faible déviation est, par ailleurs, visible sur la Figure III.1(b) : les grains colonnaires sont légèrement penchés en direction de TD. Ce non-centrage de la texture a été noté dans plusieurs autres études sur les superalliages base Ni élaborés en FA [202], [263], [303], [304].

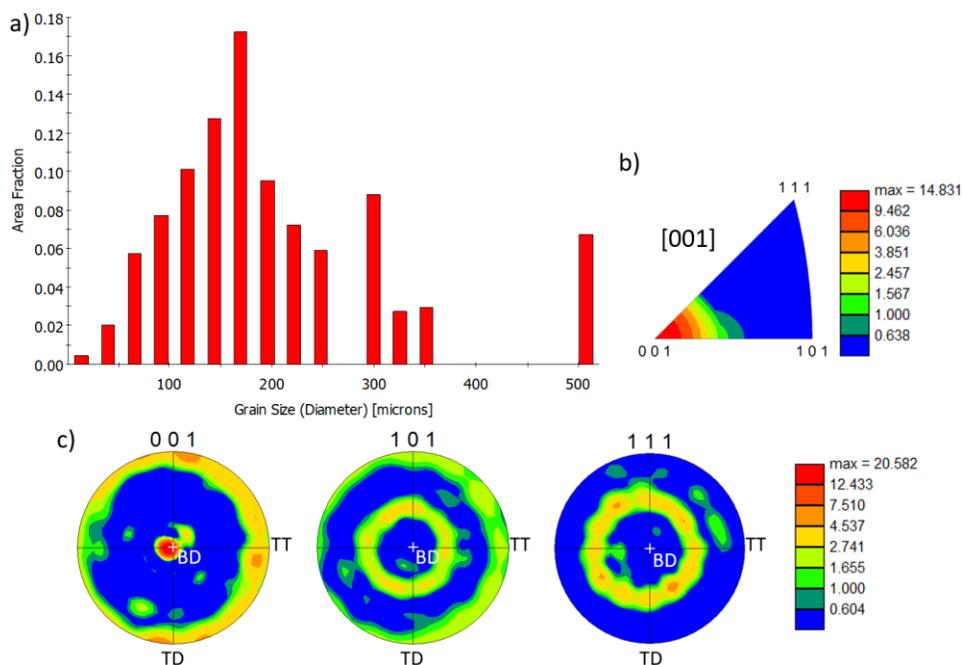


Figure III.3. Analyses EBSD de la coupe transversale du second cordon (Figure III.1(c)) : (a) distribution en taille des grains, (b) figure de pôle inverse selon BD et (c) figures de pôles.

III.1.a.iii. Synthèse de la texture cristallographique

Ainsi, le Waspaloy CMT présente une texture fibreuse avec ses grands grains colonnaires et leur forte texture $\langle 001 \rangle$. Un léger décentrage, avec une inclinaison suivant TD, est observé en raison du déplacement de la torche lors du dépôt. Cette structure granulaire particulière résulte de la compétition entre le gradient thermique et la croissance par épitaxie à partir des grains de la couche précédente. Les résultats observés en CMT sont typiques de ceux obtenus sur de nombreux autres superalliages en FA, et en WAAM plus spécifiquement. En reprenant les 3 cartographies de la partie III.1.a.i, la Figure III.4 présente une synthèse graphique 3D de la structure granulaire et de l'orientation cristallographique associée. Le rechargement par CMT se démarque catégoriquement du substrat forgé, qui lui affiche de petits grains ($\approx 23 \mu\text{m}$) équiaxes orientés aléatoirement et qui présente des joints de macles. Proche de l'interface, dans le bas du dépôt CMT, les grains colonnaires sont plus courts et plus fins, avec un rapport de forme d'environ 4:1. Plus haut dans le mur, les grains se stabilisent, s'épaississent, et s'étalent sur plusieurs cordons pour atteindre jusqu'à 3,5 mm de longueur et un diamètre équivalent d'environ $200 \mu\text{m}$ dans le plan

perpendiculaire à la direction de construction. Le rapport de forme est alors plutôt proche de 15:1. La croissance des grains en CMT est en tous points similaires à une solidification dirigée d'alliages base Ni [237], [277], [305].



Figure III.4. Résumé 3D de la structure granulaire avec l'orientation cristallographique associée.

Si les joints dentelés et tortueux, de même que les grains de grande taille, s'annoncent avantageux en fluage, on peut s'attendre à ce qu'ils le soient moins en traction. De même, cette texture marquée pourrait engendrer des propriétés mécaniques anisotropes, c'est-à-dire significativement différentes en fonction de la direction de sollicitation (BD ou TD dans notre cas d'étude). En particulier, la texture cristallographique contrôle fortement l'élasticité du matériau, qui n'est que très peu affectée par les précipités γ' . Les grains colonnaires, eux, mènent souvent à une ductilité abaissée lors de sollicitations perpendiculaires à leur longueur. Tous ces points seront adressés en section III.2. La partie suivante est dédiée à l'échelle inférieure de la microstructure, à savoir celle des dendrites au sein des grains. Il sera montré que ces dernières sont aussi orientées et que leur taille varie en fonction de la hauteur dans le mur. La précipitation γ' à l'état post-fabrication est également étudiée.

III.1.b. Structure dendritique et précipitation γ'

III.1.b.i. Structure dendritique de solidification du Waspaloy CMT

La structure de solidification obtenue dépend fortement de deux facteurs, la vitesse de solidification et le gradient de température, et donc du taux de refroidissement qui en tient compte. Une coupe de mur fin, plus particulièrement de la partie basse avec les 13 premières couches, est présentée

en Figure III.5(a). Les différents cordons sont mis en valeur grâce à forme générale des dépôts, qui laisse des ondulations marquées en surface, mais aussi par l'alternance de bandes lumineuses. Ces dernières résultent de variations dans le motif et l'orientation des dendrites. Au sein de chaque cordon, les dendrites sont colonnaires et quasiment parallèles à BD, se développant en fonction du gradient de température ; la Figure III.5(b) illustre cela. La légère inclinaison vers TD, qui était déjà marquée sur les grains, est visible ici aussi avec les dendrites colonnaires. La Figure III.5(c) en présente une coupe transversale, permettant d'apprécier leur morphologie cruciforme caractéristique dans un plan perpendiculaire à BD. Les régions interdendritiques (ID) ressortent en clair et les cœurs de dendrites (CD) en foncé. Cette structure de solidification est classique au regard de la littérature, pour les alliages de fonderie [55], [215] ou ceux élaborés par FA [263], [306], [307].

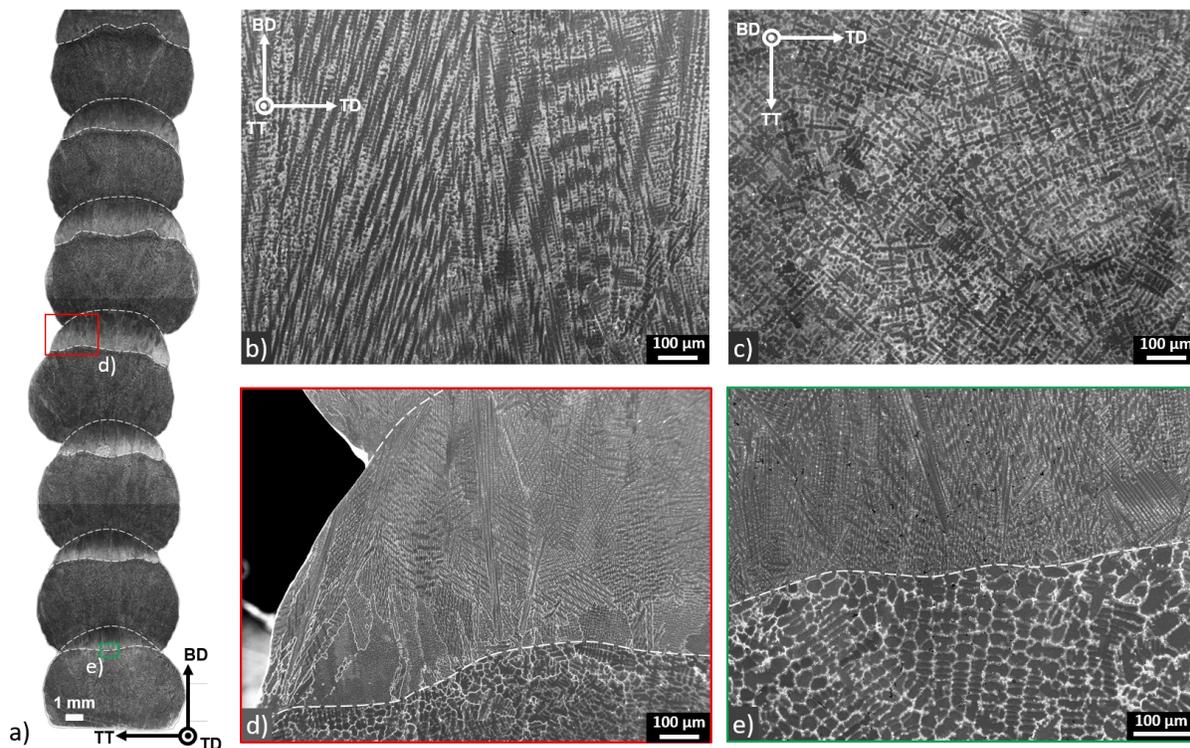


Figure III.5. Structure dendritique du Waspaloy CMT : (a) aspect général à la loupe binoculaire, (b) dendrites colonnaires dans le sens de construction du mur, (c) coupe transversale des dendrites et (d,e) changement de direction des dendrites sur le haut de chaque cordon.

Au niveau de la partie supérieure de chaque cordon, sur une largeur d'environ 500 µm, les dendrites ont tendance à changer de direction et à suivre la trajectoire de la torche. Elles apparaissent alors équiaxes, en raison de l'abaissement du gradient thermique. Cela est illustré en Figure III.5(d,e). Certains auteurs ont remarqué cela aussi, essentiellement sur le tout dernier cordon, en haut de la structure [145], [232]. Il est possible alors que dans le cas présent, le dépôt des cordons successifs ne soit pas assez énergétique pour chauffer la couche inférieure et effacer cette zone. De plus, des variations de

taille de dendrites semblent apparaître au sein d'un même cordon où elles sont plus fines en bas et plus grossières en haut. Cela induit des changements de taux de refroidissement au cours du dépôt et la solidification de chaque couche, tel qu'attendu connaissant la littérature (voir partie I.4.b.i). La partie suivante se penche sur la question de la vitesse de refroidissement associé au procédé CMT, et à son estimation. Les valeurs trouvées sont comparées à celles de la fonderie et d'autres technologies de FA.

III.1.b.ii. Estimation des vitesses de refroidissement lors du dépôt

L'espacement dendritique secondaire (noté λ_2 , en μm) est la distance entre deux bras de dendrites secondaires et représente une longueur caractéristique de la microstructure. En effet, lors de la croissance dendritique au cours de la solidification, la rétrodiffusion des solutés au front se fait en majeure partie au niveau des dendrites secondaires, et non pas des troncs colonnaires. A partir de la loi empirique présentée en Équation 14, la mesure de λ_2 permet une estimation de la vitesse de refroidissement lors du dépôt par CMT [308] :

$$\lambda_2 = k v_{ref}^{-n} \quad \text{Équation 14}$$

Avec k un coefficient dépendant de l'alliage, v_{ref} la vitesse de refroidissement en $^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ et n un exposant de valeur théorique entre 0,33 et 0,5 [308]. En pratique, de nombreuses études expérimentales trouvent plutôt une valeur de n entre 0,40 et 0,48. Aucun article scientifique spécifique au Waspaloy n'a été trouvé, néanmoins plusieurs auteurs ont étudié le lien entre λ_2 et v_{ref} dans d'autres superalliages élaborés de manière conventionnelle. *Nawrocki et al.* ont notamment compilé des données expérimentales d'échantillons d'Inconel 713C coulés avec différents diamètres [309]. En particulier, des diamètres de 1 à 20 mm sont employés pour étudier les vitesses de refroidissement de structures minces. Pour rappel, un mur fin de Waspaloy CMT a une épaisseur de 5 à 7,5 mm. Les auteurs ont ensuite établi un modèle de corrélation à partir de leurs mesures, comparé avec d'autres superalliages (l'Inconel 718 [310] et le MAR-M247 [311]), et en ont conclu des valeurs de $k = 40,568$ et $n = 0,478$.

Dans le rechargement en Waspaloy CMT, λ_2 est estimé à $13,27 \pm 4,46 \mu\text{m}$ en moyenne dans 10 échantillons à des positions variées dans la hauteur d'un mur fin. De grandes variations ont cependant été observées, notamment au sein d'une même couche, où le bas montre des dendrites très fines ($\lambda_2 \approx 4 \mu\text{m}$) et bien plus larges dans le haut ($\lambda_2 \approx 16,95 \mu\text{m}$). Cela implique une vitesse de refroidissement moyenne d'environ $10,36 \text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, et pouvant aller de 5 à $127 \text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, à partir des valeurs déterminées par *Nawrocki et al.* [309]. Cela est cohérent avec les valeurs mesurées par *Van et al.* avec un pyromètre à partir de profils de températures dans des structures multicouches d'Inconel 718 CMT : 5 à $50 \text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ [145]. D'autre part, même en employant d'autres valeurs de n et k empruntées à la littérature ($k = 47$ et $n = 0,4$ pour l'Inconel

718 CMT en dépôt monocouche par exemple, d'après *Ola et Doern* [19]), la gamme de vitesse de refroidissement obtenue est de 9 à 472 °C·s⁻¹, avec une moyenne à 23,62 °C·s⁻¹. Ces valeurs restent significativement inférieures à celles obtenues avec des procédés de FA employant un faisceau d'électrons (1.10³ à 7.10³ °C·s⁻¹ en EBM [230], [312]) et encore plus faible qu'avec un laser (1.10⁶ à 6.10⁶ °C·s⁻¹ en SLM [313], [314]). Le taux de refroidissement en CMT reste néanmoins supérieur à celui dans un superalliage de fonderie, où il est de l'ordre de 0,25-4 °C·s⁻¹ [309], [314], [315]. On a donc $V_{ref\ fonderie} < V_{ref\ CMT} < V_{ref\ EBM} < V_{ref\ SLM}$.

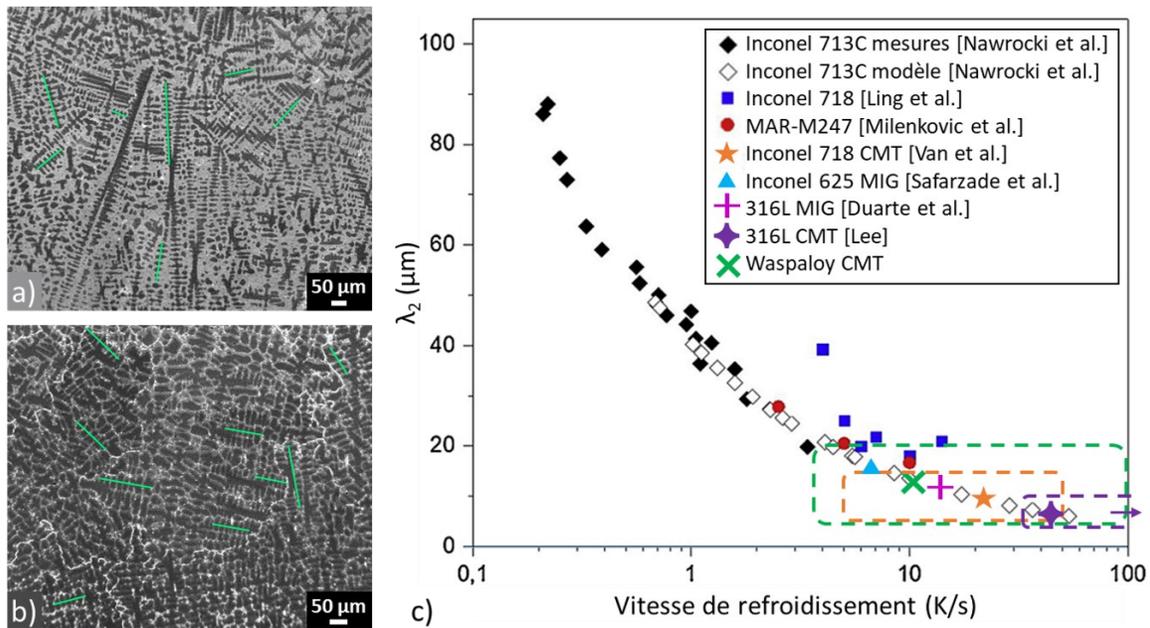


Figure III.6. Lien entre l'espacement secondaire des bras de dendrite et la vitesse de refroidissement pour quelques superalliages base Ni et un acier inoxydable. Adapté de [309], sur la base de [145], [309], [310], [311], [316], [317], [318].

Ces vitesses de refroidissement importantes engendrent, lors de la solidification, une distribution hétérogène des solutés au sein de la structure dendritique. La ségrégation chimique est évaluée dans la partie suivante, permettant l'évaluation du coefficient de ségrégation k tel qu'introduit en partie I.2.d.i. Les particules alignées dans les régions interdendritiques (ID) sont également identifiées.

III.1.b.iii. Evaluation de la ségrégation chimique par EDS

Les structures de solidification issues de la fonderie, du soudage ou encore de la FA présentent systématiquement des hétérogénéités chimiques, notamment entre les régions interdendritiques (ID) et les cœurs de dendrite (CD). La ségrégation chimique du Waspaloy CMT post-fabrication a été étudiée par EDS-MEB à travers l'acquisition de cartographies élémentaires comme celle en Figure III.8. A cette échelle, la structure dendritique ressort fortement avec des enrichissements marqués en Ti et Mo dans les ID.

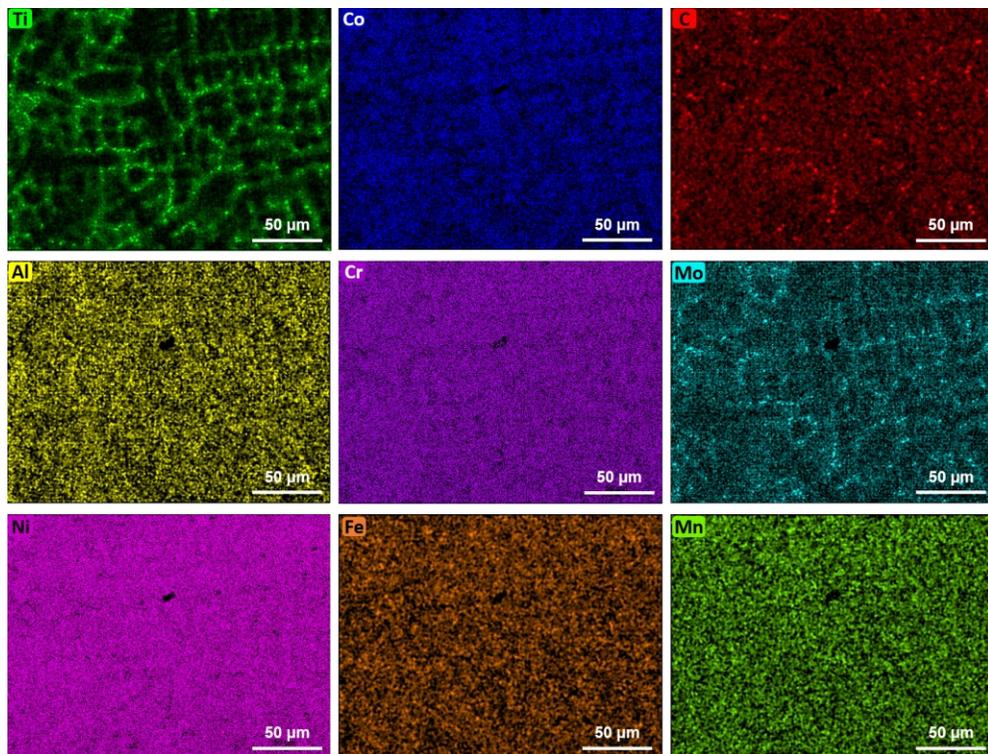


Figure III.7. Cartographies EDS-MEB présentant la ségrégation dendritique des principaux solutés à x500.

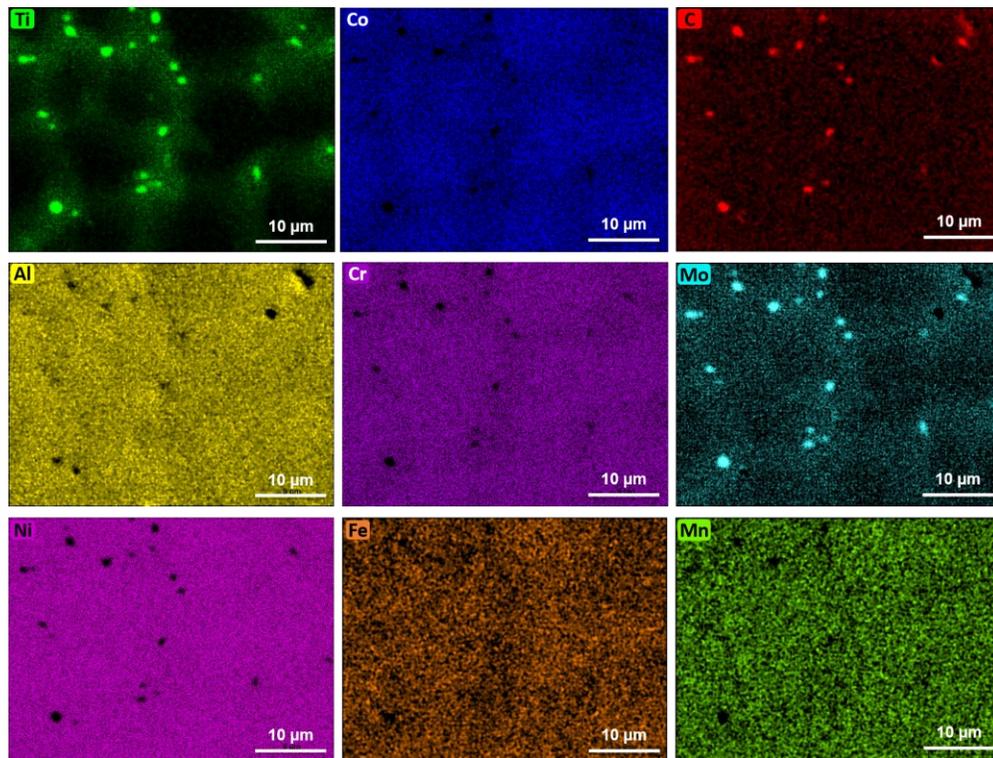


Figure III.8. Cartographies EDS-MEB présentant la ségrégation dendritique des principaux solutés à x2500.

A grandissement plus important (Figure III.8), l'observation est toujours valable, alors que le Co et le Fe semblent préférentiellement localisés dans les cœurs de dendrite (CD). Ni, Al et Mn apparaissent

quasiment uniformément répartis. La distribution du C suggère que les particules dans les régions interdendritiques (ID) sont des carbures. En la superposant avec celle du Ti et du Mo, comme en Figure III.9, elles peuvent, en effet, être identifiées comme des carbures primaires de type MC. Ces (Ti,Mo)C à morphologie « blocky » et leur présence aux joints de grains sont classiques de la microstructure du Waspaloy forgé (partie I.1.e.ii). Leur existence dans les ID a déjà été reportée dans le Waspaloy DED laser-fil par *Hussein et al.* [202], [203].

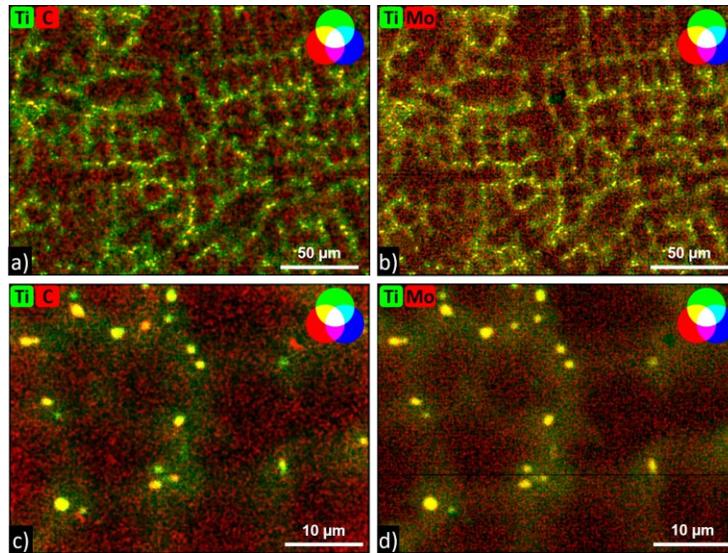


Figure III.9. Cartographies EDS-MEB du Ti (vert) superposé avec le C ou le Mo (rouge) : (a,b) grandissement x500 et (c,d) grandissement x2500. Les régions jaunes combinant la présence des trois éléments sont des carbures (Ti,Mo)C.

La composition chimique moyenne des CD et des ID a été estimée par EDS-MEB. Cela s'est fait par analyse quantitative de plusieurs surfaces correspondant à chaque zone ; les carbures ont été exclus pour la composition des ID. Ce choix a été fait par volonté de se concentrer sur la phase γ' . Les résultats sont présentés en Tableau III.1. La différence de teneur en éléments γ' -gènes, à savoir Ti principalement, est considérable. Si le mur a un ratio Ti/Al (en % massique) d'environ 1,96 (voir Tableau II.1), il est de 1,68 dans les CD et 3,17 dans les ID. Ce ratio a une influence sur la possible formation de phase η , la fraction volumique en phase γ' et sur sa température de solvus, comme abordé dans le chapitre bibliographique (I.1.e.iii). Les ID ont donc quasiment une teneur en Ti doublée par rapport au CD. Cela annonce d'ores et déjà des différences de taille et de quantité des précipités γ' entre les deux domaines, mais aussi une précipitation favorisée de phases secondaires et intermétalliques dans les ID. De plus, même avec un plus grand nombre de mesures dans une même couche, les ID affichent de plus grands écart-types sur les valeurs. Leur composition chimique est plus variable d'une zone à une autre, et la présence de composés intermétalliques (tels que les carbures (Ti,Mo)C) contribue aussi à cette incertitude.

Tableau III.1. Compositions chimiques (% massique) des CD et ID dans un mur de Waspaloy CMT à l'état post-fabrication.

	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	Si	Mn
CD (4 mesures)	58,45 ± 0,12	18,58 ± 0,07	14,67 ± 0,15	3,47 ± 0,05	2,08 ± 0,11	1,24 ± 0,02	1,46 ± 0,03	0,014 ± 0,008	0,027 ± 0,013
ID (7 mesures)	57,35 ± 0,79	18,15 ± 0,17	13,39 ± 0,26	4,23 ± 0,41	4,18 ± 0,88	1,32 ± 0,13	1,28 ± 0,04	0,061 ± 0,031	0,039 ± 0,017

A partir de ces données expérimentales, il est possible de calculer le coefficient de ségrégation k pour les principaux éléments d'alliage. Pour un soluté donné, il est défini comme le rapport des fractions molaires de ce dernier dans la phase solide (CD) et la phase liquide (ID) (voir Équation 10, partie I.2.d.i). Ici le facteur k ne tient pas compte des carbures, ce qui constitue un écart à la réelle phase liquide. La Figure III.10 montre la répartition élémentaire à l'état post-fabrication dans le Waspaloy CMT. Comme prévu par les cartographies élémentaires, Ti, Mo et plus marginalement Al, sont concentrés plus fortement dans les ID ($k < 1$) tandis que Co et Fe sont principalement ségrégés dans les CD ($k > 1$). Ni et Cr sont distribués de façon quasiment homogène. Cette ségrégation est typique de celle généralement constatée pour les superalliages base Ni de fonderie (partie I.4.b.iii), et plus spécifiquement celle du Waspaloy coulé (Figure I.62(b)) [252].

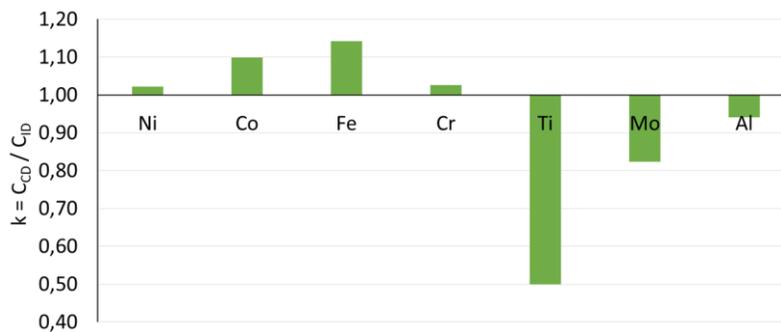


Figure III.10. Coefficient de ségrégation pour les principaux éléments d'alliage dans le Waspaloy CMT post-fabrication.

Le Waspaloy CMT, dans son état brut de fabrication, présente donc une ségrégation chimique considérablement marquée au sein de sa structure dendritique. Ce phénomène est lié à la vitesse de refroidissement et de solidification au cours du dépôt. Les ID sont, en particulier, largement enrichies en éléments γ' -gènes et surtout en Ti. Il sera montré ensuite (III.1.b.iv) que cela se manifeste en termes de précipitation γ' par l'existence de deux populations bien distinctes en taille et en nombre entre ID et CD. Lors d'un traitement thermique de revenu, il sera prouvé que cette ségrégation engendre des différences de cinétiques de grossissement des précipités γ' et de leur stabilité thermique (partie IV.1), ainsi qu'une formation préférentielle de phases secondaires dans les ID (partie IV.2).

III.1.b.iv. Précipitation γ' à l'état post-fabrication

La microstructure du Waspaloy CMT étant hiérarchique, après avoir étudié la structure granulaire et la structure dendritique, il est nécessaire d'analyser les phases en présence. Au sein des régions interdendritiques (Figure III.11(a)), alignés quasiment parallèles à la direction de construction BD, des carbures (Ti,Mo)C sont visibles (Figure III.11(b)) ainsi que des précipités γ' . Eléments microstructuraux majeurs des superalliages base Ni, ils ne sont pas présents à l'état post-fabrication avec tous les procédés de FA. En effet, les technologies à refroidissement très rapide comme le SLM (ou L-PBF) ne permettent généralement pas leur nucléation lors de la solidification [270], [271], [319]. Les procédés EBM (ou E-PBF) et WAAM, en revanche, montrent une solidification moins rapide, et la présence de la phase γ' dans le matériau brut de fabrication a pu être montrée [5], [236], [320]. *Hussein et al.* ont par exemple établi la présence de précipités γ' dans le Waspaloy DED laser-fil post-fabrication par diffraction des rayons X et par DSC [202]. C'est un point très positif pour les propriétés en traction du Waspaloy CMT brut de fabrication, notamment pour la limite d'élasticité.

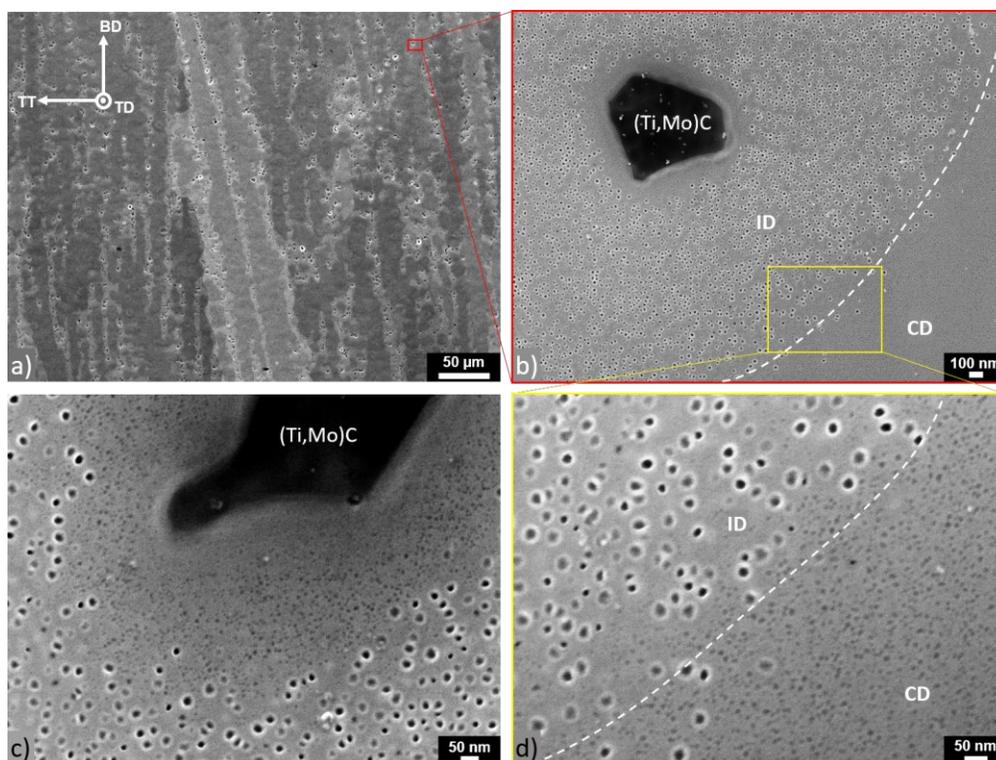


Figure III.11. Observations MEB de la précipitation à l'état post-fabrication : (a) dendrites colonnaires, (b) carbures (Ti,Mo)C dans les ID, (c) zone de précipitation ultra-fine autour des (Ti,Mo)C et (d) distribution hétérogène des précipités γ' entre les ID et les CD.

Sous forme de particules sphériques, les précipités γ' sont aussi présents dans les CD, comme l'illustre la Figure III.11(d), mais avec une taille bien inférieure. En effet, le diamètre moyen est de $16,1 \pm 3,2$ nm dans les ID et de $6,9 \pm 0,8$ nm dans les CD, dans le second cordon (bas du mur). En faisant le parallèle

avec les compositions chimiques de chaque région (Tableau III.1), cette hétérogénéité de taille semble s'expliquer par la plus grande teneur en Ti (et Al, dans une moindre mesure) des ID. Cet élément est crucial dans la formation de ces précipités durcissants. De plus, à proximité des carbures primaires dans les ID, il est possible de remarquer une sorte d'auréole sur les 150 à 400 nm environnants dans laquelle les précipités γ' sont de bien plus petite taille, semblables à ceux des CD (Figure III.11(c)). Similairement, *Mataveli Suave et al.* ont constaté des zones exemptes de précipités γ'' autour de carbures secondaires dans l'Inconel 625 [284]. Le phénomène a été associé à un appauvrissement local en soluté (Nb ou Cr), comme proposé par [321], [322]. Dans le cas du Waspaloy CMT, ces zones pourraient être liées aux (Ti,Mo)C qui s'accaparent le Ti au détriment des particules de phase γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$, pour rappel).

III.1.b.v. Synthèse sur la structure de solidification du Waspaloy CMT et sa précipitation γ'

Ainsi, le Waspaloy CMT affiche une structure de solidification de type dendritique colonnaire, au sein de ses grands grains colonnaires. Les dendrites, orientées quasiment parallèles à la direction $\langle 001 \rangle$, sont légèrement inclinées dans le sens de déplacement de la torche. Cela est cohérent avec le non-centrage de la texture abordé en partie III.1.a.ii. Des variations de taille des dendrites, notamment de l'espacement dendritique secondaire λ_2 , sont observées dans chaque cordon : elles sont plus fines en bas et plus grossières en haut. Cela révèle des évolutions de vitesse de refroidissement lors de la solidification (9 en haut et jusqu'à $472 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ en bas). Estimée en moyenne à $23,62 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, le CMT se place comme un intermédiaire entre les procédés de fonderie et la fusion par faisceau d'électrons (EBM).

La vitesse de refroidissement en CMT reste assez élevée pour engendrer une ségrégation chimique marquée dans la structure dendritique. La distribution en Ti, élément γ' -gène majeur, est très hétérogène : sa teneur dans les ID est deux fois supérieure à celle dans les CD. Contrairement aux procédés base laser, le CMT permet l'observation de précipités γ' à l'état brut de fabrication grâce un apport de chaleur suffisamment important et un refroidissement plus lent. La ségrégation élémentaire provoque cependant une hétérogénéité de taille et de densité de précipités entre les CD et les ID : les diamètres sont de $6,9 \pm 0,8 \text{ nm}$ dans les premiers, et $16,1 \pm 3,2 \text{ nm}$ dans les seconds. Ces valeurs serviront de référence, de « r_0 », lors de l'étude du grossissement selon la loi LSW présentée en partie IV.1.c. Il est nécessaire toutefois de noter que ces mesures proviennent de la couche n°2 d'un mur fin d'environ 39 cordons. La section suivante établit que le dépôt de matière en CMT induit un effet de revenu in-situ et génère des gradients de taille de précipités γ' selon BD. Cette référence de diamètre étant relevée assez bas dans le mur, où le phénomène est le plus marqué, cela pourrait vouloir dire qu'elle est surestimée comparativement aux cordons supérieurs.

III.1.c. Hétérogénéités dans les murs

En effet, les hétérogénéités de précipitation γ' entre CD et ID, elles-mêmes liées à des hétérogénéités chimiques, ne sont pas seules à se manifester lors d'un rechargement par CMT. Des hétérogénéités de précipitation γ' ressortent aussi selon BD, la direction de construction, sous forme de gradients de taille de précipités γ' . L'analyse des variations du diamètre des particules selon la localisation dans la structure fabriquée par CMT est tout d'abord menée sur un mur fin. Ce type de dépôt monocordon est le plus représentatif de l'application industrielle attendue, bien que les structures comprennent encore trop de cordons. La même étude est ensuite réalisée sur un mur épais, avec plusieurs cordons dans l'épaisseur, plus massif, avec potentiellement plus de chaleur emmagasinée à chaque dépôt. Ce « pavé » est tel que ceux typiquement utilisés pour l'usinage d'éprouvettes cylindriques en raison des besoins d'essais en traction à chaud et en fluage.

III.1.c.i. Dépôt monocordon : mur fin

Dans la même coupe de mur fin qu'étudiée précédemment, des mesures de diamètre de précipités γ' ont été faites dans le bas, le milieu et le haut de l'échantillon. Le « haut » de l'échantillon correspond dans les faits plutôt au milieu du mur, mais une tendance ressort quand même. La Figure III.12 présente les micrographies MEB obtenues à chaque localisation, en distinguant bien les populations des CD et des ID à cause de leurs précipités de tailles bien différentes.

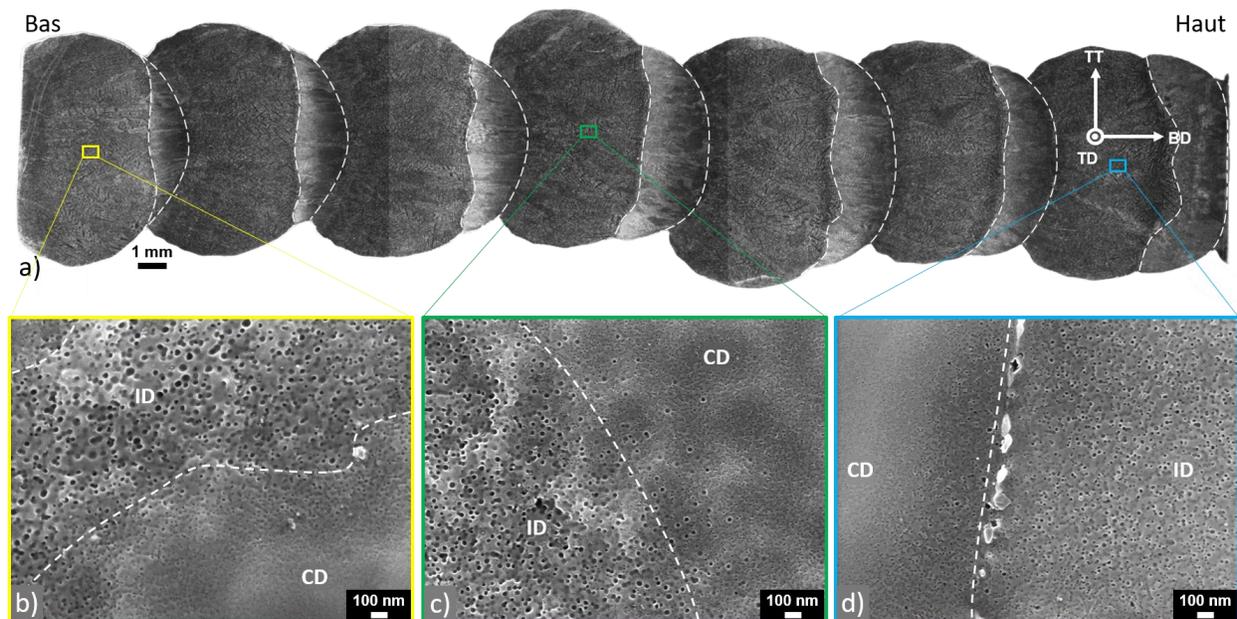


Figure III.12. Analyse de la précipitation dans un mur fin à l'état post-fabrication : (a) observation à la loupe binoculaire après attaque au réactif de Kalling n°2 et (b,c,d) précipités γ' dans le bas, le milieu et le haut de l'échantillon respectivement.

Dans le « haut », des précipités très fins sont observés. Ils mesurent $8,3 \pm 1,3$ nm dans les CD et $15,0 \pm 3,2$ nm dans les ID. Quelques cordons en-dessous, ils sont légèrement plus gros. Les précipités γ' affichent des diamètres de $8,6 \pm 1,2$ nm et $18,9 \pm 4,1$ nm respectivement, dans les CD et les ID. Enfin, le bas de l'échantillon affiche les plus grosses particules de toute la structure, avec des tailles moyennes de $9,7 \pm 1,8$ nm dans les CD et de $22,7 \pm 6,3$ nm dans les ID. La position au sein d'une même couche (bas ou haut) n'apparaît pas déterminante sur la taille des précipités γ' observés.

Un gradient de taille de précipités γ' se manifeste donc dans les murs fins, avec des particules plus grosses dans les cordons inférieurs sous l'effet d'un traitement thermique de revenu in-situ. Le dépôt successif de matière par CMT est suffisamment énergétique pour faire grossir les précipités γ' issus de la solidification. Ce phénomène est amplifié dans le cas des murs épais, comme démontré ensuite.

III.1.c.ii. Dépôt multicordons : mur épais

Une démarche similaire a été mise en œuvre sur un mur épais, multicordons, fabriqué uniquement par besoin d'éprouvettes cylindriques (M6) pour la réalisation d'une plus grande variété d'essais mécaniques. Le mur étudié est montré en Figure III.13(a), avec la localisation de la coupe transversale. L'échantillon résultant, après une attaque au réactif de Kalling n°2, permet d'apprécier la croissance par épitaxie des grains colonnaires d'un cordon à l'autre (Figure III.13(b)), s'étalant sur quelques mm.

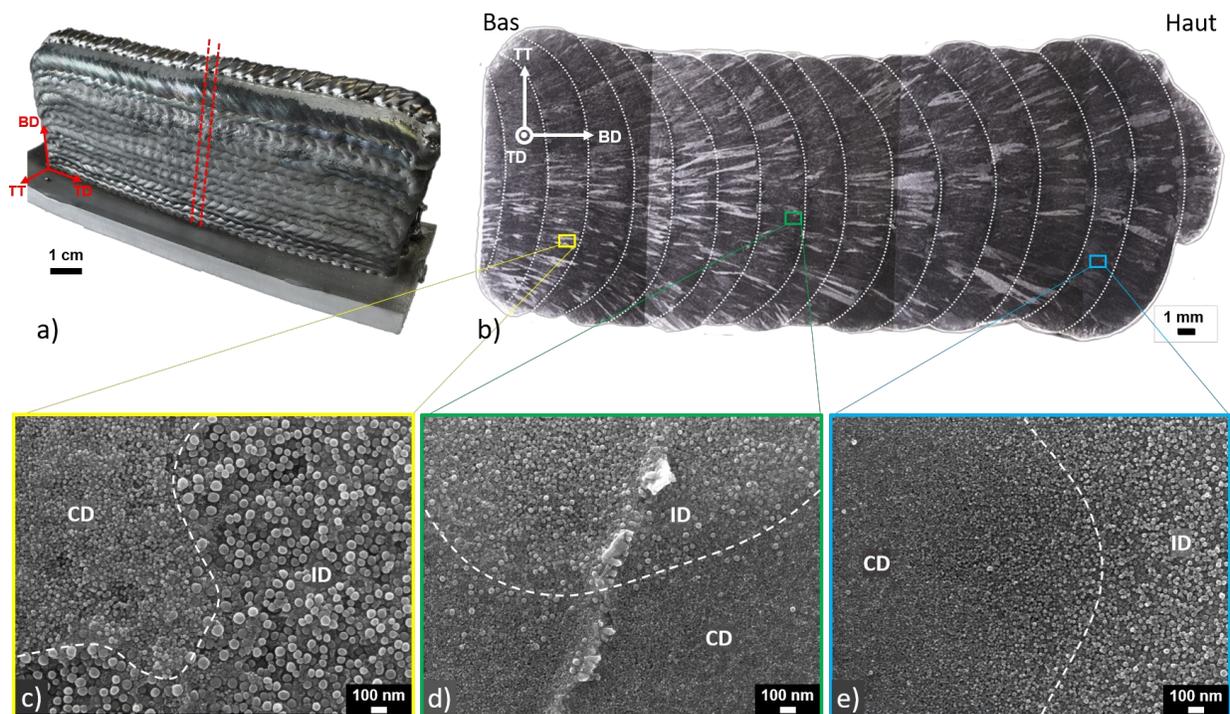


Figure III.13. Analyse de la précipitation dans un mur épais : (a) localisation de la coupe dans le mur, (b) observation à la loupe binoculaire après attaque au réactif de Kalling n°2 et (c,d,e) précipités γ' dans le bas, le milieu et le haut du mur respectivement.

Comme précédemment, des mesures de taille des précipités γ' sont réalisées dans le bas, le milieu et le haut de l'échantillon. Cette fois, le haut correspond véritablement aux cordons supérieurs du mur. Ici encore, les CD et les ID affichent deux populations bien distinctes. Les micrographies MEB associées chaque localisation sont présentées en Figure III.13(c-e). Les plus gros précipités ($18,2 \pm 3,6$ nm en moyenne dans les CD et $46,2 \pm 6,9$ nm dans les ID) sont obtenus en bas, tandis que les plus fins se trouvent en haut. Avec un diamètre moyen de $7,5 \pm 1,5$ nm dans les CD, et $24,5 \pm 4,6$ nm dans les ID, ils sont significativement plus gros que les plus fines particules en haut d'un mur fin. Au milieu du mur, les précipités γ' ont une taille intermédiaire entre ceux du bas et ceux du haut.

Les murs épais témoignent eux aussi de gradients de taille de précipités γ' selon la direction de construction. L'effet de revenu in-situ, déjà observé sur les murs fins, semble ici amplifié. A toutes les positions, les diamètres des particules sont plus grands que dans les dépôts monocordons. L'hétérogénéité entre CD et ID reste marquée.

III.1.c.iii. Synthèse : comparaison monocordon / multicordons

Ainsi, le rechargement par CMT est suffisamment chaud (ou énergétique) pour induire un effet de traitement thermique de revenu in-situ. Cela engendre la formation de gradients de taille de précipités γ' dans la direction de construction, avec les cordons inférieurs qui présentent de plus grosses particules durcissantes. Cela a déjà été constaté dans de nombreuses autres études liées à la FA [257], [258], et en particulier sur le Waspaloy DED laser-fil par *Hussein et al.* [202], [203]. *Van et al.* ont également noté des variations de dureté Vickers selon BD dans un mur d'Inconel 718 CMT [145], avec des valeurs maximales dans le bas et qui décroissent ensuite dans les cordons supérieurs. Les auteurs ont associé ces observations à une plus grande fraction volumique de phases γ' et γ'' dans la partie inférieure du mur, ainsi qu'aux grains légèrement plus fins (relation de Hall-Petch).

Cet effet de revenu in-situ semble considérablement amplifié dans le cas de mur épais. La Figure III.14 illustre les variations de taille des précipités γ' en fonction de l'épaisseur du mur CMT et de la position dans la hauteur. La première remarque est que les particules dans les CD sont toujours plus fines que dans les ID, peu importe le type de mur ou la localisation. Dans le mur fin en particulier, les précipités γ' des CD restent à un diamètre constant d'environ 8-9 nm dans toutes les couches. Elles ne semblent pas bénéficier du grossissement in-situ. C'est dans le bas des structures que la plus grande différence entre mur fin et mur épais opère. Sur le site Safran Aircraft Engines de Châtellerault, la température in-situ moyenne pour chaque type de mur a été estimée à l'aide d'un thermocouple soudé au substrat, près de l'interface. Lors du dépôt, elle est en moyenne de 125 °C pour un mur fin (avec un maximum de 380 °C), alors qu'elle atteint

une moyenne de 360 °C pour un mur épais, avec des pics à 550 °C [323]. Pour comparer, en TIG, des températures moyennes de 345 à 513 °C ont été mesurées par IR dans la ZAT de 3 superalliages base Ni par *Jamrozik et al.* [324]. Ces derniers ont également mesuré jusqu'à 650 °C dans le premier cordon. Bien que qualitatives, les analyses menées à Châtellerault montrent que la température vue par le substrat en CMT est en effet inférieure à celle vue en TIG. Mais le dépôt lors d'un mur épais est bien plus énergétique que lors de celui d'un mur fin, expliquant l'effet de revenu plus puissant. De plus, les murs épais sont bien plus massifs en raison des cordons sur les côtés et dissipent donc moins rapidement la chaleur. Enfin, une différence de paramètres du procédé pourrait jouer également. En effet, des sets de paramètres variés, notamment WFS et TS, sont employés en fonction du type de mur (voir Tableau II.2).

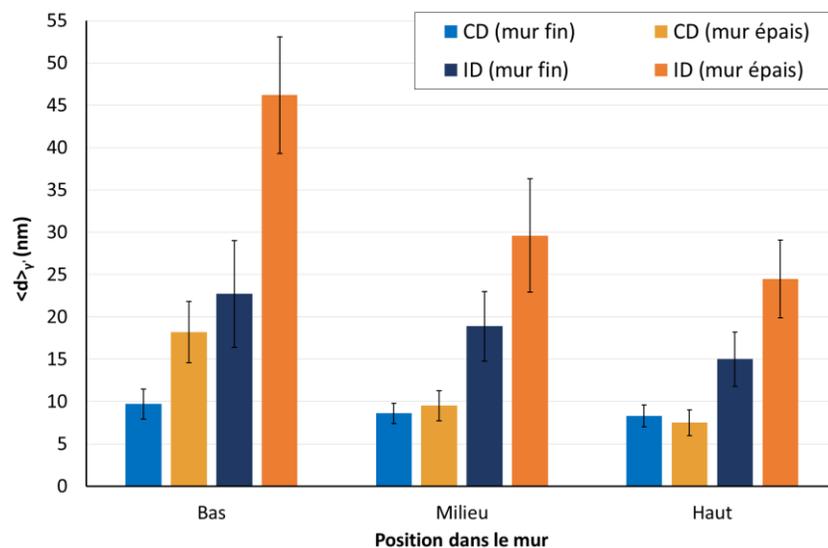


Figure III.14. Diamètre moyen des précipités γ' à l'état post-fabrication en fonction de leur position dans le mur : différence entre CD et ID, et entre mur dépôt monocordon (mur fin) et multicordons (mur épais).

Les murs fins ont été employés dans ces travaux pour toutes les investigations microstructurales et quelques essais mécaniques sur éprouvettes plates (traction à température ambiante, traction in-situ, microdureté). Ils devraient en théorie permettre une estimation plus fidèle, plus fiable, des propriétés mécaniques en raison du moins grand effet de revenu in-situ, et de par leur représentativité géométrique. Les murs épais ont été nécessaires par besoin d'éprouvettes cylindriques pour les essais mécaniques à chaud, à savoir traction et fluage. Les précipités γ' y étant considérablement plus gros, les essais devraient surestimer certaines propriétés mécaniques. Ces variations dans la hauteur devraient aussi induire de la dispersion, surtout pour les éprouvettes horizontales. En effet, les éprouvettes verticales présenteront un gradient de taille de précipités peu importe la localisation de leur prélèvement, mais les éprouvettes horizontales peuvent avoir de grosses différences en fonction de leur position d'extraction dans le mur. La Figure III.15 illustre ces propos. Les éprouvettes horizontales prélevées dans le bas, dans les cordons ayant

subi le plus de « revenus in-situ », les particules seront plus grosses et pourraient mener à de meilleures limites d'élasticité en traction.

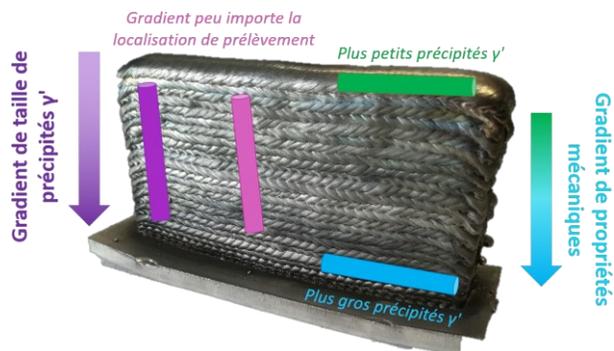


Figure III.15. Gradient de taille de précipités γ' dans un mur épais et effet sur les propriétés mécaniques en fonction de la localisation et la direction de prélèvement.

La taille des précipités γ' à l'état post-fabrication dépend donc de deux facteurs majeurs : la vitesse de refroidissement (qui définit le nombre de vagues de germination et la taille initiale des particules) et l'effet de revenu in-situ lié au procédé, avec le dépôt successif de manière chaude (qui induit un grossissement des particules issues du refroidissement). La dernière couche de chaque mur n'a malheureusement pas été investiguée. On peut s'attendre à ce qu'il n'y ait soit pas du tout de précipités (notamment dans les CD), en raison d'un refroidissement trop rapide, soit des particules de taille très fine (< 10 nm).

III.1.d. Etude des défauts liés à la FA

Les technologies de FA présentent de nombreux avantages, notamment en termes de productivité. Les avantages ne sont plus à démontrer. Les structures produites ne sont toutefois pas totalement dépourvues de défauts ou imperfections, comme avec tout procédé de fabrication. Le CMT n'y échappe pas non plus. Cette section traite des défauts principaux dans le Waspaloy CMT, à savoir la porosité et la fissuration par solidification.

III.1.d.i. Porosité

Très peu de pores sont constatés au microscope optique (MO), et les rares occasions où ils sont observables les montrent de petite taille. Cela vaut pour les murs fins (Figure III.16(a)) comme pour les murs épais (Figure III.16(b)). Les pores apparaissent bien circulaires, avec un diamètre d'environ 30-40 μm . Ils semblent, de plus, localisés proches des régions intercordons. La tomographie à rayons X est alors employée afin d'inspecter le Waspaloy CMT de manière interne, plus fine (résolution de 5 μm) et obtenir des statistiques de taille et de localisation. L'échantillon analysé est un cylindre de 4 mm de diamètre

prélevé verticalement dans un mur fin. La section tomographiée fait 15,41 mm de haut, représentant ainsi environ 5 à 6 cordons CMT. Dans ce barreau, 71 pores sont identifiés, avec un diamètre moyen de $48 \pm 16 \mu\text{m}$ et une taille maximale de $92 \mu\text{m}$. La distribution des diamètres est présentée en Figure III.17(a). Malgré l'hypothèse empirique d'une localisation préférentielle entre les cordons, la distribution spatiale en Figure III.17(b) ne permet pas de confirmer cela. Il faudrait certainement une plus grande quantité de pores pour éventuellement faire ressortir une tendance.

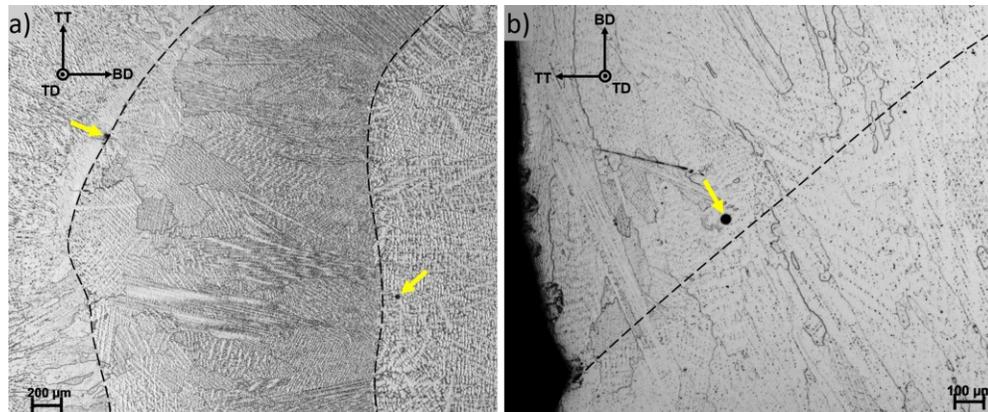


Figure III.16. Pores sphériques observés au MO dans les régions intercordons : (a) d'un mur fin et (b) d'un mur épais.

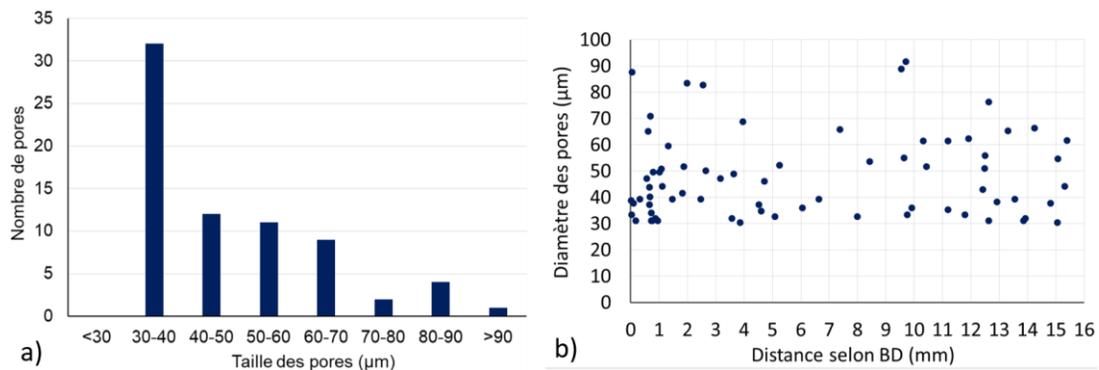


Figure III.17. Analyse par tomographie à rayons X de la porosité dans le Waspaloy CMT : (a) distribution des diamètres des pores mesurés et (b) distribution spatiale dans l'échantillon selon la direction de construction.

A partir de la visualisation 3D présentée en Figure III.18, il semble évident que le CMT mène à la formation de pores de petite taille, occupant 0,0003 % du volume total de l'échantillon. Cela est cohérent avec l'étude de l'Inconel 625 CMT menée par *Votruba et al.* dans laquelle la porosité, analysée par tomographie à rayons X aussi, occupe entre 0,00003 et 0,006 % du volume de la structure fabriquée [152]. C'est nettement moins qu'avec la plupart des procédés de FA à base poudre. En SLM, par exemple, *Divya et al.* reportent des pores de diamètre 0,5-20 μm distribués aléatoirement dans le CM247LC, avec une fraction surfacique de 0,013 % [325]. Pour l'Inconel 625, *De Terris* évalue le taux de porosité à 0,09-0,63 % en fonction de la paramétrie utilisée, et parvient à le réduire jusqu'à 0,01 % après une étape de

compression isostatique à chaud (*Hot Isostatic Pressing, HIP*) [326]. Enfin, pour l'Inconel 718 SLM, *Lu et al.* ont mesuré une densité relative entre 98,67 et 99,10 % avec diverses stratégies de construction, suggérant ainsi une quantité de fissures et pores entre 0,9 et 1,33 % [327]. La porosité avec ce type de procédé provient souvent de la présence de grains de poudre infondus. L'utilisation de fil, notamment en CMT, permet ainsi de réduire grandement la quantité de pores.

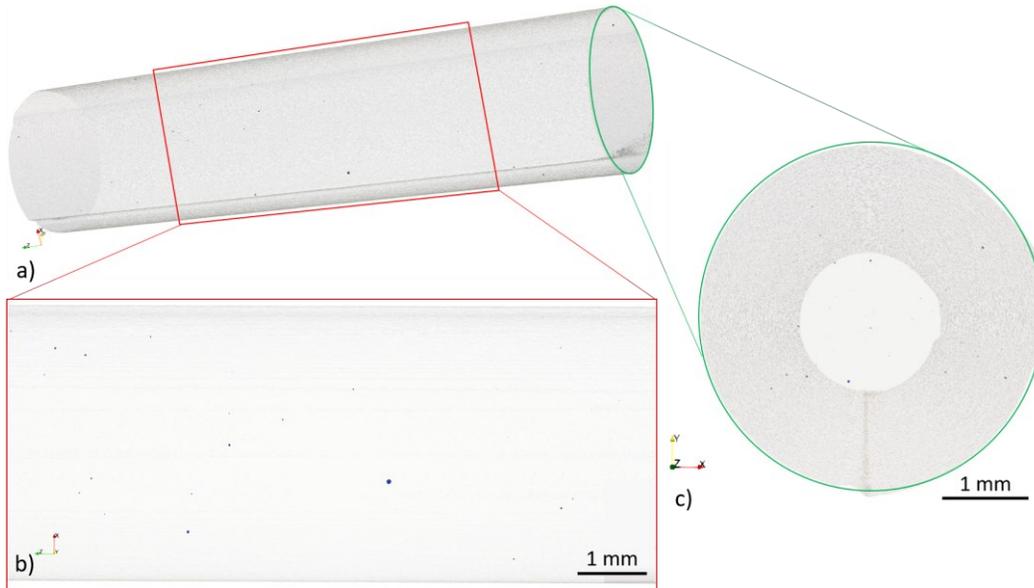


Figure III.18. Visualisation 3D sur Paraview de l'échantillon tomographié.

En conclusion, le Waspaloy CMT présente une faible quantité de pores, et qui plus est de petite taille (diamètre moyen de 48 μm , et maximum 90 μm). Contrairement aux procédés de FA à base poudre, il ne s'agit pas ici du défaut majoritairement présent. Dans le cas du CMT, cette désignation est plutôt attribuée au phénomène de fissuration par solidification. Le paragraphe suivant y est dédié.

III.1.d.ii. Fissuration par solidification

La fissuration par solidification est un des deux grands types de fissuration à chaud, survenant couramment dans la zone fondue lors de la solidification après soudage. Son mécanisme est décrit en partie I.3.b. Elle apparaît généralement le long des joints de grains et des sous-joints de solidification, à savoir dans les ID [196]. Ce type de fissuration a été observé de manière répétée sur des échantillons de Waspaloy CMT, en particulier des coupes de murs fins. Un exemple est présenté en Figure III.19(a). Ici l'échantillon a vu sa rugosité de surface retirée par usinage ; les contours latéraux des cordons ont été retirés. Les différentes couches sont distinguables par la structure granulaire après attaque au réactif de Kalling n°2. Les limites de cordons sont tracées en pointillés.

A deux endroits sur cette coupe de mur fin, il est possible d'observer des traces de fissuration par solidification (Figure III.19(b,c)). L'observation caractéristique de bras de dendrites permet de déterminer qu'il ne s'agit pas de fissuration par liquation ; leur présence confirme que la séparation s'est produite alors qu'un reste de liquide était encore présent et que l'alimentation en métal liquide restant était insuffisante pour absorber la contrainte de retrait de solidification dans cette région. *Tang et al.* ont observé des fissures similaires, liées à la solidification, dans le CM247LC et l'Inconel 939 élaborés par SLM [328]. De plus, ces deux régions sont situées soit entre deux cordons, soit tout en haut du dernier cordon. Dans tous les cas, ce type d'imperfection semble survenir dans la partie supérieure d'un cordon donné. Cette localisation préférentielle est classique en FA. Dans l'Inconel 718 CMT, *Kindermann et al.* ont montré la présence de fissures par solidification et de « micro-pores interdendritiques » principalement localisés entre deux couches successives [329]. C'est, en effet, la partie supérieure du bain de fusion qui solidifie en dernier et qui est donc plus susceptible d'avoir des défauts liés à la contraction, en raison de la concentration de contraintes dans le liquide interdendritique terminal [330].

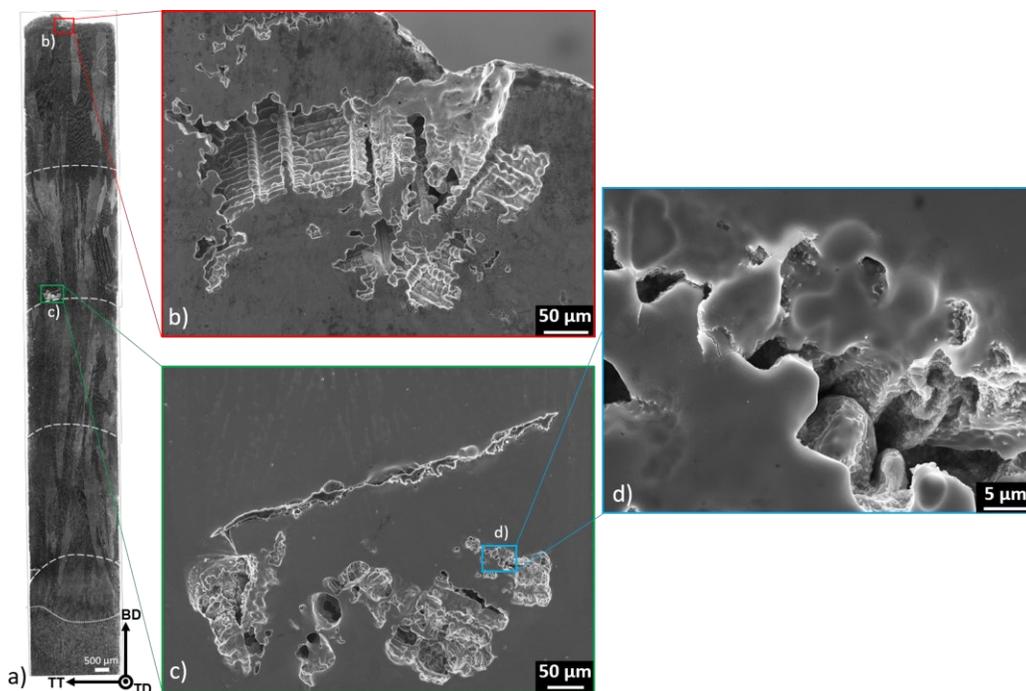


Figure III.19. Défauts interdendritiques dans un mur fin : (a) observation à la loupe binoculaire après attaque au réactif de Kalling n°2, (b) défaut sur le haut du dernier cordon et (c,d) défaut entre deux cordons à deux grossissements différents.

Ces défauts de solidification et de contraction étant causés par des contraintes thermiques, une réduction de ces dernières pourrait permettre de limiter leur apparition. Cela est en réalité très difficile à mettre en œuvre. En effet, même avec des procédés bien moins énergétiques (plus faible apport de chaleur), comme en EBM ou E-PBF, ce type de fissuration est constaté [331], [332], [333]. Le mieux reste certainement de déposer sur le cordon supérieur assez de matière, et assez chaude, pour refondre le

dessus du cordon supérieur et éliminer ces défauts. De façon optimale, il ne devrait alors persister que les fissures par solidification dans le haut du dernier cordon, potentiellement ré-usiné ensuite.

III.1.d.iii. Anomalie dendritique elliptique

Pour compléter cette « défauthèque » du Waspaloy CMT, ce paragraphe aborde une singularité plus anecdotique. Présentée en Figure III.20, elle n'a été observée qu'à une seule occurrence. Le défaut se manifeste par une forme elliptique au sein de laquelle les dendrites sont bien plus fines, indiquant une solidification plus rapide, mais partage tout de même des grains en commun avec la matière environnante. Ses dimensions sont d'environ 0,8 mm x 1,5 mm, soit très proches de celles du fil de diamètre 0,9 mm utilisé pour la fabrication du mur. De plus, bien qu'en CMT le fil électrode sorte de la torche à la verticale, son déplacement lors du dépôt peut faire qu'une coupe transversale le ferait apparaître elliptique. Cependant, aucune étude reportant l'existence de fil « infondu » en cœur de structure n'a été trouvée ; quelques articles évoquent le phénomène en surface en raison d'un apport de chaleur insuffisant [334]. Cela peut aussi se produire dans le cas où la vitesse de dévidage est trop importante, et qu'une trop grande quantité de fil sort d'un coup, ne pouvant être entièrement fondue. Dans l'unique cas observé ici, il peut donc s'agir d'un souci très ponctuel de paramètres de fabrication, autrement ce défaut aurait été répété. Il se peut aussi qu'il ne s'agisse pas d'un morceau de fil, étant donné la bonne cohésion avec la matière autour. Cette indication pourrait provenir du début de la couche supérieure qui est très localement incurvée vers le cordon du bas. Cette hypothèse est probable au vu des variations de taille de dendrites montrées en parties III.1.b.i et III.1.b.ii. La raison exacte de cette anomalie dendritique en forme d'ellipse reste donc inconnue.

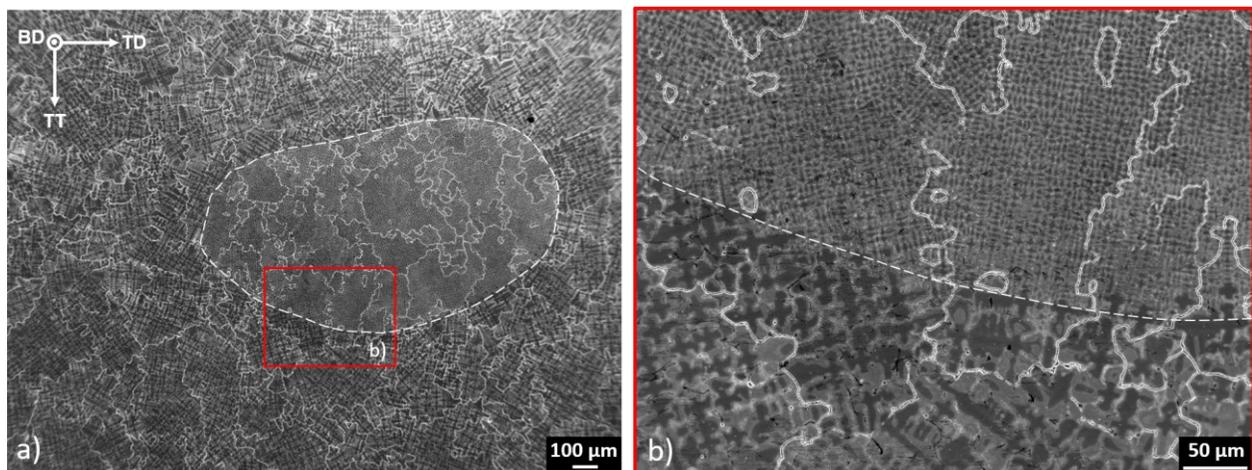


Figure III.20. Anomalie dendritique dans le rechargement : (a) dimensions générales et (b) différence de taille de dendrites.

III.1.e. Distinction de la Zone Affectée Thermiquement (ZAT)

La question de la Zone Affectée Thermiquement (ZAT) est un axe d'étude important, notamment pour des problématiques de réparation de composants aéronautiques. En réparation, contrairement à la FA classique, on s'intéresse à l'interface et notamment à ZAT. Cette dernière peut être de taille considérable en soudage, et l'estimation de son étendue (son épaisseur en général) est nécessaire car prise en compte par le bureau d'études. En effet, ce dernier utilise la « ZAT visible », et y ajoute une marge de sécurité lors du dimensionnement.

La ZAT est couramment définie comme la zone du substrat adjacente au rechargement, et qui n'ayant pas fondu, a vu sa microstructure affectée par la chaleur apportée localement lors du dépôt. Si la température est suffisamment élevée, des transformations métallurgiques comme la croissance des grains, la liquéfaction des joints de grains ou encore la liquation constitutionnelle sont possibles (voir partie I.2.d.i). Dans ces travaux de thèse, le fil utilisé pour le rechargement et le substrat sont tous deux en Waspaloy. Comment distinguer la ZAT dans ce cas ? Quelle est sa profondeur avec le procédé CMT, conçu pour fournir un plus faible apport de chaleur que le TIG et le MIG ? Si la frontière supérieure de la ZAT est facile à distinguer par le changement de structure granulaire remarquable et la présence de dendrites dans la partie CMT, la limite inférieure avec le substrat non affecté l'est nettement moins. Quatre outils ont été utilisés : observation au microscope optique (MO), observation au MEB, analyse EBSD et mesures de microdureté.

III.1.e.i. En micrographie

(1) Au microscope optique

D'abord, l'interface a été observée au MO, moyen technique très accessible et peu chronophage. Les grains colonnaires à structure dendritique orientée établis précédemment caractérisent le rechargement CMT, dans la partie supérieure (Figure III.21(a)). Sur cet échantillon, le substrat est une tôle de Waspaloy laminée ; il est constitué de petits grains légèrement allongés dans la direction de laminage avec de gros carbures fissurés alignés dans ce sens également (Figure III.21(b)). En champ clair, la présence de petites particules noires est observée aux joints de grains. Le substrat adjacent au rechargement, en partie inférieure de la Figure III.21(a), affiche des grains significativement plus gros et plus « arrondis ». Les particules aux joints de grains observées dans le substrat plus bas semblent avoir disparu. De plus, à proximité de l'interface, on remarque ce qui ressemble à des carbures en « arête de poisson » intergranulaires. Ces carbures de type « *chinese script* » ont déjà été reportés dans la ZAT du MAR-M247 par Rakoczy *et al.* [335]. Selon eux, si les carbures blocky sont les premiers à précipiter à partir du liquide,

les carbures plus complexes proviennent de la section biphasée (liquide + solide) appelée aussi « zone pâteuse » [336]. Le dépôt du premier cordon semble donc assez énergétique pour induire une fusion partielle du haut de la ZAT, et mener à la formation de ces carbures caractéristiques. L'augmentation de la taille de grains dans la ZAT est aussi un effet bien connu de l'apport de chaleur lié au soudage [196].

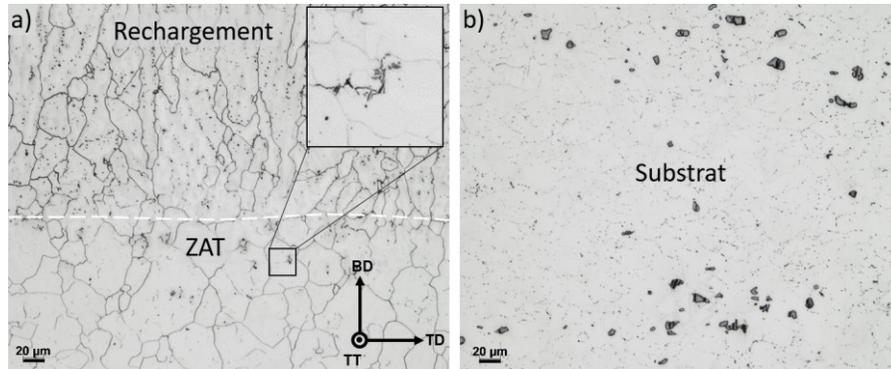


Figure III.21. Observations au MO en champ clair : (a) de l'interface entre le rechargement et la ZAT et (b) du substrat.

En champ sombre, sur un autre échantillon (une micro-éprouvette destinée à un essai de traction avec corrélation d'images numériques, voir partie III.2.a.ii), le constat est semblable. L'interface, centrée dans la partie utile, est montrée en Figure III.22(a). Les particules aux joints de grains dans le substrat (Figure III.22(b)) ressortent davantage, elles sont très nombreuses. Dans la ZAT, elles sont absentes. L'apport de chaleur semble avoir été suffisant pour provoquer leur dissolution. Ce critère permet ainsi une estimation de l'épaisseur à environ 150-400 μm en fonction de la localisation, avec le maximum atteint entre deux « pulses ».

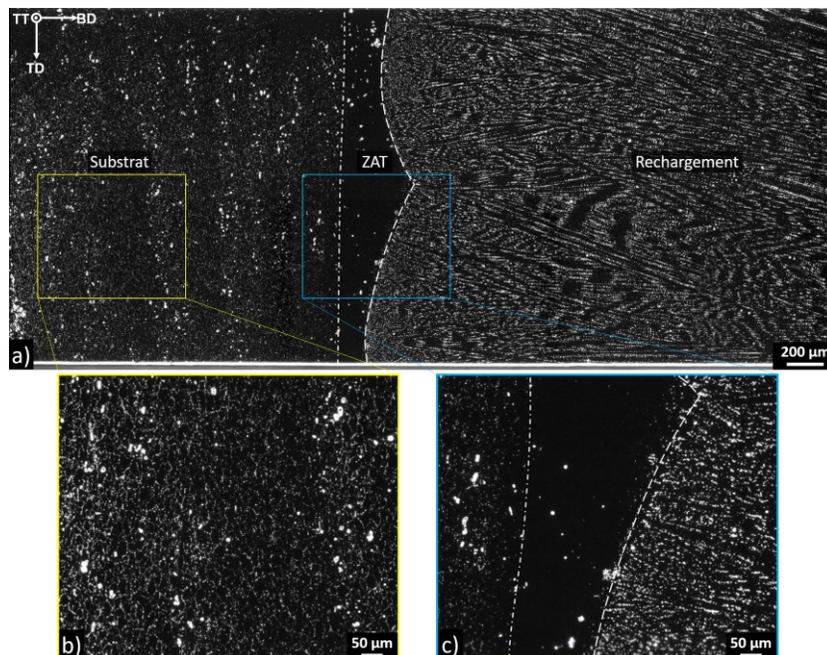


Figure III.22. Observations au MO en champ sombre : (a) de l'interface dans son ensemble, (b) du substrat et (c) de la ZAT.

(2) Au microscope électronique à balayage

La seconde méthode mise en œuvre pour caractériser la ZAT est le MEB. Cet équipement permet des observations plus fines de la microstructure. Un mapping de l'interface en mode mixte BSE/SE (i.e. avec un contraste chimique et topologique) est présenté en Figure III.23(a). Comme remarqué au MO, le substrat montre des regroupements de carbures fissurés (Figure III.23(b)). Les particules fines sont en fait plutôt localisées sur ce qui paraît être d'anciens joints de grains, ou les joints de grains initiaux avant déformation lors du laminage. Dans la zone adjacente à l'interface, la ZAT, ces petites particules sont absentes (Figure III.23(c)). De plus, des régions grisées en auréoles autour des carbures blocky sont observables ; il se pourrait qu'elles correspondent à des zones de décomposition ou en tout cas de transformation.

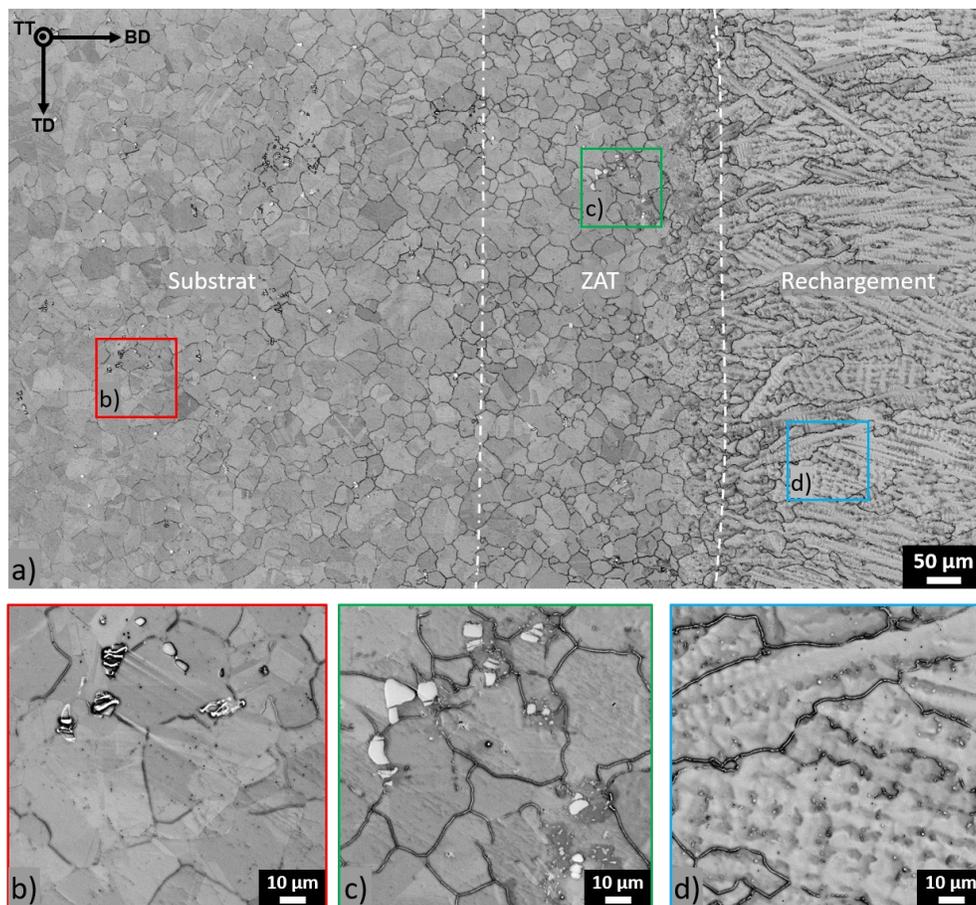


Figure III.23. Distinction de la ZAT avec un mode mixte BSE/SE au MEB : (a) mapping de l'interface, (b) microstructure dans le substrat, (c) dans la ZAT et (d) dans le rechargement CMT.

La liquation constitutionnelle (voir partie I.2.d.i) des carbures dans la ZAT des superalliages base Ni est couramment reportée dans la littérature [9], [336], [337], [338]. Dans le Waspaloy en particulier, *Owczarski et al.* ont investigué le phénomène de liquation dans la ZAT et l'ont attribuée à la décomposition

abrupte des carbures primaires (Ti,Mo)C lors d'un chauffage rapide dans des conditions de soudage [339], [340]. *Qian* a trouvé un même résultat dans sa thèse sur la réparabilité du Waspaloy par soudage [217]. En effet, dans cet alliage, le Ti est présent en teneur importante et entraîne une diminution des points de fusion des phases qui en contiennent en grande quantité [198], [341].

Si on définit alors la ZAT comme la bande sous l'interface dépourvue de ces particules fines organisées sous forme de joints de grains, et contenant au contraire des carbures en « arête de poisson » et des zones « liquéfiées », alors son épaisseur est estimée à environ $\sim 350 \mu\text{m}$. Ces probables zones de liquation constitutionnelle autour des (Ti,Mo)C indiquent que le dépôt par CMT induit une température proche de leur solvus ($\approx 1280\text{-}1300 \text{ }^\circ\text{C}$ [107], [120]), voire inférieure avec l'abaissement du point de fusion par le Ti, dans la ZAT. Cette température étant supérieure à celle du solvus des phases γ' et M_{23}C_6 (voir partie I.1.e.iii), ces dernières sont très certainement dissoutes dans la ZAT. Connaissant les températures de solvus, la phase impactée sur la plus grande profondeur dans le substrat serait donc M_{23}C_6 , suivie de γ' et enfin MC.

Le Waspaloy est, avec le Nimonic 263, un des seuls superalliages dont la nature des particules épinglant les joints de grains est ambiguë en raison des températures de solvus très proches des précipités γ' et des carbures M_{23}C_6 (voir Tableau I.5). En fonction des conditions de traitement thermiques, et de la vitesse de refroidissement en particulier, il peut s'agir soit des carbures soit des précipités γ' qui épinglent les joints de grains. La Figure III.24 illustre ces propos. L'identité exacte de ces particules reste inconnue, leur petite taille ($\approx 500 \text{ nm}$) limitant leur analyse par EBSD et EDS-MEB. Dans la plupart des autres superalliages base Ni, c'est la présence de précipités γ' primaires (intergranulaires) qui contrôle au premier ordre la taille de grains [342].

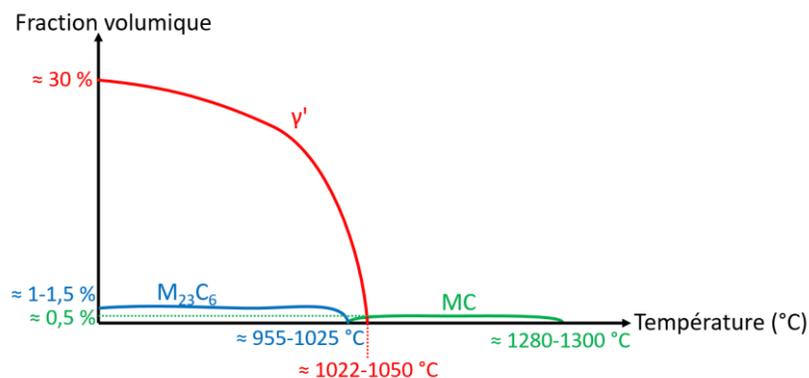


Figure III.24. Températures de solvus des précipités γ' et des carbures dans le Waspaloy conventionnel.

III.1.e.ii. Par EBSD

La troisième façon possible de définir la ZAT dans cette étude est par une analyse EBSD. Une nouvelle cartographie a été réalisée à l'interface (Figure III.25), cette fois-ci avec un pas de 0,15 μm . La limite supérieure de la ZAT, avec le rechargement CMT, est relativement facile à distinguer. Les grains sont plus allongés, dépourvus de macles, et des alignements de carbures primaires dans les dendrites colonnaires sont visibles. Matérialiser les joints de macles $\Sigma 3$ peut donc être une façon de délimiter la partie supérieure de la ZAT.

Empiriquement, avec les observations précédentes, il semble que la ZAT fasse preuve d'une plus faible fraction de joints de type $\Sigma 3$, et aussi de plus gros grains. A partir de la cartographie EBSD de l'interface en Figure III.1(a)), la limite inférieure de la ZAT a été explorée en calculant, scan par scan, la fraction de joints maclés (Figure III.26(b)) et la taille de grains moyenne (Figure III.26(c)), en fonction de la distance à l'interface. L'hypothèse d'une fraction de joints de macles inférieure dans la ZAT n'est pas vraiment vérifiée ici. Une décroissance lente est observée jusqu'à l'interface, sans tendance particulière. Pour la taille de grains, les premiers scans (1 à 7) montrent une taille de grains moyenne très stable autour de 22,7 μm . En se rapprochant de l'interface, ils atteignent jusqu'à 29 μm en moyenne, présentant ainsi une augmentation considérable de presque 28 %. Au-delà du 10^{ème} scan, dans le rechargement, la technique est non applicable car les grains sont trop longs, étendus sur plusieurs scans. Une taille moyenne représentative n'est donc pas définissable dans ces conditions. Cette méthode de mesure d'une zone à plus gros grains sous l'interface mène alors à une estimation de la ZAT à environ 300 μm .

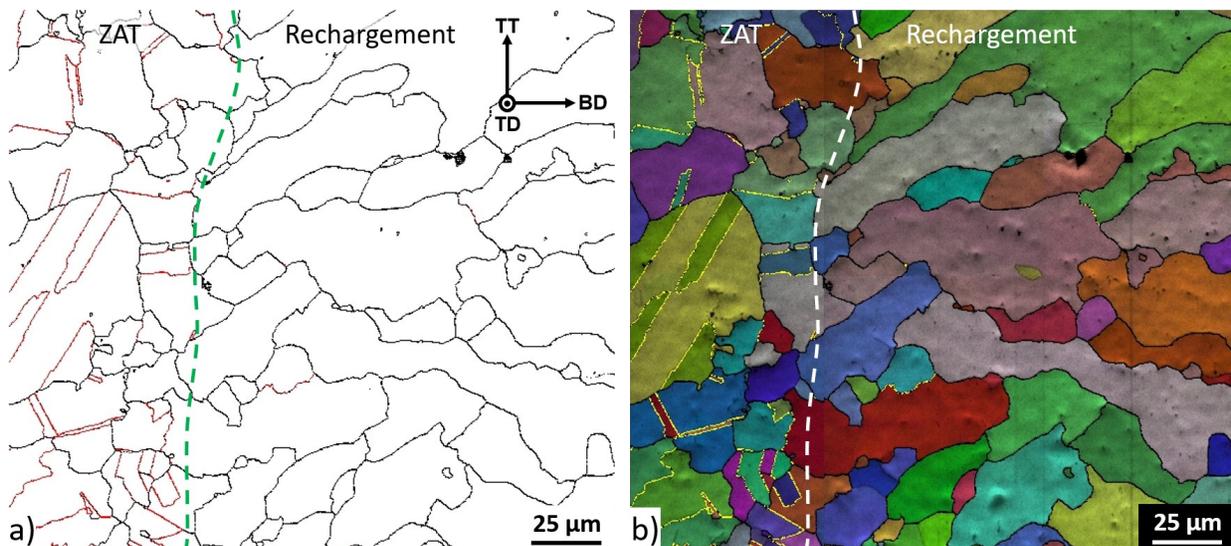


Figure III.25. Identification de la limite supérieure de la ZAT par EBSD (220 x 190 μm) : (a) cartographie des joints de grains (joints généraux (5- 180) $^\circ$ en noir et joints de macles $\Sigma 3$ en rouge) et (b) superposition avec l'IQ et l'IPF selon BD (joints généraux (5- 180) $^\circ$ en noir et joints de macles $\Sigma 3$ en jaune).

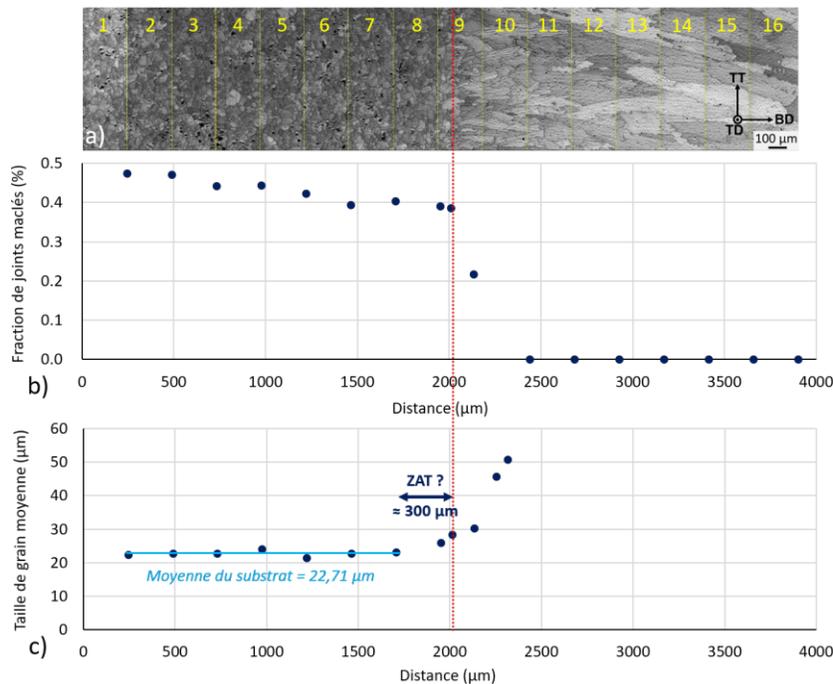


Figure III.26. Identification de la limite inférieure de la ZAT par EBSD : (a) cartographie en IQ avec distinction des scans, (b) évolution de la fraction de joints maclés et (c) évolution de la taille de grain moyenne selon les scans.

Ainsi, si l'évolution de la fraction de joints maclés ne semble pas être une indication fiable pour déterminer la profondeur de la ZAT, celle de la taille de grains permet une estimation cohérente avec les deux méthodes précédentes (MO et MEB). Cette augmentation de la taille de grains dans la ZAT, en raison du dépôt de matière chaude par-dessus, est classique au regard de la littérature [196], [324], [343]. Une dernière technique, la mesure de microdureté, est abordée dans la section suivante.

III.1.e.iii. Par microdureté

Enfin, la microdureté est une technique indirecte d'étude de la variation de précipitation et de la taille de grains, et donc potentiellement de détermination de la ZAT. Il s'agit probablement de la méthode la plus couramment utilisée dans la littérature [324], [343], [344], [345], [346]. L'échantillon étudié est une coupe de mur fin avec 3 cordons CM, présenté en Figure III.27. Une grande filiation linéaire de dureté HV0,3 est réalisée à travers le substrat, la ZAT et les deux premiers cordons. A l'interface, une tendance contre-intuitive ressort : la zone directement sous l'interface serait plus dure, malgré les plus gros grains et les précipités sûrement dissous sous l'effet de la chaleur. La critique principale de cette expérience est le très faible nombre d'indentations dans le substrat ; ici, les points sont insuffisants pour estimer une dureté moyenne du substrat. Avec 3 points, elle semble être d'environ 353 HV0,3, contre 365 dans la ZAT. Dans la plupart des études sur la ZAT des procédés de soudage ou FA, la dureté est inférieure à celle du substrat avant traitement thermique. Et la dureté dans les cordons est encore plus faible.

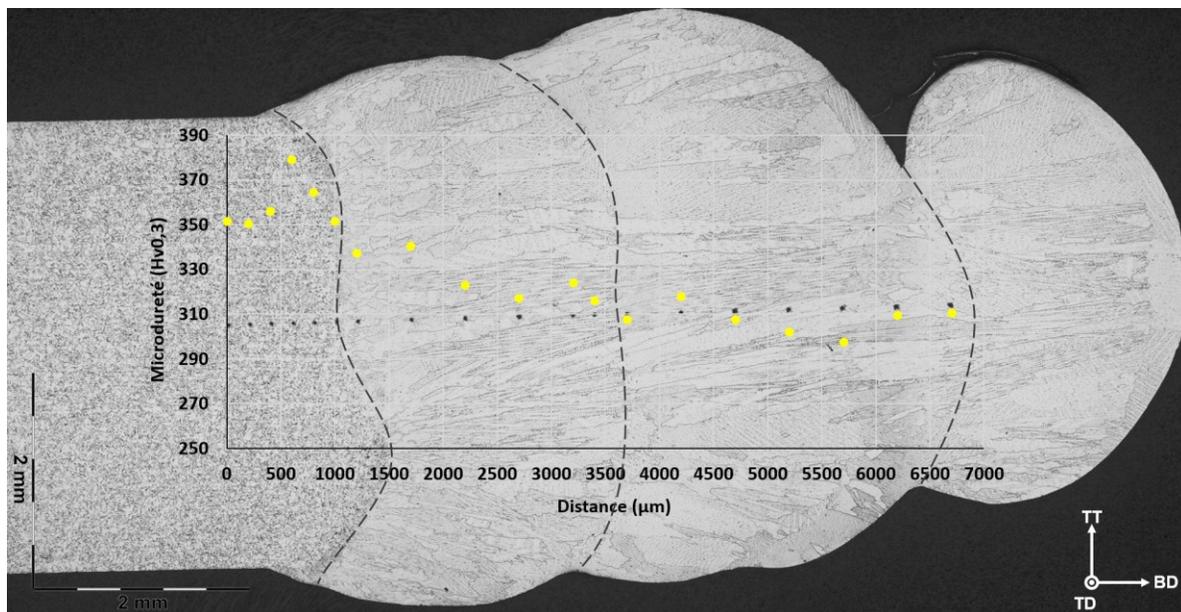


Figure III.27. Evolution de la microdureté en fonction de la direction de construction.

Ce point est observé ici. Les cordons déposés par CMT présentent une dureté plus faible que le Waspaloy forgé. Cela peut s'expliquer par les grands grains colonnaires et l'absence d'optimisation de la précipitation γ' . Toutefois, un petit écart apparaît entre les deux premiers cordons : le premier, le plus en bas, a une dureté moyenne de 326 HV_{0,3}, contre 308 pour le second. Ses plus petits grains, accompagnés de l'effet de revenu in-situ (plus gros précipités) permettent sans doute cette dureté accrue. De plus, au sein d'une même couche, les variations de taille de dendrites peuvent également mener à des variations de dureté ; ici, on distingue des valeurs légèrement supérieures dans le bas d'un cordon donné que dans le haut.

Afin de donner une seconde chance à la méthode de microdureté, une autre tentative de mesure a été mise en œuvre sur le même échantillon. Cette fois-ci, 4 filiations linéaires ont été réalisées à l'interface, en quinconce, pour essayer d'affiner le « pas » ou la « résolution ». Cela a été essayé dans le but de déceler une tendance. Les résultats sont tracés en Figure III.28, superposés à la microstructure. Il en ressort des données très dispersées, possiblement en raison d'indentations sur des joints de grains, ou des carbures. Une moyenne mobile sur 5 points (en rouge) a été tracée pour tenter de réduire la dispersion. Une augmentation de la dureté se manifeste jusqu'à environ 600 μm de l'interface, avant d'afficher un plateau ($\approx 480 \mu\text{m}$) puis diminuer considérablement dans le rechargement.

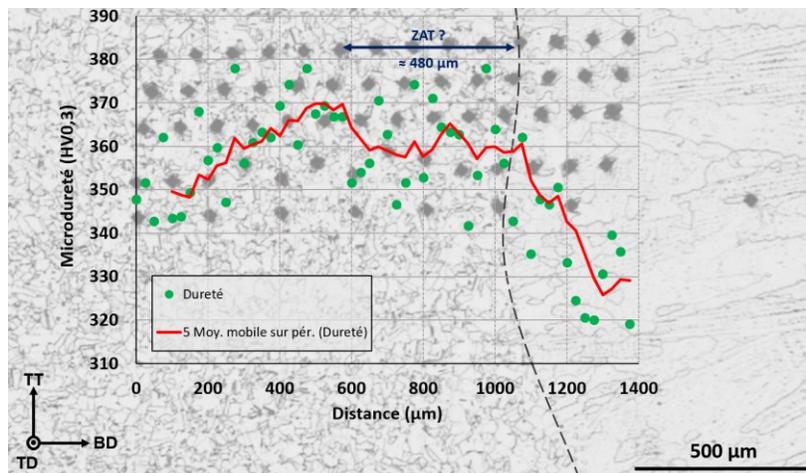


Figure III.28. Evolution de la microdureté à l'interface.

Ainsi, la méthode de la microdureté, pourtant très largement employée dans la littérature, ne semble pas permettre dans notre cas une détermination fiable de la profondeur de la ZAT. En HV0,3, seul le plateau sur les 480 µm avant l'interface pourrait s'en approcher, et encore, cela est très imprécis et hasardeux. Peut-être la masse de 300 g est-elle trop importante, les indentations trop larges par rapport à la taille de grains et tout cela engendre une grande dispersion. Une masse plus importante permettrait de mieux moyennner mais serait moins dépendante de la microstructure. Une approche par HV0,1 sera présentée en chapitre 0. L'idéal aurait sûrement été des mesures par nanoindentation.

III.1.e.iv. Synthèse : caractérisation de la ZAT et de sa largeur en CMT

En début de cette section, deux questions ont été posées. Comment distinguer la ZAT lors d'un dépôt par CMT de fil Waspaloy sur un substrat en Waspaloy ? Et quelle est sa profondeur, en comparaison avec des procédés de FA et de soudage supposément plus énergétiques ? Quatre méthodes ont été mises en œuvre dans le but de répondre à ces interrogations. Le Tableau III.2 les résume, avec les estimations d'épaisseur de la ZAT associées à chaque moyen.

Tableau III.2. Synthèse des moyens de mesure de la ZAT et estimations associées.

Méthode d'analyse	Epaisseur estimée
MO (champ sombre, absence de particules aux joints de grains)	≈ 150-400 µm
MEB (observation de « zones de décomposition » autour des carbures similaires à ceux du substrat, et présence de carbures en « arête de poisson »)	≈ 350 µm
EBSD (évolution de la taille de grains)	≈ 300 µm
Microdureté Vickers (HV0,3)	≈ 480 µm

Deux techniques directes par observation de la microstructure (MO et MEB) ont permis de mettre en évidence des transformations dans la ZAT. Des zones de liquation constitutionnelle des carbures

primaires sont visibles, accompagnées de ce qui semble être des carbures en « arête de poisson ». De plus, des particules (précipités γ' ou carbures secondaires) aux anciens joints de grains du substrat semblent se dissoudre dans la ZAT sous l'effet de l'apport de chaleur. L'analyse de la taille de grains par EBSD permet également de démontrer une croissance des grains dans la ZAT à hauteur de 28 % environ. Ce phénomène s'explique par la dissolution des particules qui épinglaient les joints de grains. Ces trois méthodes, sur la base de tous ces marqueurs microstructuraux, donnent des profondeurs de ZAT de 300 à 400 μm , en moyenne. Ces valeurs sont cohérentes avec la ZAT d'environ 500 μm de l'Inconel 718 CMT estimée par *Benoit et al.* [20]. Cela est 4 à 5 fois moins qu'en TIG. En effet, *Asala et al.* ont déterminé une épaisseur de ZAT de ≈ 2 mm pour l'ATI 718Plus® TIG [346], et *Wang et al.* l'évaluent à 2,5 mm pour le GH4169 (nuance chinoise de l'Inconel 718) TIG [343]. En comparaison, le CMT reste plus énergétique que les procédés à base poudre et engendre une plus grande ZAT. *Ding et al.* ont par exemple estimé une ZAT de 100 μm dans l'Inconel 718 LMD-poudre, à travers la dissolution de la phase δ lamellaire qui épinglait les joints de grains dans la partie supérieure du substrat [347]. *Yu et al.* ont fait un constat similaire en comparant les ZAT obtenues en soudage classique (MIG) et en FA (DED) pour une application de réparation de composants en fonte. En LMD-poudre, la ZAT est environ 21 fois plus mince qu'en MIG, avec une profondeur mesurée de 102 μm [348]. La microdureté s'avère dans notre étude être la méthode la moins concluante, la moins fiable, pour mesurer la ZAT quand bien même elle est la plus couramment employée dans la littérature. Cela est potentiellement dû à un problème d'échelle, mais aussi au fait que la microdureté est sensible à la taille de grains et à la précipitation γ' .

La ZAT du Waspaloy CMT semble donc inférieure à 500 μm , et caractérisée par des changements microstructuraux tels que la croissance de grains, la dissolution de particules épinglant les joints de grains et la formation de carbures à morphologie complexe. Le procédé CMT induit un plus faible apport de chaleur que le MIG et le TIG, comme attendu, mais reste bien plus énergétique que les procédés de FA à base poudre. Il est donc nécessaire de bien réfléchir au compromis productivité / coût / propriétés. Le procédé à choisir pour la réparation dépend beaucoup du coût initial de la pièce à recharger, mais aussi des dimensions des zones concernées. Si elles sont très minces et que la pièce a une grande valeur, une technologie laser-poudre comme le LMD peut être plus appropriée. Pour les gros composants, une plus grande ZAT peut être acceptable, surtout s'il s'agit de régions ne subissant qu'une très faible partie de la charge mécanique.

Enfin, pour clore cette discussion sur la ZAT, il semble important de faire attention à bien la définir. Il serait même intéressant d'envisager une standardisation de sa mesure pour chaque couple matériau/procédé. En effet, les marqueurs microstructuraux comme les transformations de phase varient

significativement d'un alliage à un autre, de même que l'historique thermique est très dépendant de la technologie et des paramètres utilisés. En fonction de si la ZAT est profonde de 2-3 mm ou 100 μm , certaines méthodes de mesure peuvent être à privilégier. Une thèse entière pourrait être dédiée à la problématique de la ZAT, en y associant également des simulations de thermique. Il s'est agi ici essentiellement d'une exploration et d'une estimation suffisante pour obtenir un ordre de grandeur.

Si la nanoindentation a été évoquée pour remplacer la micro-dureté, il pourrait aussi être pertinent de réaliser des profils de composition chimique par EDS à travers le rechargement, la ZAT et le substrat. En effet, dans la même idée que ce qui a été fait par *Kano et al.* à la microsonde de Castaing sur des aciers [349], la ZAT peut présenter des gradients de teneur en certains éléments. Cela pourrait s'expliquer par l'évaporation d'éléments d'alliages volatiles comme le Co ou le Cr [250], [251]. En complément, une étude simultanée EDS-EBSD, comme proposée par Thermo Fischer Scientific [350], permettrait l'obtention du tableau complet de la microstructure du rechargement, de la ZAT et du substrat.

III.1.f. Synthèse sur la microstructure du Waspaloy CMT post-fabrication

La microstructure du Waspaloy CMT à l'état brut de fabrication a été caractérisée de l'échelle macroscopique à l'échelle microscopique. Le matériau présente de grands grains colonnaires (taille d'environ 200 μm dans un plan normal à l'axe des colonnes) fortement orientés $\langle 001 \rangle$, donnant lieu à une texture fibreuse. La structure granulaire affiche un rapport de forme 4:1 proche de l'interface, puis 15:1 dans les cordons supérieurs une fois la croissance dirigée bien établie. Cela engendre un contraste majeur avec le substrat, constitué de petits grains (23 μm) équiaxes, orientés aléatoirement et contenant des joints de macles. Dans les grains, la structure de solidification est de type dendritique colonnaire. L'espacement dendritique secondaire permet une estimation de la vitesse de refroidissement à 24 $^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$.

Cette solidification rapide résulte en une ségrégation chimique marquée, affectant considérablement la distribution en Ti. Cet élément γ' -gène majeur se voit réparti de façon très hétérogène entre les cœurs de dendrite (CD) et les régions interdendritiques (ID). En conséquence, ces dernières contiennent des carbures primaires (Ti,Mo)C, et des précipités γ' de plus grande taille (diamètre moyen de 16,1 nm contre $6,9 \pm 0,8$ nm dans les CD). Des gradients de taille de précipités γ' sont aussi observés dans les murs selon la direction de construction, liés à l'effet de revenu in-situ du procédé CMT. Ce phénomène est d'autant plus amplifié que les structures sont hautes et épaisses. Les éprouvettes cylindriques issues de ces murs surestiment probablement les propriétés en traction et en fluage en raison des plus gros précipités γ' avant même l'application d'une séquence de revenus. De plus, cela peut causer de la dispersion lors des essais, surtout sur les éprouvettes prélevées à l'horizontale.

Les défauts liés au procédé ont été étudiés. La porosité s'avère très limitée : les pores sont petits (diamètre moyen de 48 μm), sphériques et occupent seulement 0,0003 % du volume. La fissuration par solidification, repérable par des cavités laissant apparaître des bras de dendrites, constitue l'imperfection la plus couramment observée dans les structures en CMT. Elle se localise préférentiellement entre les cordons, ou plutôt sur la partie supérieure d'un cordon donné.

Enfin, plusieurs techniques expérimentales ont été mises en œuvre dans le but de distinguer la Zone Affectée Thermiquement (ZAT). Les trois plus fiables se basent sur l'observation de marqueurs microstructuraux, à savoir la croissance de grains, la dissolution de particules aux joints de grains et la transformation des carbures primaires (Ti,Mo)C blocky en morphologie « *chinese script* ». L'épaisseur de la ZAT est estimée inférieure à 500 μm , soit 4 à 5 fois moins qu'en TIG. La promesse du plus faible apport de chaleur avec le procédé CMT semble donc respectée.

III.2. Propriétés en traction

Connaissant la microstructure du Waspaloy CMT à l'état post-fabrication, les propriétés en traction qui en découlent peuvent être évaluées. Le but de cette étude est double ; il y a tout d'abord un intérêt industriel par la montée en maturité de ce couple procédé/matériau, mais aussi une dimension plus fondamentale. En effet, la littérature manque de références concernant la caractérisation mécanique du Waspaloy WAAM. Si le procédé appliqué à l'Inconel 718 présente déjà quelques études, seuls *Hussein et al.* se sont intéressés au comportement en traction du Waspaloy LMD et TIG [203], [351]. Les matériaux bruts de fabrication sont considérablement moins analysés qu'après traitement thermique. Toutefois, pour comprendre l'effet d'un traitement thermique, il est nécessaire d'avoir connaissance de l'état initial. C'est l'objectif de cette partie. A température ambiante, les essais de traction sont un bon indicateur de la qualité de la microstructure. A chaud, ils permettent de connaître la limite d'élasticité, caractéristique utile pour dimensionner et réaliser ensuite des essais de fluage (voir partie III.3).

Le Waspaloy CMT post-fabrication est, tout d'abord, testé à température ambiante avec la réalisation d'essais sur micro-éprouvettes. Après une campagne d'essais à rupture, la localisation de la déformation est recherchée par des essais avec corrélation d'images numériques. Cela permet notamment de voir comment se comporte mécaniquement l'interface, en particulier la ZAT, ou si la déformation se concentre plutôt dans le rechargement CMT, entre les cordons par exemple. Dans un second temps, l'étude bascule sur la tenue à haute température (jusqu'à 850 °C) avec des essais à rupture sur éprouvettes cylindriques (type M6). En raison des différences de précipitation entre mur fin et mur épais (voir partie III.1.c.iii), les résultats des deux géométries d'éprouvettes sont comparés à température ambiante. La

tendue en traction du Waspaloy CMT est ensuite confrontée à celle des forgés de référence (sub- et super-solvus). L'anisotropie est estimée en sollicitant selon BD (éprouvettes verticales) et selon TD (éprouvettes horizontales) pour chaque condition d'essai. Enfin, une étude fractographique est proposée.

III.2.a. Propriétés en traction à l'ambiante sur micro-éprouvettes

III.2.a.i. Essais à rupture

A partir d'un mur fin, plus représentatif de l'application de réparation visée, des micro-éprouvettes ont été prélevées dans plusieurs directions et à plusieurs localisations. Le comportement mécanique du rechargement est évalué avec des éprouvettes 100 % CMT, à la verticale (noté V, selon BD) et à l'horizontale (noté H, selon TD) ; cela permet d'apprécier l'étendue de l'anisotropie. La tenue de l'interface est aussi examinée, grâce à une éprouvette 50 % CMT et 50 % substrat prélevée verticalement. Elle est notée IntV. Les courbes de contrainte-déformation sont tracées en Figure III.29(a). Les données du Waspaloy forgé sub- et super-solvus, issues d'essais sur éprouvettes cylindriques, ont été superposées dans le but de comparer. Les résultats complets des échantillons forgés (sub- et super-solvus) en traction sont disponibles en Annexe 1. Les observations post-mortem des parties utiles des micro-éprouvettes de Waspaloy CMT sont présentées en Figure III.29(b). Les grains déformés sont bien visibles, la direction BD est retrouvable aisément à partir de ces images. *Kyvelou et al.* ont présenté des éprouvettes H et V d'acier austénitique 308LSi WAAM avec des aspects très semblables en raison des longs grains colonnaires [352].

Les éprouvettes 100 % CMT, H comme V, montrent une limite d'élasticité ($R_{p0,2}$) et résistance maximale (R_m) inférieures aux échantillons forgés, avec en moyenne 557 MPa et 850 MPa respectivement. Une légère anisotropie se manifeste sur ses deux propriétés, à hauteur de 9 % pour $R_{p0,2}$ et 5 % pour R_m . Une ductilité importante est, cependant, démontrée avec 40 % d'allongement à rupture (A%) même pour l'éprouvette H. Le maximum de 44 % est atteint par l'éprouvette V, sollicitée parallèlement à ses grains colonnaires. *Hassel et Carstensen* font un constat similaire sur les propriétés en traction à température ambiante de l'Inconel 617 MIG post-fabrication : un allongement à rupture de 43 % est obtenu selon BD et 40 % selon TD [189]. En revanche, l'éprouvette H dans leur cas montre une $R_{p0,2}$ et une R_m légèrement meilleures, certainement en raison d'une plus petite taille de grains apparente. Bien que l'on puisse s'attendre à obtenir la même chose en CMT, c'est pourtant l'éprouvette V qui présente de meilleures propriétés que l'éprouvette H, avec 50 MPa de plus à chaque caractéristique. Avec la dispersion induite par la mesure de la section des micro-éprouvettes, cette différence n'est peut-être pas représentative. Toutefois, d'autres études vont dans ce sens également [262]. Il reste toutefois important de préciser que l'anisotropie à l'ambiante est généralement associée à la texture granulaire et cristallographique. Ici, il semble que la plus forte anisotropie soit observée sur le module de Young ($\approx 42\%$). Comme schématisé

en Figure I.69, le module d'élasticité peut être ici assimilé à celui d'un matériau monocristallin. En sollicitant selon BD, un plus petit module est obtenu que selon TD, en considération de la forte texture <001> établie précédemment. Le Tableau III.3 résume toutes les caractéristiques conventionnelles extraites de ces essais. L'anisotropie sur $R_{p0,2}$ et R_m est relativement faible, avec 9 % et 5 % respectivement. Le Waspaloy CMT post-fabrication présente des propriétés grandement inférieures au Waspaloy forgé sub- et super-solvus, si ce n'est pour l'allongement à rupture qui est près de 60 % plus important.

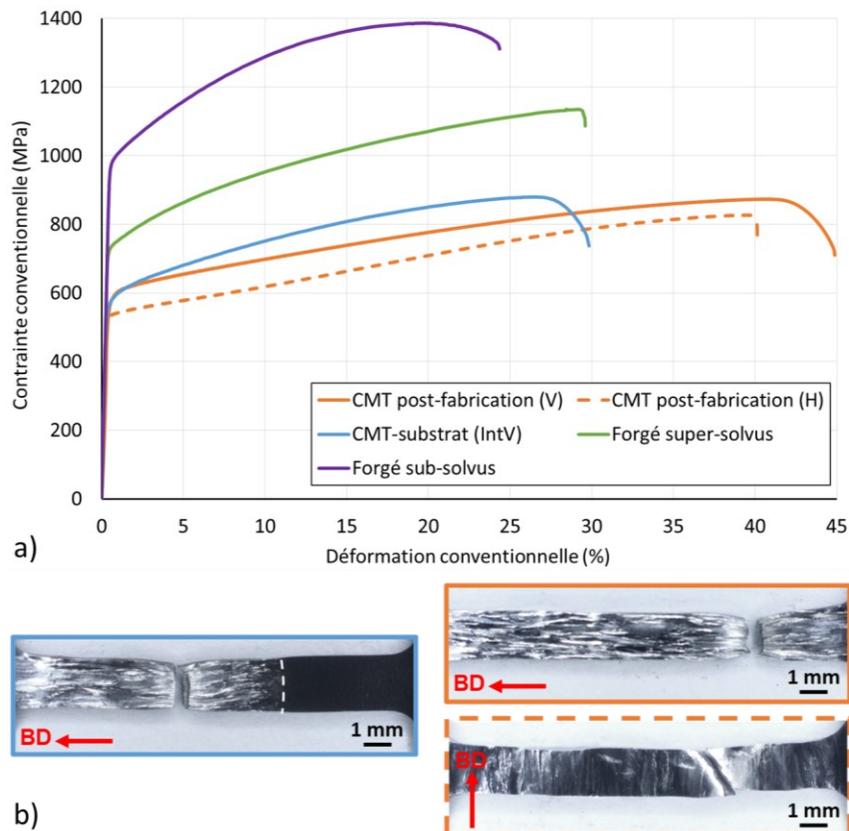


Figure III.29. Traction du Waspaloy CMT sur micro-épreuves à l'état post-fabrication, à 20 °C et $10^{-3} s^{-1}$: (a) courbes conventionnelles de contrainte-déformation et (b) observations des parties utiles après essai à la loupe binoculaire.

Tableau III.3. Résumé des caractéristiques en traction du Waspaloy CMT post-fabrication à 20 °C et $10^{-3} s^{-1}$.

Matière	Direction de prélèvement	E (GPa)	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A%
100 % CMT	V	136	582	873	44,4
	H	193	532	827	39,8
50 % CMT / 50 % substrat	V	191	572	880	29,4

L'échantillon IntV se comporte somme toute très similairement à l'éprouvette 100 % V (\approx mêmes $R_{p0,2}$ et R_m), si ce n'est qu'elle s'allonge considérablement moins. On voit d'ailleurs en Figure III.29(b) que seule la moitié CMT semble s'être déformée. Lors de cet essai, la partie CMT plastifie en premier à \approx 560-

570 MPa, puis la contrainte augmente avec l'écroissage de la microstructure CMT jusqu'à atteindre la limite d'élasticité du substrat ($R_{p0,2} \approx 610$ MPa d'après des essais sur micro-éprouvettes 100 % substrat). La plasticité du côté forgé ne débute donc qu'après avoir dépassé 610 MPa. Ainsi, alors que le comportement global de l'échantillon interface semble élastique, le rechargement CMT semble présenter une plasticité locale. Cette déformation inhomogène abaisse l'allongement à rupture. Ces résultats sont comparables à ceux de *Martin et al.* sur des éprouvettes hybrides LPBF-LMD en Inconel 625 [353] : la moitié d'éprouvette en LMD affiche de plus gros grains et se déforme préférentiellement. *Godec et al.* concluent pareillement pour des hybrides SLM-LMD en Inconel 718 [354]. Un point important à noter, que ce soit pour ces deux études d'hybrides ou ces travaux de thèse, est la rupture qui survient en dehors de la région d'interface, dans la partie CMT (à gros grains) dans notre cas. La ZAT n'apparaît pas alors comme un point sensible dans ces conditions, et la déformation semble localisée essentiellement dans le rechargement. Pour vérifier cela, et mieux comprendre comment se comporte mécaniquement l'interface, des essais de traction in-situ avec corrélation d'images numériques ont été réalisés ensuite.

III.2.a.ii. Essais avec corrélation d'images : localisation de la déformation

Le champ de déformation sous une charge uniaxiale macroscopique n'est pas aussi uniforme sur un matériau issu de FA que pour un matériau conventionnel. L'utilisation de mesures par jauges de déformation en un seul point qui ne peuvent refléter qu'une réponse localisée (et moyennée) de l'échantillon, et ainsi conduire à des résultats imprécis. C'est pourquoi plusieurs études se sont tournées vers la corrélation d'images numériques (*Digital Image Correlation, DIC*) dans le cas de matériaux fortement texturés et aux microstructures hétérogènes [329], [352], [353], [355], [356], [357], [358], [359]. En particulier, pour les superalliages base Ni WAAM, *Kindermann et al.* ont étudié la localisation de la déformation par DIC dans l'Inconel 718 CMT et MIG post-fabrication lors d'essais de traction uniaxiale à température ambiante [329], [358].

Toutefois, il s'agit d'éprouvettes 100 % WAAM, élaborées entièrement avec un même procédé et sans variation brutale de microstructure dans la partie utile. Dans cette partie, il sera essentiellement question d'essais sur des éprouvettes interface, moitié CMT et moitié forgée. Ce qui s'en rapproche le plus dans la littérature sont les essais avec DIC sur Inconel 718 à gradient de microstructure (*Functionally Graded Materials, FGM*) par SLM, réalisés par *Popovich et al.* [359]. Les éprouvettes comprennent des zones à petits grains (5-125 μm) orientés plutôt aléatoirement et des zones à gros grains (≈ 1000 μm) colonnaires fortement orientés $\langle 001 \rangle$. La transition entre les deux types de microstructure est nette et relativement brutale, comparable à celle observée entre le Waspaloy forgé et CMT (voir Figure III.2(b)). Les essais de traction avec DIC de *Martin et al.* sur Inconel 625 hybride LPBF-LMD sont également une

bonne référence : le procédé LPBF mène à la formation de grains fins ($\approx 12 \mu\text{m}$) légèrement allongés et peu texturés, tandis que le dépôt par LMD engendre une structure granulaire plus grossière (diamètre équivalent de $32 \mu\text{m}$), avec une forte texture $\langle 110 \rangle$ et des grains larges de plus d'un μm [353]. Ces deux études permettront de commenter et discuter nos résultats.

Dans cette partie, deux types de micro-éprouvettes ont été étudiés. Toutes verticales, elles sont issues de diverses localisations dans des murs fins et/ou de paramétries différentes. Les deux premiers s'intéressent à la déformation à l'interface, avec la ZAT centrée dans la partie utile, plus ou moins marquée microstructuralement parlant. La question est dans un premier temps de savoir si la microstructure (notamment la précipitation γ' variant beaucoup dans l'échantillon) joue un rôle important, ou si la texture cristallographique domine. Le dernier essai explore la distribution de la déformation dans les 3 à 4 premiers cordons CMT, pour éventuellement faire ressortir une tendance aux régions inter-cordons.

(1) Premier essai : à l'interface avec une ZAT peu marquée

Le premier essai de traction in-situ à température ambiante avec DIC a été réalisé sur une micro-éprouvette interface. La ZAT y est quasiment centrée sur la partie utile, sa configuration est illustrée en Figure III.30(a). La zone suivie par DIC est définie à 20 MPa en Figure III.30(b), il s'agit de la micrographie optique de référence à laquelle seront comparées les images associées à chaque palier de contrainte. La ZAT dans ce cas est issue d'un dépôt avec la paramétrie classique établie dans le Tableau II.2 : elle se distingue essentiellement par l'absence des particules aux joints de grains, comparativement au substrat.

L'essai est interrompu après 551 MPa en raison de la présence de trop nombreuses bandes de glissement dans le rechargement (Figure III.30(c)). Une forte concentration de ces dernières met en péril la corrélation en masquant le mouchetis. Les résultats sont présentés en Figure III.31. Toute la déformation plastique est localisée côté CMT, avec le maximum atteint loin de l'interface. L'interface, et la ZAT notamment, ne présentent quasiment pas de bandes de glissement. Le substrat à petits grains ne se déforme pour ainsi dire pas du tout plastiquement, conformément à l'observation macroscopique en Figure III.29(b). De plus, le pic d'activité plastique semble en dehors de la zone suivie.

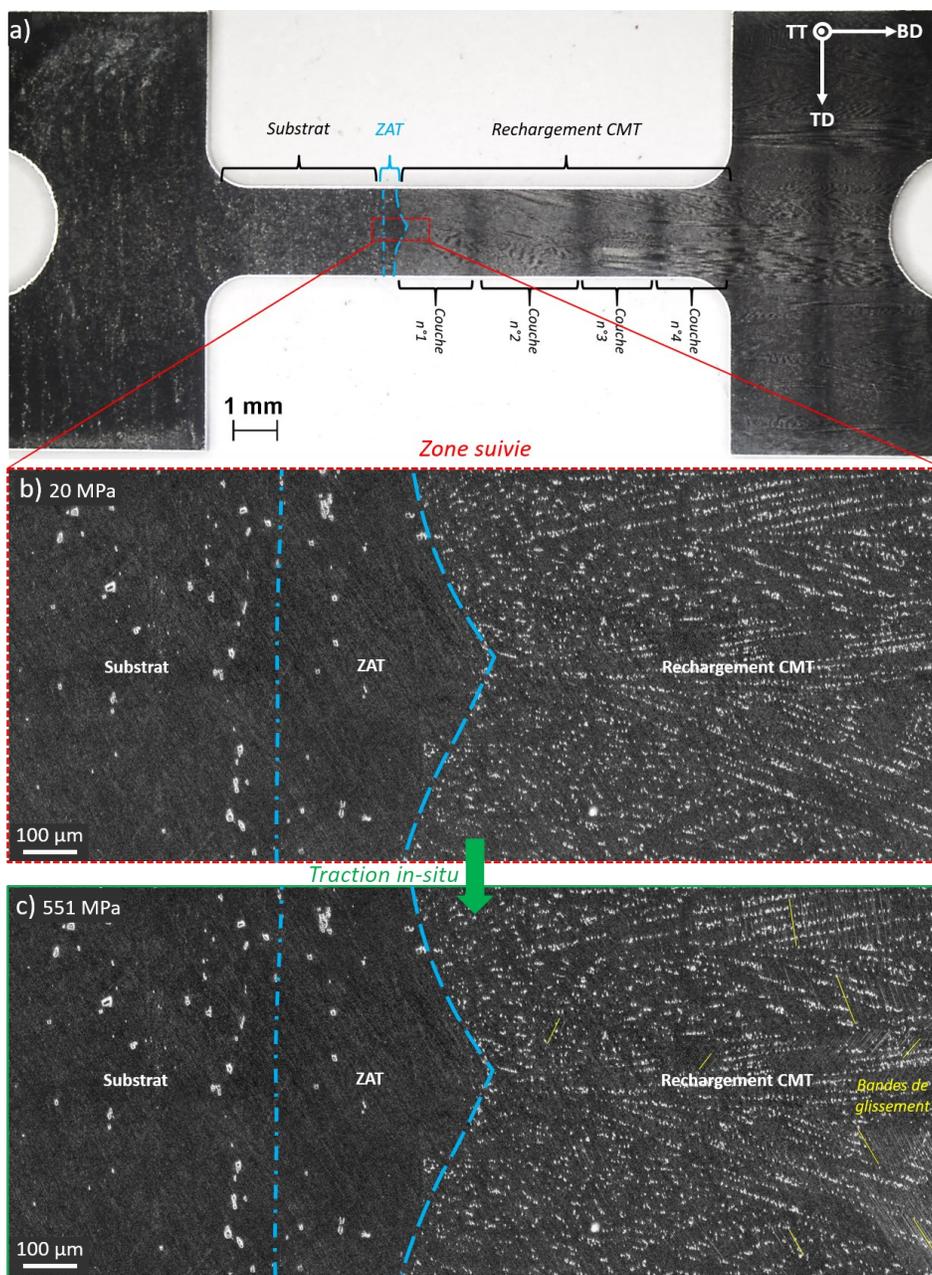


Figure III.30. Micro-épreuve interface à l'état post-fabrication pour le premier essai in-situ : (a) distinction et annotation des zones, (b) micrographie optique de référence de la zone suivie prise à 20 MPa et (c) à 551 MPa.

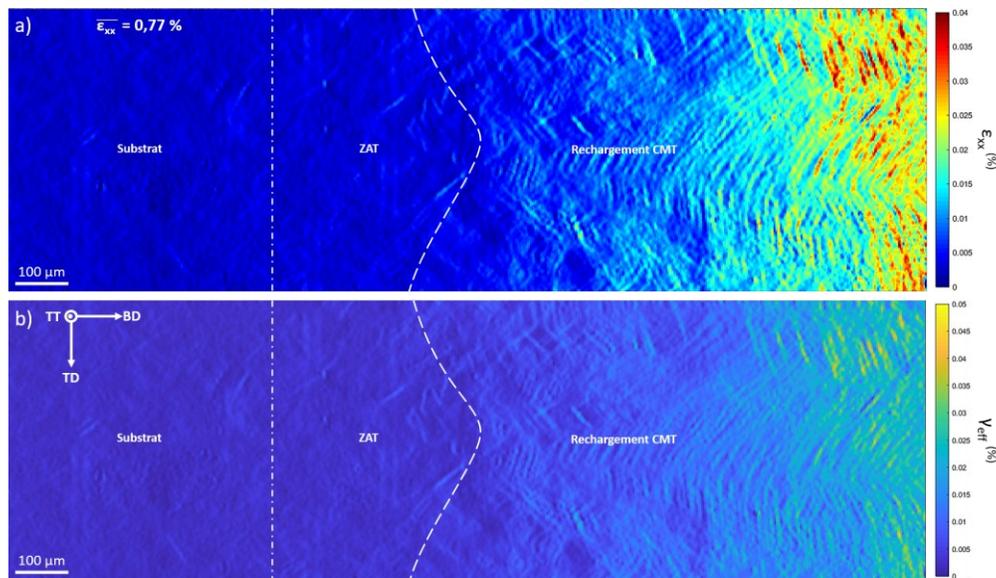


Figure III.31. Résultats du premier essai in-situ avec DIC sous forme de cartographie : (a) composante de déformation le long de la direction de chargement et (b) déformation de cisaillement effective.

L'acquisition d'une mosaïque au MO couvrant la quasi-totalité de la partie utile (Figure III.32) permet de constater qu'effectivement la déformation plastique principale survient loin de la zone suivie par DIC. Les couches n°2 et n°3 du rechargement CMT affichent de très nombreux signes de plastification, avec des bandes de glissements à environ 45° des grains orientés <001>. Par corrélation avec la cartographie EBSD en Figure III.1(b), issue de cette même éprouvette avant essai, on remarque que les bandes de glissement sont contenues dans les grains colonnaires. Les tous premiers grains colonnaires du rechargement CMT, dans le bas de la première couche, ne se déforment presque pas ; la microstructure y est plus fine et moins texturée que plus haut, une fois la croissance par épitaxie bien stabilisée. Dans les cordons supérieurs, il semble que certains grains s'activent plus que d'autres, certainement en raison de leur orientation cristallographique. Les bandes de glissements suivent, en effet, des plans cristallographiques préférentiels. Dans les structures cubiques à faces centrées sollicitées mécaniquement, il s'agit des plans de type {111}.

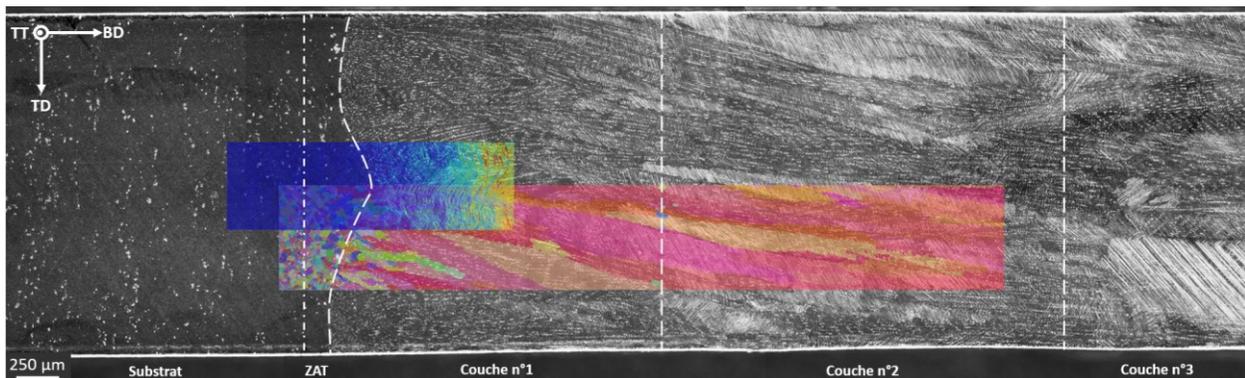


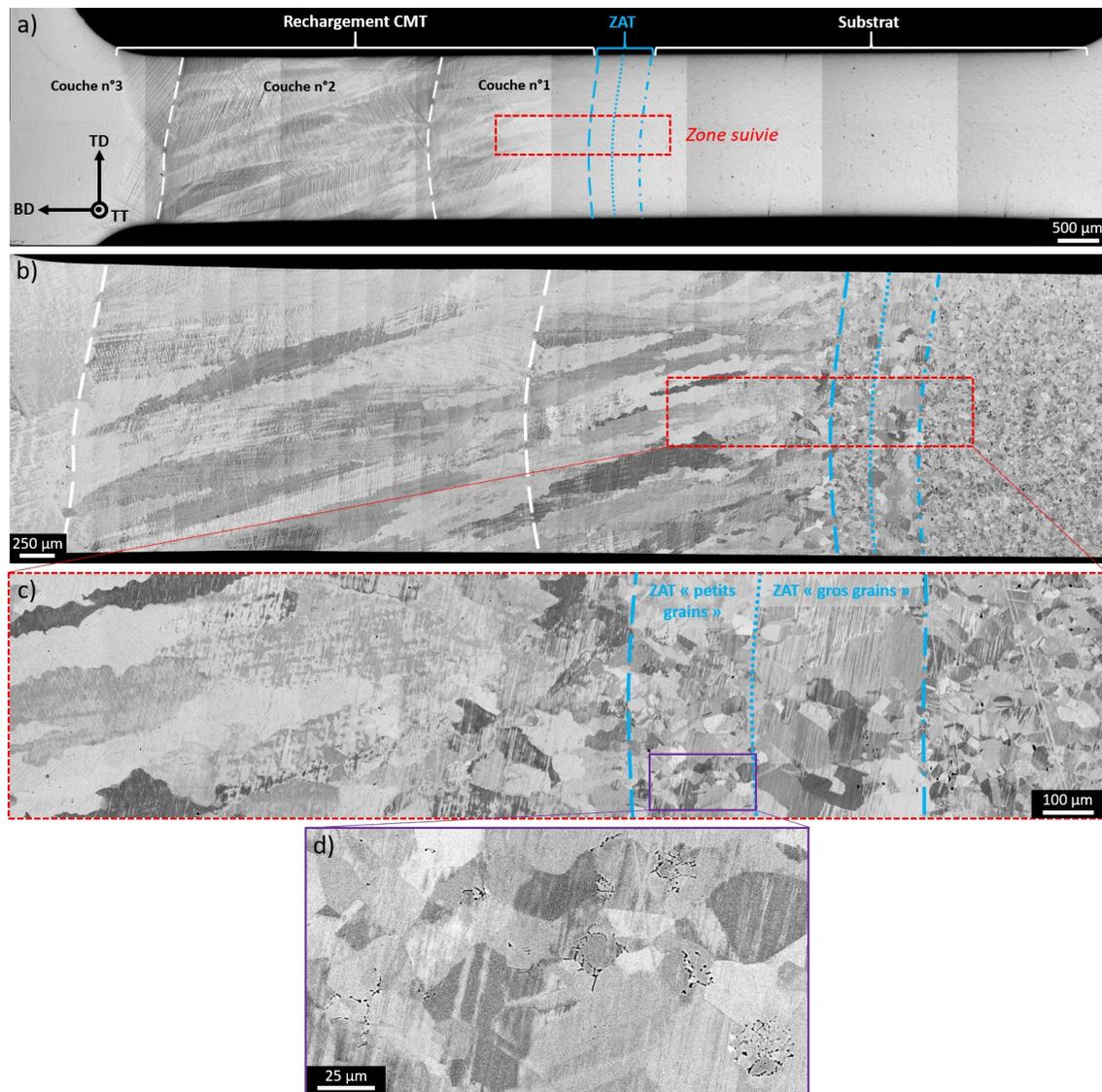
Figure III.32. Analyse récapitulative du premier essai in-situ avec DIC.

De plus, dans les premiers stades, les bandes de glissement ont l'air principalement limitées aux ID, et ne se propagent dans les CD qu'ultérieurement. Ce phénomène déjà reporté dans la littérature pour des superalliages base Ni élaborés par LPBF [360], [361] est associé à la sous-structure de dislocations à l'état post-fabrication. Les ID contiennent davantage de sources d'émission de dislocations comme les pores, les joints de grains ou encore les carbures. Il est donc possible que les bandes de glissement y soient initiées. Puis, en raison des fortes densités de dislocations associées à l'interface ID/CD, à cause du refroidissement rapide, les bandes de glissement pourraient donc y être bloquées dans un premier temps.

(2) Second essai : à l'interface avec une ZAT davantage marquée

Compte tenu du manque d'activité dans la ZAT et plus généralement à l'interface au cours du premier essai, un deuxième essai sur une éprouvette similaire est réalisé (Figure III.33(a)). Cette fois-ci, il s'agit d'un mur fin construit avec une paramétrie très proche de l'application industrielle, et donc confidentielle. La ZAT y est plus marquée que précédemment, et segmentée en deux parties (Figure III.33(c)) : une zone à « gros grains » côté substrat, et une zone « petits grains » avec des carbures de type « *chinese script* » (Figure III.33(d)) au plus proche du rechargement. Ces derniers sont semblables à ceux décrits dans la partie III.1.e. La ZAT affiche une épaisseur d'environ 580 μm , soit un peu plus grande que sur la micro-éprouvette précédente (≈ 150 à $400 \mu\text{m}$ en fonction de la localisation).

La question est ici de savoir si cette ZAT accentuée (plus large et présentant davantage de marqueurs microstructuraux) induit une localisation différente de la déformation en traction, au regard des résultats précédents. La zone suivie est indiquée en rouge Figure III.33(b), et se trouve à cheval sur le premier cordon CMT, la ZAT et le substrat afin de distinguer leurs comportements respectifs. Pour la même raison que lors de la première tentative, l'essai est interrompu après 556 MPa ; les bandes de glissement envahissent dès 500 MPa les gros grains colonnaires du premier cordon. La déformation moyenne sur la totalité de la zone suivie est de 0,77 %, soit exactement comme lors de l'essai précédent. La distribution de la déformation axiale en Figure III.34(a) est également très semblable. Ainsi, malgré une ZAT plus différenciée, la déformation ne s'y localise pas. L'observation de la totalité de la partie utile (Figure III.34(b)), montre une grande densité de bandes de glissement dans le cordon CMT n°2. Ici encore, on distingue les grains colonnaires aux bandes qui sont contenues dedans, même sans avoir la cartographie EBSD associée.



Les résultats de l'essai à rupture et de ces deux essais avec DIC mis bout à bout permettent de montrer que la cohésion entre le rechargement et le substrat est bonne. L'interface affiche une bonne santé microstructurale et mécanique, et une ZAT de l'ordre de 500 μm ne s'avère pas être un point faible dans la structure réparée. La déformation maximale est localisée dans les gros grains colonnaires du Waspaloy CMT, et c'est également là que la rupture a lieu, à l'état post-fabrication et à température ambiante. Ces données expérimentales sont cohérentes avec celles de *Popovich et al.* [359] qui font état d'une déformation bien plus élevée dans les régions à gros grains de l'Inconel 718 SLM. Ces dernières constituent par ailleurs le point de rupture finale. Cela est également le cas de l'Inconel 625 hybride LPBF-LMD étudié par *Martin et al.* [353] : la partie LPBF se déforme 40 fois moins que la partie LMD, où la rupture

survient systématiquement. Cette déformation préférentielle résulte d'une limite d'élasticité plus faible associée à cette microstructure. Les gros grains colonnaires orientés $\langle 001 \rangle$, que ce soit dans ces travaux de thèse ou dans les deux études références en termes de DIC [353], [359], sont responsables de cette déformation plastique très localisée. *Chen et al.* ont fait ce même constat lors d'essais à rupture sur micro-éprouvettes en ATI 718Plus avec 50 % de rechargement TIG et 50 % de substrat forgé [362].

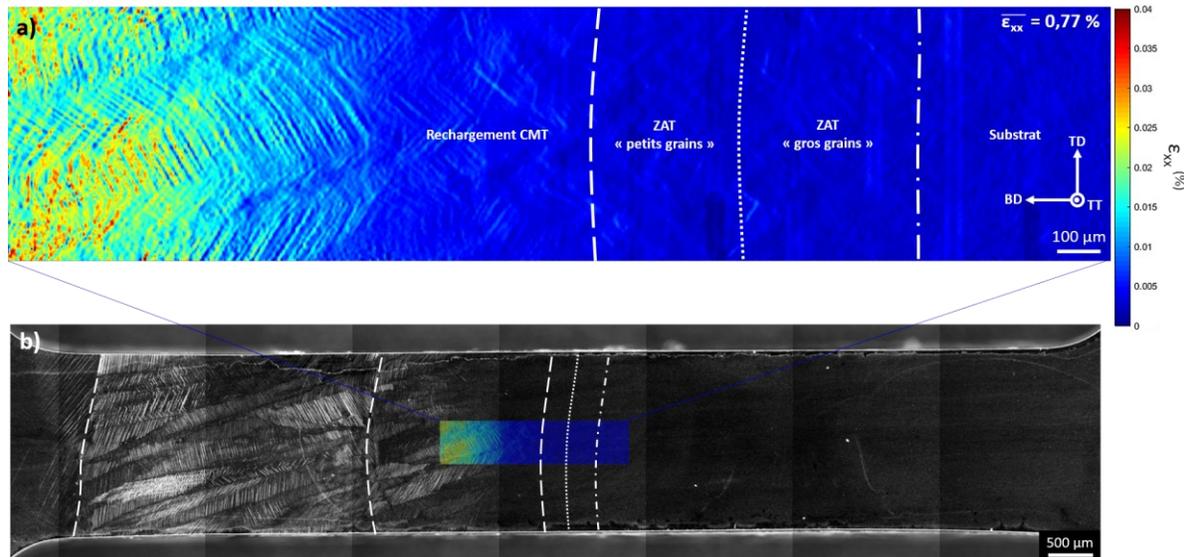


Figure III.34. Résultats du second essai in-situ avec DIC : (a) composante de déformation le long de la direction de chargement et (b) localisation globale sur l'ensemble de l'éprouvette.

Il semble ici que les hétérogénéités en précipitation γ' à l'interface n'affectent pas, ou très peu, le comportement en traction à température ambiante. La texture cristallographique, avec les gros grains colonnaires orientés $\langle 001 \rangle$, prend le dessus.

(3) Troisième essai : dans les premiers cordons CMT

Au vu des densités importantes de bandes de glissement observées dans le rechargement CMT au cours des essais précédents, il a été jugé pertinent de réaliser un troisième essai in-situ avec DIC, cette fois sur un échantillon ne contenant que les premiers cordons. En effet, sur la Figure III.32 et la Figure III.34(b), une intensification de la déformation semble transparaître au-delà du premier cordon. Une déformation préférentielle entre deux cordons consécutifs est suspectée, comme dans [353], [363]. En effet, il peut y avoir un amorçage des fissures conduisant à la rupture dans les régions intercouches en raison des petits grains qui s'y trouvent (Figure III.1(b)) ; il y a également plus de chance d'y trouver des joints de grains perpendiculaires à la direction de sollicitation. La présence d'un gradient de déformation au sein de chaque cordon est aussi envisagée, connaissant l'existence des gradients de taille de dendrites (partie III.1.b.i) et de précipités γ' (partie III.1.c.i).

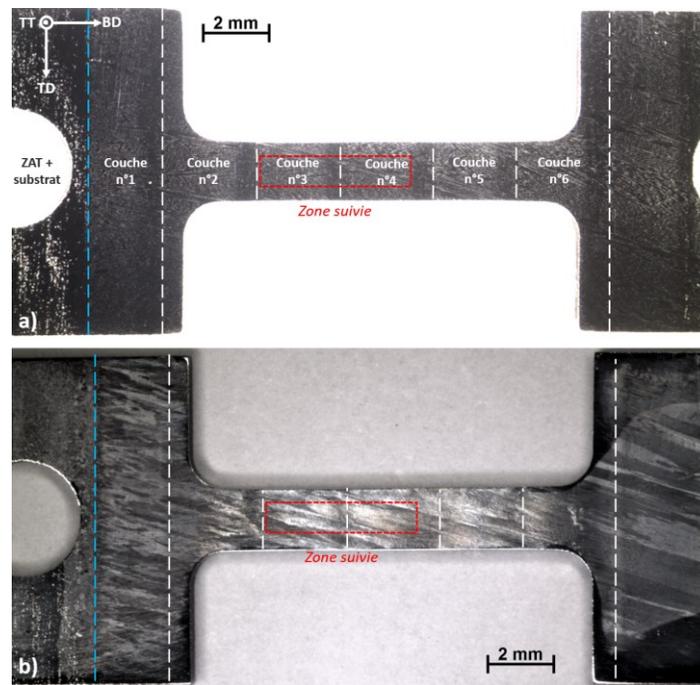


Figure III.35. Micro-épreuvette « premiers cordons » à l'état post-fabrication pour le troisième essai in-situ, observée au MO : (a) polie à l'OPS avant essai et (b) après essai avec une attaque au réactif de Kalling n°2.

Pour étudier la distribution de la déformation dans le Waspaloy CMT, une nouvelle micro-épreuvette a été usinée, avec l'interface décalée dans une des têtes, de sorte n'avoir que les premiers cordons dans la partie utile. Sa configuration est présentée en Figure III.35, la zone suivie par corrélation d'images numériques est également définie. L'analyse est réalisée sur les cordons n°3 et n°4, où les grains sont bien colonnaires et larges, comme le montre la Figure III.35(b) après attaque au réactif de Kalling n°2. Les variations de structure dendritique sur la partie supérieure de chaque couche ($\approx 500 \mu\text{m}$), comme décrites en partie III.1.b.i, sont ici bien visibles en Figure III.35(a).

La Figure III.36 montre les cartographies de la composante de déformation le long de la direction de chargement à trois paliers de contrainte. Les premières bandes de glissement apparaissent à 460 MPa (Figure III.36(a)), équivalent à 79 % de $R_{p0,2}$ (voir Tableau III.3), de manière plutôt uniforme sur la zone suivie, avec une activité légèrement accrue côté cordon n°3. En montant en charge, à 480 MPa (Figure III.36(b)), à environ 82 % de $R_{p0,2}$, cela s'intensifie. Contrairement à la déformation préférentielle imaginée à l'intercouche, c'est plutôt l'inverse qui ressort. Une région avec des bandes considérablement plus espacées se manifeste entre les cordons n°3 et n°4, tandis qu'elles apparaissent progressivement côté couche n°4. A 500 MPa (Figure III.36(c)), à 86 % de $R_{p0,2}$, dernier palier de contrainte étudié, les bandes sont extrêmement nombreuses alors même que la limite d'élasticité d'une telle éprouvette est estimée à 582 MPa (Tableau III.3). A certains endroits, il semble que le mouchetis fasse ressortir la déformation de

grains en profondeur, ou en tout cas en sub-surface. En effet, cela se remarque dès 480 MPa (Figure III.36(b)) à la présence dans ce qui semble être un même grain de bandes de glissement déviant de l'angle caractéristique d'environ 50–55°. Il est possible de noter aussi la très faible activité plastique aux deux extrémités de la cartographie finale ; ainsi, le début du cordon n°3 et la fin du cordon n°4 semblent mieux résister à la déformation.

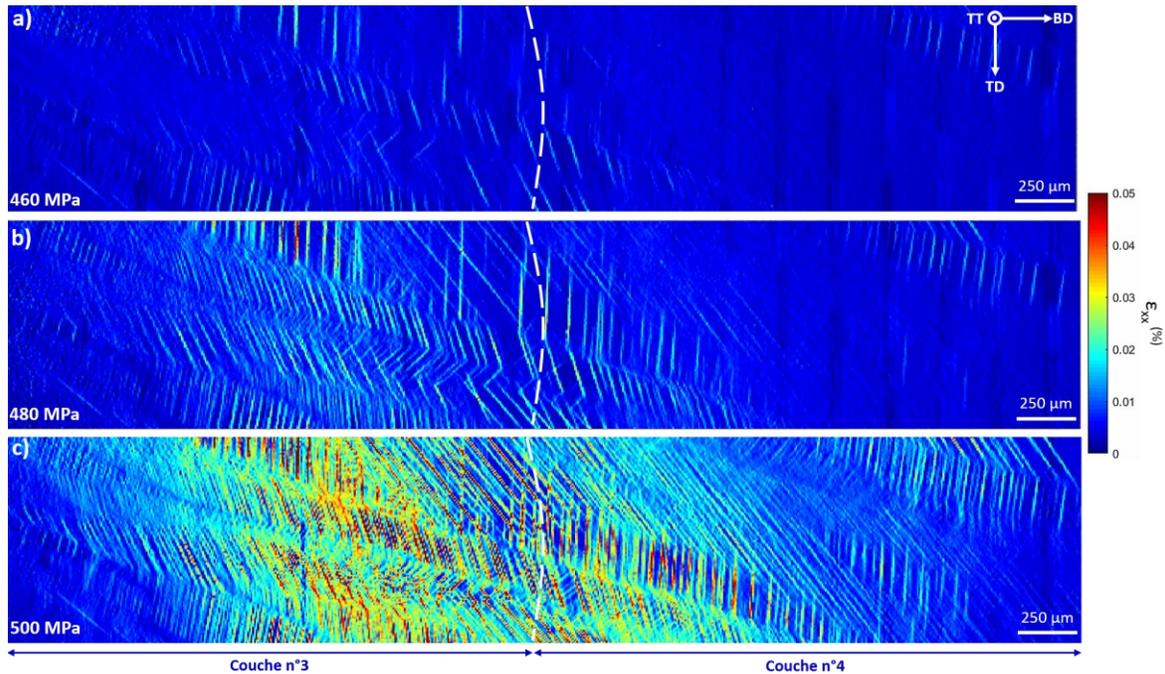


Figure III.36. Résultats du troisième essai in-situ avec DIC, évolution de la composante de déformation le long de la direction de chargement à : (a) 460 MPa – 79 % $R_{p0,2}$, (b) 480 MPa – 82 % $R_{p0,2}$ et (c) 500 MPa – 86 % $R_{p0,2}$.

La Figure III.37(a) tâche d'associer ces résultats d'essai à la structure granulaire par superposition avec une mosaïque réalisée en mode BSE au MEB. La Figure III.37(b) illustre l'évolution des profils de déformation le long de BD pour les différents niveaux de contrainte appliqués. Les régions intercouches semblent ici caractérisées par des grains colonnaires aussi, mais bien plus fins et courts que dans le reste du rechargement. Les petits grains isolés et orientés aléatoirement entre deux couches de la cartographie EBSD en Figure III.1(b) ne sont peut-être pas équiaxes mais plutôt des morceaux ou des coupes de grains colonnaires. Ils ne présentent ainsi que très peu de joints de grains perpendiculaires à la direction de la sollicitation, et avec leur petite taille, ils résistent mieux à la déformation. Cela pourrait expliquer la faible activité plastique dans ces zones, à savoir aux deux extrémités et au centre de la Figure III.36(c).

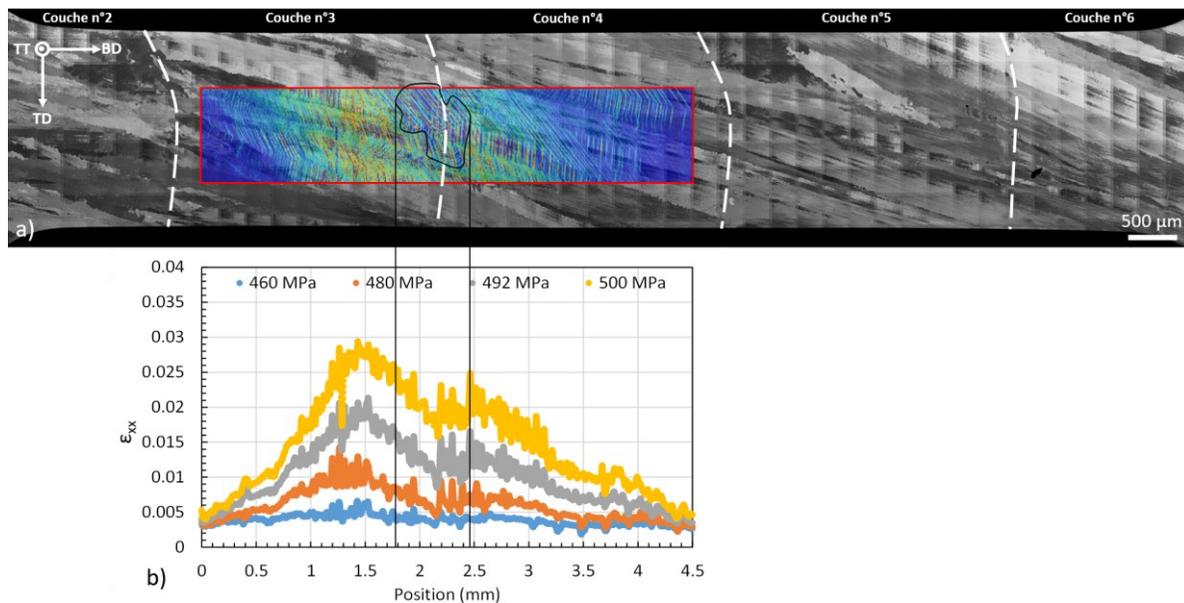


Figure III.37. Analyse du troisième essai in-situ : (a) superposition de la composante de déformation dans la zone suivie avec une cartographie globale de l'éprouvette réalisée en mode BSE au MEB et (b) profils de déformation le long de la direction de chargement à différents niveaux de contrainte.

Ainsi, même s'il n'apparaît pas de motif de déformation répétable d'un cordon à un autre, il existe tout de même un gradient de déformation au sein d'un cordon donné. Ce dernier est à mettre en parallèle avec les variations de structure granulaire et dendritique. Peu de variabilité de précipitation γ' a été observée au MEB sur les deux cordons étudiés de cet échantillon. Cet essai constitue donc davantage une exploration qu'une réelle démonstration. Pour savoir si ces résultats sont statistiquement représentatifs, il pourrait être intéressant de trouver un moyen de suivre l'entièreté de la partie utile au cours d'un essai. Un mouchetis plus grossier pourrait suffire pour cela ; ici les particules de silice colloïdale ont une taille moyenne de 0,25 μm. L'acquisition préalable d'une cartographie EBSD pourrait aussi aider à associer ces gradients de déformation à la structure granulaire. Cela permettrait d'identifier quelles morphologies de grains et quelles orientations cristallographiques se déforment de manière préférentielle.

III.2.a.iii. Synthèse sur les essais de traction à température ambiante

Le comportement en traction l'ambiante du Waspaloy CMT post-fabrication a été étudié avec des essais sur micro-éprouvettes issues de murs fins. Ces essais ont permis de juger de la qualité de la microstructure. Les échantillons 100 % (H et V) montrent une limite d'élasticité et résistance maximale moyennes de 557 MPa et 850 MPa respectivement, pour environ 42 % de déformation plastique à rupture. Ces caractéristiques font preuve de peu d'anisotropie (< 9 %), tandis que le module de Young est particulièrement abaissé lors d'une sollicitation selon BD, parallèlement aux gros grains colonnaires orientés <001>. Connaissant la petite taille des précipités γ' dans le matériau brut de fabrication (7-16 nm), et les hétérogénéités à la fois entre cordon et entre CD/ID, ces propriétés sont assez bonnes. Pour

comparaison, un superalliage base Ni de type γ/γ' ne contenant pour ainsi dire pas de précipités γ' (obtenu soit par refroidissement très rapide avec une trempe à l'eau glacée, soit par suppression de Ti et Al dans la composition chimique) affiche des limites d'élasticité à température ambiante d'environ 250-300 MPa [30], [116]. Le durcissement par la précipitation γ' et par la sous-structure de dislocations sont donc très efficaces. Les grains de grande taille (diamètre $\approx 200 \mu\text{m}$) sont moins favorables en raison de l'effet « Hall-Petch ».

Un essai sur une éprouvette interface verticale (50 % CMT et 50 % substrat) a été mené à rupture. Les propriétés sont limitées par le côté CMT qui plastifie localement alors que l'échantillon a globalement un comportement élastique. Cette déformation inhomogène abaisse l'allongement à rupture à environ 29 %. La rupture survient systématiquement dans le rechargement CMT, point important pour l'application de réparation où l'interface doit faire preuve d'une bonne tenue.

La corrélation d'images numériques a été mise en œuvre afin d'analyser les champs de déformation lors d'une traction uniaxiale, au vu des hétérogénéités de microstructure et de texture. En particulier, la question s'est posée de savoir comment se comporte localement la ZAT en fonction de ses caractéristiques microstructurales : plus gros grains, absence de précipités γ' , traces de liquation constitutionnelle et présence de carbures « *chinese script* ». Il s'avère que, peu importe sa profondeur et ses différences, la ZAT n'induit pas de localisation préférentielle de la déformation plastique. La très grande majorité des bandes glissement surviennent dans le rechargement CMT, et ce dès 460 MPa (79 % de $R_{p0,2}$). C'est donc la texture cristallographique qui domine, par opposition à la précipitation γ' . Ainsi, les hétérogénéités de précipitation γ' (absence dans la ZAT, différences de taille entre ID/CD et gradient selon BD) ne sont pas suffisamment marquées pour induire une signature à l'échelle mésoscopique.

Le comportement en traction à chaud (jusqu'à 850 °C) du Waspaloy CMT est étudié dans la suite de ce chapitre.

III.2.b. En température sur éprouvettes cylindriques

Les essais de traction à chaud (500-850 °C) permettent d'obtenir les caractéristiques du matériau (module de Young, limite d'élasticité, résistance maximale et ductilité) dans des conditions proches de son utilisation prospective. Ces données sont souvent nécessaires dans le dimensionnement, mais aussi pour la mise en place d'un plan d'expérience pour d'autres types de sollicitations (fluage par exemple). L'équipement disponible au laboratoire étant limité quant aux essais sur micro-éprouvettes à haute température, une géométrie cylindrique de type M6 (voir partie II.3.b) est employée. Ces éprouvettes sont issues de murs épais et présentent donc des précipités γ' de taille supérieure par rapport aux micro-éprouvettes des murs fins.

Des éprouvettes 100 % CMT post-fabrication, horizontales (H) et verticale (V), sont donc testées de 20 °C à 850 °C. L'essai à l'ambiante est réalisé afin d'évaluer la « surestimation » que le revenu in-situ amplifié par la massivité du mur (voir partie III.1.c.iii) engendre sur les propriétés en traction. Une comparaison des caractéristiques conventionnelles avec celles des échantillons forgés (sub- et super-solvus) est ensuite proposée. L'anisotropie est estimée pour $R_{p0,2}$ et R_m à chaque température d'essai. Pour finir, les faciès sont observés dans le but d'étudier les mécanismes de rupture, en lien avec la microstructure.

III.2.b.i. Essais à rupture jusqu'à 850 °C

Les courbes contrainte-déformation du Waspaloy CMT sont tracées en Figure III.38. On remarque tout d'abord une tendance générale selon laquelle les propriétés en traction sont abaissées avec la hausse de la température d'essai. Ce phénomène est classique des matériaux métalliques : l'activation thermique du mouvement des dislocations facilite la déformation plastique à haute température. Si la limite d'élasticité est relativement affectée, une perte de ductilité de 87 % est atteinte à 850 °C, par rapport à la température ambiante. Le module d'élasticité et la résistance maximale sont moins affectés, avec un abaissement à hauteur de 30 à 35 %.

A température ambiante, les éprouvettes cylindriques semblent présenter de meilleures $R_{p0,2}$ et R_m comparativement aux micro-éprouvettes étudiées précédemment, avec 683 MPa et 1044 MPa en moyenne respectivement. Une comparaison est proposée dans la section suivante (voir partie III.2.b.ii). Un résultat surprenant est observé à 500 °C pour l'éprouvette H (Figure III.38(b)) : la courbe est étrangement basse, et devrait logiquement se situer entre celles à 20 °C et 600 °C. Il peut être supposé qu'elle ait été prélevée dans le haut d'un mur épais, ayant donc moins reçu l'effet in-situ de revenu et

ayant donc moins de précipités γ' . Cela n'a toutefois pas pu être vérifié via la réalisation d'une coupe longitudinale par manque de temps. Globalement, les éprouvettes H présentent plus de dispersion.

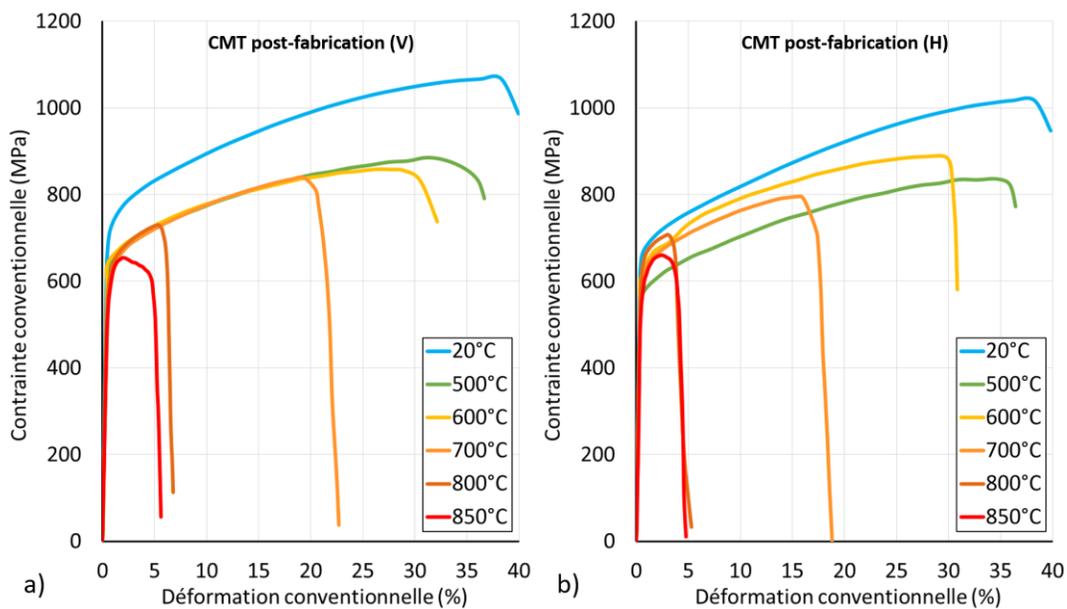


Figure III.38. Courbes conventionnelles de contrainte-déformation du Waspaloy CMT post-fabrication : (a) éprouvettes verticales et (b) éprouvettes horizontales.

Tableau III.4. Résumé des caractéristiques en traction du Waspaloy CMT post-fabrication à 20-850 °C et $10^{-3} s^{-1}$.

Matière	Température d'essai	Direction de prélèvement	E (GPa)	R _{p0,2} (MPa)	R _m (MPa)	A%
100 % CMT	20 °C	V	163	705	1068	39,3
		H	181	660	1019	39,6
	500 °C	V	156	612	885	36,2
		H	159	570	840	36,0
	600 °C	V	132	650	861	32,3
		H	151	641	892	31,1
	700 °C	V	123	605	840	22,7
		H	152	612	796	18,8
	800 °C	V	127	606	730	6,7
		H	136	646	708	5,3
	850 °C	V	112	585	654	5,6
		H	129	587	660	4,8

Le Tableau III.4 résume toutes les caractéristiques conventionnelles extraites de ces essais. A partir de ces données, il est possible de faire plusieurs remarques. La première est que le module d'élasticité des

éprouvettes H est systématiquement supérieur à celui des éprouvettes V, pour les mêmes raisons qu'évoquées précédemment (éprouvettes V fortement texturées <001> [262], [265], [266]). Ensuite, comme c'était déjà le cas sur les micro-éprouvettes à température ambiante, les éprouvettes V tendent à atteindre de meilleures valeurs de $R_{p0,2}$ et R_m jusqu'à 600 °C environ. A 850 °C, température maximale d'essai dans ces travaux, le Waspaloy CMT post-fabrication semble quasiment isotrope au regard de $R_{p0,2}$ et R_m . Enfin, le niveau de ductilité est similaire entre les éprouvettes V et H à toutes les températures d'essai. Intuitivement, en raison de la texture granulaire marquée, un plus faible allongement à rupture pourrait être attendu pour les éprouvettes H. En effet, en sollicitant selon TD, le nombre de joints de grains perpendiculaires à la direction de chargement est plus grand. Cette ductilité élevée, et presque équivalente entre BD et TD, a toutefois été reportée dans la littérature pour d'autres superalliages base Ni élaborés par WAAM [189], [245], [263], [364], [365], [366], [367]. Certains auteurs ont attribué cela à la plus grande densité de limites dendritiques dans les échantillons H dans la direction de chargement. En augmentant le chargement, davantage de dislocations peuvent donc être accommodées dans ces zones, où la fissure nucléée généralement, avant la rupture. Enfin, cela est à mettre en lien avec l'oxydation des joints de grains qui contrôle la ductilité au-dessus de 600 °C, ce qui peut aussi mener à cette équivalence entre H et V.

III.2.b.ii. Comparaison mur fin (micro-éprouvette) / mur épais (éprouvette cylindrique) à température ambiante

En raison des variations majeures de taille de précipités γ' entre les murs fins et les murs épais (voir partie III.1.c.iii), il a été supposé que les éprouvettes cylindriques usinées dans ces derniers surestimaient les propriétés mécaniques par rapport aux micro-éprouvettes. Les caractéristiques en traction à température ambiante des deux géométries sont donc comparées dans le Tableau III.5.

Tableau III.5. Comparaison des caractéristiques en traction du Waspaloy CMT post-fabrication à 20 °C et $10^{-3} s^{-1}$ en fonction du type de rechargement.

Type d'éprouvette	Direction de prélèvement	E (GPa)	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A%
Micro-éprouvette (mur fin)	V	136	582	873	44,4
	H	193	532	827	39,8
Eprouvette cylindrique (mur épais)	V	163	705	1068	39,3
	H	181	660	1019	39,6

Les éprouvettes cylindriques montrent effectivement de meilleures $R_{p0,2}$ et R_m grâce aux précipités γ' de plus grand diamètre ; les améliorations sont d'environ + 126 MPa et + 194 MPa respectivement. Cela peut s'expliquer aussi par un effet de fraction volumique de phase γ' : celle-ci est plus proche de l'équilibre

thermodynamique avec un mur plus épais de par la massivité thermique. L'hypothèse de la surestimation est donc avérée, et probablement plus adéquate encore à haute température. L'allongement à rupture est relativement semblable entre les deux géométries. Les micro-éprouvettes, bien que plus représentatives des dépôts qui seront réalisés dans le cadre d'une réparation, ne peuvent cependant être utilisées à chaud sur les équipements du laboratoire. L'emploi de la géométrie cylindrique M6 est donc nécessaire pour les essais en température (traction et fluage) ; il faudra simplement garder en tête l'ordre de grandeur de la surévaluation.

Les écarts entre éprouvettes V et H sont toutefois similaires dans les deux cas pour $R_{p0,2}$ et R_m . De même, la tendance selon laquelle les éprouvettes V présentent de plus grandes valeurs (environ + 50 MPa) que les éprouvettes H reste observée. La forte texture cristallographique $\langle 001 \rangle$ étant valable à la fois pour les murs fins et les murs épais, les éprouvettes V montrent toujours des modules d'élasticité moins élevés.

III.2.b.iii. Comparaison avec les échantillons forgés

Le Waspaloy CMT post-fabrication a donc été testé en traction de 20 °C à 850 °C, dans deux orientations différentes (H et V). Des éprouvettes de Waspaloy forgé (sub- et super-solvus) ont vu des essais aux conditions similaires (voir Annexe 1). Il est alors possible de tracer l'évolution des caractéristiques conventionnelles (module d'élasticité, limite d'élasticité, résistance maximale et allongement à rupture) en fonction de la température d'essai pour chaque matériau (Figure III.39).

Comme évoqué précédemment, la tendance est à l'abaissement des propriétés quand la température augmente, à cause de l'agitation thermique et du mouvement facilité des dislocations. Pour le module de Young (Figure III.39(a)), les deux matériaux forgés montrent des valeurs très proches allant de ≈ 210 GPa à l'ambiante jusqu'à 140 GPa à 850 °C. Le Waspaloy CMT affiche un module très inférieur à toutes les températures, et cela d'autant plus pour les éprouvettes V (163 à 112 GPa). Cela s'explique par l'anisotropie majeure du module d'élasticité du Ni, dépendant fortement de l'orientation cristallographique [55], [266]. Le Waspaloy forgé est très faiblement texturé et présente des orientations cristallographiques plutôt aléatoires, tandis que le procédé CMT induit une forte texture $\langle 001 \rangle$ selon BD.

Concernant la limite d'élasticité (Figure III.39(b)) et la résistance maximale en traction (Figure III.39(c)), les éprouvettes V s'affichent meilleures que les H, et un écart relativement faible avec le matériau forgé super-solvus est observable. Les gros grains communs aux trois matériaux les placent sous le matériau forgé sub-solvus, par effet « Hall-Petch ». Malgré des précipités γ' de très petite taille dans le Waspaloy CMT, $R_{p0,2}$ est en moyenne plus faible que d'environ 50 MPa à l'ambiante et 37 MPa à 850 °C. Deux phénomènes se manifestent ici. Le premier est le durcissement par la sous-structure de dislocations

(notamment remarquable à l'ambiante), héritée aux interfaces ID/CD de la solidification rapide. Le second est lié à un effet de revenu in-situ avant et pendant l'essai. En effet, la procédure d'essai de traction à chaud (voir partie II.3.b) comprend une montée en température contrôlée et ralentie en approchant la température cible, puis une stabilisation de 15 min avant chargement. Sachant que la gamme de température de vieillissement du Waspaloy commence à environ 600 °C [90], [121], et que le rechargement CMT a une microstructure hors-équilibre, il y a donc des mécanismes de nucléation et de grossissement de précipités γ' mis en œuvre in-situ. Cela peut d'ailleurs expliquer les fluctuations de $R_{p0,2}$ à 600-850 °C (zone hachurée en Figure III.39(b)) pour le CMT post-fabrication, qui vieillit in-situ. En comparant avec les matériaux forgés de référence, il est évident que cela est à dissocier du pic de durcissement à 600-750 °C lié à la nature intrinsèque de la phase γ' [30], [368].

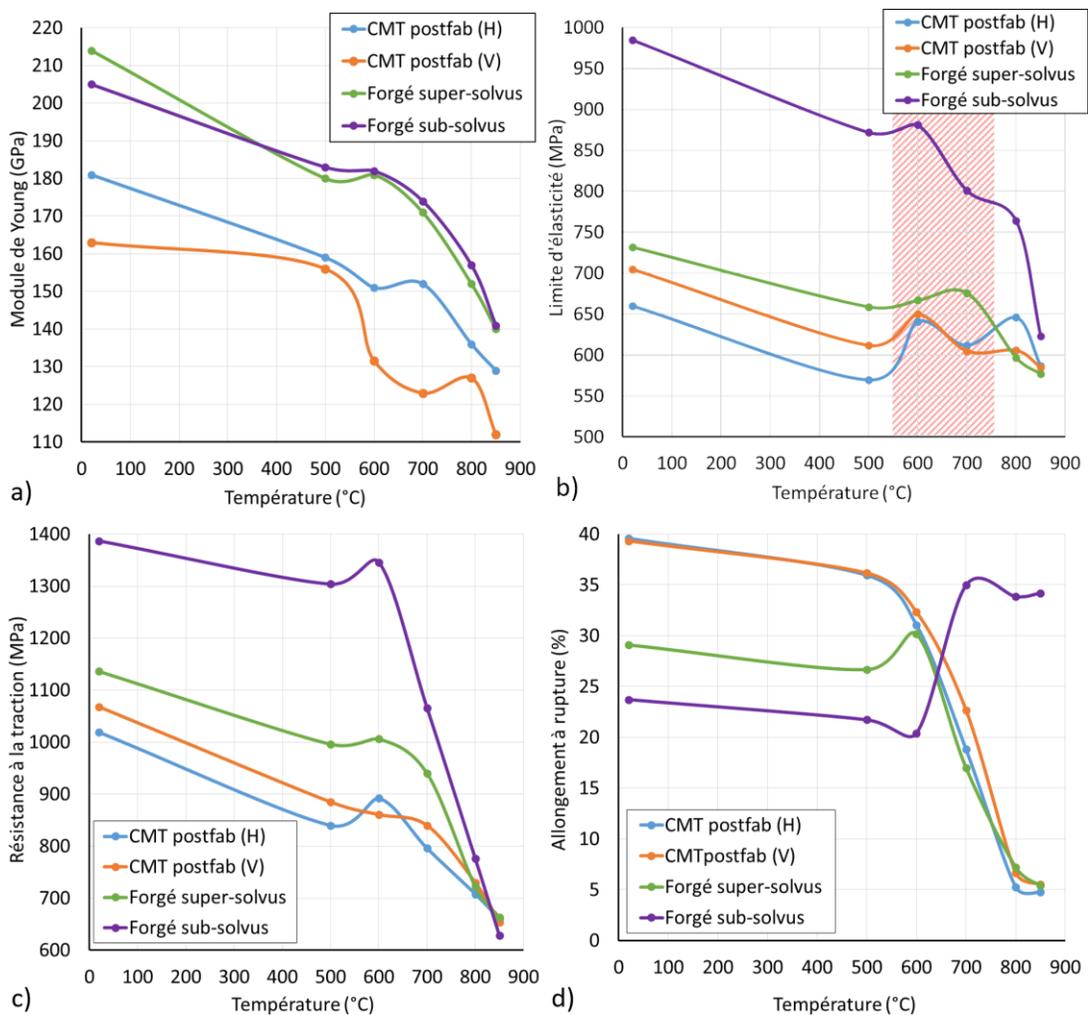


Figure III.39. Evolution des propriétés en traction du Waspaloy CMT post-fabrication en fonction de la température d'essai et comparaison avec des échantillons forgés sub- et super-solvus : (a) module de Young, (b) limite d'élasticité, (c) résistance maximale à la traction et (d) allongement à rupture. La zone hachurée en (b) indique la plage de vieillissement in-situ.

Enfin, l'allongement à rupture est généralement abaissé lorsque la température d'essai augmente. C'est le cas pour le Waspaloy CMT ainsi que pour le matériau forgé super-solvus (Figure III.39(d)). A partir de 600 °C, ils montrent tous trois des valeurs très similaires. Le sub-solvus montre néanmoins une tendance opposée. Malgré une légère perte de ductilité (- 3,3 %) entre la température ambiante et 600 °C, l'allongement à rupture se voit fortement amélioré aux températures supérieures avec des valeurs dépassant les 34 % à 700-850 °C. Cette observation témoigne d'un probable phénomène de recristallisation dynamique [369], rendu possible par la vitesse de déformation suffisamment élevée (10^{-3} s^{-1}). Cela se traduit notamment par la présence d'une ondulation en début de plastification sur les courbes de contrainte-déformation à 800 et 850 °C du Waspaloy sub-solvus (voir Annexe 1). A 700 °C, il s'agit probablement d'une manifestation de type fluage diffusion au cours de laquelle les joints de grains glissent sans développer d'endommagement.

En somme, le Waspaloy CMT brut de fabrication a un comportement en traction proche de celui du matériau forgé super-solvus, notamment grâce aux gros grains qu'ils ont en commun. Le module de Young est toutefois considérablement inférieur, surtout sur les éprouvettes V, en raison de la forte texture $\langle 001 \rangle$. La précipitation γ' très fine et non optimisée mène à des limites d'élasticité et résistances maximales réduites, mais une bien meilleure ductilité jusqu'à 600 °C. Exposé à des températures de l'ordre de 600-850 °C, le matériau hors-équilibre vieillit in-situ (avant et pendant l'essai) avec la nucléation et le grossissement des précipités γ' . Cela conduit à une augmentation de $R_{p0,2}$ dans cette gamme de température d'essai. Les cinétiques de précipitation γ' seront étudiées et présentées en partie IV.1.

III.2.b.iv. Estimation de l'anisotropie

Grâce à la réalisation d'essais dans deux directions (H et V), l'anisotropie en traction peut être approchée par le calcul des ratios $\frac{R_{p0,2H}}{R_{p0,2V}}$ et $\frac{R_{mH}}{R_{mV}}$. La Figure III.40 illustre l'étendue de l'anisotropie sur $R_{p0,2}$ et R_m en fonction de la température d'essai. Le premier constat est que le maximum d'anisotropie atteint est de 7 % à 500 et 800 °C, et concerne essentiellement la limite d'élasticité. Le minimum est obtenu à 850 °C, avec moins de 1 % d'écart entre H et V. Entre 20 et 800 °C, cependant, il n'y a pas de réelle tendance qui se dégage en fonction de la température ; les barres fluctuent beaucoup. Cela peut s'expliquer par les gradients de précipités γ' dans les éprouvettes en fonction des cordons, mais la localisation des prélèvements pour les éprouvettes H apporte aussi de la dispersion. L'anisotropie sur $R_{p0,2}$ et R_m est supposée essentiellement liée à la précipitation γ' , et non à la structure granulaire ou à la texture cristallographique. Il sera montré plus loin dans le manuscrit qu'un traitement thermique de revenu permet d'abaisser le niveau d'anisotropie en traction (voir parties V.1.a.iv et V.1.b.iii). Ce traitement

n'affecte pas considérablement la taille de grains et l'orientation cristallographique ; ce résultat est donc lié aux précipités γ' .

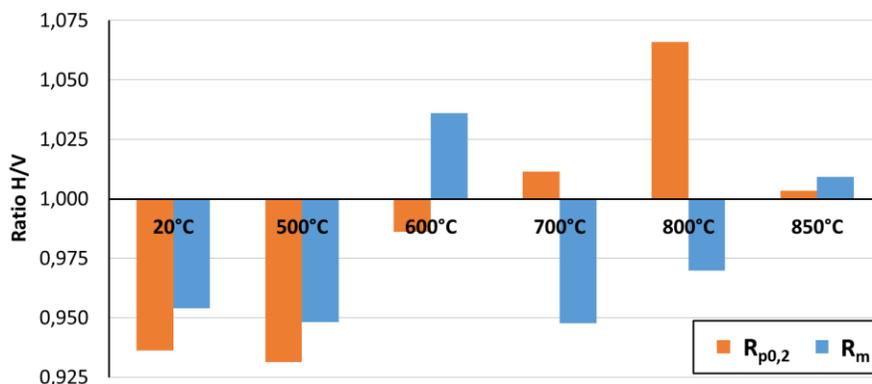


Figure III.40. Ratio de la limite d'élasticité et la résistance maximale en traction entre éprouvettes horizontales et verticales post-fabrication en fonction de la température d'essai.

Cette anisotropie sur la limite d'élasticité et la résistance maximale reste très limitée au regard de la littérature. Sur l'Inconel 718 EBM post-fabrication en traction à température ambiante, *Deng et al.* évaluent un écart de 16 % sur $R_{p0,2}$ et 10 % sur R_m [262]. Jusqu'à 17 % d'anisotropie sur $R_{p0,2}$ sont observés dans le cas du GH4099 SLM à l'ambiante [370]. A 650 °C, une anisotropie à hauteur de 14,5 % se manifeste sur la $R_{p0,2}$ de l'Inconel 718 PAW (*Plasma Arc Welding*) brut de fabrication [263]. Le maximum de 6-7 % obtenu sur le Waspaloy CMT est donc très raisonnable. *Jiang et al.* ont reporté des résultats similaires sur l'Inconel 625 CMT post-fabrication avec 4 à 4,5 % d'anisotropie sur R_m à 20 °C [366]. De même, à température ambiante également, *Cormier et al.* évaluent 2,5 % d'écart sur la limite d'élasticité entre H et V pour l'Inconel 718 LMD-fil à l'état post-fabrication ; pour un prélèvement orienté à 45° de BD, l'écart monte à environ 11 % [365]. L'anisotropie la plus marquée du Waspaloy CMT est sur la valeur du module d'élasticité à cause de sa texture cristallographique très marquée, similaire à celle des superalliages à solidification dirigée [371], [372] ou élaborés par EBM [262], [373]. Il reste nécessaire de répéter et multiplier ces essais pour mieux évaluer l'anisotropie, notamment en raison des disparités entre les éprouvettes H en fonction de leur position initiale dans le mur. Des essais sur des éprouvettes prélevées à 45° seraient également à réaliser en complément.

III.2.b.v. Fractographie

Afin d'étudier les mécanismes d'endommagement et de rupture du Waspaloy CMT à l'état post-fabrication, les faciès des éprouvettes rompues lors des essais de traction sont observés au MEB. De la température ambiante (Figure III.41) à 700 °C, tout d'abord, la rupture apparaît essentiellement intragranulaire, et ductile, en lien avec les 20 à 40 % d'allongement à rupture obtenus d'après les données

de traction. La présence de cupules de taille variée est observée, comme l'illustre la Figure III.41(c). Ces dernières résultent du décollement entre la matrice γ et les inclusions de phase secondaire. De plus, si les sections utiles sont initialement circulaires en début d'essai, les faciès apparaissent ici sous forme d'ellipses. Cela témoigne d'une rupture anisotrope et d'une déformation non-uniforme, malgré le faible niveau d'anisotropie observé sur $R_{p0,2}$ et R_m (2-7 % et 4-5 % respectivement) dans le Waspaloy CMT post-fabrication. *Cormier et al.* ont aussi noté des faciès elliptiques semblables pour l'Inconel 718 LMD-fil post-fabrication sollicité en traction uniaxiale de 20 à 650 °C [365]. Les auteurs associent cela à une activité plastique majoritairement en glissement simple à l'échelle de chaque grain, de grande taille qui plus est, comme cela est couramment observé pour les superalliages base Ni monocristallins [305], [374], [375].

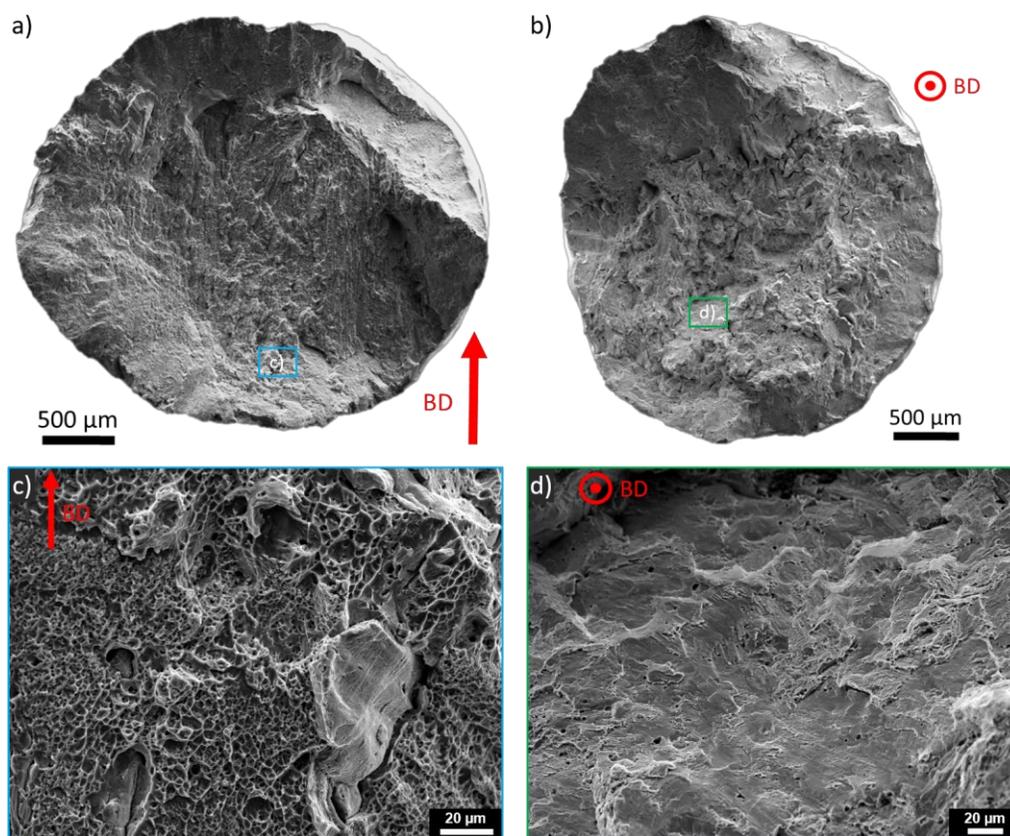


Figure III.41. Faciès de rupture du Waspaloy CMT post-fabrication testé en traction à l'ambiante : (a,c) éprouvette horizontale et (b,d) éprouvette verticale.

Au-delà de 700 °C, la rupture se fait plutôt de manière intergranulaire et avec peu de ductilité, peu importe si le chargement se fait selon TD (Figure III.42(a)) ou BD (Figure III.42(b)). Avec les grains colonnaires à aspect dendritique bien visibles sur les faciès de rupture, il est possible de facilement distinguer quelle éprouvette est verticale ou horizontale. A haute température, la rupture se fait donc par décohérence des joints de grains, avec la présence de fissures secondaires intergranulaires comme illustré en Figure III.42(c,d). Cela est en bon accord avec la faible ductilité observée au cours des essais de traction

à 800-850 °C (< 7 %, voir Tableau III.4). L'Inconel 718 [376], [377] et le Waspaloy [378], [379] sont sensibles à la fragilisation par oxydation des joints de grains à haute température, menant à des ruptures intergranulaires. C'est donc sûrement le phénomène d'oxydation des joints de grains qui fait basculer la rupture d'intragranulaire à intergranulaire avec l'augmentation de la température d'essai. De plus, contrairement aux essais à plus basse température, les faciès apparaissent ici beaucoup plus circulaires en raison soit d'une déformation plus uniforme, soit d'une plus faible déformation plastique. Le premier cas semble peu probable, la texture cristallographique étant la même, seule la précipitation γ' et d'éventuelles phases secondaires ont pu évoluer à haute température. C'est donc plutôt la faible déformation plastique à rupture (Figure III.38) qui conduit à conserver des faciès circulaires. Enfin, toutes les observations de faciès de rupture du Waspaloy CMT post-fabrication après essai de traction sont présentées en Annexe 2.

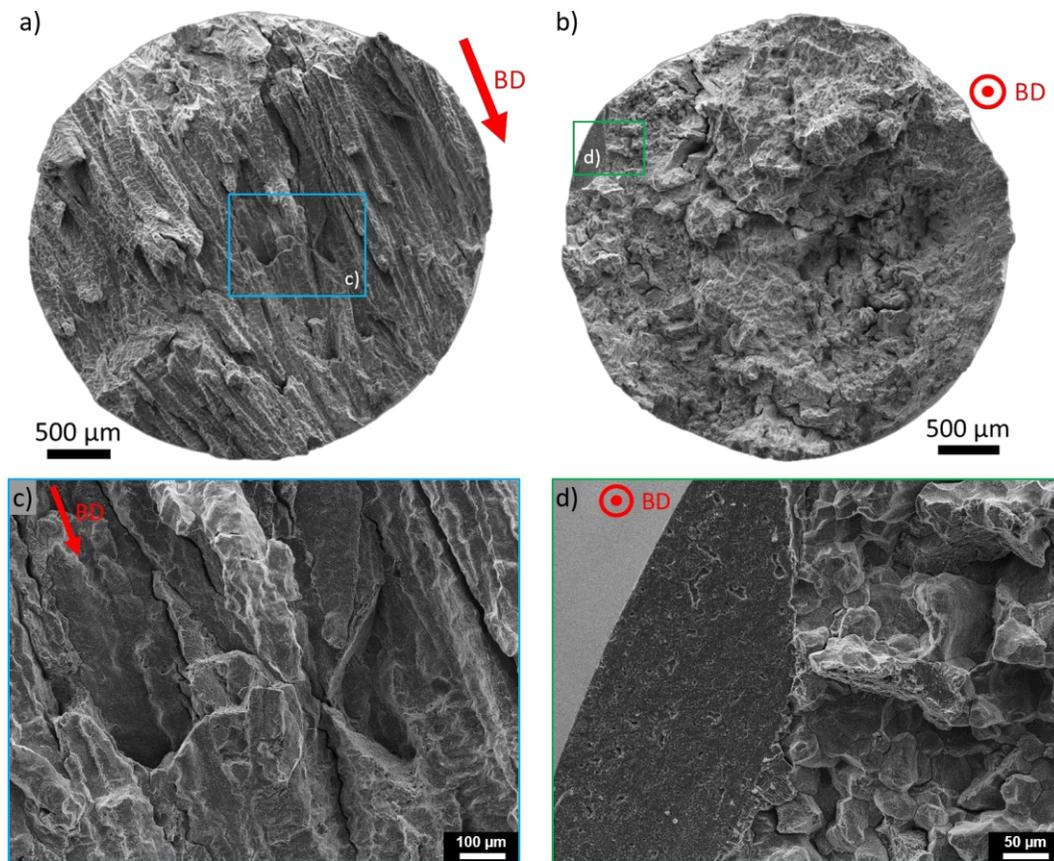


Figure III.42. Faciès de rupture du Waspaloy CMT post-fabrication testé en traction à 850 °C : (a,c) éprouvette horizontale et (b,d) éprouvette verticale.

Ainsi, la rupture en traction du Waspaloy CMT se fait de manière intragranulaire et ductile de 20 à 700 °C. Les faciès sont elliptiques, témoignant d'une déformation anisotrope. Le mécanisme de rupture bascule vers un mode intergranulaire et avec une faible ductilité de 800 à 850 °C en raison de l'oxydation aux joints de grains, menant à leur décohésion.

III.2.c. Synthèse sur les propriétés en traction à l'état brut de fabrication

Les propriétés en traction uniaxiale du Waspaloy CMT post-fabrication ont été évaluées et mises en lien avec la microstructure. Des essais à température ambiante sur micro-éprouvettes, issues de murs fins, ont permis de déterminer une limite d'élasticité et une résistance maximale moyennes de 557 MPa et 850 MPa respectivement, pour environ 42 % de ductilité. La limite d'élasticité $R_{p0,2}$, en particulier, est bien supérieure à celle d'un alliage sans phase γ' (275-300 MPa [30], [116]) ; le durcissement par la précipitation γ' ultra-fine et par la sous-structure de dislocations sont donc efficaces, malgré l'hétérogénéité selon BD et entre CD/ID. Sur un échantillon 50 % CMT et 50 % substrat, la rupture survient systématiquement dans le rechargement CMT. C'est un résultat important pour l'application de réparation où l'interface doit faire preuve d'une bonne tenue mécanique. La corrélation d'images numériques a permis de montrer que la texture cristallographique marquée du Waspaloy CMT domine le comportement en traction. Cela mène à une déformation localisée dans les gros grains colonnaires $\langle 001 \rangle$ du rechargement CMT, et non pas dans la ZAT ou dans le substrat. En effet, la ZAT, peu importe sa profondeur et ses marqueurs microstructuraux, ne représente pas un point faible dans la structure avec ce type de sollicitation et à l'état post-fabrication. Un gradient de déformation se manifeste au sein de chaque cordon CMT, probablement en raison des variations de structure granulaire et dendritique. La région intercordon ne semble pas non plus se déformer préférentiellement, malgré la plus grande densité de joints de grains perpendiculaires au chargement.

Des éprouvettes cylindriques de type M6, issues de murs épais, ont été utilisées pour des essais en température jusqu'à 850 °C. A l'ambiante, les propriétés mécaniques sont meilleures que sur les micro-éprouvettes en raison de l'effet de revenu in-situ amplifié des murs épais. Le Waspaloy CMT brut de fabrication a un comportement en traction à chaud proche de celui du matériau forgé super-solvus, notamment grâce aux gros grains qu'ils ont en commun. Le module de Young est toutefois considérablement inférieur, surtout sur les éprouvettes V, en raison de la forte texture $\langle 001 \rangle$. La précipitation γ' très fine et non optimisée mène à des limites d'élasticité et résistances maximales réduites également, mais une bien meilleure ductilité jusqu'à 600 °C. Exposé à des températures de l'ordre de 600-850 °C, le matériau hors-équilibre vieillit in-situ (nucléation et grossissement des précipités γ'). Cela conduit à une augmentation de la limite d'élasticité dans cette gamme de températures d'essai. L'anisotropie sur $R_{p0,2}$ et R_m est de 7 % au maximum, donc peu marquée au regard de la littérature. Enfin, la rupture se fait de manière intragranulaire et ductile de 20 à 700 °C, avec des faciès elliptiques témoignant d'une déformation anisotrope. Le mécanisme de rupture bascule vers un mode intergranulaire et fragile de 800 à 850 °C en raison de l'oxydation aux joints de grains, menant à leur décohésion.

III.3. Propriétés en fluage isotherme sous air

Cette partie est dédiée à l'étude des propriétés en fluage du Waspaloy CMT brut de fabrication. La pièce réparée sera amenée à être sollicitée lentement, à chaud et sur de longues périodes, d'où l'importance de ces essais. De plus, comme cela a été discuté dans le chapitre bibliographique (partie I.4.c.iii), la littérature manque d'études sur le fluage des superalliages élaborés par WAAM/CMT.

Des essais de fluage isotherme sous air, menés à rupture, sont donc réalisés de 700 à 850 °C. Cette large gamme de température permet de ratisser toutes les conditions : du régime basse température - haute contrainte jusqu'au régime haute température - basse contrainte. Les courbes déformation-temps sont donc présentées, dans un premier temps. Un phénomène surprenant de contraction (ou « fluage négatif ») se manifeste en début d'essai, son origine est donc discutée. L'approche de Larson-Miller est ensuite employée de sorte à pouvoir comparer les éprouvettes CMT H et V entre elles, et avec les matériaux forgés sub- et super-solvus. Enfin, les faciès de rupture sont analysés, de même que les coupes longitudinales, de sorte à identifier les modes d'endommagement.

III.3.a. Courbes déformation-temps

La Figure III.43(a) montre les courbes issues des essais de fluage isotherme à 700 °C, avec des chargements de 500 (en bleu), 600 (en orange) et 650 MPa (en vert). Toutes les courbes sont plutôt « étranges » et éloignées de ce qui est attendu lors d'un essai de fluage. Les chargements de 600 et 650 MPa sont des conditions demandées par le BE car il s'agit de valeurs classiques de contraintes à cette température pour des essais de réception du matériau forgé. Toutefois, dans le cas du Waspaloy CMT post-fabrication, ces contraintes sont trop proches voire trop élevées par rapport à la limite d'élasticité déterminée à 700 °C (605-612 MPa, voir partie III.2.b.i). Il y a donc une plastification rapide avec des variations importantes de déformation, un faible allongement à rupture (< 0,2 %) et des durées de vie très courtes (< 30 h). A 500 MPa, les résultats sont meilleurs mais la courbe reste inhabituelle. On observe, pour l'éprouvette horizontale (H) en particulier, la première occurrence d'une période de contraction en début d'essai. Après près de 70 h de contraction, l'allongement reprend jusqu'à rupture. L'éprouvette V semble par ailleurs se déformer plus rapidement. A 750 °C (Figure III.43(b)), le constat est similaire : l'éprouvette H affiche une première phase de contraction (environ 45 h) et l'éprouvette V a une vitesse de déformation supérieure. Elle atteint cependant un meilleur allongement avant sa rupture.

Aux températures supérieures, à savoir à 800 °C (Figure III.43(c)) et 850 °C (Figure III.43(d)), la tendance s'inverse : ce sont les éprouvettes H qui ont tendance à déformer plus rapidement et qui font preuve de plus de ductilité. Les durées de vie sont généralement meilleures aussi, même si l'écart avec

l'éprouvette V est faible. A une température donnée, plus la contrainte est grande, plus la durée de vie est faible et plus la déformation est importante. Ici encore, une phase de contraction (déformation négative) se manifeste en début d'essai, que ce soit sur les éprouvettes V ou H. Toutes ne sont pas concernées, mais cet effet se retrouve sur la moitié des essais environ. La durée est de 28 h à 800 °C et moins de 3 h à 850 °C. Il semble que plus la température d'essai est haute, moins la contraction dure longtemps.

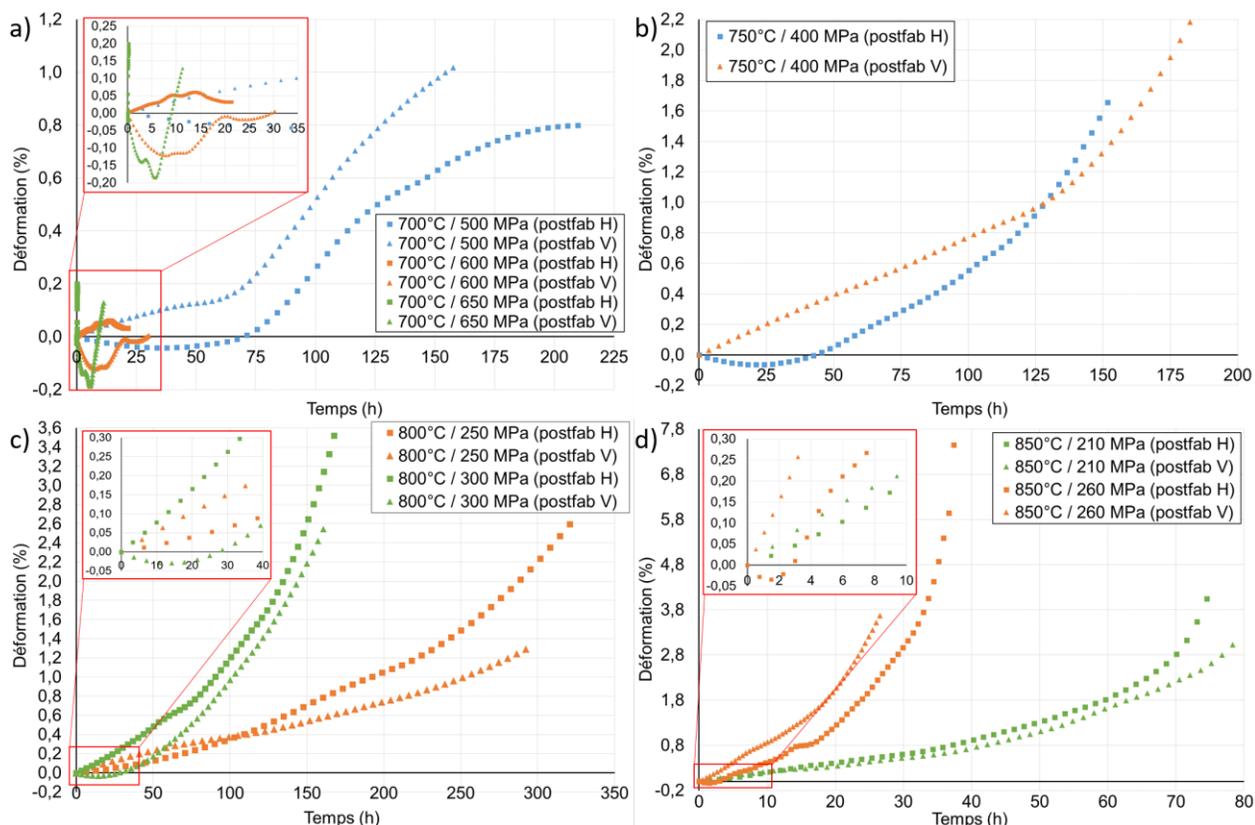


Figure III.43. Courbes de fluage du Waspaloy CMT post-fabrication à : (a) 700 °C, (b) 750 °C, (c) 800 °C et (d) 850 °C.

Le Tableau III.6 résume les propriétés en fluage du Waspaloy CMT post-fabrication en fonction de la direction de sollicitation (H ou V) et des conditions d'essais (température et contrainte). Sur ces essais, les caractéristiques principales sont la durée de vie (DDV) et l'allongement à rupture (A%). La vitesse de déformation pendant le fluage secondaire ($\dot{\epsilon}_{II}$) n'est ici pas déterminée en raison de l'absence de réel stade secondaire ; les courbes ne présentent pas de section rectiligne où la vitesse est constante. L'absence de fluage primaire peut résulter de plusieurs causes d'après *Cormier* [380] : une microstructure stable ou très lentement évolutive, ou encore une charge trop faible pour induire massivement du cisaillement au niveau des précipités. Ici, au regard de la microstructure post-fabrication étudiée en partie III.1, cette dernière est très hors-équilibre et amenée à évoluer rapidement. Il s'agirait ici plutôt d'un nombre insuffisant de précipités γ' , ou de trop petite taille, pour laisser paraître le cisaillement au niveau macroscopique. Il est très probable aussi que la phase de contraction puisse « camoufler » le stade

primaire. De même, l'absence de fluage secondaire serait liée à une évolution trop rapide de la microstructure, ne laissant pas le temps d'atteindre une densité constante de dislocations mobiles. Il en résulte l'existence d'un fluage tertiaire uniquement, signe d'un endommagement rapide et du vieillissement in-situ de la microstructure [381]. Cela est lié aux phénomènes de cavitation, oxydation-corrosion et précipitations « parasites » [380].

Tableau III.6. Résumé des caractéristiques en fluage du Waspaloy CMT post-fabrication à 700-850 °C.

Matière	Température	Contrainte	Direction de prélèvement	DDV (h)	A%
100 % CMT (post-fabrication)	700 °C	500 MPa	V	157,6	1,0
			H	209,8	0,8
		600 MPa	V	30,2	0,01
			H	21,4	0,03
		650 MPa	V	11,3	0,1
			H	0,3	0,2
	750 °C	400 MPa	V	182,3	2,2
			H	151,8	1,7
	800 °C	250 MPa	V	292,2	1,3
			H	320,8	2,6
		300 MPa	V	160,8	2,5
			H	167,7	3,5
	850 °C	210 MPa	V	78,3	3,0
			H	74,5	4,1
		260 MPa	V	26,5	3,7
			H	37,4	7,4

Ainsi, le Waspaloy CMT post-fabrication ne présente qu'un stade tertiaire en fluage lié à un vieillissement in-situ et un endommagement direct. Une période de contraction est observée sur les courbes en début d'essai. La partie suivante adresse ce sujet, et en discute l'origine.

III.3.b. Etude de la contraction en début d'essai

Comme introduit précédemment, une phase de déformation négative est mesurée en début d'essai sur la moitié des essais réalisés à l'état post-fabrication. Le phénomène survient indépendamment de la direction de prélèvement, sur les éprouvettes H comme V. La contraction maximale est évaluée à -0,065 %. Toutes les températures d'essai sont concernées, bien que la manifestation soit d'autant plus courte que la température est élevée, comme le montre la Figure III.44. Il est important de noter, de plus,

que la procédure d'essai de fluage (voir partie II.3.c) comprend une période de stabilisation de 3 h en température avant le chargement. La gamme de température 700-850 °C est typiquement celle à laquelle des changements microstructuraux surviennent dans le Waspaloy, et notamment associés aux précipités γ' et aux carbures (voir partie I.1.e.iii), d'autant plus s'il possède une microstructure hors-équilibre comme c'est le cas avec le procédé CMT.

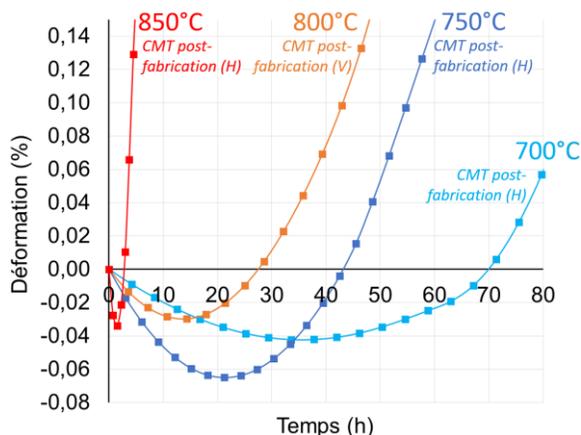


Figure III.44 Evolution de la durée de la période de contraction en fonction de la température lors d'essais de fluage sur le Waspaloy CMT post-fabrication.

Dans la littérature, ce phénomène de « fluage négatif » est reporté dans le cas des superalliages base Ni depuis les années 1980, et couramment justifié par soit des « erreurs de mesure », soit des « instabilités microstructurales » d'après *Timmins et al.* [382]. Plus tard, *Reppich* s'est penché en détails sur la question dans le cas de l'Inconel 738. Il tranche en faveur d'une contraction volumique liée à des changements de composition ou de fraction volumique de phases secondaires [383], [384], et insiste qu'il n'y a pas de lien avec les changements de morphologie ou de fraction volumique de la phase γ' . Ce sont, selon lui, plutôt les phases mineures présentes qui provoquent le phénomène. Plus récemment, en 2015, *Kinzel et al.* ont étudié cela pour le Waspaloy lors d'une exposition à 550, 650 et 750 °C jusqu'à 10 000 h [385]. Ils notent une contraction bien marquée aux deux plus basses températures (maximum -0,03 %, même en l'absence de chargement et après un traitement thermique complet), et notent que l'effet est minimisé à 750 °C. Les auteurs expliquent cela par trois composantes : des variations des fractions volumiques de γ , γ' et carbures en fonction de la température (allongement moyen de +0,003 %), des variations de la composition chimique de toutes les phases (contraction moyenne de -0,025 %) et, enfin, la transformation des carbures TiC en $Cr_{23}C_6$ qui augmente la densité (contraction moyenne de -0,01 %). Ce dernier point peut effectivement engendrer des changements de densité importants, avec les carbures primaires TiC qui ont une densité moyenne de $4,9 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ [386], contre les carbures secondaires $(Cr,Mo)_{23}C_6$, $Cr_{23}C_6$ et $(Cr,Co,Mo)_{23}C_6$ qui affichent des densités de $6,7 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ [387], $6,9 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ [388] et $7,1$

$\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ [389] respectivement. De plus, *Metcalfe et al.* ont montré que l'application d'un chargement pendant les premiers stades du vieillissement d'un superalliage (Nimonic 80A) mène à l'accélération de ce taux de contraction [390]. Bien plus récemment encore, en 2021, *Firlus et al.* ont étudié le fluage négatif à 550 °C sur des dérivés du Waspaloy [391]. Ils démontrent que c'est l'ordre à courte distance des atomes de Cr et Al qui est principalement responsable du phénomène, combiné avec la transition des carbures MC vers M_{23}C_6 qui peut amplifier l'effet mais n'en est en aucun cas la seule cause. De plus, il peut arriver que le phénomène de contraction existe mais soit masqué par l'augmentation de fraction volumique de phase γ' , ou alors que la déformation plastique soit assez grande pour prendre le dessus [392]. Cela peut être le cas à haute température, par exemple.

Dans le cas du Waspaloy CMT post-fabrication, la contraction est inévitablement liée à la microstructure hors-équilibre qui évolue avant et pendant l'essai, étant donné les températures appliquées. Il est montré en partie V.2.a que le phénomène disparaît après traitement thermique, avec la précipitation γ' optimisée et les transformations de carbures MC en M_{23}C_6 survenues en amont. Ainsi, la contraction semble en effet ici liée à une combinaison de multiples effets. D'une part, la nucléation et le grossissement in-situ de précipités γ' qui entraîne une diminution des paramètres de maille de la matrice γ et de la phase γ' , induisant une contraction du matériau lors d'un simple maintien isotherme. Il y a en plus de cela les changements de composition chimique, avec chaque phase qui évolue vers sa composition d'équilibre thermodynamique : les teneurs en Al, Ti et Ni augmentent dans les précipités γ' et diminuent dans la matrice, et inversement pour Cr, Co et Fe [393]. D'autre part, les carbures primaires (Ti,Mo)C ou TiC se décomposant en carbures secondaires $(\text{Cr,Mo})_{23}\text{C}_6$, Cr_{23}C_6 ou $(\text{Cr,Co,Mo})_{23}\text{C}_6$ contribuent aussi à une hausse générale de la densité du matériau. Enfin, la réduction de la période de contraction avec l'augmentation de la température d'essai (Figure III.44) indique un effet de la cinétique de précipitation. La raison pour laquelle cette contraction ne concerne que la moitié des éprouvettes reste énigmatique. L'utilisation d'une machine électromécanique ou la réalisation d'essais de dilatométrie pourrait permettre d'étudier le phénomène de contraction avec plus de précision. En effet, l'équipement employé dans ces travaux engendre un bruit assez important sur les données, d'autant plus que la longueur utile des éprouvettes utilisées est relativement courte, compte tenu de la matière disponible pour ces travaux. Il serait aussi intéressant de regarder si la localisation du prélèvement dans le mur a un effet sur l'occurrence ou non de la contraction ; il semble que davantage d'éprouvettes H y soient sujettes. Le gradient de taille de précipités γ' joue certainement un rôle. Il n'est pas difficile d'imaginer qu'un échantillon issu du haut du mur, totalement hors-équilibre et n'ayant pas perçu de revenu in-situ par dépôt de couches par-dessus,

montre une contraction plus importante et plus longue. Par manque de temps et de matière, ces essais complémentaires n'ont pas été réalisés mais restent de possibles perspectives d'études.

La partie suivante est consacrée à l'emploi de l'approche de Larson-Miller dans le but de comparer les éprouvettes CMT H et V, mais aussi avec les échantillons de Waspaloy forgé sub- et super-solvus.

III.3.c. Approche de Larson-Miller

L'approche de Larson-Miller repose sur l'hypothèse que le fluage secondaire occupe une majeure partie de la DDV, et que l'initiation du stade tertiaire survient toujours à une même déformation critique constante, notée ϵ_{crit} . La relation de Monkman-Grant [394], en Équation 15 [394], traduit cela avec $\dot{\epsilon}^m$ la vitesse de déformation minimale en fluage et t_r le temps à rupture (en h) :

$$\dot{\epsilon}^m \cdot t_r = \epsilon_{crit} \quad \text{Équation 15}$$

En couplant avec la loi de Norton-Bailey, où $\dot{\epsilon}$ est la vitesse de déformation à chaque instant, en Équation 16 [380] :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \left(\frac{\sigma}{\lambda} \right)^n \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad \text{Équation 16}$$

Il est alors possible de définir le paramètre de Larson-Miller (PLM) à travers l'Équation 17 [380], avec T la température d'essai (en K) et C une constante souvent prise égale à 20 :

$$PLM = T(C + \log(t_r)) \quad \text{Équation 17}$$

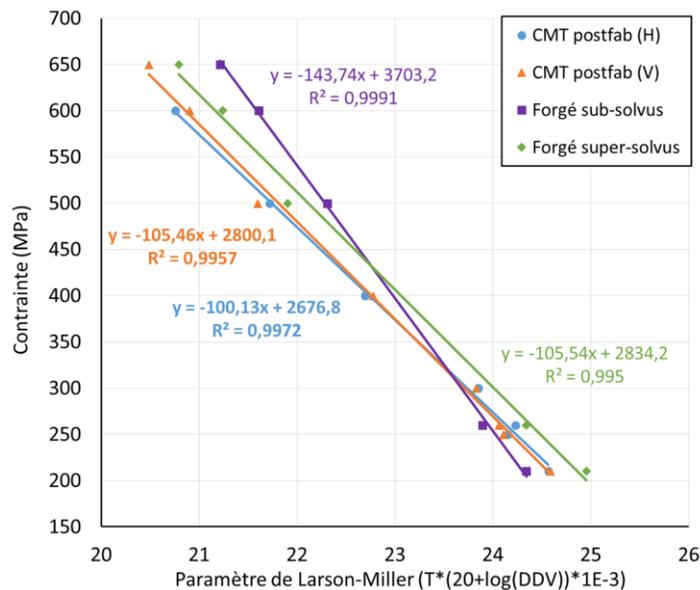


Figure III.45. Diagramme de Larson-Miller du Waspaloy CMT post-fabrication et comparaison avec les forgés de référence.

Le calcul de ce paramètre pour chaque matériau et chaque condition d'essai de fluage permet de comparer les alliages, d'extrapoler et prédire les DDV d'essais non réalisés ou encore calculer la température/contrainte admissible pour une DDV visée. C'est ce qui a été fait pour le Waspaloy CMT post-fabrication H, V mais aussi pour les forgés sub- et super-solvus. Ces derniers ont été testés en fluage aussi, selon les mêmes conditions ; les courbes déformation-temps ainsi que le tableau récapitulatif associé sont présentés en Annexe 3. Le diagramme de Larson-Miller des 4 matériaux est tracé en Figure III.45. Un point a été retiré, celui de l'essai à 700 °C / 650 MPa pour l'éprouvette CMT H en raison d'une DDV beaucoup trop courte (16 min) qui amenait une déviation considérable.

Pour les échantillons forgés, le sub-solvus (petits grains) est très bon en régime basse température - haute contrainte, jusqu'à environ 425 MPa. En-dessous, c'est le matériau super-solvus (gros grains) qui prend le dessus. La grande taille de grains est favorable en fluage à haute température en limitant le phénomène de fluage diffusion, intergranulaire (Coble) comme intragranulaire (Herring-Nabarro). La plus faible densité de joints de grains est également très avantageuse.

Le Waspaloy CMT post-fabrication fait aussi preuve d'une bonne corrélation linéaire ($R^2 > 0,99$), alors même que l'hypothèse d'un stade secondaire majoritaire n'est pas respectée. Les échantillons H et V se comportent de manière assez semblable, avec une légère inclination des éprouvettes V à mieux résister à basse température- haute contrainte tandis que H est meilleur à haute température - basse contrainte. Cela est surprenant étant donné la taille de grains apparente dans chaque cas ; il serait plutôt attendu l'inverse avec les gros grains colonnaires des éprouvettes V, où les joints sont en plus orientés parallèles à la direction de chargement. La tendance est toutefois peu prononcée, il se peut que ce petit écart ne soit dû qu'à de la dispersion expérimentale.

Globalement, le Waspaloy CMT a un comportement semblable à celui du forgé super-solvus, avec des pentes de droites d'ajustement très proches ($\approx 100-105$). Cela s'explique par leur structure granulaire grossière commune. Les propriétés sont toutefois inférieures en raison de la microstructure non-optimisée. Cependant, en-dessous d'environ 325 MPa, le CMT brut de fabrication, H comme V, dépasse les propriétés du matériau forgé sub-solvus. Cela est un point important, ce matériau étant équivalent au substrat de la pièce à recharger. Le rechargement CMT, avant même l'exécution d'un traitement thermique pour optimiser la microstructure et les propriétés mécaniques, peut donc être équivalent voire surpasser le composant original dans certaines conditions. En fonction de l'application exacte visée et des modalités de sollicitation, ainsi que du critère de dimensionnement retenu, il peut ne pas être nécessaire de pratiquer un revenu sur la pièce réparée.

III.3.d. Fractographie et analyse de coupes longitudinales

Pour clore cette partie, une étude des faciès de rupture est proposée pour identifier le mode de rupture (inter- ou intragranulaire), en fonction des conditions d'essai et de la direction de prélèvement. Quelques coupes longitudinales ont été réalisées pour mettre en valeur la localisation des fissures secondaires ou encore la présence de produits d'oxydation.

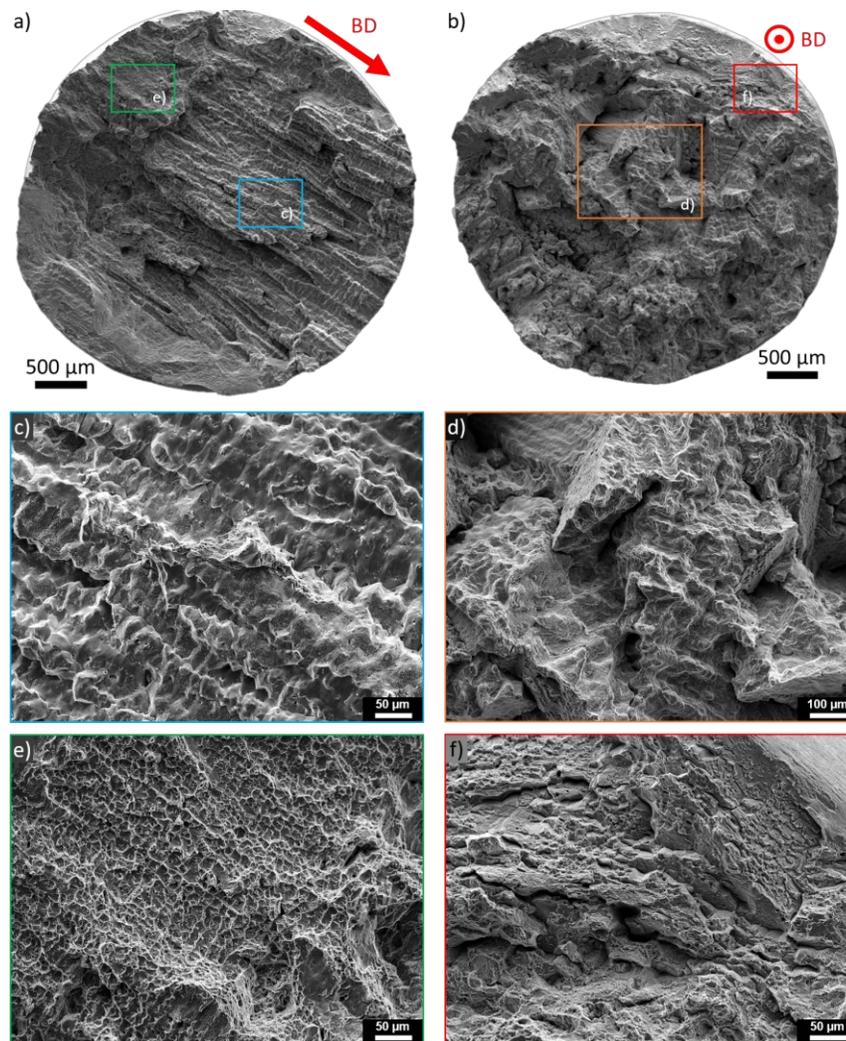


Figure III.46. Faciès de fluage du Waspaloy CMT post-fabrication après essai à 700 °C et 500 MPa : (a,c,e) éprouvette H et (b,d,f) éprouvette V.

La Figure III.46 montre les faciès de rupture des éprouvettes testées en condition basse température - haute contrainte (700 °C / 500 MPa). Ces derniers sont également représentatifs de ce qui est observé à 600 et 650 MPa, ainsi qu'à 750 °C / 400 MPa. La rupture apparaît mixte, essentiellement intergranulaire comme l'attestent les grains colonnaires et les structures dendritiques bien visibles (Figure III.46(c,d)) dans les deux directions. Certaines régions, minoritaires (environ 20 % de la surface), affichent

des cupules signes de rupture ductile (Figure III.46(e,f)). Les essais à 700-750 °C sur le matériau post-fabrication sont pourtant ceux faisant preuve des plus faibles valeurs de déformation à rupture, d'après le Tableau III.6.

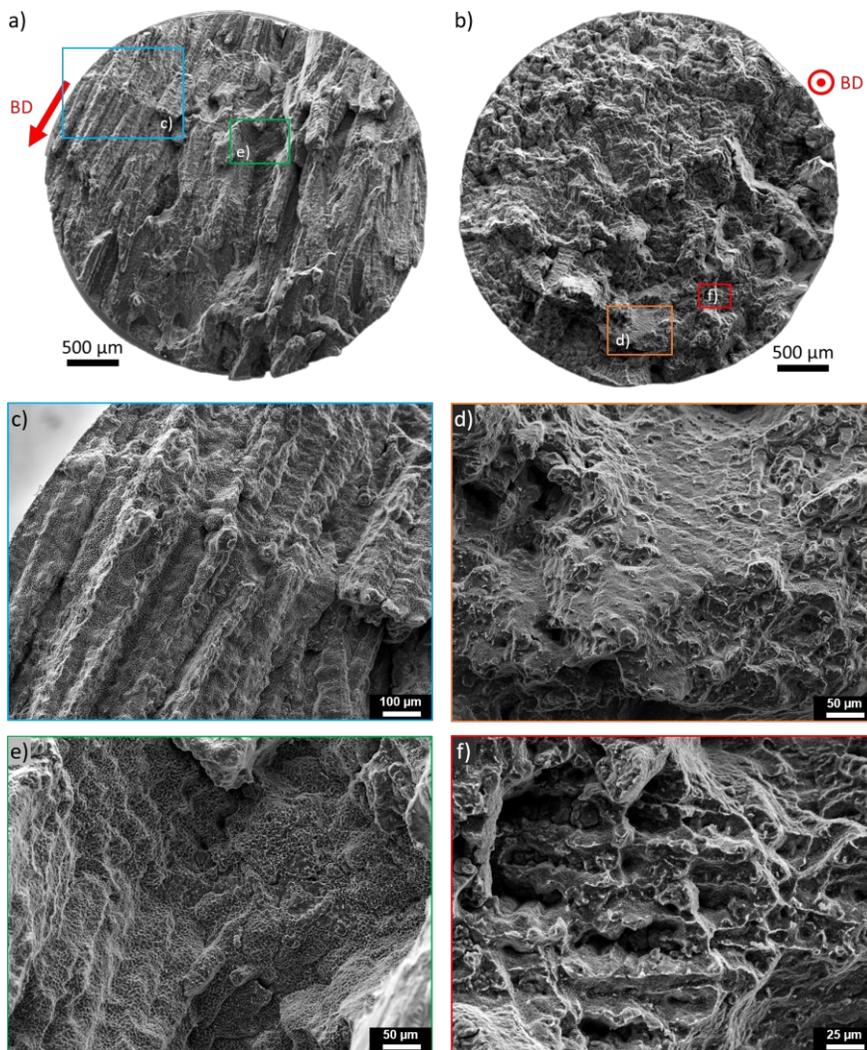


Figure III.47. Faciès de fluage du Waspaloy CMT post-fabrication après essai à 850 °C et 210 MPa : (a,c,e) éprouvette H et (b,d,f) éprouvette V.

En condition haute température - basse contrainte, comme à 850 °C / 210 MPa en Figure III.47, la rupture bascule sur un mode 100 % intergranulaire. La structure dendritique apparaît bien nette en surface, avec des particules claires qui laissent penser aux carbures primaires ; la rupture surviendrait donc de façon interdendritique. Les ID contiennent de nombreux précipités de phase secondaires ainsi que les joints de grains. Le Waspaloy étant particulièrement sensible à l'oxydation, la décohésion des joints de grains lors d'essais à chaud sous air semble la principale cause de ces faciès. Cela avait déjà été suggéré lors de l'analyse des essais de traction. Il aurait été intéressant de comparer avec quelques essais sous

vide, mais cela n'a pas été réalisé par manque de temps. Toutes les analyses de faciès du Waspaloy CMT post-fabrication après essai de fluage sont présentées en Annexe 4.

Pour compléter cette analyse de faciès et essayer d'observer les possibles changements microstructuraux survenus, certaines éprouvettes ont été découpées longitudinalement, polies et observées. Que ce soit les éprouvettes H (Figure III.48) ou V (Figure III.49), la structure granulaire ressort très bien et permet la distinction des divers cordons. Les faciès sont accidentés, en lien avec les constats précédents. La présence de nombreuses fissures intergranulaires est notée (Figure III.48(b,c)). Elles sont généralement perpendiculaires à la direction de chargement, et de relativement petite taille ($\leq 350 \mu\text{m}$). Dans le cas des éprouvettes V, elles sont essentiellement localisées proches des régions intercordons (Figure III.49(b,c)).

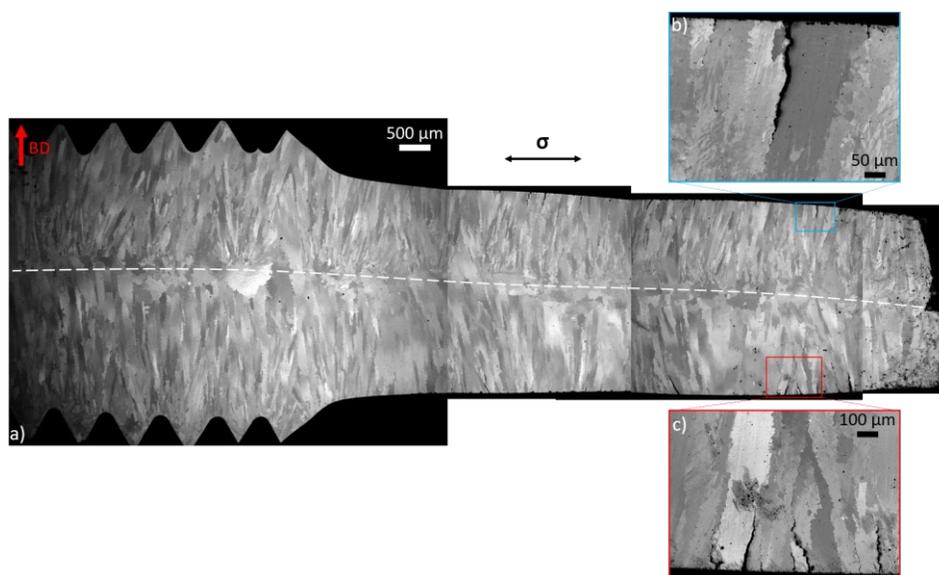


Figure III.48. Coupe longitudinale observée en mode BSE au MEB d'une éprouvette de fluage de Waspaloy CMT post-fabrication H testée à 800 °C et 250 MPa : (a) allure générale de la structure granulaire et (b,c) fissures secondaires intergranulaires.

Enfin, lors de l'observation de certaines coupes longitudinales d'éprouvettes après essai à haute température (850 °C notamment), la présence de produits d'oxydation a été notée dans les fissures secondaires. C'est le cas à 850 °C / 210 MPa, comme l'illustre la Figure III.50, avec des fissures intergranulaires en surface de l'éprouvette remplies de matière grisâtre (Figure III.50(b)). Le Waspaloy est, en effet, particulièrement sensible à l'oxydation en raison de sa composition. Il a tendance à former des oxydes fragiles (TiO_2 et NiCr_2O_4) entre 750 et 875 °C [378], [395]. De plus, des changements microstructuraux notables ressortent après essai de fluage. La Figure III.50(c) montre une précipitation continue aux joints de grains, contrairement aux carbures ponctuels (Ti,Mo)C blocky à l'état post-fabrication. Les particules dans les ID sont également bien plus nombreuses, et présentent de nouvelles

morphologies. Leur contraste clair laisse penser qu'il s'agit de carbures, ce qui sera avéré ensuite après une analyse extensive en partie IV.2. D'une part, cette précipitation de carbures secondaires pourrait, au moins en partie, expliquer le phénomène de « fluage négatif ». D'autre part, elle pourrait contribuer à la sensibilité du matériau à l'oxydation. En effet, *Chen et al.* ont démontré parmi une variété de superalliages base Ni que le Waspaloy présente la corrosion interne la plus profonde après une exposition de 1 000 h à 750 °C [378]. Une des raisons à cela est l'oxydation des carbures $M_{23}C_6$ aux joints de grain. L'exposition à haute température implique donc bien des évolutions de la microstructure du Waspaloy CMT ; le chapitre IV est donc dédié à l'étude de la stabilité microstructurale du matériau.

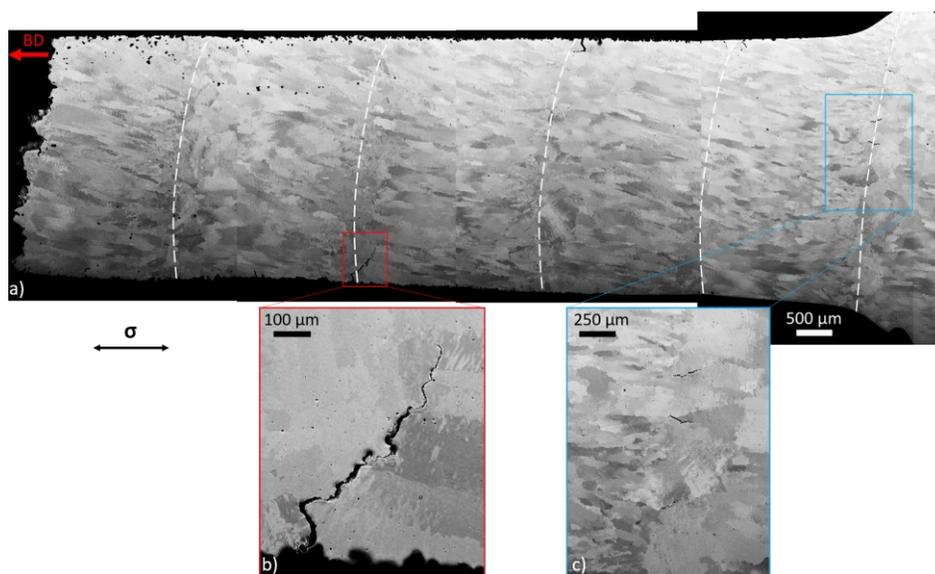


Figure III.49. Coupe longitudinale observée en mode BSE au MEB d'une éprouvette de fluage de Waspaloy CMT post-fabrication V testée à 800 °C et 300 MPa : (a) allure générale de la structure granulaire et (b,c) fissures secondaires intergranulaires.

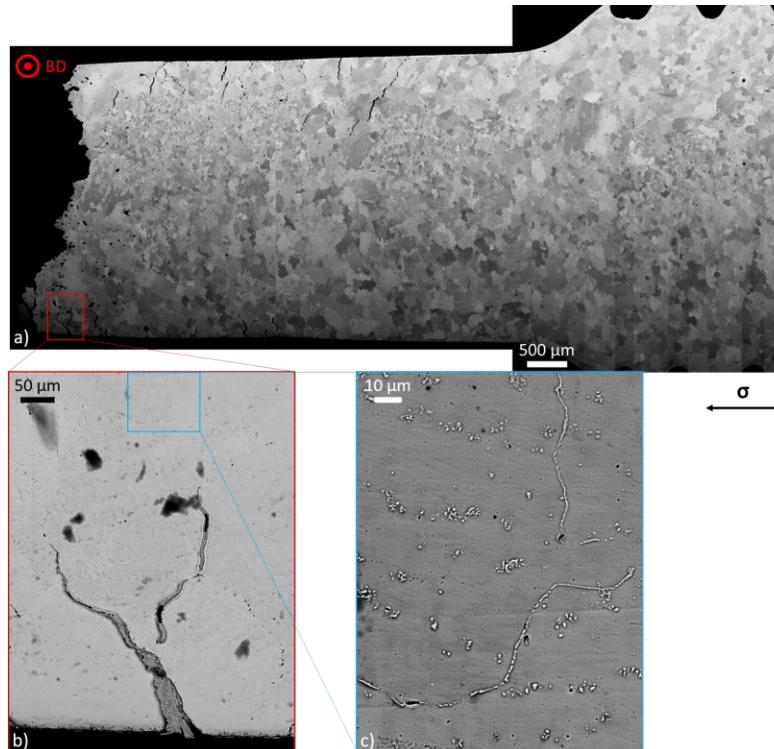


Figure III.50. Coupe longitudinale observée en mode BSE au MEB d'une éprouvette de fluage de Waspaloy CMT post-fabrication H testée à 850 °C et 210 MPa : (a) structure granulaire, (b) fissures secondaires et (c) évolution de la microstructure.

III.3.e. Synthèse sur les propriétés en fluage à l'état brut de fabrication

La tenue en fluage du Waspaloy CMT post-fabrication a été étudiée de 700 à 850 °C. Le matériau étant hors-équilibre à cause de sa solidification rapide, il vieillit in-situ (avant et pendant l'essai). Cela se manifeste sur les courbes déformation-temps qui ne présentent qu'un stade tertiaire, au lieu des trois régimes classiques de fluage. De plus, une période de contraction des éprouvettes (jusqu'à -0,065 %) est observée en début d'essai. Ce phénomène est d'autant plus court que la température d'essai est élevée. Il semble donc en partie associé à la précipitation de phase γ' qui modifie le désaccord paramétrique, ainsi qu'à la formation de carbures secondaires qui affecte la densité. Ces deux points sont étudiés en détails dans les parties IV.1 et IV.2 respectivement.

En somme, le Waspaloy CMT brut de fabrication a un comportement en fluage semblable à celui du matériau forgé super-solvus, étant donné leur structure granulaire grossière commune. Les propriétés sont toutefois inférieures en raison de la microstructure non-optimisée en termes de précipités γ' surtout. Les durées de vie sont environ la moitié de celles du matériau forgé super-solvus, et l'allongement à rupture reste très faible (3,2 % en moyenne et 7,4 % maximum). Les faciès attestent d'une rupture majoritairement intergranulaire, par décohésion des ID. Le matériau est en effet particulièrement sensible à l'oxydation aux joints de grains, et a tendance à former des oxydes fragiles. La présence de carbures

secondaires facilite cet endommagement. Entre 700 et 750 °C, quelques cupules attestent d'une part de ductilité. De 750 à 850 °C, de nombreuses fissures secondaires intergranulaires sont observées perpendiculaires à la direction de chargement. Le niveau d'anisotropie est limité en fluage à l'état post-fabrication, malgré la texture cristallographique marquée et la microstructure hétérogène.

Un point intéressant à retenir est que, en condition haute température - basse contrainte (≤ 325 MPa), le Waspaloy CMT dépasse les propriétés du forgé sub-solvus, équivalent au substrat de la pièce à recharger. Les gros grains colonnaires s'avèrent favorables dans ces circonstances en limitant les mécanismes diffusifs que ce soit dans le volume ou aux joints de grains. Ainsi le rechargement CMT, avant même l'application d'un traitement thermique pour optimiser la microstructure et les propriétés mécaniques, peut être équivalent voire surpasser le composant original dans certaines conditions. En fonction de l'utilisation exacte visée et des modalités de sollicitation, ainsi que du critère de dimensionnement retenu, il peut ne pas être nécessaire de pratiquer un revenu sur la pièce réparée.

Conclusion du chapitre III

Ce premier chapitre de résultats a adressé la caractérisation microstructurale et mécanique du Waspaloy CMT brut de fabrication. Les points clés à retenir sont les suivants :

- Le matériau présente de longs grains colonnaires orientés $\langle 001 \rangle$, donnant lieu à une texture fibreuse. La structure de solidification est de type dendritique colonnaire et permet d'estimer le taux de refroidissement moyen à $23,6 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Il en résulte une ségrégation chimique marquée, avec une distribution en Ti très hétérogène entre les cœurs de dendrite (CD) et les régions interdendritiques (ID). Ces dernières contiennent des précipités γ' plus nombreux et plus gros, avec des carbures primaires (Ti,Mo)C. Le procédé CMT induit un effet de revenu in-situ dans les couches inférieures, menant à des gradients de précipitation dans la direction de construction. Les pores sont petits et peu nombreux ; le défaut principal est la fissuration par solidification entre deux cordons. La Zone Affectée Thermiquement (ZAT) est identifiée par des marqueurs microstructuraux ; son épaisseur est estimée à 300-400 μm , soit 4 à 5 fois moins qu'en TIG.

- Les propriétés en traction uniaxiale ont été évaluées de 20 à 850 $^\circ\text{C}$. Le durcissement par la précipitation γ' ultra-fine et la sous-structure de dislocations sont efficaces, malgré l'hétérogénéité entre CD et ID, et permet d'atteindre des $R_{p0,2}$ et R_m légèrement inférieures à celles d'un matériau forgé super-solus. La ductilité est, en revanche, bien supérieure ($\approx 40 \%$ à l'ambiante). Si l'anisotropie est marquée dans le cas du module de Young en raison de la forte orientation $\langle 001 \rangle$ le long de la direction de construction, elle est très limitée pour $R_{p0,2}$ et R_m (\leq de 7 %). La corrélation d'images numériques a permis de montrer que la texture cristallographique domine, avec la déformation entièrement localisée dans le rechargement CMT, laissant la ZAT et le substrat quasi-inaffectés. La rupture survient systématiquement dans le rechargement CMT (sur les éprouvettes avec interface aussi), de façon ductile jusqu'à 700 $^\circ\text{C}$ puis intergranulaire ensuite.

- La tenue en fluage isotherme sous air a été évaluée de 700 à 850 $^\circ\text{C}$. Le matériau vieillit in-situ en raison de sa microstructure hors-équilibre et présente un stade tertiaire prédominant lié à de l'endommagement. Un phénomène de « fluage négatif » est observé en début d'essai et est probablement causé par des variations de désaccord paramétrique γ/γ' et des changements de densité par formation de carbures secondaires. Le Waspaloy CMT brut de fabrication a un comportement similaire au matériau forgé super-solus (gros grains en commun) mais ses propriétés sont inférieures en raison de la précipitation γ' non-optimisée. Il dépasse cependant le matériau forgé sub-solus (\approx substrat) en-dessous de 325 MPa ; la structure granulaire grossière est favorable à haute température. Le niveau d'anisotropie en fluage est très limité. La rupture se fait essentiellement de manière intergranulaire sous l'effet de l'oxydation des joints de grains.

Sur la base de la microstructure initiale qui vient d'être présentée, le chapitre IV s'attache à évaluer la stabilité thermique du Waspaloy CMT entre 700 et 1050 $^\circ\text{C}$.

Chapitre IV :

Stabilité thermique de la
microstructure du Waspaloy CMT

Table des matières du chapitre IV : Stabilité thermique de la microstructure du Waspaloy CMT post-fabrication

IV.1.	Vieillessement des précipités γ'	187
IV.1.a.	Evolution du diamètre et de la distribution.....	187
IV.1.a.i.	Après les revenus expérimentaux à 700-900 °C.....	187
IV.1.a.ii.	Après R1+R2 dans un mur fin	191
IV.1.b.	Evolution de la ségrégation chimique.....	192
IV.1.c.	Approche par la théorie LSW	195
IV.1.d.	Cinétique de mûrissement et énergie d'activation	196
IV.1.d.i.	Détermination expérimentale des énergies d'activation	196
IV.1.d.ii.	Discussion des possibles causes de l'écart entre CD et ID	197
IV.1.d.iii.	Limites de la théorie LSW et critiques de la méthode.....	198
IV.1.e.	Stabilité des précipités γ' à haute température.....	199
IV.1.f.	Synthèse sur le vieillissement et la stabilité des précipités γ'	203
IV.2.	Formation de phases secondaires	204
IV.2.a.	Identification de carbures secondaires.....	204
IV.2.a.i.	Observations de décoration aux joints de grains	204
IV.2.a.ii.	Observations de précipités interdendritiques en plaquettes.....	205
IV.2.a.iii.	Nature chimique.....	206
IV.2.a.iv.	Nature cristalline	209
IV.2.a.v.	Synthèse	213
IV.2.b.	Direction préférentielle de croissance des $M_{23}C_6$ en plaquettes.....	215
IV.2.c.	Stabilité des carbures $M_{23}C_6$ à haute température.....	217
IV.2.d.	Mécanismes de formation des carbures $M_{23}C_6$	219
IV.2.e.	Possible présence de phase η à 1050 °C.....	223
IV.2.f.	Synthèse sur la formation de phases secondaires.....	225
IV.3.	Approche de l'équilibre thermodynamique	226
IV.3.a.	Microstructure après un revenu prolongé : 725 h à 760 °C	226
IV.3.b.	Modélisations thermodynamiques.....	229
IV.3.b.i.	Calculs à l'équilibre des phases présentes dans les ID	229
IV.3.b.ii.	Calculs tenant compte de la ségrégation : Scheil-Gulliver à partir de la composition du fil	
	230	
IV.3.b.iii.	Calculs tenant compte de la ségrégation : Scheil-Gulliver à partir de la composition des	
	derniers 25 % de liquide	232
IV.3.c.	Synthèse sur l'équilibre thermodynamique du Waspaloy CMT : approche expérimentale et	
	numérique	235
	Conclusion du chapitre IV	237

IV. Stabilité thermique de la microstructure du Waspaloy CMT post-fabrication

Connaissant la microstructure très hétérogène et hors équilibre du Waspaloy CMT dans son état brut de fabrication, la question de son optimisation par le traitement thermique s'est rapidement posée. Ce chapitre développe donc les évolutions microstructurales survenant lors d'une exposition thermique. Une large gamme de revenus exploratoires entre 700 et 1050 °C est appliquée, pour des durées variant de 5 min à 725 h. Le grossissement des précipités γ' et les cinétiques de vieillissement associées sont approchés par la théorie de Lifshitz-Slyozov-Wagner (LSW) entre 760 et 900 °C. La formation de phases secondaires, aux joints de grains et dans les régions interdendritiques, est observée et ces dernières sont identifiées par leur nature chimique et cristalline comme étant des carbures secondaires. Des diagrammes Temps-Température-Transformation (TTT) sont établis expérimentalement pour les précipités γ' et les carbures secondaires. En raison de la nature hors équilibre du Waspaloy CMT, une tentative d'approche de l'équilibre thermodynamique par un revenu long (725 h à 760 °C) est réalisée. La microstructure obtenue est analysée, et mise en regard des simulations thermodynamiques réalisées avec Thermo-Calc®.

IV.1. Vieillissement des précipités γ'

Les précipités γ' sont d'une importance capitale dans l'obtention des excellentes propriétés mécaniques attendues pour ce type de matériau dans les pièces chaudes des turboréacteurs. C'est pourquoi il a été choisi, dans un premier temps, d'étudier leur évolution après un traitement thermique de revenu. Leur nucléation, grossissement et cinétique de mûrissement, ainsi que leur stabilité à haute température sont abordées dans cette première partie. Etant donnée l'hétérogénéité marquée entre les cœurs de dendrite (CD) et les régions interdendritiques (ID) à l'état post-fabrication, les deux populations sont distinguées à chaque analyse.

IV.1.a. Evolution du diamètre et de la distribution

IV.1.a.i. Après les revenus expérimentaux à 700-900 °C

Comme détaillé dans le chapitre I (partie I.1.d), il est attendu que les précipités γ' grossissent au cours des traitements thermiques de vieillissement. Afin d'évaluer leur mûrissement, des micrographies MEB sont collectées pour les ID et les CD respectivement après 4 h, 8 h, 16 h, 48 h et 96 h à 700, 760, 800, 845 et 900 °C. Un exemple est présenté en Figure IV.1 pour une exposition à 845 °C ; une augmentation nette de la taille des précipités sphériques est constatée, et ce dans les deux régions. Ils sont d'autant plus gros que le revenu est long. La tendance naturelle à réduire le nombre de particules en faveur de la croissance des plus grosses peut être observée. Cela est typique du mécanisme de mûrissement d'Ostwald.

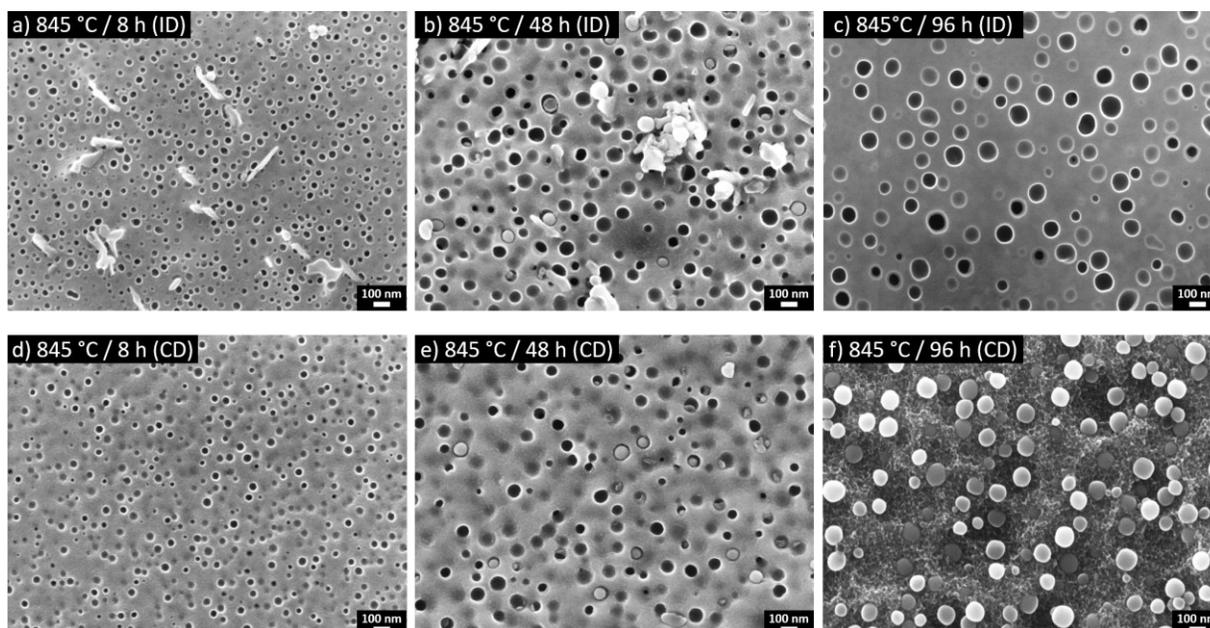


Figure IV.1. Observations MEB des précipités γ' suite à un revenu à 845 °C : (a,b,c) après 8, 48 et 96 h respectivement dans les ID et (d,e,f) après 8, 48 et 96 h respectivement dans les CD.

A partir de clichés similaires obtenus à chaque condition de revenu, les précipités γ' ont pu être quantifiés. L'évolution du diamètre moyen des particules en fonction de la durée du revenu est tracée en Figure IV.2, pour chacune des températures étudiées. L'état post-fabrication est inclus aussi, en guise de référence. Une croissance significative peut être notée pour les températures supérieures à 760 °C, alors qu'aucune tendance claire ne peut être distinguée à 700 °C. Le diamètre des précipités à cette température semble stagner, malgré une exposition prolongée. Des petites variations peuvent être attendues en raison de la provenance des échantillons traités thermiquement à des positions très variées dans un mur fin, et notamment à des hauteurs différentes. Ceux issus du haut de la structure ont une précipitation γ' de plus petit diamètre initial que ceux prélevés dans le bas, en raison de l'effet de revenu in-situ du dépôt successif des cordons. La tendance reste prononcée : à 760-900 °C, les précipités γ' sont d'autant plus gros que la température de revenu est élevée et le temps d'exposition long. Il y a donc une croissance des précipités dans cette gamme de température. De plus, au bout de 96 h, à 845 °C et 900 °C, les écart-types se recourent fortement : la taille des précipités est sensiblement la même entre ID et CD.

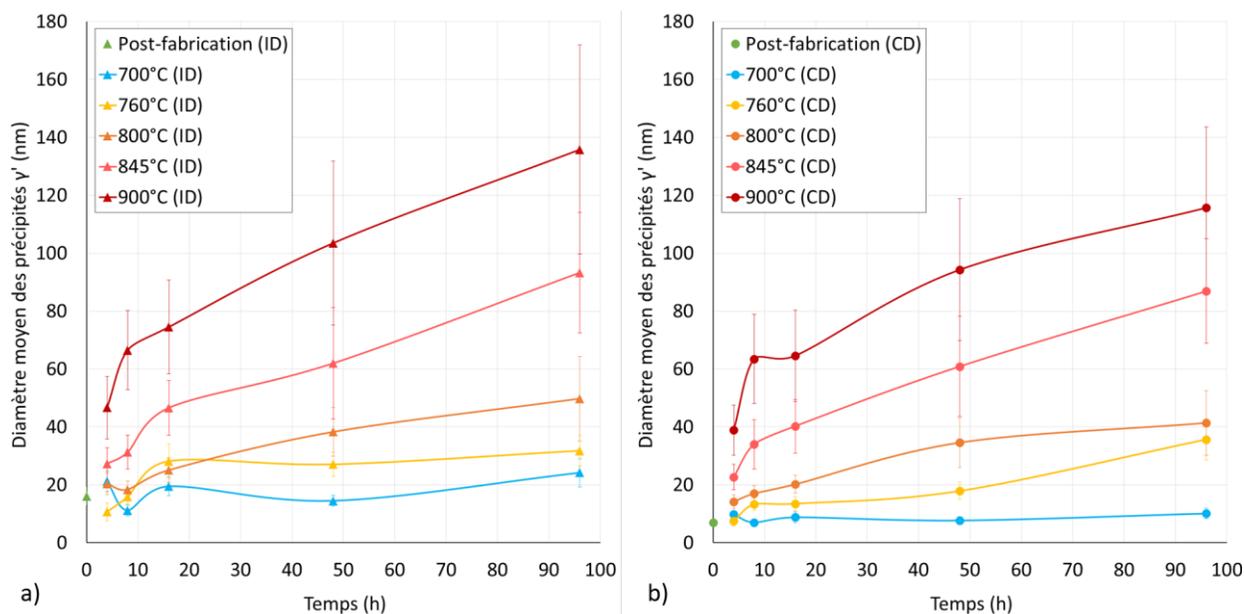


Figure IV.2. Evolution du diamètre des précipités γ' en fonction du temps et de la température de revenu, dans : (a) les ID et (b) les CD.

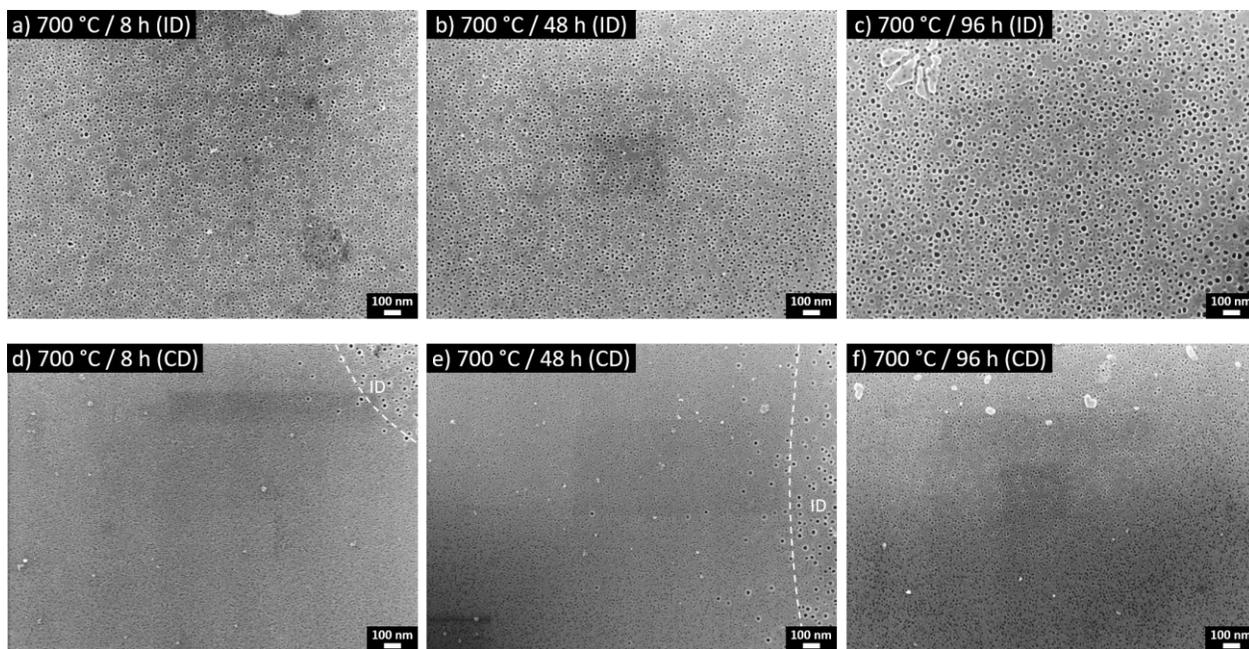


Figure IV.3. Observations MEB des précipités γ' suite à un revenu à 700 °C : (a,b,c) après 8, 48 et 96 h respectivement dans les ID et (d,e,f) après 8, 48 et 96 h respectivement dans les CD.

Après un revenu à 700 °C, peu de différences sont observées sur les micrographies en termes de taille des précipités (Figure IV.3). Si une augmentation du diamètre peut être devinée en comparant 8 h à 96 h visuellement, dans les ID comme dans les CD, les distributions issues des analyses statistiques montrent que les courbes ne s'étalent pas, ou très peu. En effet, en Figure IV.4(a), bien qu'un léger déplacement du diamètre vers la droite puisse être observé dans les ID après 4 h, la valeur moyenne du

pic reste relativement inchangée par la suite, en particulier dans les CD (Figure IV.4(b)). Par conséquent, il ne semble pas y avoir de grossissement des précipités γ' à cette température de vieillissement, et pour la gamme de temps étudiée. Il semblerait, en revanche, que ce soit plutôt un phénomène de nucléation qui survienne à cette température. Cette hypothèse sera appuyée ultérieurement dans ce manuscrit (voir partie V.1.a.i), à travers l'amélioration des propriétés en traction avec des revenus à 700 °C, suggérant en effet une augmentation de la fraction volumique en phase γ' . Aux températures supérieures, les graphiques de distribution attestent de signes évidents de grossissement des précipités, dans les ID comme dans les CD, avec un aplatissement marqué des courbes et un décalage vers de plus grandes valeurs de diamètres en augmentant la durée d'exposition. La Figure IV.5 illustre ce propos pour un revenu à 845 °C.

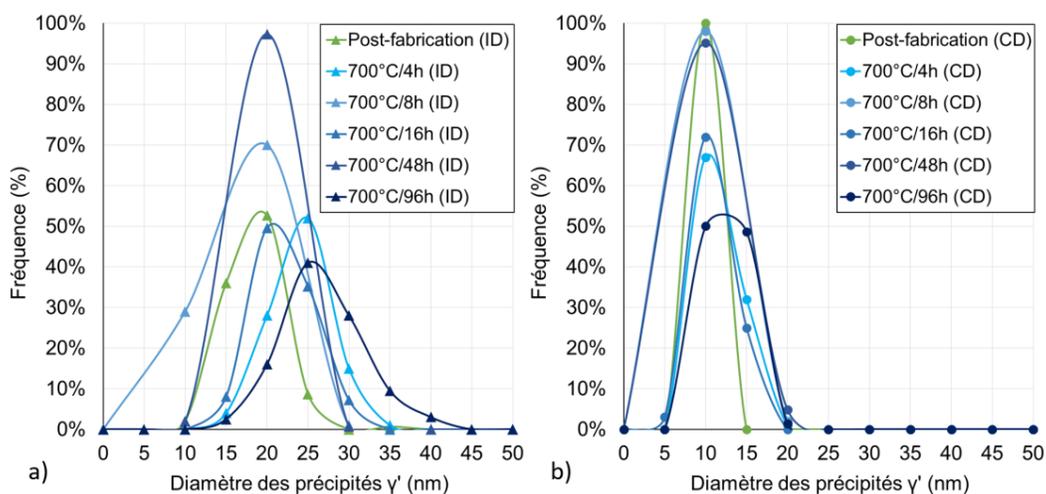


Figure IV.4. Distribution des diamètres des précipités γ' à 700 °C dans : (a) les ID et (b) les CD.

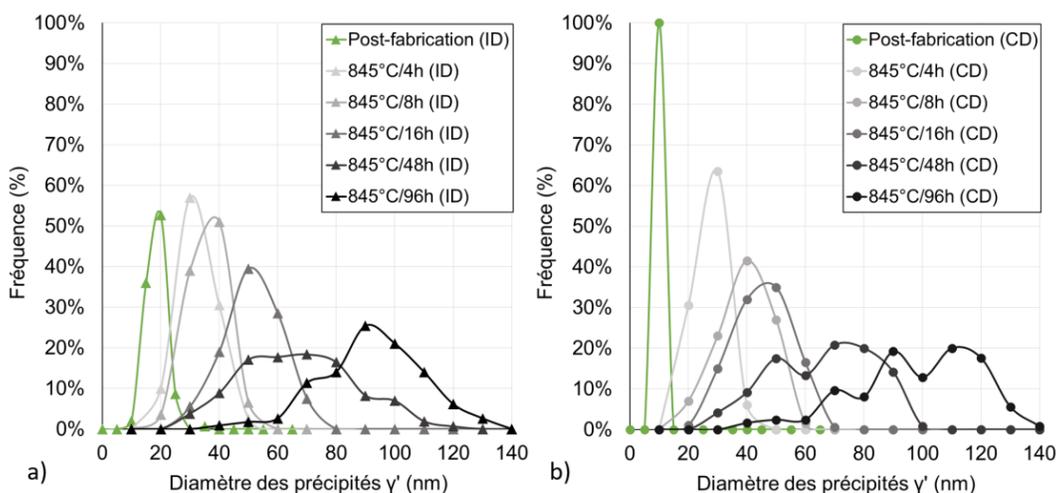


Figure IV.5. Distribution des diamètres des précipités γ' à 845 °C dans : (a) les ID et (b) les CD.

Toutes les micrographies pour les revenus de 4, 8, 16, 48 et 96 h à 700, 760, 800, 845 et 900 °C sont disponibles en Annexe 5, et les graphiques de distribution associés en Annexe 6.

IV.1.a.ii. Après R1+R2 dans un mur fin

Les revenus expérimentaux à 760-900 °C permettent donc le grossissement des précipités γ' . Dans le cas de l'application industrielle de réparation, c'est le double revenu R1+R2 (850 °C/4 h/AQ + 760 °C/16 h/AQ) qui sera appliqué. Quel est l'état de précipitation après un tel traitement thermique ? Des hétérogénéités de taille de précipités dans la hauteur d'un mur fin ont été démontrées dans le chapitre précédent. Comment évolue ce gradient avec le R1+R2 ?

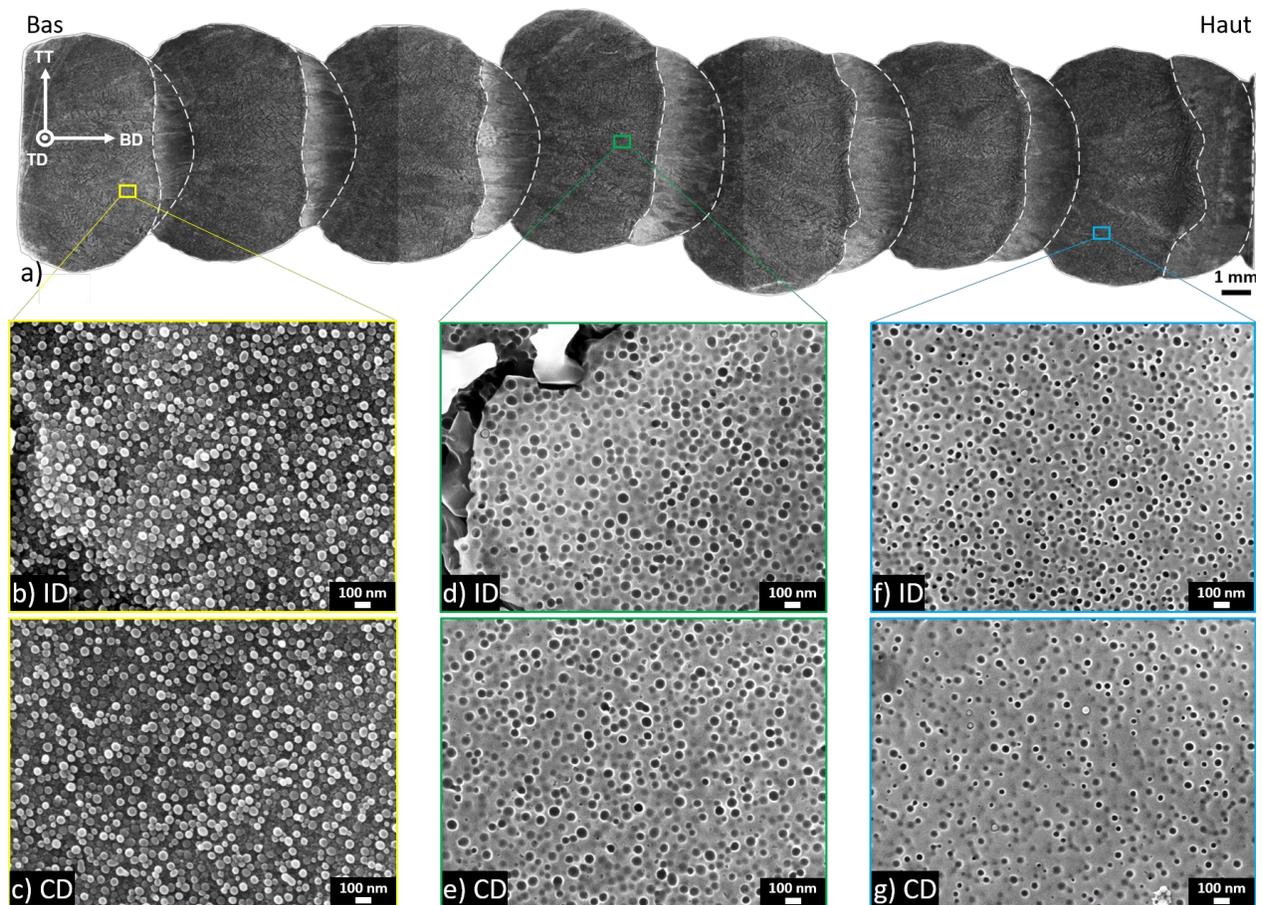


Figure IV.6. Analyse de la précipitation dans un mur fin après R1+R2 : (a) observation générale à la loupe binoculaire, (b,c) précipités γ' dans le bas de l'échantillon, (d,e) dans le milieu et (f,g) dans le haut, en distinguant ID et CD.

L'échantillon traité en partie III.1.c.i (Figure IV.6(a)) a été analysé à nouveau après R1+R2, toujours en distinguant CD et ID. Il en ressort un diamètre moyen des précipités γ' de 43,8 nm (CD) et 45,8 nm (ID) dans le bas du mur, 41,1 nm (CD) et 43,4 nm (ID) au milieu, et 33,2 nm (CD) et 34,8 nm (ID) dans le haut. Il semble donc persister un léger gradient de taille selon la direction de construction. Néanmoins, les écartypes se recoupent aux trois positions dans l'échantillon, mais aussi entre CD et ID (Figure IV.7). Le

diamètre des précipités a doublé dans les ID, et quadruplé dans les CD, en comparaison avec l'état post-fabrication.

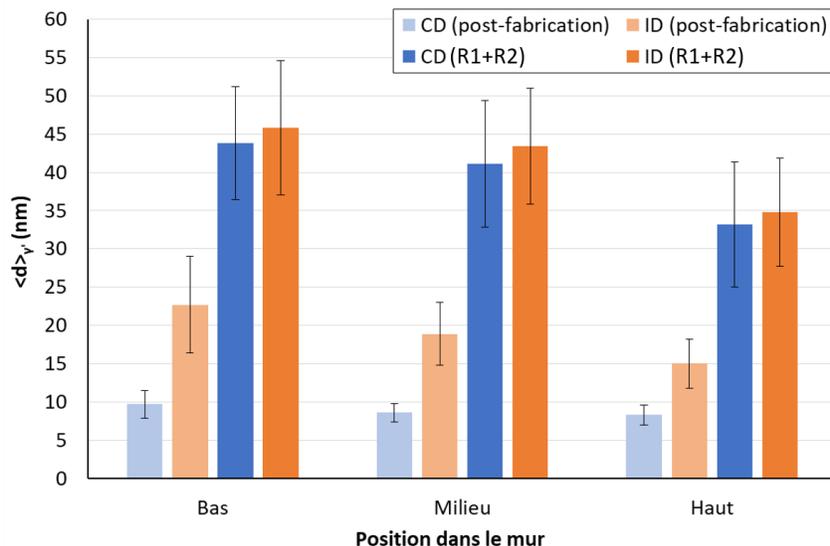


Figure IV.7. Diamètre moyen des précipités γ' après R1+R2 en fonction de leur position dans le mur : différence entre CD et ID et comparaison avec l'état post-fabrication.

Le double revenu permet donc de gommer largement les hétérogénéités qui étaient présentes à l'état post-fabrication dans la direction de construction, de faire mûrir la précipitation γ' et de l'homogénéiser dans la structure dendritique. Ces phénomènes sont liés à la diffusion des éléments d'alliage, thermiquement activée, et suggèrent une diminution de la ségrégation chimique entre ID et CD.

IV.1.b. Evolution de la ségrégation chimique

De la même manière que la ségrégation chimique dans la structure dendritique a été évaluée à l'état post-fabrication dans le chapitre III, quatre conditions de revenu ont été étudiées : 8 h à 700 °C, 16 h à 760 °C, 16 h à 845 °C et 16 h à 900 °C. Par analyse EDS-MEB, les compositions chimiques moyennes des ID et des CD ont été mesurées, et le coefficient de ségrégation k a été évalué pour les principaux éléments d'alliage. Les résultats sont présentés en Figure IV.8, avec les valeurs avant revenu pour comparaison. Pour rappel, $k = 1$ implique que le soluté est parfaitement distribué, $k > 1$ signifie qu'il est préférentiellement localisé dans les CD et $k < 1$ qu'il est ségrégué dans les ID. Globalement, après revenu, chaque élément tend un peu plus vers 1. Le phénomène est d'autant plus marqué en augmentant la température. Les ratios de Ni, Co et Fe diminuent, tandis que ceux de Ti et Mo augmentent. Cr et Al ne présentent pas de réelle tendance. Le changement le plus remarquable a lieu pour le Ti, élément crucial dans la composition des précipités γ' . Les données à 845 °C diffèrent fortement des autres, avec des valeurs de k proches de celles avant traitement thermique. Il convient de rappeler que le Waspaloy CMT étant très hétérogène par

nature après fabrication, des variations peuvent être dues au lieu d'extraction de l'échantillon dans le mur ou encore à la position de la surface analysée au sein d'une couche.

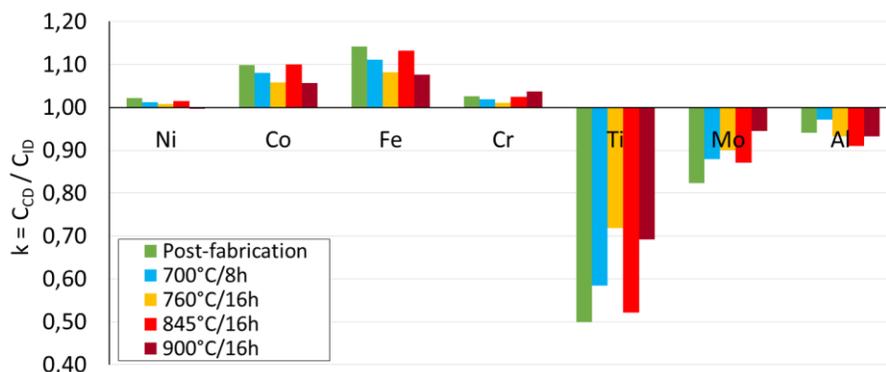


Figure IV.8. Coefficient de ségrégation pour les principaux éléments d'alliage dans le Waspaloy CMT après divers revenus et comparaison avec l'état post-fabrication.

De plus, en mettant en parallèle les compositions des CD et des ID, il apparaît que l'évolution survient essentiellement au niveau interdendritique : les taux de Ti et Mo diminuent fortement en augmentant la température de revenu (Figure IV.9(a)). La tendance inverse n'est pas constatée dans les CD (Figure IV.9(b)). Cela suppose que Ti et Mo sont les deux éléments diffusant le plus sous l'effet de l'exposition thermique, et qu'ils diffusent globalement des ID vers les CD. Cela est cohérent avec le gradient chimique observé ; le mouvement de soluté va de la zone à plus forte concentration en une espèce chimique vers la zone de concentration plus faible. Ces observations ne tiennent cependant pas compte des carbures primaires (Ti,Mo)C, présents à l'état post-fabrication, et qui ont été écartés lors des mesures dans les ID.

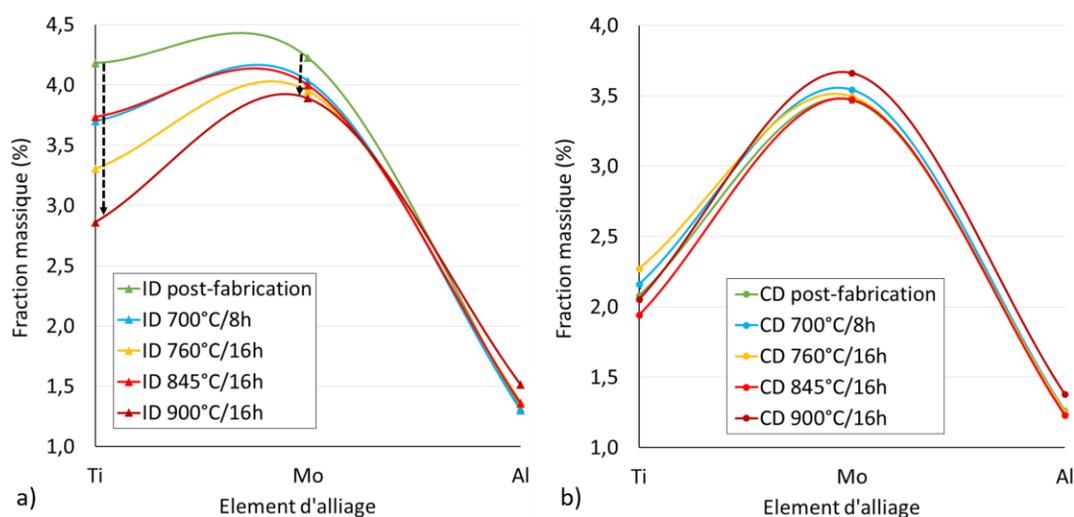


Figure IV.9. Evolution de la fraction massique en Ti, Mo et Al en fonction du revenu appliqué dans : (a) les ID et (b) les CD.

Enfin, même à la plus haute température de revenu étudiée (900 °C / 16h), l'homogénéisation est manifestement encore loin d'être atteinte. Une ségrégation chimique marquée demeure entre ID et CD, comme l'illustre la Figure IV.10. Les éléments Ti et Mo se maintiennent essentiellement dans les ID. Une mise en solution, c'est-à-dire une exposition à bien plus haute température, serait nécessaire pour distribuer plus uniformément les solutés. De plus, de nombreux facteurs peuvent jouer sur l'efficacité de la diffusion : la présence de joints de grains est connue pour faciliter la diffusion élémentaire [118], de même que les dislocations constituent des voies de diffusion rapides par effet « tunnel » (phénomène de *pipe diffusion*) [396], [397]. Une petite taille de dendrites peut également accélérer l'homogénéisation par rapport à une structure dendritique plus grossière. En effet, si on définit la longueur caractéristique L de diffusion comme étant l'espacement dendritique secondaire (λ_2), alors elle évolue avec la racine carrée du temps t selon l'Équation 18 [398] :

$$L = \sqrt{Dt} \quad \text{Équation 18}$$

Avec D le coefficient de diffusion du soluté dans Ni, variable dépendant de la température. Ainsi, plus la valeur de L est petite, plus l'homogénéisation est atteinte rapidement à une température donnée. Dans un matériau ségrégué où la taille des dendrites varie fortement, comme dans le Waspaloy CMT étudié ici, cela signifie que les zones à plus grandes dendrites nécessitent davantage de temps pour parvenir au même stade d'homogénéisation que les zones à petits dendrites.

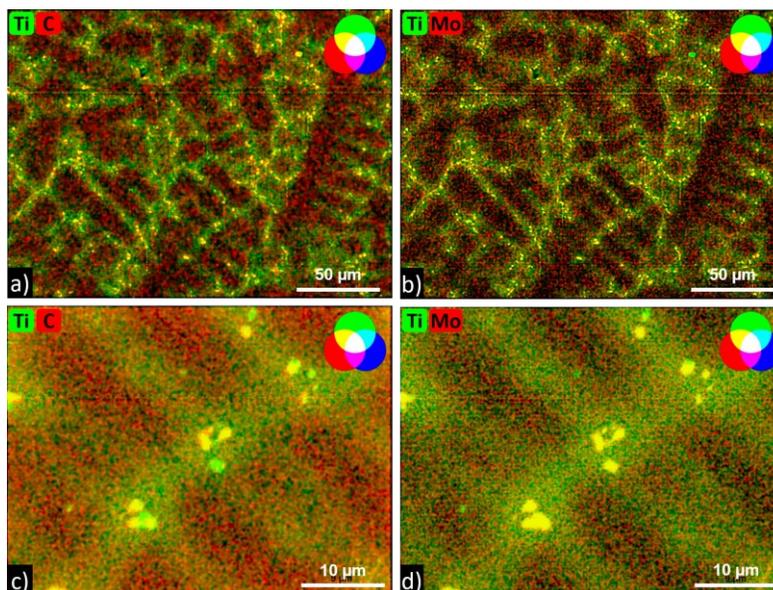


Figure IV.10. Cartographies EDS-MEB du Ti (vert) superposé avec le C ou le Mo (rouge) dans un échantillon après revenu de 16 h à 900 °C : (a,b) grossissement x500 et (c,d) grossissement x2500.

IV.1.c. Approche par la théorie LSW

Comme introduit dans le chapitre I (partie I.1.d.ii), le mûrissement d'Ostwald est le principal mécanisme de grossissement des précipités γ' . Ce processus contrôlé par diffusion volumique des solutés, notamment les éléments γ' -gènes, est couramment décrit par une loi empirique de type cubique. La théorie de *Lifshitz, Slyozov et Wagner* (LSW) affirme que le cube du rayon moyen des précipités est linéairement lié au temps de vieillissement [83], [84] :

$$\langle r(t) \rangle^3 - \langle r_0 \rangle^3 = kt \quad \text{Équation 19}$$

Avec t le temps de vieillissement, $\langle r(t) \rangle$ le rayon moyen des précipités en fonction du temps, $\langle r_0 \rangle$ le rayon moyen initial et k le coefficient cinétique.

Cette relation est vérifiée pour le Waspaloy CMT à 760-900 °C, comme le montre la Figure IV.11. A partir des données collectées précédemment, et en prenant r_0 le rayon initial à l'état post-fabrication, il apparaît que le cube du rayon moyen en fonction de la durée du revenu peut effectivement être modélisé par une courbe de tendance linéaire. Ceci est valable dans les CD (Figure IV.11(b)) comme dans les ID (Figure IV.11(a)), bien que les coefficients de corrélation dans ces dernières soient légèrement inférieurs. En effet, à 760 °C notamment, la valeur est satisfaisante dans les CD ($R^2 = 0,83$) mais l'est nettement moins dans les ID ($R^2 = 0,70$). Cela pourrait suggérer que le mécanisme de mûrissement d'Ostwald ne soit pas le seul à intervenir à cette température. En lien avec le plateau observé sur les diamètres après 16 h à 760 °C en Figure IV.2(a), il est possible de faire l'hypothèse que le phénomène de nucléation se mêle au grossissement des particules déjà existantes. De même, comme attendu suite aux résultats déjà présentés, aucune corrélation linéaire n'est remarquée à 700 °C. En revanche, à 800-900 °C, les coefficients de corrélations sont excellents ($R^2 > 0,94$), validant bien la théorie LSW. Les coefficients cinétiques k se trouvent être les pentes des droites d'ajustement. Ces derniers augmentent avec la température ; une température de revenu élevée accélère le processus de grossissement. Ils sont également plus importants dans les ID que dans les CD.

Ainsi, il semble que :

- A 700 °C, le phénomène de nucléation de précipités γ' est prépondérant ;
- A 760 °C, le mûrissement d'Ostwald coexiste avec la nucléation ;
- Entre 800 et 900 °C, le mûrissement d'Ostwald est majoritaire et permet une croissance importante des précipités γ' , suivant la classique loi LSW.

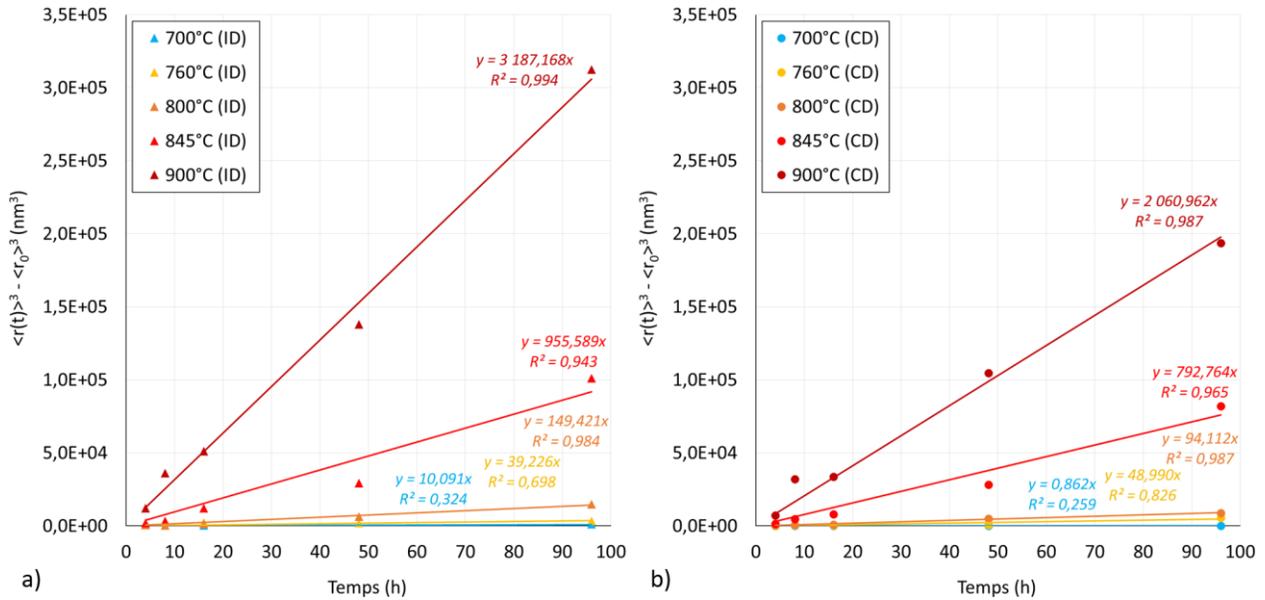


Figure IV.11. Evolution du cube du rayon des précipités γ' en fonction du temps pour diverses températures de revenus, dans : (a) les ID et (b) les CD.

IV.1.d. Cinétique de mûrissement et énergie d'activation

IV.1.d.i. Détermination expérimentale des énergies d'activation

Le phénomène de grossissement des précipités γ' étant thermiquement activé, il existe une quantité d'énergie nécessaire à fournir pour permettre sa réalisation. Il s'agit de l'énergie d'activation de la diffusion, notée Q . Cette dernière peut être estimée connaissant la valeur des coefficients cinétiques k à chaque température ; c'est le cas ici, en récupérant les coefficients directeurs des droites en Figure IV.11. D'après l'Équation 6 en partie I.1.d.ii, k dépend de nombreux autres paramètres tels que l'énergie libre de surface de l'interface matrice/précipité (σ), la fraction molaire du soluté à l'équilibre ($C_e\gamma'$) et le volume molaire du précipité ($V_m\gamma'$) [78]. Par souci de simplification, il est possible de négliger la dépendance de σ , $C_e\gamma'$ et $V_m\gamma'$ à la température et de les considérer comme constants entre 760 et 900 °C. En employant la forme d'Arrhenius du coefficient de diffusion, k peut s'exprimer sous une nouvelle forme :

$$k = \frac{A}{T} \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad \text{Équation 20}$$

Avec A une constante. En traçant $\ln(kT)$ en fonction de $1/T$, tel que cela est présenté en Figure IV.12, il est possible de remonter à l'énergie d'activation Q du mûrissement des précipités γ' :

$$\ln(kT) = \frac{-Q}{RT} + \ln(A) \quad \text{Équation 21}$$

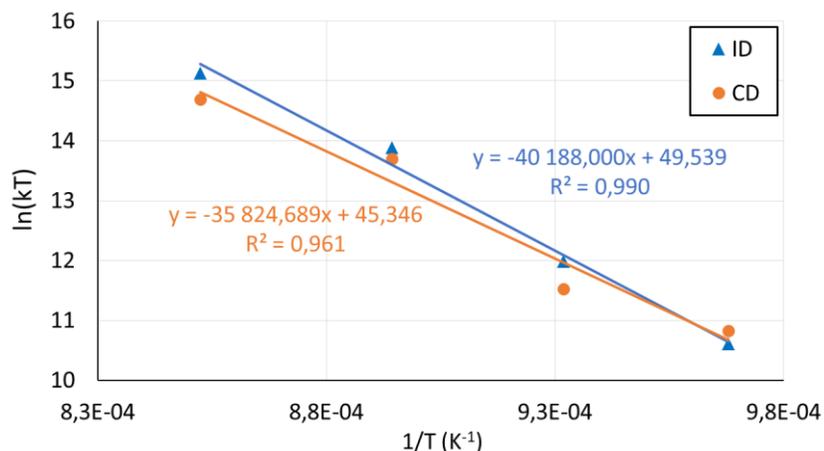


Figure IV.12. Diagramme d'Arrhenius permettant le calcul de l'énergie d'activation du mûrissement des précipités γ' à 760-900 °C.

En distinguant les précipités γ' des ID et des CD, en raison de leur différence de taille et quantité, il en ressort deux droites distinctes dans la gamme de température 760-900 °C. Bien qu'assez semblables, les pentes mènent à des valeurs d'énergies d'activation significativement différentes : 297,9 kJ·mol⁻¹ dans les CD et 334,1 kJ·mol⁻¹ dans les ID. Les coefficients de corrélation sont très satisfaisants ($R^2 > 0,96$). Ce résultat pourrait signifier que le mécanisme de mûrissement d'Ostwald est facilité dans les CD, moins d'énergie étant nécessaire à l'activation de la diffusion à cette localisation que dans les ID. Cet écart de 36 kJ·mol⁻¹ pourrait cependant être compris dans l'incertitude et la dispersion. Ces deux valeurs sont supérieures aux énergies d'activation de la diffusion des principaux éléments γ' -gènes dans le Ni pur [399], [400]: 270 kJ·mol⁻¹ pour Al, 257 kJ·mol⁻¹ pour Ti et 279 kJ·mol⁻¹ pour Ni. L'énergie d'activation dans les CD s'en approche le plus, mais la composition chimique complexe de l'alliage fait qu'en réalité la croissance par diffusion ne doit pas dépendre d'une unique espèce chimique.

IV.1.d.ii. Discussion des possibles causes de l'écart entre CD et ID

Cette potentielle prédisposition des CD à présenter un grossissement des précipités γ' plus aisé peut paraître surprenante, du fait de la plus faible fraction volumique de phase γ' et de la plus faible teneur en (Al+Ti). Toutefois, cette différence pourrait s'expliquer par la formation compétitive de carbures et d'autres phases intermétalliques dans les ID (voir partie IV.2). En effet, cela pourrait modifier localement la composition chimique de la matrice environnante et inhiber la croissance des précipités γ' existants.

De plus, il a été démontré que l'élargissement de la distribution et la présence de particules de tailles très différentes pouvaient affecter la cinétique de mûrissement [401]. C'est le cas ici, en particulier dans les ID, où la distribution s'élargit sur une gamme plus large que dans les CD (Figure IV.5(a)). *Gebura et Lapin* ont également étudié le grossissement hétérogène des précipités γ' dans le superalliage

monocristallin CMSX-4 ; leurs résultats ont montré un taux de grossissement plus élevé dans les CD également. Ils trouvent $39 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ d'écart, et associent cela à des différences d'état de contraintes internes. Même après l'élaboration par solidification dirigée, suivie de traitements thermiques, l'hétérogénéité chimique résiduelle cause des contraintes en traction dans les CD, et en compression dans les ID [402].

Pour finir, le désaccord paramétrique local entre la matrice γ et les précipités γ' pourrait également être différent entre ID et CD. Il a, par exemple, été montré dans les alliages à haute entropie qu'une réduction du misfit mène à une diminution des cinétiques de grossissement de la phase $L1_2$ [403]. En raison des compositions chimiques significativement différentes entre CD et ID, ainsi que les phases en présence différentes, des variations de désaccord paramétrique peuvent en effet être attendues localement entre la matrice γ et les précipités γ' [404]. Cela pourrait alors causer en retour une modification de la cinétique de mûrissement [405], [406].

IV.1.d.iii. Limites de la théorie LSW et critiques de la méthode

Les coefficients cinétiques k déterminés précédemment, et donc la détermination des énergies d'activation, se basent sur la théorie LSW initiale, datant des années 1960. Ce modèle originel repose sur de nombreuses approximations et simplifications dont (i) l'approximation de la solution solide idéale, (ii) une composition chimique constante des précipités γ' (identique à la composition d'équilibre thermodynamique) et (iii) l'hypothèse d'une fraction volumique négligeable de ces derniers. En réalité, dans le Waspaloy CMT à 760-900 °C, la composition chimique des précipités γ' évolue avec la température et le temps, de même que leur fraction volumique. Même si le modèle initial peut convenir pour une première estimation des cinétiques de mûrissement, il est nécessaire d'appliquer des versions retravaillées et modifiées pour obtenir des résultats plus réalistes via ce qui est connu dans la littérature sous le nom de loi LSW modifiée (MLSW). *Calderon et al.* ont par exemple développé une expression de k tenant compte de la solution solide chimiquement non idéale [78] :

$$k_{MLSW} = \frac{8\sigma D(1 - C_e^\gamma)C_e^{\gamma'}V_m^{\gamma'}}{9RT(C_e^{\gamma'} - C_e^\gamma)^2} \quad \text{Équation 22}$$

où σ est l'énergie libre de surface de l'interface matrice/précipité, D est le coefficient de diffusion du soluté limitant, C_e^γ et $C_e^{\gamma'}$ sont les fractions molaires du soluté limitant dans la matrice et le précipité γ' à l'équilibre respectivement, $V_m^{\gamma'}$ est le volume molaire du précipité γ' , R est la constante universelle des gaz parfaits, et T est la température absolue. Avec cette nouvelle expression, les compositions interfaciales des phases γ et γ' peuvent s'écarter des valeurs indiquées par le diagramme de phase. De plus, il a été

prouvé par *Sudbrack et al.* que la diffusion des solutés n'a pas uniquement lieu dans la matrice γ , mais aussi au sein même des précipités γ' , où les diffusivités de chaque élément sont plus faibles [407]. Cela ajoute une variation supplémentaire entre les données expérimentales et la théorie LSW. Dans le cas du Waspaloy CMT, qui est fortement ségrégué dans sa structure dendritique, la diffusion des solutés n'a pas comme seul et principal moteur la réduction de l'énergie totale d'interface. Les gradients de composition chimique entre ID et CD (et non seulement entre la matrice γ et les précipités γ') peuvent également être instigateurs de la diffusion. De plus, les compositions chimiques nominales des CD et des ID évoluent avec le temps. Aussi, il sera montré en partie IV.2.d qu'il y a dans les ID une précipitation et/ou une croissance compétitive entre les précipités γ' et des carbures secondaires. Cela joue sans aucun doute sur les cinétiques de croissance.

Bien que la diffusion volumique de Ti et Al soit généralement l'acteur principal du phénomène de mûrissement [95], [408], ce n'est pas toujours le cas. En outre, il n'est pas toujours question d'un élément γ' -gène dans le contrôle du processus de grossissement. Dans le superalliage Haynes 282 à 650 et 750 °C, *Mukherjee et al.* ont montré que la nucléation des précipités γ' est principalement contrôlée par la diffusion de Cr et Ti, puis que leur mûrissement est ensuite gouverné essentiellement par la diffusion de Mo dans la matrice γ [404]. De fait, le Mo a été reporté comme élément abaissant les cinétiques de mûrissement dans les superalliages par son action sur l'énergie libre de surface de l'interface matrice/précipité [409]. La plus grande teneur en Mo dans les ID peut donc être une autre raison expliquant l'écart dans le comportement de grossissement avec les CD. L'énergie d'activation pour la diffusion du Mo dans du Ni pur est, qui plus est, plus élevée que celle de Ti et Al : $292 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ [399], [400]. La valeur trouvée pour le mûrissement des précipités γ' dans les CD est très proche de cette dernière, suggérant que Mo est peut-être le soluté limitant dans ce mécanisme.

IV.1.e. Stabilité des précipités γ' à haute température

La Figure IV.13(a) présente un diagramme TTT expérimental établi pour les précipités γ' , distinguant la population des CD de celles des ID, à partir d'observations MEB après une grande variété de traitements thermiques de revenus sur le Waspaloy CMT. Un premier point notable est que les particules de phase γ' restent sphériques à toutes les températures étudiées dans ces travaux. Ensuite, pour la majeure partie de la matrice temps-température étudiée, les précipités γ' étaient significativement plus gros dans les ID que ceux dans les CD, laissant une frontière marquée entre les deux domaines (Figure IV.13(b)) par la différence importante de taille. A plus haute température (900-950 °C) et pour des expositions prolongées, la démarcation s'estompe de plus en plus, comme illustré en Figure IV.13(c). En effet, la précipitation γ' tend à s'homogénéiser avec les revenus assez longs et chauds. Comme démontré

précédemment, l'exposition thermique à 760-900 °C permet un grossissement des précipités par mûrissement d'Ostwald, en accord avec la relation cubique de LSW. Il a été prouvé, aussi, que la ségrégation chimique est considérablement atténuée après l'application d'un revenu. Tout cela se manifeste grâce à la diffusion des solutés, activée thermiquement. Au-delà de 950 °C, les précipités γ' des CD apparaissent comme entièrement dissous tandis que ceux dans les ID demeurent jusqu'à 1050 °C (Figure IV.13(d)). A 1100 °C, plus aucun précipité γ' n'est observable, ni dans les ID ni dans les CD.

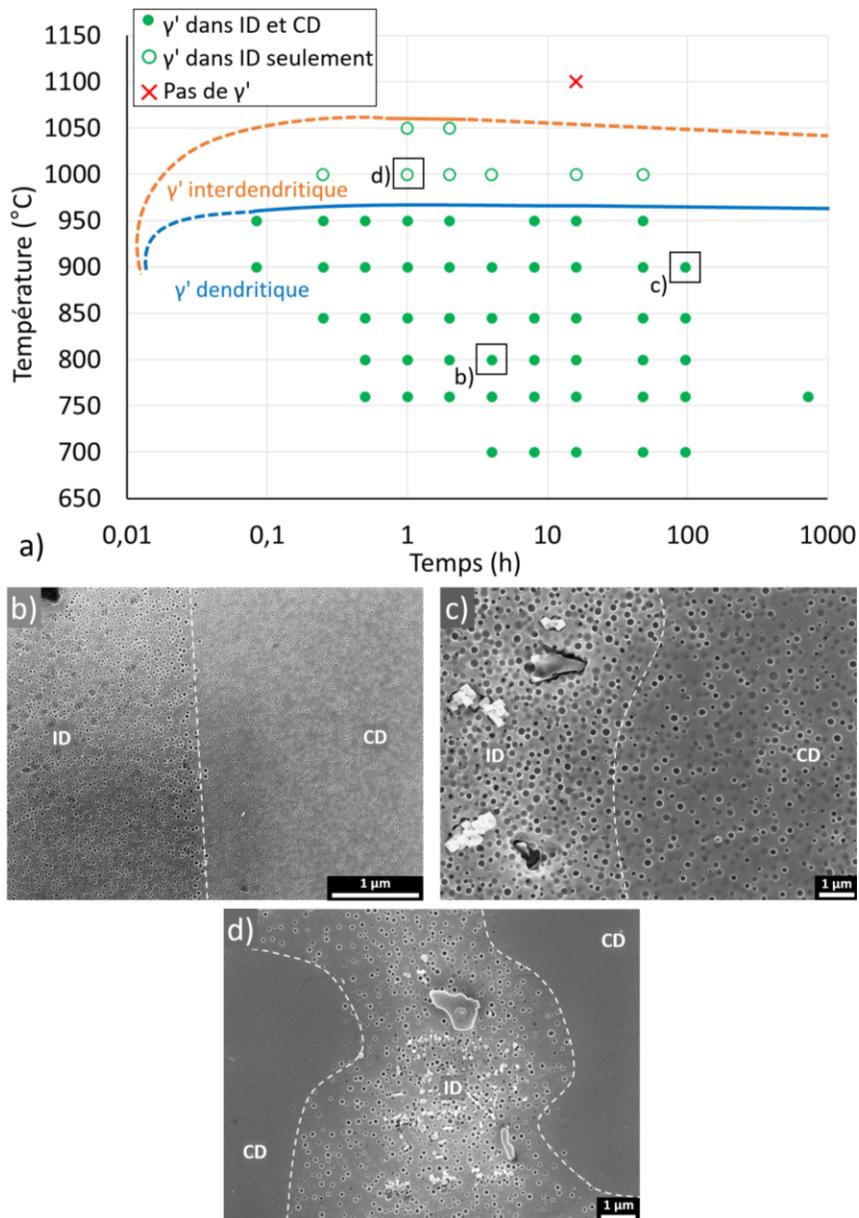


Figure IV.13. Stabilité des précipités γ' dendritiques et interdendritiques à 700-1100 °C : (a) diagramme TTT expérimental et (b-d) micrographies MEB associées.

Sur la base de ce graphique, il semble que les précipités γ' interdendritiques sont plus stables que les précipités γ' dendritiques, et affichent une température de solvus apparent jusqu'à 100 °C plus élevée. En effet, alors que la température de solvus des précipités γ' dans les CD est estimée à 955-1000 °C, celle

dans les ID se situe entre 1055 et 1100 °C. Une différence similaire a été constatée par *Segerstark et al.* dans l'Inconel 718 LMD-poudre. À l'aide du logiciel JMatPro, les auteurs ont tracé un diagramme TTP pour γ' et γ'' en utilisant les compositions chimiques nominale (poudre) et interdendritique (mesurée par EDS-MET); un écart de 50 °C a été observé entre la température de solvus nominale de la phase γ' et celle interdendritique, avec des températures de 900 °C et 950 °C respectivement [15]. *Kumara et al.* vont jusqu'à montrer un écart de 175 °C pour cette température caractéristique entre les ID et les CD pour ce même matériau [254]. Il en est de même pour l'Inconel 718 CMT étudié par *Jang et al.*, les CD et les ID affichent une variation de près de 75 °C [200]. *Farias et al.* démontrent une différence de cinétique également dans l'Inconel 718 PAW (*Plasma Arc Welding*) [410]. A chaque fois, les ID présentent d'une meilleure stabilité à haute température et de cinétiques de précipitation accélérées. Ainsi, sur la base de la littérature présentée en partie I.4.b.iii, une différence de température de solvus est à prévoir pour les précipités γ' en raison de la forte ségrégation chimique issue du procédé de FA.

Dans la littérature, la température de solvus connue pour le Waspaloy forgé conventionnel est de 1022-1047 °C [90], [107], [411], [412], [413], [414]. Ces travaux de thèse déterminent donc une valeur inférieure dans les CD, et supérieure dans les ID. Les lignes pleines en Figure IV.13(a) symbolisent des certitudes, au regard des données expérimentales, tandis que les lignes en pointillés sont plutôt des suppositions. Les précipités γ' des ID pourraient, par exemple, être instables pour des temps d'exposition supérieurs à 4 h et se dissoudre complètement au-delà. Le « vrai » solvus est donc vraisemblablement quelque part entre 1000 et 1050 °C, en accord avec l'état de l'art. Le solvus interdendritique significativement plus haut qu'attendu pourrait s'expliquer par la plus grande teneur en (Al+Ti) : 5,5 % massique dans les ID contre 3,3 % dans les CD, d'après le Tableau III.1.

De fait, la fraction volumique de phase γ' est réputée proportionnelle à la quantité totale d'éléments γ' -gènes [415]. Toutefois, les ID présentent également un plus grand ratio Ti/Al que les CD (3,17 et 1,68 respectivement). Cela a été démontré préjudiciable à la stabilité des précipités, notamment par abaissement de la température de solvus (Figure I.18) [108]. Les teneurs en ces deux éléments ne peuvent donc pas complètement justifier cette différence de solvus apparent pour la phase γ' . La raison la plus admissible à cet écart entre CD et ID vient probablement des cinétiques de dissolution qui sont différentes, elles-mêmes résultantes des tailles de particules contrastées. *Masoumi et al.* ont, en effet, démontré dans le cas de l'AD730™ forgé l'impact de la taille des précipités γ' sur les températures et cinétiques de dissolution [100]. Il en ressort que les plus petites particules ont des températures de solvus plus basses, et des taux de dissolution supérieurs. Ainsi, les précipités tertiaires se dissolvent en premier, puis les précipités secondaires et enfin les précipités primaires. *Huang et al.* confirment aussi ces résultats

et affirment que des variations de taille et composition chimique entre deux populations de précipités mènent à des écarts de taux de dissolution [416].

Un modèle couramment employé pour décrire les cinétiques de dissolution de particules est celui de Whelan [417]. Il concerne la dissolution d'un précipité sphérique isolé de rayon r dans une matrice infinie, pour laquelle l'équation différentielle simple suivante a été dérivée :

$$\frac{dr}{dt} = -\frac{kD}{2r} - \frac{k}{2} \sqrt{\frac{D}{\pi t}} \quad \text{Équation 23}$$

Avec t le temps, D la diffusivité et k la sursaturation de la matrice. Cette dernière est définie en fonction de la composition de l'interface matrice-précipité $C_{interface}$, de la matrice loin de l'interface $C_{matrice}$ et du précipité $C_{précipité}$, telle que :

$$k = \frac{2(C_{interface} - C_{matrice})}{(C_{précipité} - C_{interface})} \quad \text{Équation 24}$$

Ainsi, d'après l'Équation 23 et l'Équation 24, le taux de dissolution dépend de la chimie de la matrice, des précipités γ' et l'interface, et dépend de manière inversement proportionnelle du rayon de la particule. Dans notre étude, les précipités des ID sont généralement plus gros (Figure IV.11), ce qui peut justifier qu'ils soient plus difficiles à dissoudre et restent plus longtemps à haute température. Un exemple de micrographies obtenues après une exposition de 48 h à 1000 °C est présenté en Figure IV.14.

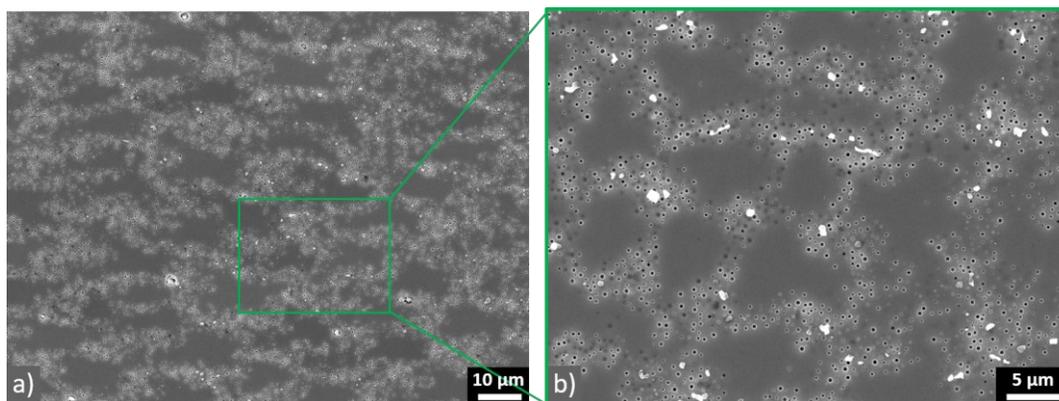


Figure IV.14. Observations MEB de la précipitation γ' après un revenu de 48 h à 1000 °C : (a) aspect général de la structure dendritique et (b) présence de précipités dans les ID uniquement.

Pour finir, un dernier élément qui pourrait expliquer la présence de précipités γ' à des températures supérieures au solvus attendu est la trempe à l'air des échantillons après revenu. La nucléation et le grossissement des particules ne peuvent pas être complètement exclus lors de cette étape de refroidissement. Idéalement, il aurait fallu réaliser à chaque fois une trempe à l'eau pour un refroidissement le plus rapide possible.

IV.1.f. Synthèse sur le vieillissement et la stabilité des précipités γ'

L'étude de la précipitation γ' après traitement thermique de revenu a permis de montrer des évolutions, dans les ID comme dans les CD. Grâce à la diffusion thermiquement activée des solutés, les coefficients de ségrégation des principaux éléments d'alliages tendent vers 1 après revenu. L'effet est d'autant plus prononcé en augmentant la température. Il semble s'agir essentiellement de la diffusion de Ti et de Mo des ID vers les CD. Pour des températures entre 760 et 900 °C, une nette augmentation des diamètres des précipités γ' est observée, contrairement à une exposition à 700 °C. Les distributions attestent que, dans l'intervalle de temps étudié (jusqu'à 96 h), le phénomène de nucléation est prépondérant à cette température et aucun signe de réel grossissement ne se manifeste. A 760 °C, le mûrissement d'Ostwald se produit principalement mais coexiste avec un peu de nucléation. Au-delà, à 800-900 °C, le mûrissement d'Ostwald est très majoritaire et permet une croissance importante des précipités γ' , suivant la classique loi LSW.

Les énergies d'activation de grossissement des précipités γ' par diffusion à 760-900 °C ont été déterminées, à partir de l'application de la théorie LSW. Elles sont estimées à 297,9 kJ·mol⁻¹ dans les CD et 334,1 kJ·mol⁻¹ dans les ID. Le mécanisme de mûrissement d'Ostwald pourrait être alors facilité avec les CD, nécessitant moins d'énergie pour être initié, et ce malgré les précipités moins nombreux et plus petits à l'état post-fabrication. Des variations de composition chimique pourraient être à l'origine de cette différence, à travers la formation compétitive de carbures dans les ID (voir partie suivante, IV.2) et un appauvrissement en éléments γ' -gènes autour des grosses particules, causant une décélération des cinétiques de mûrissement. Ces dernières causent à leur tour des hétérogénéités de contraintes internes entre CD et ID, ainsi que des changements de désaccord paramétrique local. Par ailleurs, la chimie du Waspaloy CMT est complexe, et deux moteurs possibles au phénomène de diffusion sont en compétition : la tendance à la minimisation de l'énergie totale d'interface et la présence de gradients de composition chimique entre ID et CD, au lieu de seulement entre la matrice γ et les précipités γ' . Bien que Ti et Al soient généralement les acteurs principaux dans le grossissement des précipités γ' , le Mo pourrait ici être le potentiel élément limitant dans la diffusion et contrôler le mûrissement. Sa diffusion dans le Ni pur a une énergie d'activation de 292 kJ·mol⁻¹ [399], [400], très proche de celle déterminée dans les CD.

Le diagramme TTT expérimental des précipités γ' dans le Waspaloy CMT a été dressé, distinguant la population interdendritique et dendritique. Il apparaît une différence de stabilité entre les deux : les précipités des ID semblent stables jusqu'à plus haute température (1055-1100 °C) que ceux dans les CD, qui eux ont un solvus apparent de 955-1000 °C. Cet écart de 100 °C est relativement classique dans les superalliages base Ni élaborés par FA, au regard de la littérature. Les distributions de tailles différentes et

les variations de compositions chimiques pourraient là encore en être à l'origine. Il est somme toute cohérent que les plus petits précipités, c'est-à-dire la population dendritique, se dissolve plus aisément (plus rapidement et à plus faible température) que les particules interdendritiques plus grossières.

Enfin, le matériau d'étude reste très hors-équilibre après revenu, avec une ségrégation chimique encore marquée après 16 h à 900 °C. L'homogénéisation absolue est encore loin d'être atteinte, notamment en raison des variations de taille de dendrites, jouant sur les temps de diffusion. Des transformations de phases, survenant préférentiellement dans les ID, viennent également perturber ce mécanisme. Cela est abordé dans la partie suivante.

IV.2. Formation de phases secondaires

Lors de l'analyse micrographique de la précipitation γ' après revenu, la formation de phases secondaires aux joints de grains et dans les ID se manifeste également. Présentes essentiellement sous deux morphologies, globulaire intergranulaire et en plaquettes intragranulaires, elles sont identifiées au MET comme des carbures secondaires. Leur nature chimique et cristalline est caractérisée. Les plaquettes affichant des orientations marquées entre elles, un travail de détermination de leur direction cristallographique préférentielle de croissance a été réalisé par stéréo microscopie. Comme pour les précipités γ' , un diagramme TTT expérimental est établi pour les carbures $M_{23}C_6$. En raison de leur existence synchrone avec les précipités γ' , les mécanismes de formation sont abordés.

IV.2.a. Identification de carbures secondaires

IV.2.a.i. Observations de décoration aux joints de grains

Le mûrissement des précipités γ' n'est pas le seul changement microstructural induit par l'exposition thermique. Très rapidement à haute température, dès 5 minutes à 900 et 950 °C, une décoration des joints de grains est observée. Cela survient alors même que la structure granulaire et la structure dendritique sont pratiquement in affectées par le revenu. La Figure IV.15 illustre cela. A plus basse température, cela se manifeste également mais plus tardivement : dès 2 h à 760 °C et 16 h à 700 °C.

Après revenu, les joints de grains présentent de gros carbures primaires blocky, de type (Ti,Mo)C, déjà présents à l'état post-fabrication, mais aussi de particules fines plutôt globulaires. Ces dernières ont un contraste chimique différent de ces premiers, et apparaissent au cours du revenu. D'après la littérature, il est attendu qu'ils soient des carbures secondaires de type $M_{23}C_6$. Ils sont connus pour être enrichis en Cr et Mo, et issus de la décomposition des carbures primaires d'où leur proximité spatiale [59], [108], [418]. La présence de précipités γ' collés aux potentiels carbures secondaires, et entre eux, est également remarquée.

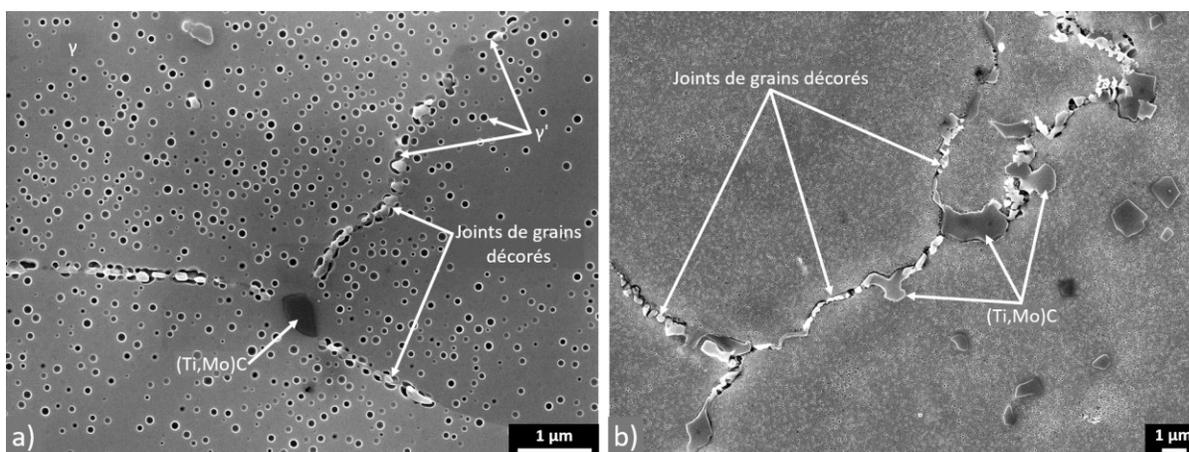


Figure IV.15. Micrographies MEB illustrant la décoration des joints de grains après revenu : (a) 48 h à 845 °C et (b) 1 h à 950 °C.

IV.2.a.ii. Observations de précipités interdendritiques en plaquettes

En supplément de la décoration des joints de grains, des précipités clairs en forme de plaquettes sont visibles proches des (Ti,Mo)C primaires, à savoir dans les ID (Figure IV.16(a)) le plus souvent, et aux joints de grains plus ponctuellement (Figure IV.16(b)). Leur formation survient un peu moins rapidement que les particules fines globulaires : dès 15 minutes à 900-950 °C et 48 h à 700 °C. Les plaquettes font jusqu'à 1 µm de long et 80 nm d'épaisseur, présentant donc un rapport de forme proche de 10:1. Un parallélisme peut être observé entre les plaquettes, ce qui indique qu'elles se développent le long d'une orientation cristallographique préférentielle. Elles peuvent également être quasi-perpendiculaires entre elles, avec un angle de 85-89 °.

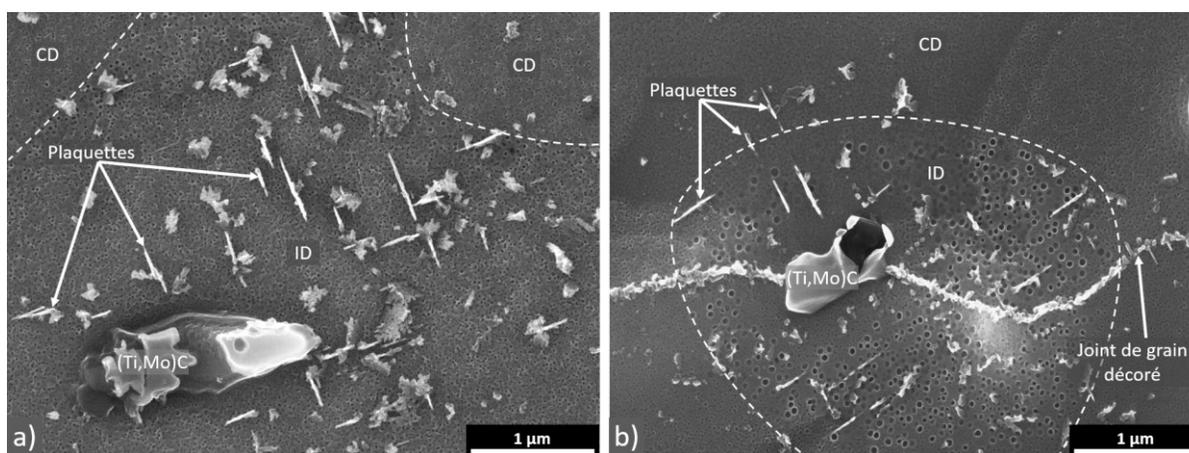


Figure IV.16. Micrographies MEB illustrant la présence de précipités en plaquettes dans un échantillon après revenu de 16 h à 760 °C : (a) dans les ID et (b) aux joints de grains.

Ces précipités en plaquettes sont atypiques pour le Waspaloy, et sont rapidement présents en quantité non-négligeable après une exposition à haute température. Ils viennent jusqu'à occuper une

grande étendue des ID, comme l'illustre la Figure IV.17(a). Après 48 h à 845 °C, par exemple, ils se retrouvent aussi de manière plus marquée aux joints de grains, aux côtés des carbures globulaires.

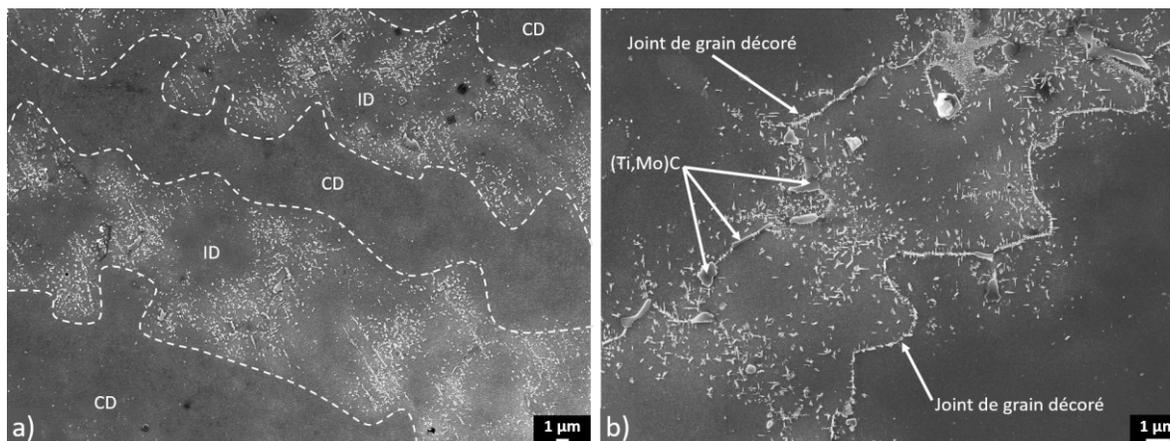


Figure IV.17. Micrographies MEB illustrant l'étendue de la présence des précipités en plaquettes dans un échantillon après revenu de 48 h à 845 °C.

En raison de leurs apparentes figures de Widmanstätten et de leur morphologie inhabituelle pour cet alliage, il a d'abord été supposé qu'il pouvait s'agir de phases TCP. Des recherches supplémentaires ont été menées pour identifier leur nature exacte, à partir leur composition chimique et leur maille cristalline. Toute cette caractérisation s'est faite avec l'aide d'un MET.

IV.2.a.iii. Nature chimique

La première étape de l'identification a consisté en l'étude de la nature chimique, à la fois des particules globulaires intergranulaires et des plaquettes interdendritiques. Cela a été réalisé par l'acquisition de cartographies élémentaires quantitatives en EDS MET. La Figure IV.18 présente celle d'un joint de grains après un revenu de 48 h à 760 °C. Elle montre que le joint de grains consiste en une alternance de précipités γ' de grand diamètre (150-200 nm) et de particules globulaires enrichies en Cr et Mo, avec la présence discrète de carbures primaires (Ti,Mo)C de morphologie blocky. Un léger enrichissement en C ressort également pour les particules globulaires, soutenant l'hypothèse qu'ils soient des carbures secondaires.

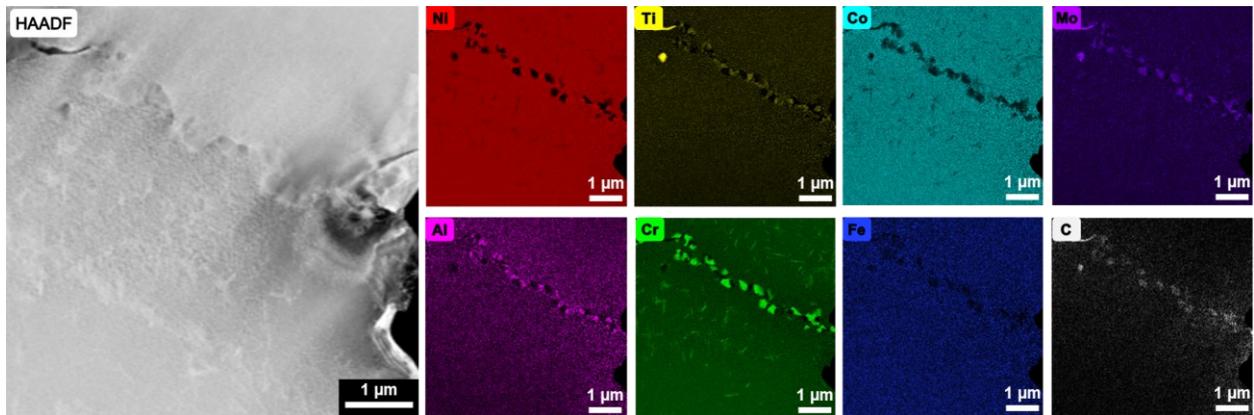


Figure IV.18. Cartographies EDS-MET d'un joint de grains après revenu de 48 h à 760 °C.

À un plus fort grossissement (Figure IV.19), les plaquettes interdendritiques affichent une distribution élémentaire similaire : un enrichissement prononcé en Cr et Mo, et toujours la présence notable de C. Ces plaquettes seraient-elles aussi des carbures secondaires ? Bien que la quantification du C par EDS soit délicate, l'enrichissement révélé ici est significatif quand il est comparé de manière relative à la matrice et aux précipités environnants. Par ailleurs, cette cartographie permet de bien mettre en valeur la ségrégation entre la matrice γ et les précipités γ' . Les éléments Co, Mo, Cr et Fe sont principalement concentrés dans γ , au contraire de Ni, Ti et Al qui se trouvent en plus grande quantité dans la phase γ' .

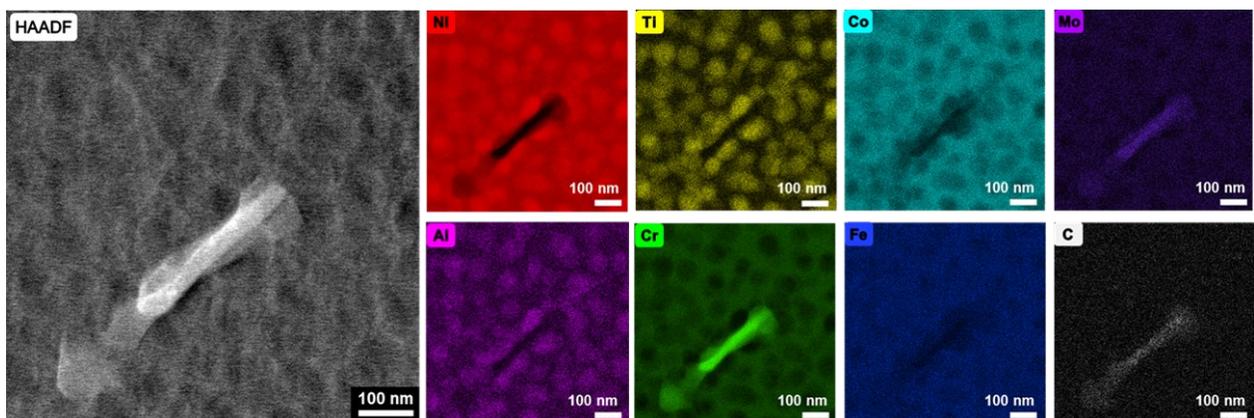


Figure IV.19. Cartographies EDS-MET d'un précipité en plaquette après revenu de 48 h à 845 °C.

Des mesures quantitatives de la composition chimique ont été effectuées dans les zones les plus fines des lames minces, pour une détermination rigoureuse de la nature chimique des particules globulaires aux joints de grains et des plaquettes interdendritiques. Les résultats sont présentés dans le Tableau IV.1. Les plaquettes affichent des teneurs en Ni, Co, Al et Ti certainement plus élevées qu'en réalité du fait que la sonde est plus grande qu'elles ; les phases γ et γ' environnantes sont donc également prises en compte. Néanmoins, l'EDS-MET est plus précis que l'EDS-MEB grâce au plus petit volume d'interaction

du faisceau d'électrons dans l'épaisseur de l'échantillon. Même en considérant la quantification du C avec précaution, les teneurs déterminées expérimentalement sont assez élevées pour soutenir que l'élément est bien présent en quantité significative dans les deux types de particules. Ces dernières seraient alors toutes deux des carbures secondaires. En regardant les teneurs des principaux éléments des plaquettes en % atomique, il est possible de calculer que $(Cr+Ni+Co+Mo) = 75,69\%$ soit environ 23/29 et $C = 23,07\%$ soit $\approx 6/29$. Il s'agirait alors en particulier des carbures $M_{23}C_6$, et plus précisément $(Cr,Ni,Co,Mo)_{23}C_6$. Pour une analyse plus fine de la composition chimique, sans contestation pour le C et qui ne comprenne pas les phases γ et γ' environnantes, il aurait été nécessaire d'employer la sonde atomique tomographique, par exemple. Cela pourrait également permettre une observation 3D de la morphologie des plaquettes.

Tableau IV.1. Compositions chimiques des particules globulaires aux joints de grains et des plaquettes interdendritiques, mesurées par EDS-MET dans le Waspaloy CMT après revenu de 48 h à 760 °C.

		Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	C
Particules globulaires intergranulaires	% massique	15,50 ± 2,48	63,9 ± 10,22	4,16 ± 0,67	10,41 ± 1,61	1,55 ± 0,25	0,51 ± 0,11	0,06 ± 0,01	3,92 ± 0,35
	% atomique	12,88 ± 2,59	59,93 ± 12,02	3,45 ± 0,69	5,29 ± 1,04	1,57 ± 0,32	0,92 ± 0,23	0,05 ± 0,01	15,91 ± 2,39
Plaquettes interdendritiques	% massique	17,66 ± 6,00	50,25 ± 6,99	5,70 ± 1,58	19,56 ± 3,17	0,79 ± 0,29	0,19 ± 0,13	0,09 ± 0,04	5,75 ± 0,64
	% atomique	14,61 ± 5,24	46,55 ± 5,53	4,69 ± 1,38	9,84 ± 1,63	0,81 ± 0,24	0,34 ± 0,24	0,08 ± 0,04	23,07 ± 2,16

Ainsi, les particules globulaires aux joints de grains et les plaquettes semblent être des carbures secondaires de type $M_{23}C_6$, enrichis en Cr et Mo. Ces caractérisations chimiques n'écartent cependant pas entièrement la possibilité que ces précipités, à la morphologie si particulière, soient de nature TCP. En effet, les phases μ et σ sont connues pour leur forme d'aiguilles et leurs compositions chimiques riches en Cr et Mo : $(Co,Fe,Ni)_7(Mo,W,Cr)_6$ [52] et $(Cr,Mo)_6(Ni,Co)_4$ [419], [420] respectivement. De plus, la phase σ et les carbures secondaires $M_{23}C_6$ sont étroitement liés et sont connus pour se ressembler fortement [55], [69], [421]. Il est nécessaire, pour déterminer avec certitude de la nature des plaquettes, d'analyser leur maille cristalline par diffraction électronique.

IV.2.a.iv. Nature cristalline

(1) Détermination de la structure cristalline

La diffraction électronique en aire sélectionnée (SAED) a été mise en œuvre, sur un MET, de sorte à déterminer la structure cristalline des plaquettes. Les clichés SAED superposés de ces dernières, entourées de γ/γ' , ont été obtenus dans trois axes de zone afin d'obtenir une vue 3D de la maille. Il est ainsi impossible de confondre une maille tétragonale (phase σ) avec une maille cubique (carbures MC, M_6C , $M_{23}C_6$ et phases de Laves type C15), par exemple. Comme le montrent les trois clichés en Figure IV.20, les plaquettes ont une maille cubique à faces centrées, semblable à celle de γ/γ' mais avec un ratio 3:1. Des clichés identiques ont été observés pour les particules globulaires aux joints de grains, confirmant que les deux morphologies sont bien des carbures secondaires de type $M_{23}C_6$. Les hypothèses de phase σ (tétragonale) et μ (rhomboédrique) sont donc écartées [66]. La relation classique d'orientation cube-cube est identifiée, $\{001\}_{M_{23}C_6} \parallel \{001\}_{\gamma/\gamma'}$ et $\langle 001 \rangle_{M_{23}C_6} \parallel \langle 001 \rangle_{\gamma/\gamma'}$, telle que couramment reportée dans la littérature [422], [423], [424]. Par conséquent, malgré la morphologie plaquette généralement décrite comme néfaste, les plaquettes $M_{23}C_6$ interdendritiques sont cohérentes avec la matrice γ et les précipités γ' . Tous les plans cristallins de mêmes indices s'alignent.

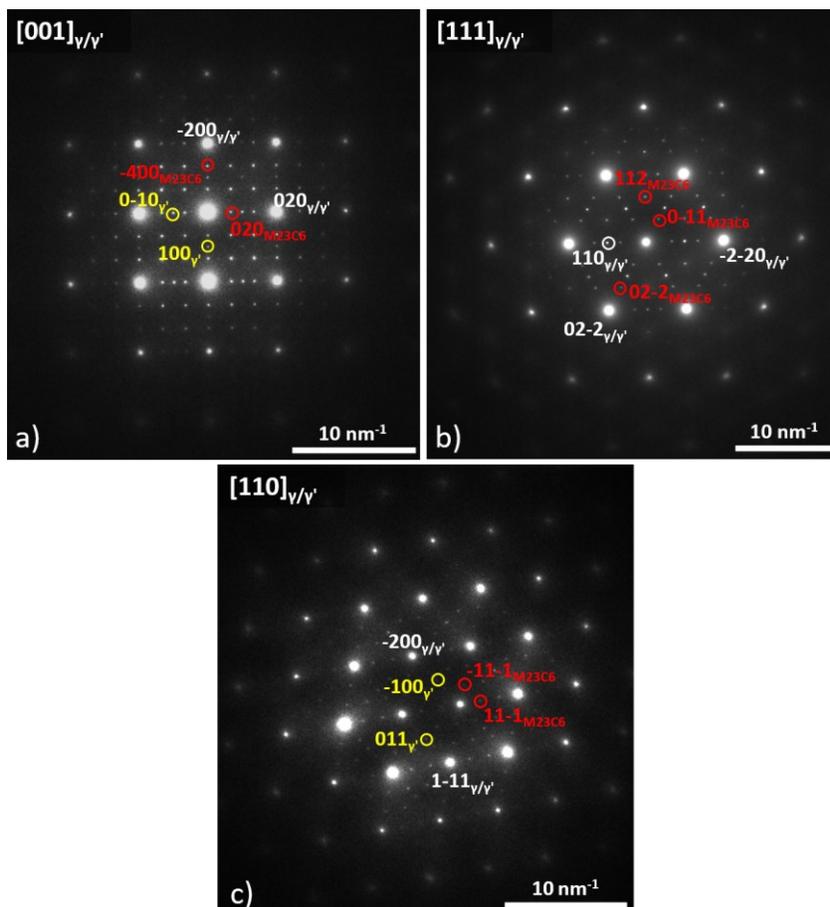


Figure IV.20. Clichés SAED pour γ (blanc), γ' (jaune) et $M_{23}C_6$ (rouge) en axe de zone : (a) $[001]$, (b) $[111]$ et (c) $[110]$.

En combinant les clichés SAED avec les données EDS-MET, il est possible de conclure que les particules globulaires intergranulaires et les plaquettes interdendritiques sont une seule et même phase. Malgré les deux morphologies très distinctes, il s'agit de carbures secondaires de type $M_{23}C_6$, et $(Cr,Mo)_{23}C_6$ en particulier.

(2) Evaluation du paramètre de maille par CBED

Il a été montré précédemment, à travers les clichés SAED, que les carbures $M_{23}C_6$ ont un paramètre de maille près de 3 fois plus grand que celui des phases γ et γ' . Pour rappel, $a_\gamma = 3,5773 \text{ \AA}$ et $a_{\gamma'} = 3,5888 \text{ \AA}$ dans le Waspaloy [34]. Afin d'évaluer le paramètre de maille des carbures, la technique de diffraction électronique en faisceau convergent (CBED) a été mise en œuvre. La Figure IV.21 présente le cliché CBED en axe de $[001]$, sur lequel figure la zone de Laue d'ordre 1 (FOLZ) sous forme d'anneau lumineux ; son diamètre est un facteur important dans la détermination de la distance interréticulaire d_{hkl} .

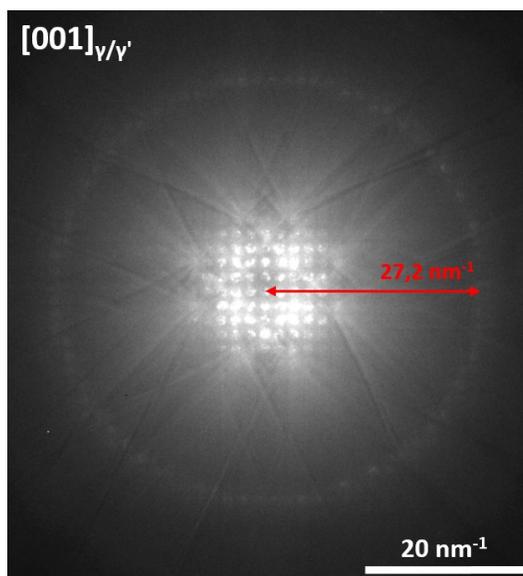


Figure IV.21. Cliché CBED de $M_{23}C_6$ en axe de zone $[001]$.

A partir de la démarche décrite en partie II.2.d.iii, en connaissant G_1 le rayon projeté de la FOLZ (mesuré comme égal à $27,2 \text{ nm}^{-1}$) et λ la longueur d'onde des électrons ($2,51 \cdot 10^{-3} \text{ nm}$ pour une tension d'accélération de 200 kV), il est possible de déterminer le paramètre de maille a via l'Équation 25 :

$$d_{001} = a = \frac{2}{\lambda G_1^2} \quad \text{Équation 25}$$

L'application numérique mène à un paramètre de maille de $10,77 \text{ \AA}$, en bonne cohérence avec l'indexation des clichés SAED en Figure IV.20 et avec la littérature. En effet, en fonction de la composition

chimique exacte des carbures, des valeurs entre 10,66 et 10,74 Å ont été reportées [115]. Globalement, les carbures $M_{23}C_6$ sont connus pour avoir une distance interréticulaire près de 3 fois supérieure à celle de la matrice γ [422], [425], [426], [427].

(3) Observations en haute résolution

En complément des clichés SAED et CBED qui ont permis l'identification de la maille cristalline, l'imagerie haute-résolution au MET permet d'apprécier la structure atomique de ces phases secondaires. Les carbures, qu'ils soient globulaires ou en plaquettes, présentent le même motif comme l'illustre la Figure IV.22. La différence de taille dans la structure cristalline entre ces derniers et la matrice γ et les précipités γ' environnants ressort de manière évidente. En axe de zone [001], les mailles cubiques des 3 composés sont bien visibles.

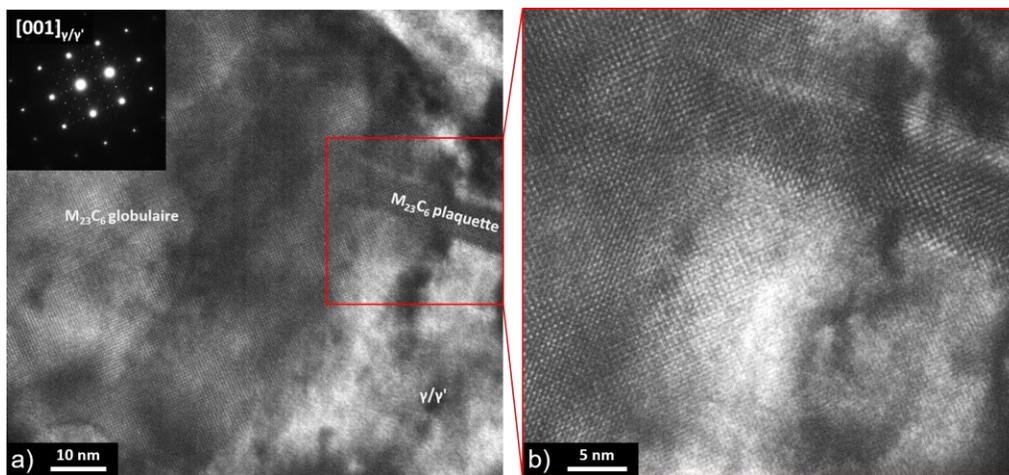


Figure IV.22. Images HRTEM de $M_{23}C_6$ globulaires et plaquettes après un revenu de 48 h à 760 °C, en axe de zone [001].

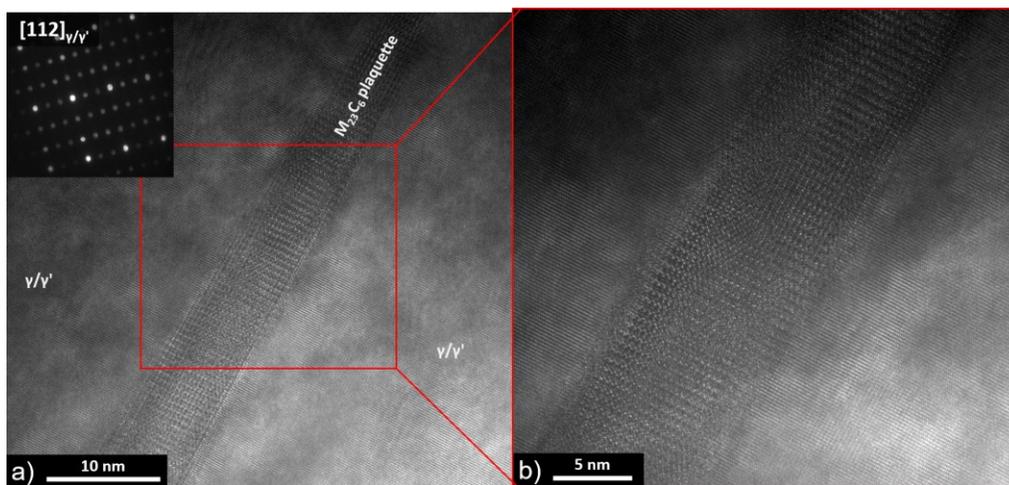


Figure IV.23. Images HRSTEM de $M_{23}C_6$ plaquettes après un revenu de 48 h à 760 °C, en axe de zone [112].

Le constat est semblable en axe de zone [112] (Figure IV.23), où cette fois-ci les mailles apparaissent rectangulaires. La plaquette $M_{23}C_6$, grâce à son paramètre de maille 3 fois plus large, laisse

entrevoir sa complexité par rapport à γ/γ' . En effet, bien que ces carbures secondaires aient une structure cristalline cubique à faces centrées, cette dernière est complexe en raison de ses 116 atomes par maille. Pour comparer, les phases γ et γ' ont toutes deux 4 atomes par maille élémentaire. Cette observation est d'autant plus marquée en axe de zone $[110]$ (Figure IV.24), où l'organisation atomique au sein de la plaquette semble nettement différente de celle de l'ensemble γ/γ' adjacent.

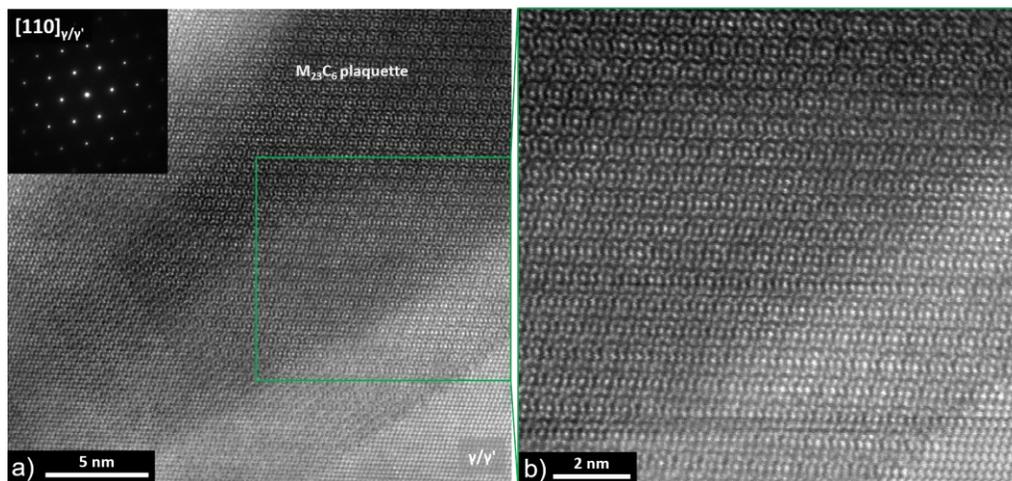


Figure IV.24. Images HRSTEM de $M_{23}C_6$ plaquettes après un revenu de 48 h à 760 °C, en axe de zone $[110]$.

(4) Simulations avec le logiciel JEMS

Avant de conclure sur l'identification des carbures $M_{23}C_6$ formés lors du revenu, cette courte partie présente une simulation de microscopie électronique réalisée avec le logiciel JEMS [288]. En approximant les carbures secondaires en $Cr_{23}C_6$, il est possible d'en tirer le potentiel électronique projeté (Figure IV.25(a)) par une simulation de type « multislice ». Avec comme hypothèses principales l'utilisation d'un échantillon ultramince dans un MET de type Talos à 200 kV (tel que décrit en partie II.2.d.v), il s'agit en fait d'une simulation de l'image de phase de l'échantillon, permettant d'en modéliser les caractéristiques structurales. En axe de zone $\langle 110 \rangle$, l'image numérique obtenue s'approche très fortement de l'image HRSTEM observée expérimentalement en Figure IV.25(b).

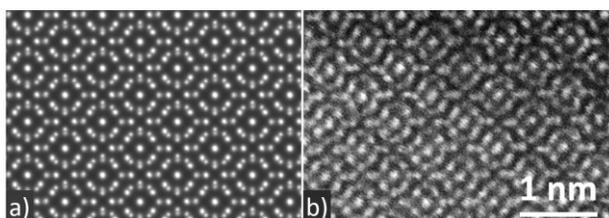


Figure IV.25. Image en contraste de phase de $Cr_{23}C_6$: (a) simulation du potentiel électronique projeté en $\langle 110 \rangle$ et (b) image expérimentale HRSTEM en axe de zone $\langle 110 \rangle$.

La maille élémentaire de la phase Cr_{23}C_6 employée pour réaliser cette simulation est illustrée en Figure IV.26(a). Les atomes de Cr, représentés en jaune, sont positionnés aux sommets et aux centres des faces tandis que les atomes de C, en gris, occupent les autres sites. La complexité de la maille, avec ses 116 atomes, est à noter en comparaison avec celles des phases γ et γ' introduites en Figure I.2. De plus, en projetant la maille selon $\langle 110 \rangle$ comme en Figure IV.26(b), l'organisation atomique affichée correspond bien avec les images en contraste de phase numérique et expérimentale en Figure IV.25.

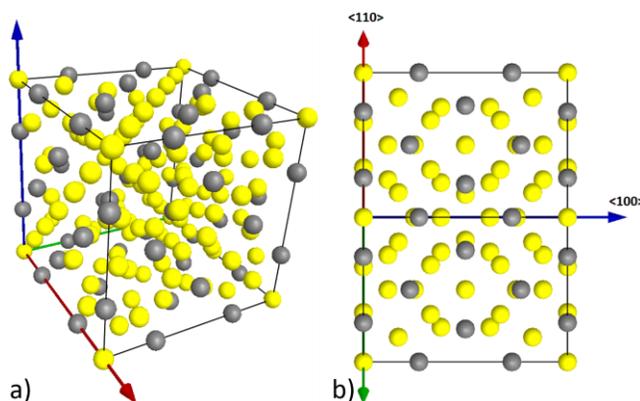


Figure IV.26. Maille élémentaire de la phase Cr_{23}C_6 (Cr en jaune, C en gris) : (a) en 3D et (b) projection selon $\langle 110 \rangle$.

La phase $(\text{Cr},\text{Ni},\text{Co},\text{Mo})_{23}\text{C}_6$ où le Cr est majoritaire, conformément à la mesurée par EDS-MET, devrait donner des résultats très similaires. Ces quelques éléments de simulation sont, quoi qu'il en soit, très concordants avec les observations expérimentales.

IV.2.a.v. Synthèse

Ainsi, la formation de carbures secondaires est observée après revenu. Très rapidement lors d'expositions à haute température, le phénomène de décoration des joints de grains a lieu. Ces derniers, après traitement thermique, sont constitués d'une alternance de précipités γ' de grand diamètre (150-200 nm) et de particules globulaires enrichies en Cr et Mo. Les carbures primaires $(\text{Ti},\text{Mo})\text{C}$ de morphologie blocky, hérités de la solidification, sont toujours présents de manière ponctuelle aux joints de grains et dans les ID. Dans les ID principalement et plus marginalement de manière intergranulaire, des précipités en plaquettes sont également formés lors du revenu. Ils font jusqu'à 1 μm de long et 80 nm d'épaisseur, et affichent un parallélisme marqué, indiquant qu'ils se développent le long d'une orientation cristallographique préférentielle. En raison de leurs apparentes figures de Widmanstätten, une nature de type TCP a été envisagée. Une combinaison de caractérisations chimiques et cristallographiques a été réalisée pour les identifier, et il se trouve que les deux types de particules sont des carbures secondaires du type M_{23}C_6 enrichis en Cr et Mo : $(\text{Cr},\text{Mo})_{23}\text{C}_6$. Malgré leurs différences morphologiques, ces carbures sont cohérents avec l'ensemble γ/γ' selon la relation classique d'orientation cube-cube : $\{001\}_{\text{M}_{23}\text{C}_6} \parallel$

$\{001\}_{\gamma/\gamma'}$ et $\langle 001 \rangle_{M_{23}C_6} \parallel \langle 001 \rangle_{\gamma/\gamma'}$. Le paramètre de maille a été évalué par CBED à une valeur de 10,77 Å, soit environ 3 fois celui de la matrice et des précipités environnants. L'imagerie haute résolution met bien en valeur cet écart de taille, ainsi que la complexité de la maille de la phase $M_{23}C_6$ (116 atomes, contre 4 pour γ et γ'). La simulation numérique de la maille élémentaire $Cr_{23}C_6$ et de son potentiel électronique projeté, avec le logiciel JEMS, appuie les résultats expérimentaux. La microstructure après revenu, analysée par MET, est présentée de manière synthétique sur la Figure IV.27.

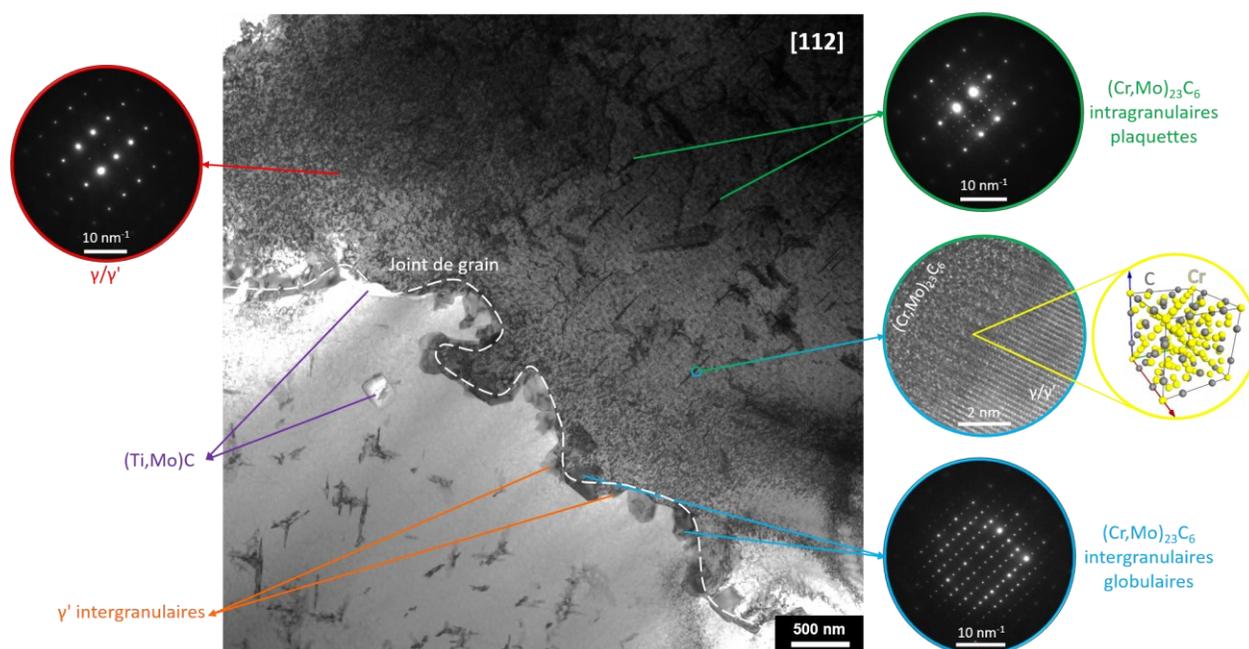


Figure IV.27. Micrographie MET synthétique de la microstructure après un revenu de 48 h à 760 °C.

Les carbures $M_{23}C_6$ sont très répandus aux joints de grains du Waspaloy forgé après traitement thermique complet (mise en solution suivie d'un double revenu) sous la forme de particules globulaires discrètes [418], [428] et sont connus pour maximiser la résistance au fluage et la ductilité [55], [115], [429]. Bien que les morphologies en lattes, en aiguilles et en plaquettes soient typiques dans les aciers [113], [430], elles le sont nettement moins dans le cas des superalliages base Ni. Seuls quelques auteurs ont noté leur présence dans le Waspaloy: *Donachie et al.* ont observé des carbures $M_{23}C_6$ riches en Cr sous forme de lattes aux joints de grains et aux joints de macles [428], et *Lerch* de même [112]. *Tytko et al.* constatent des réseaux de carbures secondaires en plaquettes dans l'Inconel 617B, à proximité des joints de grains et des carbonitrures de Ti [431]. Les micrographies MEB obtenues par ces auteurs sont très similaires à celles présentées dans ces travaux de thèse. Toutefois, les carbures $M_{23}C_6$ intragranulaires, et d'autant plus sous forme de lattes, d'aiguilles ou de plaquettes, ont rarement été signalés. *Fell* a été parmi les premiers à décrire des plaquettes intragranulaires dans le Nimonic 80A en 1961 [432], suivi de *Pearcey et Smashey* dans le cas du Mar-M200 en 1967 [425]. La première et seule observation publiée de carbures $M_{23}C_6$

intragranulaires en plaquettes dans le Waspaloy est celle de *Liu et al.*, très récemment, en 2020. Ces derniers notent leur présence inter- et intragranulaire à proximité des carbures MC après 10 000 h d'exposition à 780 °C [117]. Les caractérisations menées ici sont donc importantes pour étoffer la littérature à ce sujet.

IV.2.b. Direction préférentielle de croissance des $M_{23}C_6$ en plaquettes

Comme introduit précédemment, tout au long de la présente étude, les plaquettes $M_{23}C_6$ ont manifesté un parallélisme important entre les elles, de même qu'une quasi perpendicularité (85-89 °). Cette observation suggère qu'elles se développent le long d'une orientation cristallographique préférentielle. La technique de stéréo microscopie décrite en partie II.2.d.iv a été appliquée pour analyser cette caractéristique spécifique. Le principe est récapitulé et schématisé en Figure IV.28(a). Un grain zone mince a été choisi, contenant un ensemble de plaquettes, et a été observé dans quatre axes de zone différents en utilisant à la fois les inclinaisons α et β (Figure IV.28(b)). Pour chaque axe de zone, le cliché SAED associé à l'ensemble $\{\gamma + \gamma' + M_{23}C_6\}$ a été collecté et les projections des deux principales orientations de plaquettes (notées 1 et 2) ont été tracées.

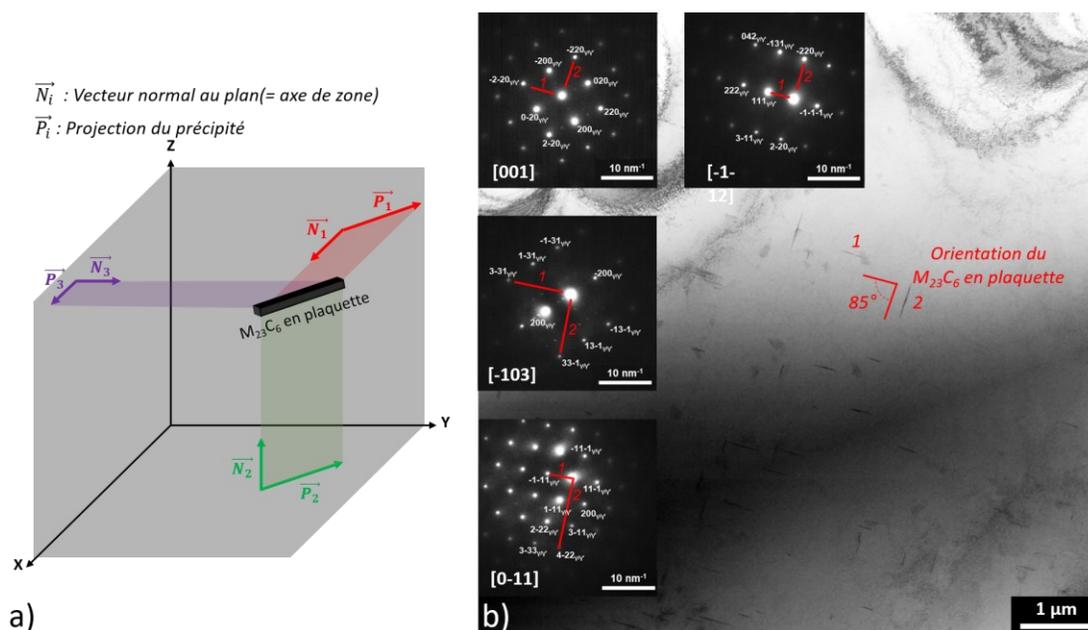
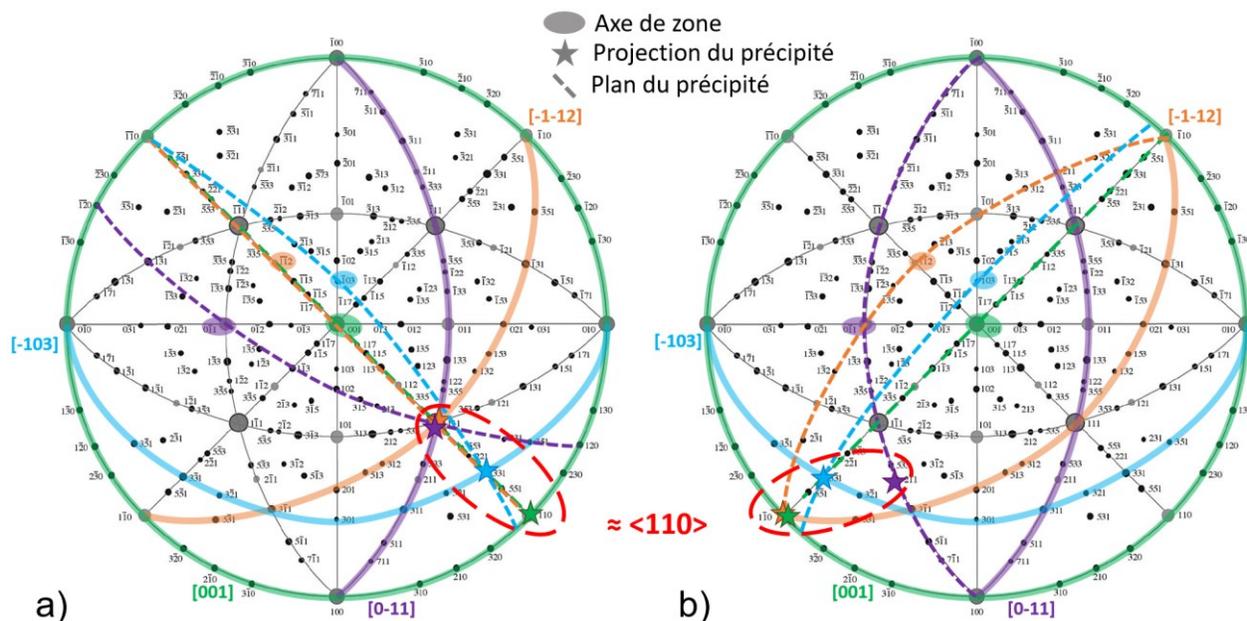


Figure IV.28. Technique de stéréo microscopie : (a) représentation schématisée du principe et (b) micrographie MET de la zone observée contenant un ensemble de $M_{23}C_6$ en plaquettes dans un échantillon après revenu de 48 h à 760 °C, et clichés SAED associés aux projections de chaque orientation dans 4 axes de zones.

L'orientation 1 est alignée sur les directions $[110]_y$, $[331]_y$ et $[111]_y$ (Figure IV.29(a)) tandis que l'orientation 2 montre une légère déviation en s'alignant sur les directions $[\bar{1}\bar{1}0]_y$, $[\bar{3}\bar{3}1]_y$ et $[211]_y$ (Figure IV.29(b)). En combinant toutes les données à l'aide de la projection stéréographique du cristal cubique, il

est alors possible d'en déduire que les carbures $M_{23}C_6$ en plaquettes dans le Waspaloy CMT après revenu sont principalement alignés le long des directions $\langle 110 \rangle_\gamma$ et témoignent d'une croissance plus favorable dans ces mêmes conditions.



La littérature scientifique de la fin des années 1960 confirme ce résultat. *Singhal et Martin* ont montré, dans les aciers, que les carbures $M_{23}C_6$ en aiguilles et en plaquettes organisés en figures de Widmanstätten étaient allongés dans les directions $\langle 110 \rangle_\gamma$ et se développaient dans toutes les directions comprises dans le plan d'interface $\{111\}_\gamma$, γ compris $\langle 110 \rangle_\gamma$ et $\langle 112 \rangle_\gamma$ [113]. *Beckitt et Clark* ont fait le même constat [114], puis *Sabol et Stickler* ont conclu qu'il en était de même pour les superalliages base Ni [115]. Concernant les $M_{23}C_6$ inter- et intragranulaires dans le Waspaloy, *Liu et al.* ont prouvé que, là encore, les plaquettes avaient une croissance dans le plan $\{111\}_{\gamma/\gamma'}/M_{23}C_6$ et en particulier dans la direction $\{02\bar{2}\}_{\gamma/\gamma'}/M_{23}C_6$ [117]. La démarche employée ici aboutit donc à des résultats cohérents au regard de l'état de l'art.

IV.2.c. Stabilité des carbures $M_{23}C_6$ à haute température

De manière semblable à ce qui a été fait pour les précipités γ' en partie IV.1.e, la Figure IV.30(a) présente un diagramme TTT expérimental établi pour les carbures secondaires $M_{23}C_6$ dans le Waspaloy CMT. Les sites de nucléation (inter- ou intragranulaire), ainsi que les variations morphologiques, sont pris en compte sur la base des observations MEB réalisées à chaque condition de revenu.

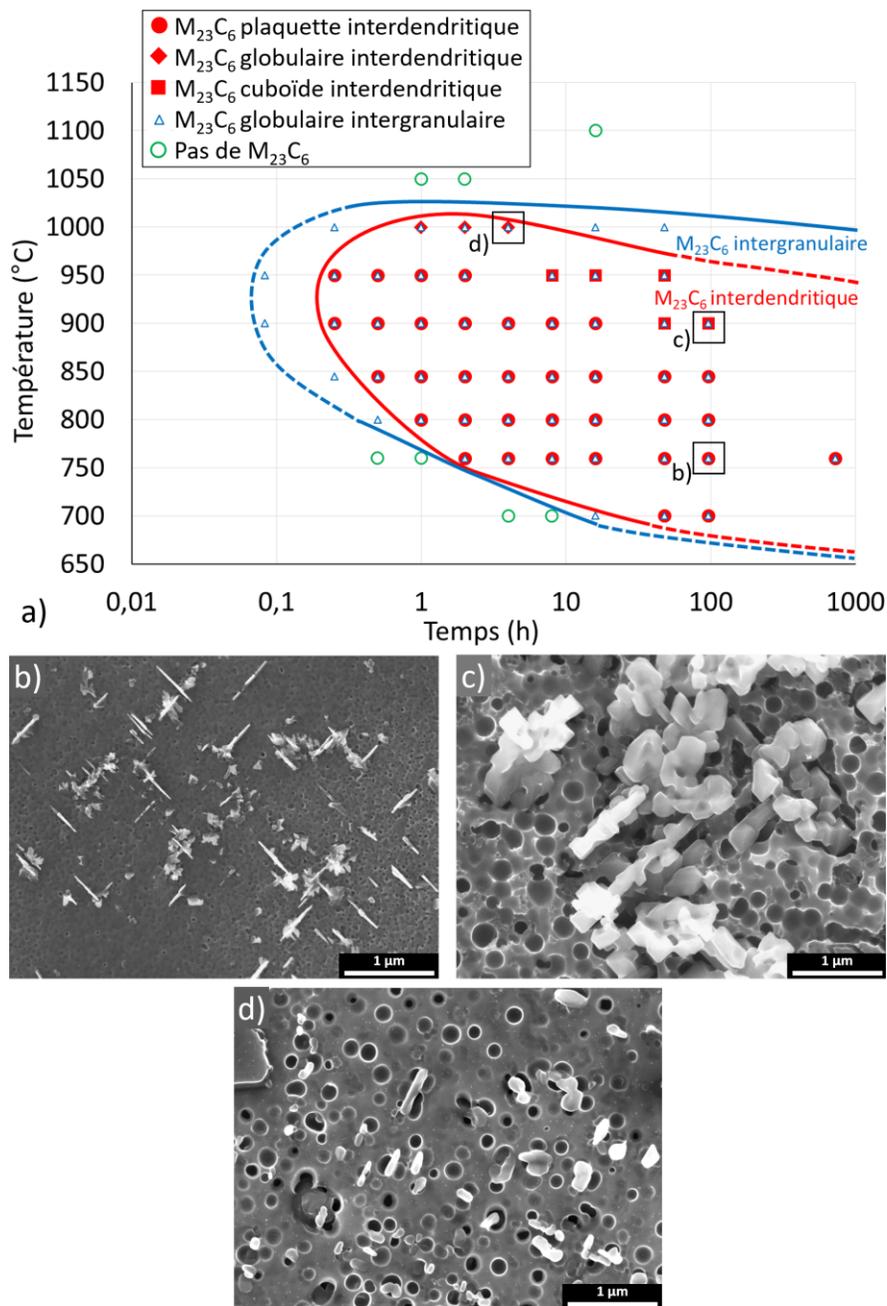


Figure IV.30. Stabilité des carbures secondaires $M_{23}C_6$ à 700-1100 °C : (a) diagramme TTT expérimental en fonction du site de nucléation, (b-d) micrographies MEB associées aux morphologies plaquettes, cuboïdes et globulaires respectivement.

Des courbes classiques en C sont obtenues, avec un nez de précipitation à 5 min / 900-950 °C pour les carbures globulaires intergranulaires. Leur présence est constatée dès 16 h à 700 °C – température la plus basse étudiée dans ces travaux – et leur mise en solution complète semble survenir à 1025-1030 °C. Bien que les particules intragranulaires existent principalement sous forme de plaquettes dans la matrice temps-température (Figure IV.30(b)), une évolution peut être observée lors d'une exposition prolongée à 900 et 950 °C, où ils présentent une morphologie cuboïde fractale et nettement plus grossière (Figure IV.30(c)). A 1000 °C, ils ne subsistent qu'un laps de temps très restreint (1 à 4 h) et uniquement sous la forme de petites particules globulaires ou lenticulaires, comme l'illustre la Figure IV.30(d). Au-delà de 4 h, seuls les carbures $M_{23}C_6$ aux joints de grains persistent, avant d'être intégralement dissous aux températures supérieures. Les carbures intergranulaires sont donc plus stables en température, en existant sur un plus grand domaine temps-température et en n'exhibant pas de changement morphologique. Il convient également de noter qu'ils affichent une cinétique de précipitation plus rapide que les carbures intragranulaires.

La littérature prédit la formation de carbures $M_{23}C_6$ dans de nombreux superalliages base Ni entre 760 et 980 °C, avec une dissolution totale autour de 1010-1040 °C [115], [433]. En particulier, pour le Waspaloy, *Jackman et al.* ont décrit une précipitation « abondante » de carbures $M_{23}C_6$ dans la plage de température 788-954 °C [418]. *Lerch* établit que leur formation survient jusqu'à 930 °C et trouve une température de solvus de 1025 °C [112]. Les résultats expérimentaux obtenus ici sont alors conformes au regard des températures de transformation pour ces carbures. Quant aux changements morphologiques, *Joseph et al.* ont conclu qu'il existait une dépendance à la température, sans effet du temps, pour les carbures $M_{23}C_6$ intergranulaires du Haynes 282 [434]. En augmentant la température, ces derniers passent d'un film continu à une forme de « mur de briques », avant de finir en particules discrètes. De manière différente, ces travaux de thèse viennent suggérer des carbures intergranulaires qui sont stables en température et ne changent pas significativement d'apparence. Ce sont les carbures intragranulaires qui montrent une dépendance à la fois au temps et à la température.

Enfin, comme attendu, la formation de carbures secondaires est également constatée après le double revenu R1+R2. Ils précipitent certainement lors du premier revenu de 4 h à 850 °C, et sont maintenus ou développés davantage avec le second de 16 h à 760 °C. De plus, il a été montré dans l'état de l'art en début de ce manuscrit (partie I.4.b.iii) que certaines phases présentaient des gradients morphologiques dans la direction de construction. C'est par exemple le cas des phases de Laves dans l'Inconel 718 CMT [145]. Ayant montré la disposition des carbures $M_{23}C_6$ à évoluer morphologiquement dans le Waspaloy CMT en fonction des conditions de température, la question s'est posée de savoir s'ils

manifestent eux aussi ce type de gradient. Dans un mur fin après traitement thermique R1+R2, le même que dans la partie IV.1.a.ii, les carbures $M_{23}C_6$ ont été observés à différentes localisations. La Figure IV.31 indique l'absence d'un tel gradient, avec les particules inter- et intragranulaires qui semblent être présentes sous les mêmes formes et dans des quantités semblables peu importe qu'elles soient dans le haut ou le bas du mur. Cela est cohérent avec le diagramme TTT expérimental (Figure IV.30(a)) : les températures appliquées lors de ces deux revenus ne sont pas suffisamment élevées (< 900-950 °C) pour induire des changements morphologiques. De plus, ces gradients existent principalement à l'état post-fabrication et résultent d'hétérogénéités chimiques liées aux variations de taux de refroidissement et à l'historique thermique de chaque cordon.

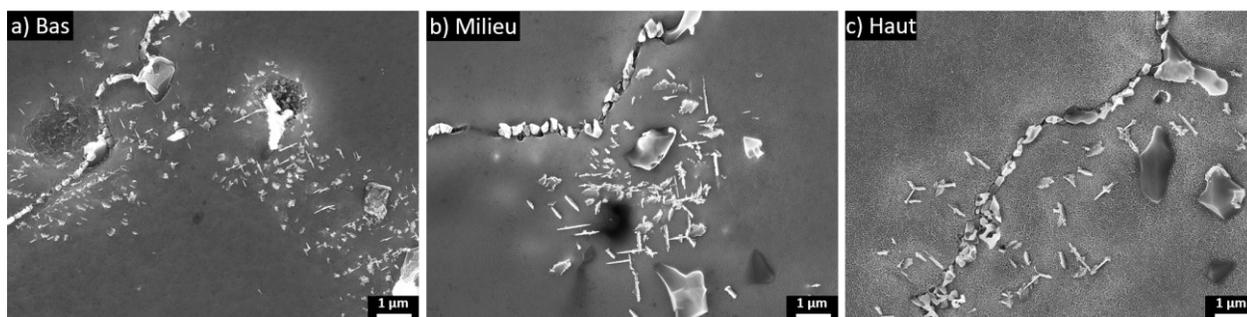
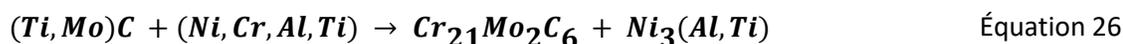


Figure IV.31. Apparence des carbures secondaires $M_{23}C_6$ dans un mur fin après R1+R2 en fonction de la localisation dans la hauteur : (a) bas, (b) milieu et (c) haut.

IV.2.d. Mécanismes de formation des carbures $M_{23}C_6$

Introduits en chapitre III, les carbures primaires (Ti,Mo)C sont présents à l'état post-fabrication de manière inter- et intragranulaire. Les (Ti,Mo)C, à morphologie blocky et issus de la solidification, demeurent après traitement thermique de revenu. Les carbures secondaires $(Cr,Mo)_{23}C_6$ se forment lors du revenu à proximité de ces derniers, que ce soit dans les ID ou aux joints de grains. Cette localisation préférentielle suggère que la formation des $M_{23}C_6$ provient d'une transformation des MC, tel que cela est couramment proposé dans la littérature [55], [73], [435]. Collins a étudié, dès la fin des années 1960, la stabilité relative des carbures et des phases intermétalliques dans plusieurs superalliages base Ni, dont le Waspaloy [435]. Il conclut que les carbures MC, malgré leur température de solvus élevée (≈ 1280 °C), ne sont pas entièrement stables à température intermédiaire (850-1100 °C) en cas d'exposition prolongée et se dissocient en $M_{23}C_6$. La réaction de décomposition, généralement exprimée sous sa forme générale $MC + \gamma \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma'$, peut être spécifiée connaissant les compositions chimiques :



Les modélisations Thermo-Calc® pour le Waspaloy, que ce soit dans la littérature pour le matériau conventionnel [107], [108] ou dans cette étude (partie IV.3.b.iii) pour la version CMT, montrent que les courbes de fraction molaire des carbures MC et $M_{23}C_6$ se chevauchent à peine. Cela appuie le phénomène de dégradation, ou transformation, des particules primaires en secondaires sous l'effet d'une exposition thermique. Cependant, aucune zone de décomposition apparente entourant les (Ti,Mo)C n'a été observée dans ces travaux de thèse, contrairement à celles signalées par *Lvov et al.* dans l'Inconel 718 et le GTD-111 [56]. Similairement, *Qin et al.* ont décrit des signes évidents de dégradation dans le superalliage K452, avec la formation simultanée de $M_{23}C_6$ et la phase η à l'interface MC/ γ [57]. Ce n'est pas le cas dans le Waspaloy CMT, où les carbures primaires MC sont vraisemblablement inaffectés même après 725 h passées à 760 °C. Leur apparence et leur nombre ne varie pas significativement. Ce constat semble donc exclure leur décomposition comme source principale de formation des carbures secondaires. *Aghajani et al.* ont fait face à une situation semblable dans leurs études sur l'Inconel 718 [436]; les auteurs ont conclu qu'il n'y avait pas de dégénérescence des NbC et que la formation des $M_{23}C_6$ était basée sur la nucléation et la croissance à partir d'interfaces internes.

Comme l'illustrent les micrographies MET en Figure IV.32, la présence de défauts cristallins à la fois linéaires (réseaux de dislocations) et planaires (joints de grains et fautes d'empilement) sont régulièrement observés à proximité des carbures $M_{23}C_6$ dans le Waspaloy CMT. Ces derniers sont effectivement connus pour leur tendance à nucléer sur des défauts cristallographiques [41], [114], [418]. Le mécanisme de leur formation est donc ici incertain, avec des éléments des deux théories se révélant pertinents. Il pourrait tout aussi bien s'agir d'une combinaison des deux. Peut-être qu'après plusieurs milliers d'heures d'exposition à haute température, les carbures MC montrent des signes plus clairs de dégénérescence. Ils pourraient bien être la source de C nécessaire à la nucléation des $M_{23}C_6$ assistée par l'existence d'interfaces internes. Des variations dans les mécanismes de formation pourraient également être attendues en fonction de la localisation et de la morphologie des carbures. Par exemple, il est possible que les carbures $M_{23}C_6$ intergranulaires se décomposent plus rapidement, en raison de leur cinétique accélérée (Figure IV.30(a)). *Liu et al.* ont rapporté ce phénomène dans le Waspaloy forgé, où la formation de $M_{23}C_6$ à partir de la décomposition des MC était favorisée par la présence de fautes d'empilement. Les joints de grains présentaient des stades de décomposition plus avancés, la diffusion des éléments y étant plus rapide qu'à l'intérieur des grains [118]. *Qin et al.* ont aussi montré cela [57]. *Parthasarathy et Shewmon* ont en effet montré que la diffusion du C le long des joints de grains était considérablement plus rapide [437]. Enfin, comme abordé déjà en partie IV.1.b, les dislocations améliorent également la diffusivité grâce à l'effet « tunnel » (phénomène de *pipe diffusion*) [396], [397].

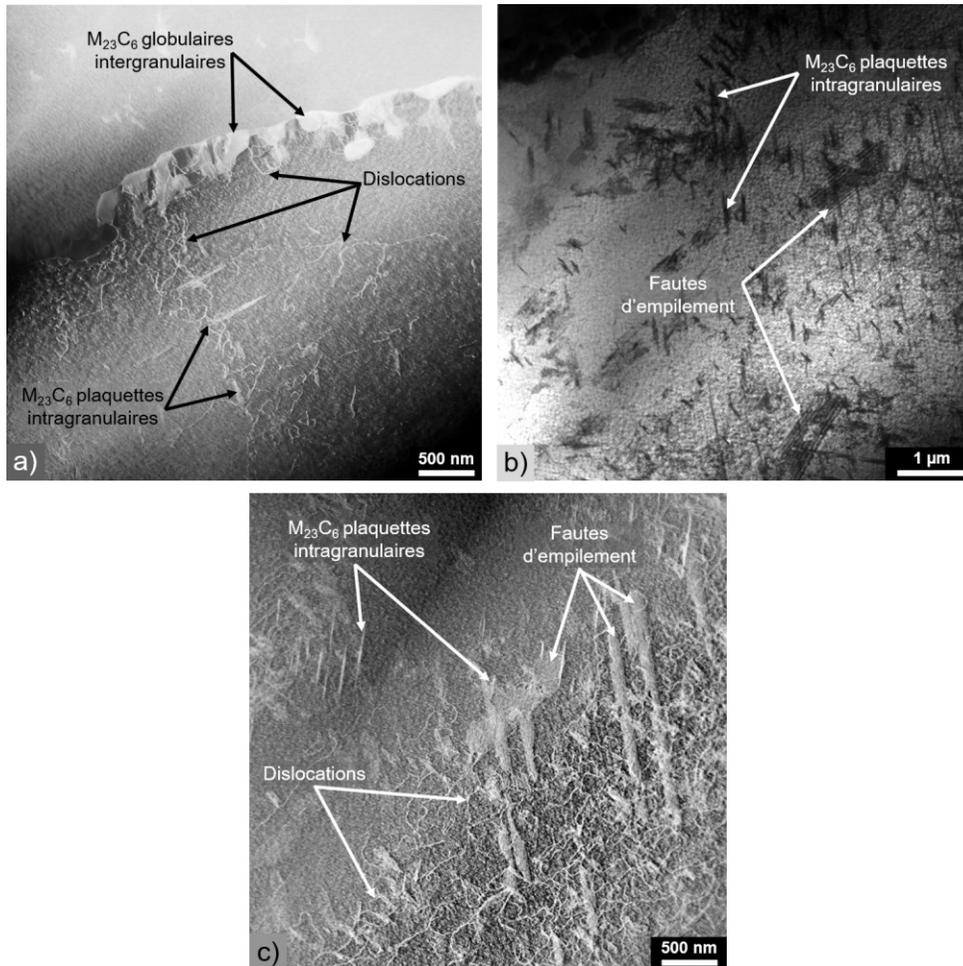


Figure IV.32. Micrographies MET d'un échantillon après revenu de 48 h à 845 °C illustrant la présence de défauts cristallins : (a) réseaux de dislocations, (b) fautes d'empilement et (c) simultanéité des deux autour des $M_{23}C_6$ plaquettes.

D'après l'Équation 26, les précipités γ' évoluent de manière synchrone avec les carbures $M_{23}C_6$. Cet aspect a en effet été observé dans ces travaux. Tout d'abord, il est important de noter que les deux phases existent dans le Waspaloy CMT vieilli sur approximativement la même gamme de température (700-1000 °C), comme l'illustrent les diagrammes TTT expérimentaux en Figure IV.13 et Figure IV.30. Les deux présentent, de plus, une stabilité accrue dans les ID et aux joints de grains. Aux joints de grains, il a été montré qu'après revenu il y avait une alternance de gros précipités γ' et de carbures secondaires $M_{23}C_6$ à morphologie globulaires, appuyant la réaction de transformation. Cela est valable aussi pour les particules en plaquettes, mais de manière plus fine. Sur la cartographie EDS-MET d'une plaquette à grand grossissement (Figure IV.19), un net enrichissement en Ni, Ti et Al peut être remarqué tout autour du carbure. Les trois éléments étant γ' -gènes, cela suggère l'existence d'une enveloppe de phase γ' autour de la plaquette. Un appauvrissement très localisé en Cr peut également être noté. La littérature fait état d'un appauvrissement similaire en Cr dans les zones adjacentes aux $M_{23}C_6$ intergranulaires [433], [438], ce qui pourrait entraîner la formation d'une couche de précipités γ' à l'interface du carbure [72]. La Figure

IV.33(a) illustre en détails la morphologie des plaquettes interdendritiques, avec une attaque dite « négative ». Une forme très ondulée peut être observée, avec la présence de creux voire de trous circulaires, impliquant la présence de précipités γ' sphériques collés qui ont été dissous par l'eau régale. En complément et pour une meilleure compréhension, la Figure IV.33(b) montre des $M_{23}C_6$ en plaquettes avec une attaque « positive », où cette fois-ci la matrice γ a été retirée et les précipités γ' sont maintenus en place. Ils sont distinctement collés sur les côtés des plaquettes, confirmant à nouveau l'hypothèse de la nucléation corrélée des phases γ' et $M_{23}C_6$. De plus, cette enveloppe de précipités γ' pourrait réduire la diffusion de Cr et Mo, éléments $M_{23}C_6$ -gènes, et ainsi inhiber la croissance de ces carbures [431], [439].

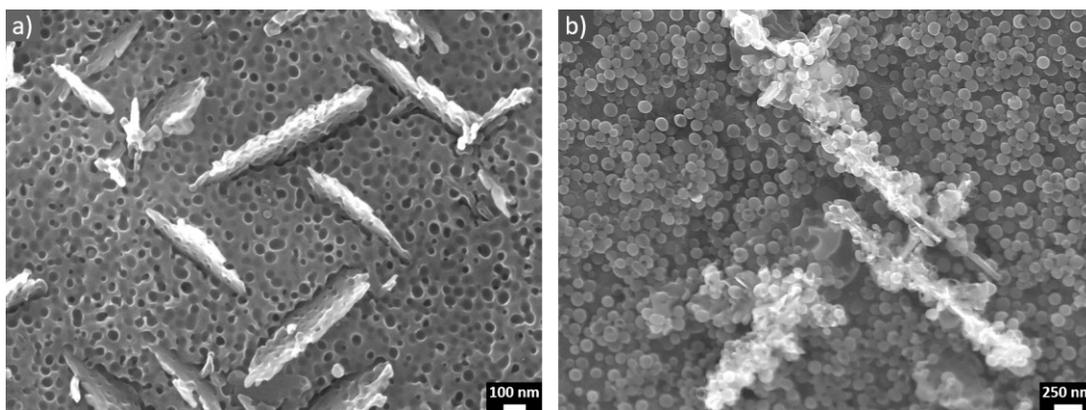


Figure IV.33. Enveloppe de phase γ' autour des carbures $M_{23}C_6$ en plaquettes : (a) avec une attaque de type « négative » et (b) avec une attaque dite « positive ».

Ainsi, la formation simultanée et compétitive de carbures secondaires $M_{23}C_6$ et de précipités γ' a été observée, conformément à la classique réaction $MC + \gamma \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma'$. Cela se manifeste au niveau des joints de grains par une alternance de gros précipités γ' avec les carbures globulaires. Quant aux particules en plaquettes, dans les ID principalement, elles présentent des enveloppes de phase γ' , appuyant également l'existence de cette transformation. Les carbures primaires MC, hérités de la solidification, seraient le principal fournisseur de C, d'où la localisation préférentielle des carbures secondaires à leur proximité. Cependant, aucun signe évident de leur décomposition n'a été noté dans ces travaux. Leur dégradation serait assistée par des défauts cristallins linéaires (réseaux de dislocations) et planaires (joints de grains et fautes d'empilement) présents en grand nombre.

IV.2.e. Possible présence de phase η à 1050 °C

Lors d'exposition à très haute température (> 1000 °C), une fois les carbures secondaires $M_{23}C_6$ entièrement dissous, une autre phase secondaire semble faire son apparition dans les ID. Remarquée dans les échantillons après un revenu de 1 et 2 h à 1050 °C, il n'a malheureusement pas été possible de consacrer le même temps et les mêmes efforts à son identification que pour les $M_{23}C_6$. Par conséquent, sa composition chimique reste relativement inconnue, malgré des spéculations liées aux effets d'attaque chimique, et sa nature cristalline demeure indéterminée.

Les observations au MEB avec une attaque dite « négative », creusant les précipités γ' , révèlent la présence de « fentes » dans les ID, comme illustré en Figure IV.34(a,b). Les fentes semblent, de manière similaire aux plaquettes $M_{23}C_6$, présenter des directions d'orientations préférentielles. Dans le cas d'une attaque positive, de grands précipités en forme de plaques remplacent les fentes, avec les mêmes directions, et dans des dimensions nettement plus grandes que les plaquettes précédentes (Figure IV.34(c,d)). Les plaques mesurent jusqu'à 4,5 μm de long et 105 nm d'épaisseur. Leur contraste est très semblable à celui des précipités γ' . Leur apparence, mais aussi leur sensibilité semblable à celle des précipités γ' à l'attaque chimique, suggèrent qu'elles puissent être de la phase η .

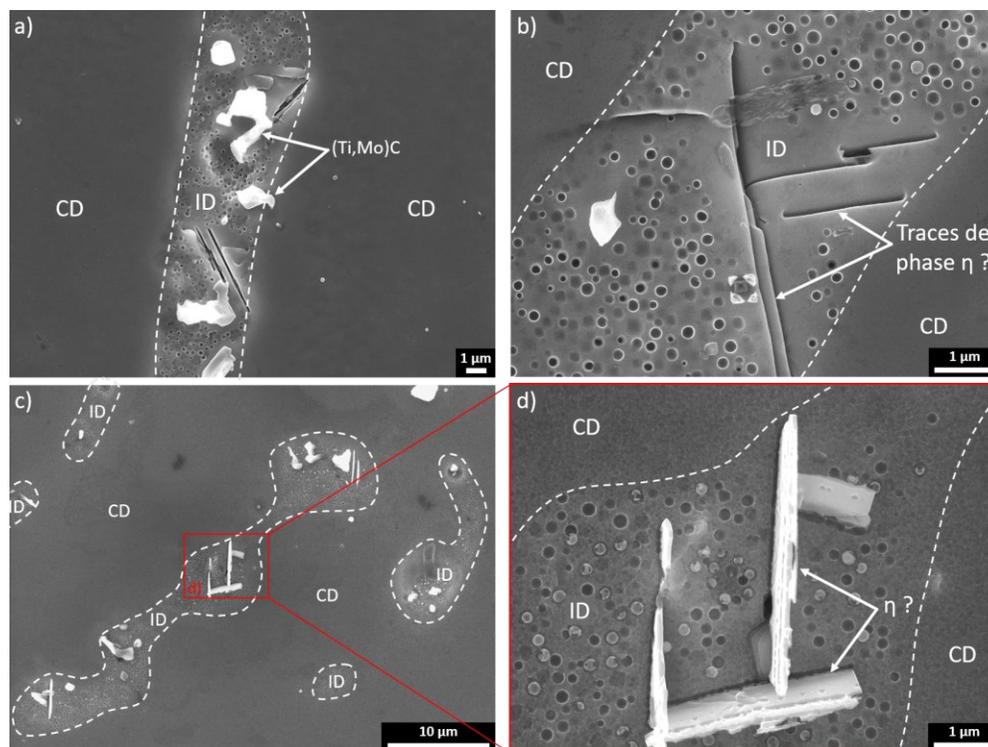


Figure IV.34. Observations MEB (mode SE) de grandes plaques dans les ID : (a,b) avec une attaque de type « négative » et (c,d) avec une attaque dite « positive ».

En effet, les phases γ' et η ont sensiblement la même composition chimique : $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$ et Ni_3Ti respectivement. Les précipités γ' sont connus pour se dissoudre et former cette forme stable, η , lors d'expositions prolongées à haute température. Cette dernière prend généralement des morphologies de type latte, aiguille ou plaque, et est connue pour précipiter de manière facilitée dans les alliages à haut ratio Ti/Al [37], [38], [39]. Elle est notamment observée dans le Waspaloy après vieillissement, se formant à partir de carbures primaires MC [108], [117], [118], [119]. Cela semble être le cas dans cette étude aussi, où quelques observations au MEB (Figure IV.35) montrent les plaques accolées à des (Ti,Mo)C blocky. De plus, ces grands précipités se manifestent automatiquement à proximité des carbures primaires dans les deux échantillons analysés. La décomposition des carbures MC est connue dans la littérature pour donner, parfois, la phase η comme produit à travers la réaction $\text{MC} + \gamma \rightarrow \text{M}_{23}\text{C}_6 + \eta$ [56], [57], [58], [59].

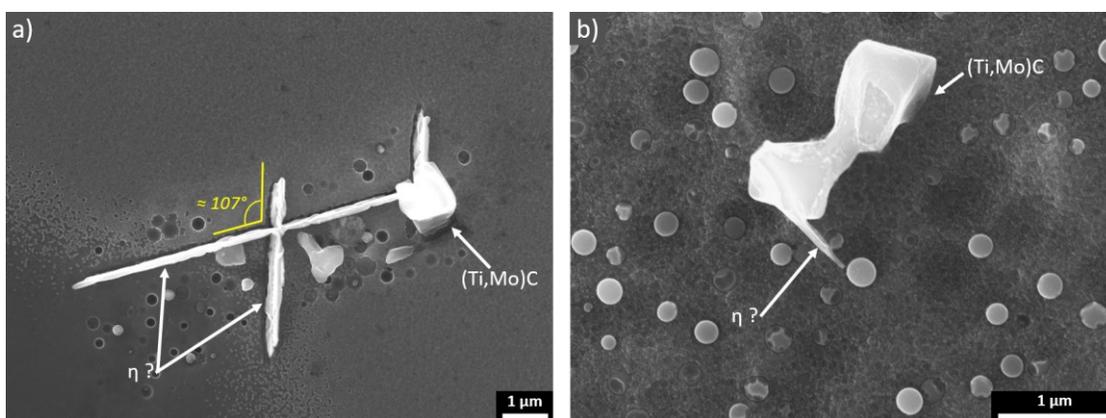


Figure IV.35. Observations MEB (mode SE) de la possible formation de phase η à partir de carbures primaires (Ti,Mo)C dans un échantillon après 1 h à 1050 °C : (a) grossissement x10000 et (b) grossissement x25000.

Enfin, il sera montré en partie IV.3 avec les modélisations Thermo-Calc®, que la phase η est effectivement prédite dans les ID en proportion assez importante à l'équilibre thermodynamique. D'après les calculs, elle serait présente dans le Waspaloy CMT jusqu'à 1193 °C et atteindrait une fraction molaire maximale de 28 % à 950 °C. En regroupant ces résultats numériques avec les observations expérimentales présentées ci-dessus, cela appuie fortement l'hypothèse que ces grandes plaques soient de la phase η . Etant couramment décrite comme fragile et nocive pour les propriétés mécaniques (en traction à chaud, en fluage et en fatigue notamment [36], [43], [44], [45], [46], [47]), il serait intéressant de caractériser plus rigoureusement et d'identifier formellement la nature de ces plaques comme cela a été fait pour les carbures M_{23}C_6 . Cela peut se faire de manière similaire avec un prélèvement au FIB ou une préparation manuelle de lames minces et leur observation au MET.

IV.2.f. Synthèse sur la formation de phases secondaires

La formation de phases secondaires a été observée dans le Waspaloy CMT après revenu : des transformations de phase à l'état solide surviennent en raison de l'exposition à haute température. La principale phase secondaire étudiée est le carbure $M_{23}C_6$, enrichi en Cr et Mo. Présent sous deux morphologies principales, globulaire aux joints de grains et en plaquettes dans les ID, il a été identifié au MET par sa maille cubique à faces centrées de paramètre 10,77 Å. Malgré sa structure cristalline complexe en raison des 116 atomes de la maille, la relation d'orientation cube-cube est déterminée : $\{001\}_{M_{23}C_6} \parallel \{001\}_{\gamma/\gamma'}$ et $\langle 001 \rangle_{M_{23}C_6} \parallel \langle 001 \rangle_{\gamma/\gamma'}$. Par ailleurs, les plaquettes $M_{23}C_6$ font preuve de parallélisme et de perpendicularité entre les elles ; il a été démontré par stéréo microscopie qu'elles se développent de manière préférentielle le long des directions cristallographiques de type $\langle 110 \rangle_{\gamma}$.

Un diagramme TTT expérimental a pu être établi pour ces carbures secondaires, tenant compte des sites de nucléation (inter- ou intragranulaire), ainsi que des variations morphologiques. Des courbes classiques en C sont obtenues, avec un nez de précipitation à 5 min / 900-950 °C pour les carbures globulaires intergranulaires qui ont une cinétique de précipitation accélérée et une stabilité accrue. Leur présence est constatée dès 16 h à 700 °C – température la plus basse étudiée dans ces travaux – et leur mise en solution complète semble survenir à 1025-1030 °C, en cohérence avec la littérature [115], [433]. Si les $M_{23}C_6$ intergranulaires restent globulaires sur la totalité de la matrice temps-température étudiée, ce n'est pas le cas pour les carbures intragranulaires. Bien qu'ils soient principalement observés sous forme de plaquettes, ils évoluent vers une morphologie cuboïde et nettement plus grossière lors d'une exposition prolongée à 900 et 950 °C. Au-delà, à 1000 °C, ils ne subsistent que 1 à 4 h et uniquement sous la forme de petites particules globulaires avant d'être entièrement dissous.

Les mécanismes de formation des carbures secondaires $M_{23}C_6$ sont discutés. Il semblerait que la formation de ces derniers soit simultanée et compétitive avec celle des précipités γ' , conformément à la réaction classique $MC + \gamma \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma'$. Les carbures primaires MC, hérités de la solidification, seraient le principal fournisseur de C, d'où la localisation préférentielle des carbures secondaires à leur proximité. Aucun signe évident de leur dégradation n'a cependant été observé. Leur décomposition semble assistée par la présence d'un grand nombre de défauts cristallins, linéaires (réseaux de dislocations) et planaires (joints de grains et fautes d'empilement), comme l'ont montré les observations au MET.

Enfin, un autre type de phase secondaire semble se former lors d'exposition à très haute température (> 1000 °C), une fois les carbures secondaires $M_{23}C_6$ entièrement dissous. Après un revenu de 1 et 2 h à 1050 °C, de grandes plaques (jusqu'à 4,5 µm de long et 105 nm d'épaisseur) sont observées

dans les ID. Leur apparence, mais aussi leur sensibilité semblable à celle des précipités γ' à l'attaque chimique, suggèrent qu'elles puissent être de la phase η . Les phases γ' et η ont, en effet, sensiblement la même composition chimique : $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$ et Ni_3Ti respectivement. Les modélisations thermodynamiques réalisées dans la partie suivante (0) appuient cette hypothèse également. L'équilibre thermodynamique du Waspaloy CMT y est traité, tout d'abord avec une approche expérimentale par un revenu long, puis numériquement avec Thermo-Calc®.

IV.3. Approche de l'équilibre thermodynamique

En raison de la nature hors équilibre du Waspaloy CMT, inhérente au refroidissement rapide et à l'historique thermique complexe, la question de sa microstructure lors de l'atteinte de l'équilibre thermodynamique se pose. Dans un premier temps, une tentative expérimentale d'approche est réalisée par un revenu long : 725 h à 760 °C. La microstructure obtenue est analysée et, dans un second temps, mise en regard des modélisations Thermo-Calc®. Le logiciel permet, pour un matériau de composition chimique donnée, de prédire les transformations de phases et leurs températures associées. Deux types de calculs sont mis en œuvre : des simulations thermodynamiques à l'équilibre, et d'autres tenant compte de la solidification hors équilibre via le modèle de Scheil-Gulliver.

IV.3.a. Microstructure après un revenu prolongé : 725 h à 760 °C

Pour tenter expérimentalement d'approcher la microstructure à l'équilibre, un échantillon de Waspaloy CMT s'est vu appliquer un revenu long de 725 h (un mois) à 760 °C. Après cette exposition prolongée à température proche de celle en service, l'échantillon a été poli, attaqué puis observé au MEB.

La structure granulaire est relativement inchangée et la structure dendritique toujours présente (Figure IV.36(a)), la température étant trop faible pour induire des changements significatifs à ces niveaux. Une différence de composition chimique est observée entre les CD et les ID, avec des réactions variées à l'attaque chimique. L'homogénéisation n'est ici encore pas atteinte. A plus grand grossissement, comme illustré en Figure IV.36(b), la décoration des joints de grains par des « gros » précipités γ' et des carbures M_{23}C_6 globulaires est observée. De même, les carbures secondaires sont présents dans les ID sous forme de plaquettes (Figure IV.36(c)). Ces deux phénomènes sont conformes aux résultats précédents, et montrent que la présence de la phase M_{23}C_6 est bien durable. Par ailleurs, l'attaque « positive » fait distinctement ressortir la formation simultanée et compétitive $\text{M}_{23}\text{C}_6/\gamma'$ abordée antérieurement ($\text{MC} + \gamma \rightarrow \text{M}_{23}\text{C}_6 + \gamma'$) ; des précipités γ' sont collés aux carbures en plaquettes en Figure IV.36(c). Aucun signe de la phase η n'a été constaté, ni d'autres particules ou phases secondaires non identifiées. Après ce revenu long, la microstructure consiste en les phases γ , γ' , $(\text{Ti,Mo})\text{C}$ et $(\text{Cr,Mo})_{23}\text{C}_6$. Le Waspaloy CMT traité 725 h

à 760 °C s'avère encore hors équilibre thermodynamique. Cela se remarque aussi au diamètre des précipités γ' qui, bien que nettement supérieur à celui observé post-fabrication, reste légèrement plus grand dans les ID. En effet, les mesures affichent $46,5 \pm 13,1$ nm dans les CD et $56,9 \pm 14,4$ nm dans les ID. Les distributions sont tracées en Figure IV.37. Comparés à l'état post-fabrication, les précipités durcissants sont 3,5 fois plus grands dans les ID et 6,7 fois plus grand en moyenne dans les CD après ce revenu long. Le grossissement favorisé des particules dendritiques, démontré en partie IV.1.d, est ici encore mis en évidence. Même si un écart de diamètre moyen et de distribution persiste entre ID et CD, ce sont ces derniers qui manifestent la plus grande évolution. De plus, si on ajoute ces nouvelles données (725 h) de taille des précipités γ' à celles présentées précédemment pour un revenu à 760 °C (4-96 h), cela fiabilise les résultats. Les R^2 des droites d'ajustement linéaire augmentent de près de 0,2 que ce soit pour les ID ou les CD. Ce revenu long ne montre donc pas de déviation à la théorie LSW, contrairement à ce qui a été reporté parfois dans d'autres alliages pour des revenus au-delà d'une certaine durée [97], [440].

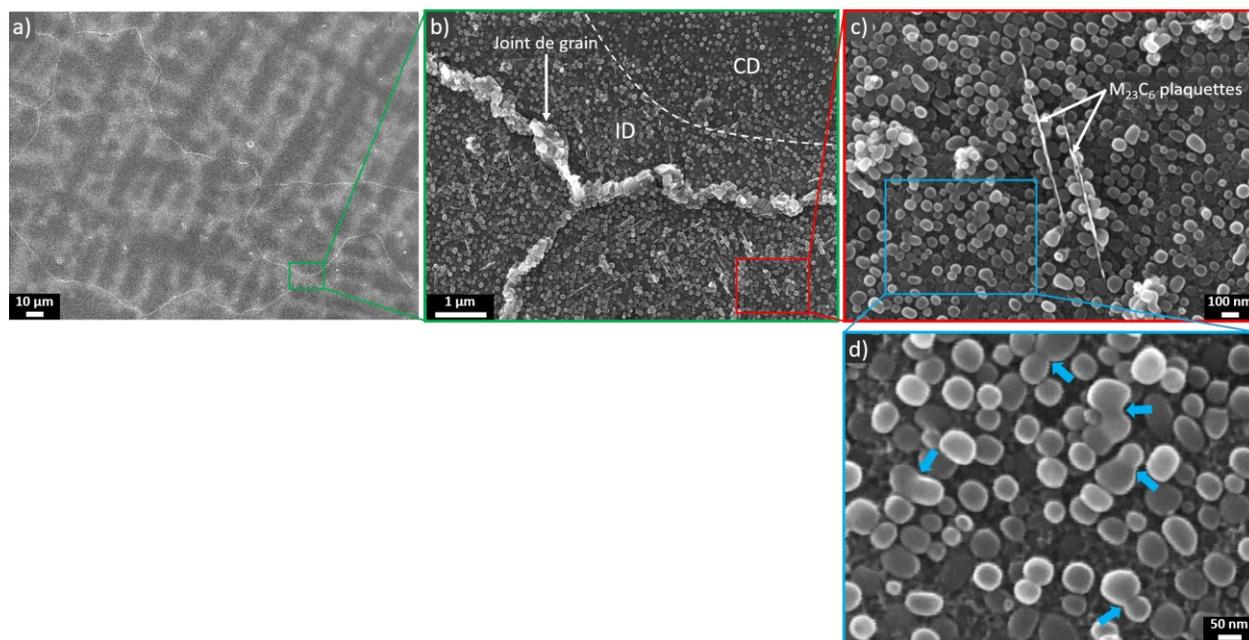


Figure IV.36. Microstructure du Waspaloy CMT après exposition de 725 h à 760 °C : (a) structure dendritique, (b) décoration aux joints de grains, (c) présence de carbures $M_{23}C_6$ en plaquettes et (d) précipitation γ' montrant des signes de coagulation.

Des signes de coagulation entre précipités γ' sont visibles dans cet échantillon. En Figure IV.36(c), il est possible d'observer plusieurs occurrences (flèches bleues) de particules accolées en train de fusionner. L'attaque « positive » permet ici de constater ce phénomène de manière plus sûre, grâce à l'absence d'artefacts d'attaque parfois présents lors d'une attaque « négative » trop forte. Il semblerait alors que la croissance des précipités γ' dans le Waspaloy CMT exposé à 760 °C survienne d'abord par le mécanisme de mûrissement d'Ostwald (jusqu'à 96 h au moins) puis par coagulation à mesure qu'ils grossissent et se rapprochent les uns des autres. Cela a déjà été reporté dans la littérature [102]. La Figure

IV.36(c) permet également de remarquer qu'après cette longue période d'exposition en température, les précipités γ' qui étaient jusqu'alors toujours sphériques commencent à devenir cubiques. Un certain alignement des côtés des précipités quasi-cubiques selon une direction particulière est visible aussi. Ce changement de morphologie s'observe généralement en raison du changement de désaccord paramétrique, lui-même modifié par les échanges chimiques entre la matrice γ et les précipités γ' [441]. *Liu et al.* l'ont reporté dans le Waspaloy conventionnel après une exposition de 10 000 h à 780 °C [117], et l'orientation des arêtes dès 5 000 h.

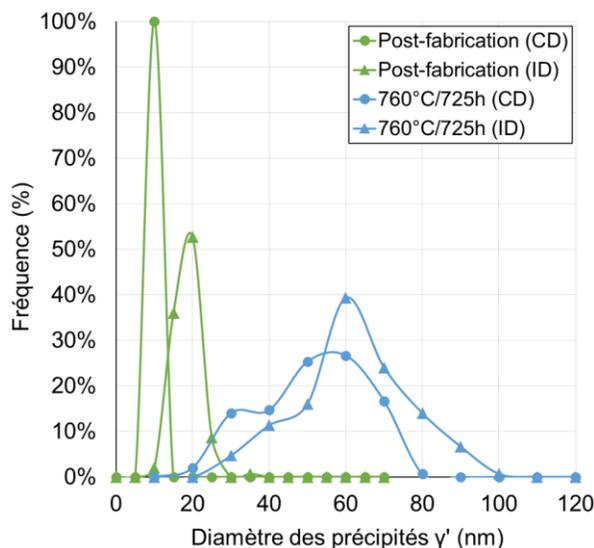


Figure IV.37. Distribution des diamètres des précipités γ' après un revenu de 725 h à 760 °C.

Cette approche expérimentale de l'équilibre thermodynamique par un revenu long a permis de confirmer les résultats des parties IV.1 et IV.2, à savoir respectivement :

- La croissance des précipités γ' est favorisée dans les CD, même si les particules des ID restent légèrement plus grosses. Le diamètre des précipités dendritiques voit la plus grande évolution, avec un grossissement de 6,7 fois en comparaison avec l'état post-fabrication ;
- La formation de carbures secondaires $M_{23}C_6$ globulaires aux joints de grains et en plaquettes dans les ID est observée à long terme aussi. Elle est associée à la précipitation de phase γ' . Aucun signe de la phase η , ni aucune autre phase secondaire, n'a été repéré.

Cette expérience a également permis de montrer que 725 h ne sont pas suffisantes pour homogénéiser chimiquement la structure, les hétérogénéités étant profondément ancrées. L'échantillon a aussi admis des signes de grossissement des précipités γ' par coagulation, avec l'agglomération nette de deux particules à de nombreuses occurrences. La croissance des précipités γ' aurait donc lieu dans un premier temps (jusqu'à 96 h minimum) par mûrissement d'Ostwald suivant la théorie LSW, puis par

coagulation lorsque la densité numérique de précipités et leur grand diamètre le permet. L'équilibre ne pouvant être facilement atteint expérimentalement, la réalisation de modélisations thermodynamiques avec le logiciel Thermo-Calc® permet une approche numérique.

IV.3.b. Modélisations thermodynamiques

La microstructure à l'équilibre thermodynamique du Waspaloy CMT peut être approchée numériquement à l'aide du logiciel Thermo-Calc® (version 2023a, base de données TCNI10). Des calculs à l'équilibre ont été mis en œuvre dans un premier temps (IV.3.b.i), en guise de première approximation, avant de tenir compte de la ségrégation chimique et de la solidification hors équilibre avec le modèle de Scheil-Gulliver (IV.3.b.ii et IV.3.b.iii). Les résultats numériques présentés dans cette partie, corrélés aux observations expérimentales, permettent de dresser un tableau complet du Waspaloy CMT.

IV.3.b.i. Calculs à l'équilibre des phases présentes dans les ID

Le premier type de modélisation réalisé est un calcul à l'équilibre des phases présentes dans les ID, ces régions étant sujettes à la formation de composés intermétalliques tels que des carbures et des phases TCP. A partir de la composition mesurée par EDS-MEB dans les ID à l'état post-fabrication (Tableau III.1), l'approche CALPHAD est appliquée. Les résultats sont présentés en Figure IV.38 sous la forme d'un graphique traçant la fraction molaire de chaque phase en présence en fonction de la température. Les phases prédites à l'équilibre dans les ID sont la matrice γ , les précipités γ' ainsi que σ et η . Les compositions chimiques et fractions volumiques associées à chacune en fonction de la température sont disponibles en Annexe 8.

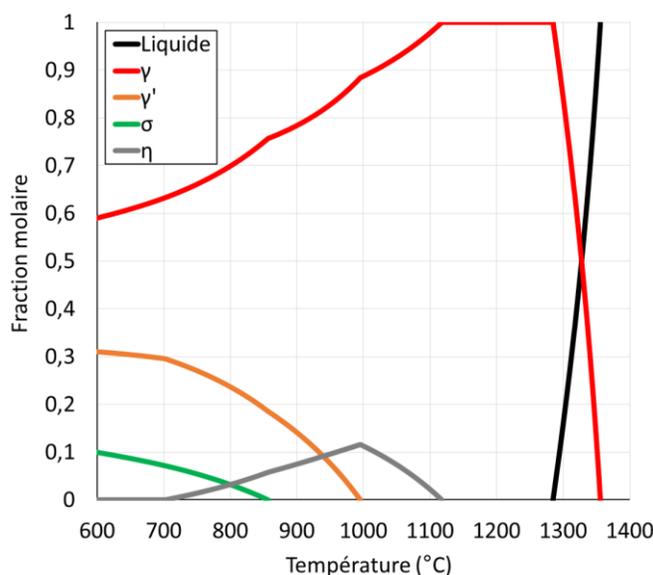


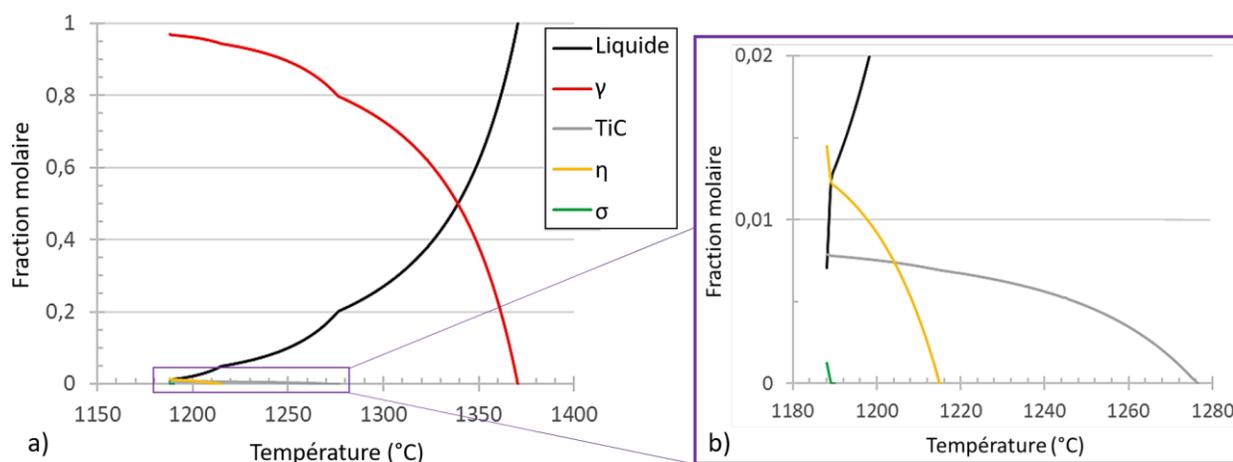
Figure IV.38. Fraction molaire des phases présentes dans les ID à l'équilibre en fonction de la température, selon des calculs Thermo-Calc® à partir de la composition chimique mesurée expérimentalement dans les ID par EDS-MEB à l'état post-fabrication.

La présence de carbures, primaires et secondaires, pourtant observée expérimentalement, n'est ici pas prédite à l'équilibre thermodynamique. Pour tenir compte du taux de refroidissement rapide et de la distribution hétérogène des éléments d'alliage, il est nécessaire de procéder à un autre type de calcul.

IV.3.b.ii. Calculs tenant compte de la ségrégation : Scheil-Gulliver à partir de la composition du fil

Le matériau d'étude étant complètement hors équilibre, les calculs à l'équilibre sont peu adéquats car basés sur des hypothèses trop éloignées des conditions réelles de solidification. Pour s'approcher de la manière la plus réaliste possible de la microstructure du Waspaloy CMT, il est nécessaire de tenir compte de la solidification hors équilibre et de la distribution hétérogène des solutés, en raison du taux de refroidissement plutôt élevé (5 à 127 °C·s⁻¹ comme déterminé en partie III.1.b.ii). Afin d'inclure la ségrégation chimique dans les modélisations, le modèle de Scheil-Gulliver est employé.

Les hypothèses majeures liées à ce modèle sont détaillées en partie II.4.b. On considère cette fois-ci la composition chimique du fil de Waspaloy (Tableau II.1) en donnée d'entrée, et non plus celle mesurée par EDS-MEB dans les ID. Cela permet d'étudier le degré de ségrégation chimique et son effet sur la formation de phases intermétalliques. De plus, cette composition chimique a été mesurée par ICP-MS et assure donc une bonne détermination de la teneur en C. La composition mesurée par EDS-MEB dans les ID ne permettait pas cela, cet élément étant difficile à quantifier avec cette technique. Le C est pourtant essentiel à la formation des carbures, et leur formation potentielle pourra donc être prédite par le logiciel en utilisant la composition du fil. Le modèle de solidification de Scheil-Gulliver est alors appliqué, avec le C en élément à diffusion rapide.



La Figure IV.39 montre l'évolution des phases en fonction de la température au cours de la solidification de Scheil-Gulliver. Ainsi, avec une solidification hors-équilibre, Thermo-Calc® prévoit une apparition des phases dans cet ordre : γ , TiC, η et enfin σ . Contrairement à la première et précédente tentative, les carbures primaires TiC sont prédits à l'issue de la solidification, à l'état post-fabrication. Ce n'est cependant pas le cas de la phase γ' . Les carbures secondaires $M_{23}C_6$ ne sont pas non plus prédits ici, car formés lors de revenus après la solidification. La solidification de Scheil prend fin à 1188 °C, et les compositions chimiques des phases en présence (TiC, η et σ) sont présentées en Tableau IV.2. La phase σ est, en effet, riche en Cr et Mo dans le Waspaloy CMT d'après le logiciel. L'étude de la nature cristalline des plaquettes (partie IV.2.a.iv) était donc bien nécessaire pour trancher l'identification.

Tableau IV.2. Compositions chimiques (% atomique) de TiC, η et σ à la fin de la solidification de Scheil (à 1188 °C).

Phase	Composition chimique (% atomique)									
	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	Si	Mn	C
TiC	~0	0,10	~0	0,90	53,35	~0	~0	~0	~0	45,65
η	67,79	1,98	5,44	0,48	22,54	1,16	0,60	0	0	0
σ	21,14	47,25	11,51	18,82	0,04	0,01	1,32	~0	~0	0

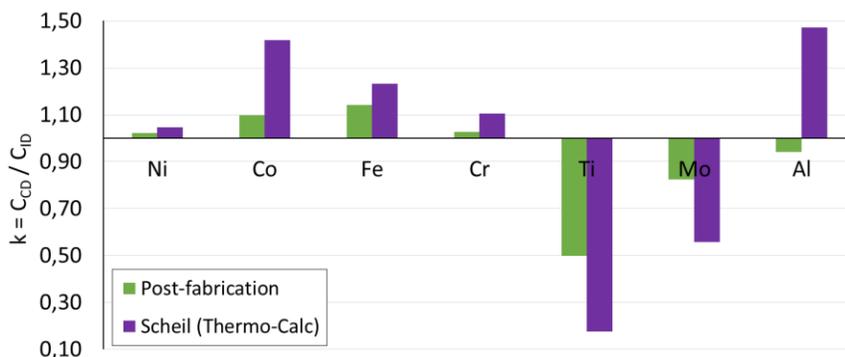


Figure IV.40. Comparaison des coefficients de ségrégation dans le Waspaloy CMT entre l'état post-fabrication (expérimental) et le calcul de Scheil-Gulliver issu de Thermo-Calc®.

A partir de cette modélisation, il est également possible de connaître l'évolution de la composition chimique du liquide au cours de la solidification (Figure II.20). Cela permet de déterminer les coefficients de ségrégation associés à chaque soluté, et les comparer avec ceux estimés expérimentalement à l'état post-fabrication (Figure IV.40). De manière générale, Thermo-Calc® surestime la ségrégation par rapport à la réalité observée. Il est important, cependant, de penser au fait que les coefficients déterminés expérimentalement tiennent compte de l'effet de revenu in-situ, à moins de n'avoir été mesurés dans le tout dernier cordon. Les carbures primaires (Ti,Mo)C ont également été exclus, ne reflétant ainsi pas exactement les teneurs réelles en Ti et Mo dans les ID. Les mêmes tendances de répartition ressortent

toutefois, avec les éléments Ti et Mo localisés préférentiellement dans les ID, et Ni, Co, Fe et Cr préférentiellement dans les CD. Le seul écart concerne Al, pour lequel le logiciel prévoit une ségrégation dans les CD alors qu'expérimentalement il semble plutôt concentré dans les ID. La littérature prévoit également une localisation dans les ID, avec un coefficient égal à 0,8 à l'équilibre [252].

IV.3.b.iii. Calculs tenant compte de la ségrégation : Scheil-Gulliver à partir de la composition des derniers 25 % de liquide

L'évolution de la fraction molaire du liquide et de sa composition en fonction de la température lors d'une solidification hors équilibre est maintenant connue. Il est alors possible d'affiner et préciser davantage l'approche numérique. Comme expliqué en partie II.4.b, un ratio de 25/75 est considéré pour les fractions volumiques des ID et des CD respectivement, sur la base des observations expérimentales au MEB. Cela signifie que, lors de la solidification, les derniers 25 % de liquide permettent la formation des ID. La composition chimique de ces derniers 25 % de liquide étant connue (Tableau II.7), des calculs à l'équilibre thermodynamique ont été réalisés avec cette donnée d'entrée. Les résultats sont présentés en Figure IV.41 sous la forme d'un graphique traçant la fraction molaire de chaque phase en présence en fonction de la température. Les phases prédites à l'équilibre dans les ID, en tenant compte d'une solidification hors équilibre et en supposant leur formation à partir des derniers 25 % de liquide, sont la matrice γ , les précipités γ' , les carbures primaires TiC et secondaires $M_{23}C_6$, ainsi que σ et η .

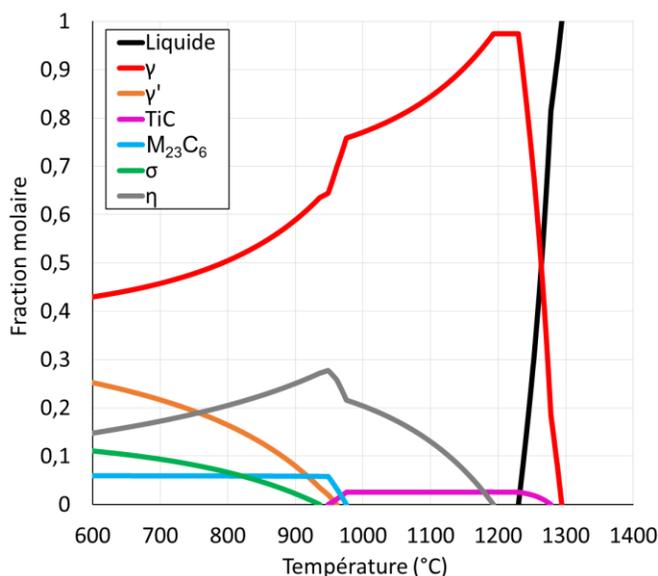


Figure IV.41. Fraction molaire des phases présentes dans les ID à l'équilibre en fonction de la température, selon des calculs Thermo-Calc® en considérant que les ID se forment à partir des derniers 25 % de liquide (modèle de Scheil-Gulliver).

La composition chimique moyenne des carbures $M_{23}C_6$ à 700-900 °C est estimée (en % atomique) à 2,45 % Ni, 66,31 % Cr, 0,92 % Co, 9,83 % Mo, 0,20 % Fe et 20,70 % C avec ce calcul. En comparant avec

la détermination expérimentale par EDS-MET (Tableau IV.1), les résultats sont en bonne cohérence. L'absence de Al et Ti peut être notée dans la composition numérique, de même que Ni et Co sont très minoritaires. Ces différences entre numérique et expérimental peuvent s'expliquer en partie par la taille de la sonde en EDS-MET, qui inclus automatiquement un peu des phases γ et γ' environnant les carbures. L'écart majeur peut, cependant, être dû au fait que les échantillons étudiés sont encore hors équilibre, et les particules n'y ont pas leur composition chimique finale et stable. Les compositions chimiques et fractions volumiques associées à chaque phase prédite à l'équilibre par ce calcul en fonction de la température sont disponibles en Annexe 8.

Bien que non observée expérimentalement, le logiciel prédit la formation de σ (jusqu'à 936 °C) et η (jusqu'à 1193 °C). En particulier, la phase η est prévue en quantité assez importante pour être en fraction molaire le second composé le plus prépondérant entre 750 et 1175 °C, derrière la matrice γ . Elle atteint une fraction molaire maximale de 28 % à 950 °C, à l'équilibre ; c'est plus que la phase γ' sur toute la gamme de température étudiée. Pourtant, la phase η est introuvable dans l'échantillon ayant servi à l'approche expérimentale de l'équilibre (725 h à 760 °C, partie IV.3.a). La seule occurrence où elle a été observée, potentiellement car non confirmée, est après un revenu de 1 et 2 h à 1050 °C, sous la forme de grandes aiguilles ou plaques. A cette température élevée, à laquelle les carbures $M_{23}C_6$ sont dissous et une grande partie des précipités γ' aussi, la phase η est vraisemblablement majoritaire et donc plus aisément observable. A 760 °C, de nombreux composés cohabitent et il est possible que la microstructure nécessite bien plus de temps que 725 h pour manifester la phase η . En effet, *Liu et al.* ont démontré qu'une variante du Waspaloy avec un haut ratio Ti/Al (proche de celui du matériau étudié dans ces travaux de thèse) requiert plus de 10 000 h pour atteindre l'équilibre [108]. Ces mêmes auteurs ont d'ailleurs obtenu des résultats semblables avec leurs calculs thermodynamiques, à l'exception près que la phase η n'est pas prédite par la version de Thermo-Calc® employée. La précipitation de phase η au centre de précipités γ' extra-larges a pourtant été notée à partir de 4 000 h d'exposition à 780 °C [117], [118].

Enfin, les simulations Thermo-Calc® permettent d'estimer les principales températures de transformations de phases. En fonction de la composition chimique considérée et du type de calcul (équilibre ou hors équilibre / Scheil), différentes valeurs ressortent. Le Tableau IV.3 fait la synthèse des températures de liquidus, solidus et solvus de chaque phase prédite. L'écart principal, de 384 °C, est observé sur la température de solvus de la phase σ . De plus petites variations, de 45 °C et 36 °C, sont remarquées pour les phases γ' et $M_{23}C_6$ respectivement. L'effet des fluctuations de composition chimique sont bien visibles ici, jouant sur la stabilité des composés et leurs températures de transformations. Pour finir, le dernier type de calcul (à l'équilibre thermodynamique après une solidification de Scheil et

supposant une formation des ID par les derniers 25 % de liquide) est celui prévoyant le plus de phases différentes et se rapprochant le plus des observations expérimentales.

Tableau IV.3. Principales températures de transformations de phases (en °C) selon le type de calcul : à l'équilibre ou hors-équilibre (Scheil-Gulliver).

Type de calcul	Liquidus	Solidus	Solvus				
			TiC	γ'	σ	η	$M_{23}C_6$
Equilibre (composition nominale du fil)	1371	1292	1295	1006	805	-	939
Scheil-Gulliver (composition nominale du fil)		1188	1277	-	1189	1215	-
Equilibre (composition ID, hypothèse des derniers 25 % de liquide)		1230	1278	961	936	1193	975

IV.3.c. Synthèse sur l'équilibre thermodynamique du Waspaloy CMT : approche expérimentale et numérique

L'équilibre thermodynamique du Waspaloy CMT a été approché de deux manières dans cette partie. La première approche, expérimentale, a consisté à réaliser un revenu long (725 h à 760 °C) et à analyser la microstructure. Les phases observées sont les mêmes qu'après un revenu plus court (4-96 h), à savoir : matrice γ , précipités γ' , carbures primaires MC et secondaires $M_{23}C_6$. Aucun signe de la phase η , ni aucune autre phase secondaire, n'a été repéré. Les précipités de phase γ' sont nettement plus gros qu'à l'état post-fabrication, avec un diamètre moyen de $46,5 \pm 13,1$ nm dans les CD et $56,9 \pm 14,4$ nm dans les ID. Leur croissance est favorisée dans les CD (grossissement $\times 6,7$), bien que les particules des ID restent légèrement plus grosses, conformément aux résultats de la partie IV.1. Aussi, de même qu'en partie IV.2, les carbures secondaires $M_{23}C_6$ apparaissent globulaires aux joints de grains et en plaquettes dans les ID. Les conclusions des parties précédentes, faites pour des revenus jusqu'à 96 h, sont donc valables à bien plus long terme. Toutefois, cette expérience a également permis de montrer que 725 h ne sont pas suffisantes pour homogénéiser chimiquement la structure, les hétérogénéités étant profondément ancrées. L'échantillon admet, de plus, des signes de grossissement des précipités γ' par coagulation.

La seconde approche est numérique, avec l'utilisation du logiciel de calculs thermodynamiques Thermo-Calc®. Avec une solidification hors-équilibre via le modèle de Scheil-Gulliver, l'apparition des phases est prévue dans cet ordre : γ , TiC, η et enfin σ . En partant de la composition chimique du fil et en tenant compte des hétérogénéités de distribution des solutés, les carbures primaires TiC sont prédits à l'issue de la solidification. Cela explique leur présence à l'état post-fabrication. Ce n'est cependant pas le cas de la phase γ' et des carbures secondaires $M_{23}C_6$ qui ne sont pas prédits lors de la solidification de Scheil ; les deux sont donc formés ultérieurement lors de revenus, ou sous l'effet de revenu in-situ avec le dépôt successif de cordons dans le cas des précipités γ' . A l'équilibre, en considérant que les ID sont générés à partir des derniers 25 % de liquide, les calculs thermodynamiques annoncent la présence de la matrice γ , les précipités γ' , les carbures primaires TiC et secondaires $M_{23}C_6$, en accord avec l'approche expérimentale. Les phases σ et η sont aussi prévues par le logiciel malgré leur absence dans les observations. Il est possible qu'une exposition thermique considérablement plus longue, plusieurs milliers d'heures, soit nécessaire pour les remarquer.

Enfin, Thermo-Calc® permet d'estimer les principales températures de transformations de phases. Il est alors possible de comparer les températures de solvus prédites pour les phases γ' et $M_{23}C_6$ avec celles déterminées expérimentalement grâce aux diagrammes TTT (Figure IV.13 et Figure IV.30 respectivement). Le Tableau IV.4 recense les valeurs trouvées de manière expérimentale, celles de la littérature classique

du Waspaloy et celles issues de l'approche numérique. Le premier constat est que le logiciel propose des températures bien inférieures à la littérature ; cette dernière concerne le Waspaloy conventionnel, forgé, à traitement thermique complet. La simulation Thermo-Calc® devrait être plus adaptée à la situation car elle tient compte de la composition chimique effective du fil utilisé et d'une solidification hors-équilibre. Toutefois, les températures évaluées empiriquement présentent un écart avec celles du calcul. Il faut penser que les échantillons étudiés n'ont pas encore atteint l'équilibre thermodynamique, et que les températures déterminées sont en réalité des solvus apparents.

Tableau IV.4. Comparaison des températures de solvus (γ' et $M_{23}C_6$) déterminées expérimentalement avec celles de l'approche numérique (Thermo-Calc®) et la littérature.

	Solvus	
	γ'	$M_{23}C_6$
Expérimental	955-1000 °C (CD) 1055-1100 °C (ID)	1025-1030 °C
Littérature	1022-1047 °C [90], [107], [411], [412], [413], [414]	1025 °C [112]
Thermo-Calc® (calcul à l'équilibre tenant compte de la solidification hors équilibre et faisant l'hypothèse d'une génération des ID à partir des derniers 25 % de liquide)	961 °C	975 °C

Conclusion du chapitre IV

Les évolutions microstructurales lors d'un traitement thermique de revenu appliqué au Waspaloy CMT ont été étudiées dans ce chapitre. Les points clés à retenir sont les suivants :

- Les précipités γ' , présents déjà à l'état post-fabrication, grossissent par mûrissement d'Ostwald entre 760 et 900 °C, selon la théorie classique LSW. Les énergies d'activation par diffusion thermiquement activée des solutés sont estimées à 297,9 kJ·mol⁻¹ dans les CD et 334,1 kJ·mol⁻¹ dans les ID. Bien que la différence soit comprise dans l'incertitude et la dispersion, il est possible que cela signifie une croissance facilitée dans les CD. Le Mo pourrait être l'élément limitant dans la diffusion permettant la croissance. Le diagramme TTT expérimental des précipités γ' dans le Waspaloy CMT a été dressé. Les précipités des ID sont stables jusqu'à plus haute température (1055-1100 °C) que ceux dans les CD (955-1000 °C).

- Des particules globulaires aux joints de grains, et en plaquettes dans les ID, sont identifiées comme des carbures secondaires $M_{23}C_6$ grâce à leur composition enrichie en Cr et Mo, et la détermination d'une maille cubique face centrée ($a \approx 10,77 \text{ \AA}$). Cohérents avec la matrice, ils affichent une relation d'orientation cube-cube : $\{001\}_{M_{23}C_6} \parallel \{001\}_{\gamma/\gamma'}$ et $\langle 001 \rangle_{M_{23}C_6} \parallel \langle 001 \rangle_{\gamma/\gamma'}$. Les plaquettes sont alignées selon $\langle 110 \rangle_{\gamma}$ et montrent une croissance préférentielle dans cette même direction. Les carbures $M_{23}C_6$ sont issus d'une formation synchrone avec la phase γ' par décomposition des carbures primaires (Ti,Mo)C, selon la réaction $MC + \gamma \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma'$. Cette dernière est assistée par la présence de défauts cristallins. Ces carbures secondaires (Cr,Mo)₂₃C₆, couramment observables dans le Waspaloy forgé sous forme globulaire, ne sont pas particulièrement néfastes au regard de la littérature.

- L'équilibre thermodynamique du Waspaloy CMT a été approché de deux manières. La première approche, expérimentale, a consisté en l'application d'un revenu long (725 h à 760 °C) et l'analyse de la microstructure résultante. Les phases observées sont les mêmes qu'après un revenu plus court (4-96 h), à savoir : matrice γ , précipités γ' , carbures primaires MC et secondaires $M_{23}C_6$. L'homogénéité chimique n'est pas encore atteinte, et des signes de coagulation entre précipités γ' sont observés. La seconde approche est numérique, avec l'utilisation du logiciel Thermo-Calc®. La simulation d'une solidification hors-équilibre via le modèle de Scheil-Gulliver, prévoit l'apparition des phases γ , TiC, η et enfin σ , dans cet ordre. A l'équilibre, en considérant que les ID sont générés à partir des derniers 25 % de liquide, les phases γ , γ' , TiC et $M_{23}C_6$ sont annoncées, en accord avec l'approche expérimentale. Les phases σ et η sont aussi prévues par le logiciel malgré leur absence dans les observations.

Connaissant les changements au niveau de la microstructure lors du revenu, le chapitre suivant est dédié à l'étude des propriétés mécaniques qui en découlent. Les essais de traction et fluage réalisés sur le Waspaloy CMT brut de fabrication (parties III.2 et III.3) sont refaits après traitement thermique.

Chapitre V :

Etude de l'effet d'un traitement
thermique de revenu sur les
propriétés mécaniques

Table des matières du chapitre V : Effet d'un traitement thermique de revenu sur les propriétés mécaniques

V.1.	Propriétés en traction après revenu	240
V.1.a.	Essais à température ambiante sur micro-éprouvettes après revenus expérimentaux.....	241
V.1.a.i.	Effet d'un revenu à 700 °C.....	241
V.1.a.ii.	Effet d'un revenu à 760 °C.....	243
V.1.a.iii.	Effet d'un revenu à 845 °C.....	244
V.1.a.iv.	Estimation de l'anisotropie en traction à l'ambiante	246
V.1.a.v.	Synthèse et lien avec le grossissement des précipités γ'	248
V.1.b.	Essais en température sur éprouvettes cylindriques après R1+R2.....	251
V.1.b.i.	Courbes contrainte-déformation	252
V.1.b.ii.	Comparaison avec les échantillons forgés et le CMT post-fabrication.....	255
V.1.b.iii.	Estimation de l'anisotropie.....	257
V.1.b.iv.	Fractographie	258
V.1.c.	Synthèse sur les propriétés en traction après revenu	264
V.2.	Propriétés en fluage après double revenu R1+R2.....	265
V.2.a.	Courbes déformation-temps	265
V.2.a.i.	A 700 et 750 °C	265
V.2.a.ii.	A 800 et 850 °C	267
V.2.a.iii.	Synthèse	270
V.2.b.	Approche de Larson-Miller	273
V.2.c.	Fractographie.....	274
V.2.d.	Synthèse sur les propriétés en fluage après revenu	277
	Conclusion du chapitre V	279

V. Effet d'un traitement thermique de revenu sur les propriétés mécaniques

Le but premier des traitements thermiques sur les superalliages base Ni est d'améliorer les propriétés mécaniques pour atteindre les caractéristiques d'usage souhaitées. Cela passe par la stabilisation de la microstructure, qui évolue lors d'une exposition en température suffisamment élevée. Dans le chapitre précédent, la stabilité thermique du Waspaloy CMT et ses évolutions microstructurales ont été étudiées après des revenus dans l'intervalle 700-1050 °C. Dans ce nouveau chapitre, les propriétés mécaniques sont réévaluées après revenu, et comparées avec celles obtenues à l'état post-fabrication. En traction, quelques revenus expérimentaux ayant servis à l'analyse des cinétiques de grossissement des précipités γ' sont testés à température ambiante avec des micro-éprouvettes. Des éprouvettes cylindriques sont employées à l'ambiante aussi, et à haute température (700-750 °C), après R1+R2 (850 °C/4 h/AQ + 760 °C/16 h/AQ). C'est ce même traitement thermique qui est étudié en fluage également, entre 700 et 850 °C. Il s'agit du double revenu qui sera réalisé sur l'ensemble de la pièce rechargée dans le cadre de l'application industrielle, d'où l'importance de son étude.

V.1. Propriétés en traction après revenu

Les phénomènes de nucléation et grossissement des précipités γ' , survenant lors des revenus grâce à la diffusion thermiquement activée des solutés, ont été mis en lumière précédemment. Ces particules durcissantes, par leur taille et leur fraction volumique, ont un rôle majeur sur les propriétés en traction, notamment sur la limite d'élasticité [30]. Leur effet bénéfique se base sur leur nature ordonnée et cohérente avec la matrice, ainsi que leur effet de blocage du mouvement des dislocations générées lors de la déformation plastique. Cette partie est dédiée à l'évaluation des propriétés en traction après revenu.

Dans un premier temps, il est question d'essais à température ambiante réalisés sur des micro-éprouvettes après des revenus expérimentaux (4-96 h à 700, 760 et 845 °C). En lien avec le grossissement des précipités γ' , ces essais permettent la détermination d'un diamètre optimal pour ces particules. Dans un second temps, les propriétés du Waspaloy CMT après double revenu R1+R2 (850 °C/4 h/AQ + 760 °C/16 h/AQ) sont étudiées. Les essais sont effectués sur des éprouvettes cylindriques (type M6) à l'ambiante et à 700-750 °C. Une comparaison avec les échantillons forgés sub- et super-solvus est proposée, ainsi qu'une étude fractographique. Dans les deux volets, l'anisotropie est estimée en sollicitant selon BD (éprouvettes verticales) et selon TD (éprouvettes horizontales) pour chaque température d'essai et condition de revenu.

V.1.a. Essais à température ambiante sur micro-éprouvettes après revenus expérimentaux

Tout d'abord, une campagne d'essais sur micro-éprouvettes a été réalisée à température ambiante, avec une série de revenus expérimentaux à 700 °C, 760 °C et 845 °C. A chaque température de revenu, 5 durées de traitement thermique ont été testées : 4 h, 8 h, 16 h, 48 h et 96 h. Les courbes contrainte-déformation à chaque condition de revenu sont présentées et comparées à celles obtenues à l'état post-fabrication (voir partie III.2.a.i). Une estimation de l'anisotropie est ensuite proposée. Enfin, un lien est établi avec le grossissement des précipités γ' (à partir des résultats de la partie IV.1.a.i), et un diamètre optimal est déterminé pour maximiser la limite d'élasticité ($R_{p0,2}$) et la résistance maximale (R_m).

V.1.a.i. Effet d'un revenu à 700 °C

La plus basse température de revenu étudiée dans ces travaux est 700 °C. Les courbes conventionnelles de traction après exposition à cette température sont tracées en Figure V.1. L'état post-fabrication est rappelé en bleu. Que ce soit pour les éprouvettes verticales (V) ou horizontales (H), une nette amélioration de la limite d'élasticité ($R_{p0,2}$) et la résistance maximale (R_m) est observée après revenu : + 208 MPa et + 240 MPa en moyenne, respectivement. Cela est obtenu en contrepartie d'une perte de ductilité (A%) jusqu'à - 16 points. Pourtant, il a été montré (partie IV.1.a.i) qu'à 700 °C, sur la plage de temps étudiée, il n'y a pas de grossissement significatif des précipités γ' . Les résultats de ces essais de traction suggèrent donc une augmentation de la fraction volumique de phase γ' par nucléation.

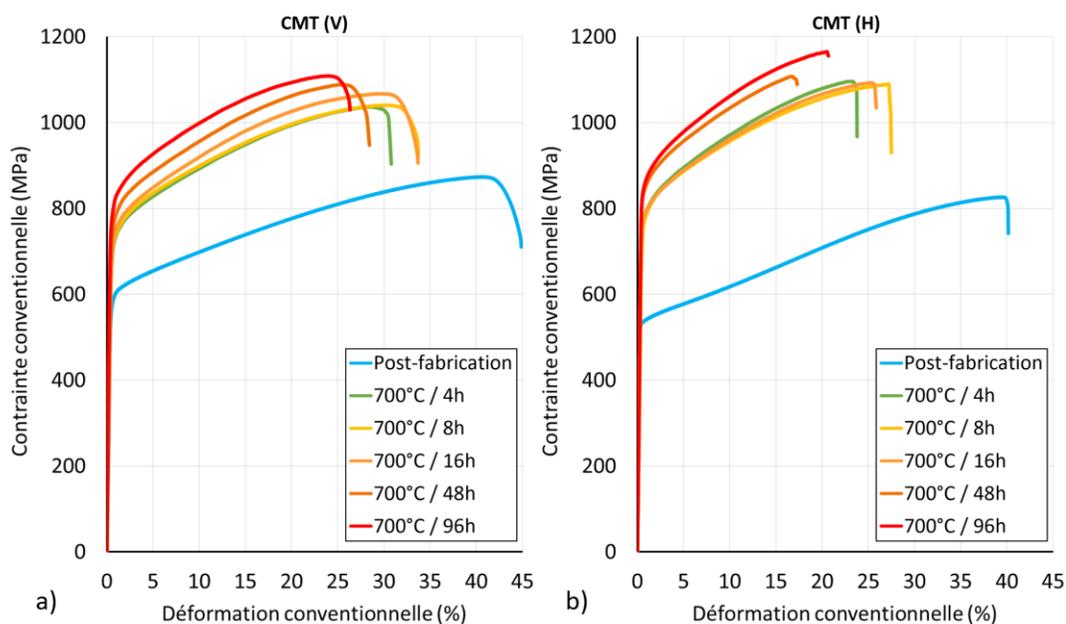


Figure V.1. Courbes conventionnelles de contrainte-déformation du Waspaloy CMT après un revenu de diverses durées à 700 °C : (a) éprouvettes verticales et (b) éprouvettes horizontales.

Si à l'état post-fabrication l'éprouvette V se présente meilleure que son homologue H sur tous les aspects ($R_{p0,2}$, R_m et A%), cela change après revenu. En effet, après une exposition à 700 °C, ce sont les éprouvettes H qui ont tendance à atteindre les plus grandes valeurs de $R_{p0,2}$ et R_m . Ceci peut s'expliquer notamment par l'effet « Hall-Petch » [259], [260] : le Waspaloy CMT affiche une plus petite taille de grains suivant TD que suivant BD. Le plus grand nombre de joints de grains dans les éprouvettes H complique leur franchissement par les dislocations et renforce ainsi le matériau. En revanche, les éprouvettes V font preuve d'un meilleur allongement à rupture, grâce aux grains colonnaires orientés parallèles à la direction de chargement. Toutes les caractéristiques conventionnelles extraites de ces essais sont résumées dans le Tableau V.1.

Tableau V.1. Résumé des caractéristiques en traction à 20 °C et $10^{-3} s^{-1}$ du Waspaloy CMT après des revenus à 700 °C.

Etat métallurgique		Direction de prélèvement	E (GPa)	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A%
700 °C	4 h	V	147	709	1037	30,2
		H	185	768	1096	23,3
	8 h	V	177	706	1041	33,2
		H	163	761	1089	26,9
	16 h	V	151	720	1068	33,1
		H	201	771	1093	25,3
	48 h	V	161	757	1089	27,8
		H	190	833	1108	16,7
	96 h	V	197	785	1109	25,8
		H	200	840	1165	20,1

Une question peut se poser à l'issue de la présentation de ces résultats. Pourquoi l'effet « Hall-Petch » se manifeste-t-il plus fortement après revenu, et très peu (voire pas) à l'état post-fabrication ? Il est nécessaire de rappeler l'existence des forts gradients de taille de précipités γ' suivant BD dans le Waspaloy CMT post-fabrication (Figure III.15). A l'état brut de fabrication, les éprouvettes V ont des gradients très semblables, peu importe la zone de prélèvement dans le mur. Les éprouvettes H, cependant, peuvent avoir des particules de taille bien différente en fonction de si elles sont prélevées dans le haut ou le bas du mur. Statistiquement, les éprouvettes V ont donc de plus gros précipités que les éprouvettes H avant traitement thermique. Un autre élément important à garder en tête est l'expression de la limite d'élasticité macroscopique d'un matériau polycristallin comme la somme de trois contributions : le durcissement par solution solide, le durcissement par l'effet des joints de grains (effet de « Hall-Petch ») et le durcissement par précipitation. Dans le cas des superalliages base Ni, la contribution prépondérante est celle des

précipités [442], [443]. Par exemple, sur l'AD730TM testé en traction à 700 °C, *Panella* a montré qu'elle pouvait atteindre 68 à 81 % de la $R_{p0,2}$ en fonction de la microstructure [444]. Cela est également valable à température ambiante, d'après *Tan et al.* [445]. Or, l'application d'un revenu permet de quelque peu homogénéiser et gommer ces différences, comme cela a été abordé en partie IV.1.a.ii. Ainsi, lorsqu'il y a peu d'écart entre les éprouvettes V et H en termes de précipitation, l'effet de taille de grains peut s'exprimer.

V.1.a.ii. Effet d'un revenu à 760 °C

760 °C est une température de revenu classique pour le Waspaloy, et constitue un intermédiaire de la gamme étudiée dans ces travaux. Les courbes conventionnelles de traction après exposition à cette température sont tracées en Figure V.2. L'état post-fabrication, pour comparer et mesurer l'évolution, est rappelé en bleu. Cette fois-ci encore, que ce soit pour les éprouvettes V ou H, une nette amélioration de $R_{p0,2}$ et R_m est observée après revenu : + 228 MPa et + 279 MPa en moyenne, respectivement. Ces augmentations sont plus marquées qu'à 700 °C. La perte de ductilité observée précédemment s'accroît un peu, avec jusqu'à - 18 points. Ces résultats illustrent l'effet bénéfique du grossissement des précipités γ' .

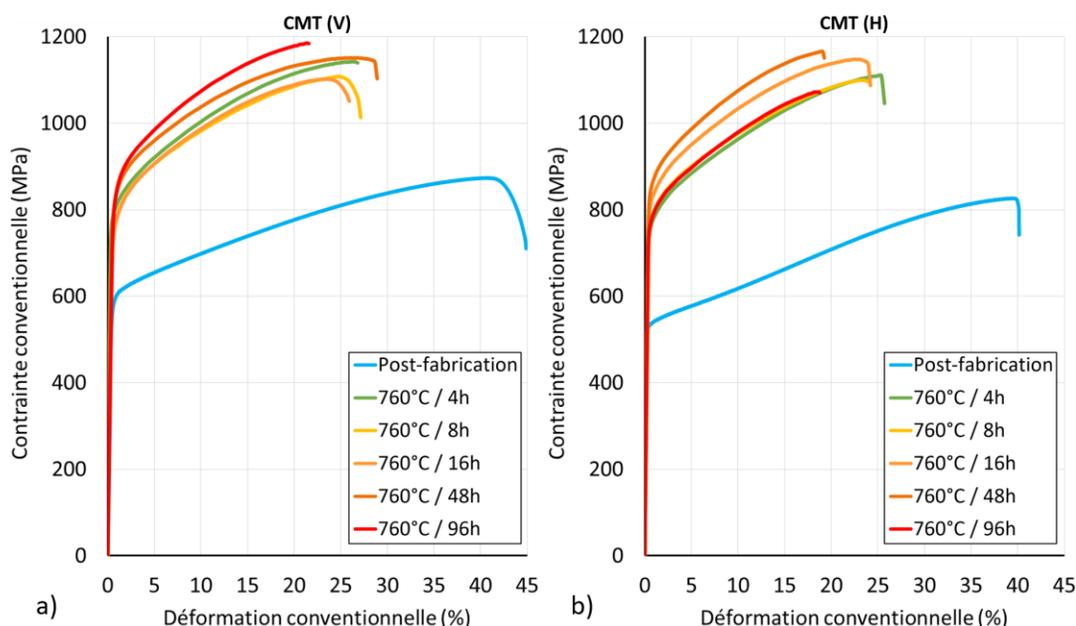


Figure V.2. Courbes conventionnelles de contrainte-déformation du Waspaloy CMT après un revenu de diverses durées à 760 °C : (a) éprouvettes verticales et (b) éprouvettes horizontales.

Toutes les caractéristiques conventionnelles extraites de ces essais sont résumées dans le Tableau V.2. Comme à 700 °C, les éprouvettes V attestent d'une meilleure ductilité en raison de l'orientation et la morphologie favorable des grains dans cette direction. Les valeurs de $R_{p0,2}$ et R_m maximales sont atteintes

de manière alternée entre les éprouvettes V et H ; il ne semble pas y avoir de réelle tendance pour l'une à présenter de plus hautes propriétés que l'autre. Les variations peuvent également provenir, pour les éprouvettes H, de la zone de prélèvement dans le mur.

Tableau V.2. Résumé des caractéristiques en traction à 20 °C et 10^{-3} s^{-1} du Waspaloy CMT après des revenus à 760 °C.

Etat métallurgique		Direction de prélèvement	E (GPa)	R _{p0,2} (MPa)	R _m (MPa)	A%
760 °C	4 h	V	223	784	1143	26,6
		H	202	756	1110	25,2
	8 h	V	156	750	1108	26,5
		H	177	772	1100	23,5
	16 h	V	162	752	1103	25,5
		H	222	807	1148	23,7
	48 h	V	173	803	1152	28,3
		H	214	841	1167	18,7
	96 h	V	150	813	1185	21,0
		H	186	769	1073	18,4

V.1.a.iii. Effet d'un revenu à 845 °C

La dernière température de revenu testée à l'ambiante pour cette campagne de traction sur micro-éprouvettes est 845 °C. Il s'agit une autre température très courante de traitement thermique pour le Waspaloy. Les courbes conventionnelles de contrainte-déformation après exposition à cette température sont tracées en Figure V.3. L'état post-fabrication, pour comparer et mesurer l'évolution, apparaît à nouveau en bleu. Comme avec les deux autres températures de revenu, que ce soit pour les éprouvettes V ou H, une nette amélioration de R_{p0,2} et R_m est observée après revenu : + 170 MPa et + 247 MPa en moyenne, respectivement. Ces augmentations sont moins importantes qu'à 700 et 760 °C. La perte de ductilité, de - 18 points en moyenne, est semblable à celle obtenue après un revenu à 760 °C.

Ces résultats illustrent l'effet bénéfique du grossissement des précipités γ' , pour des temps courts à cette température, puis l'affaiblissement de cet effet pour des temps prolongés. Ce phénomène est lié au mode d'interactions entre les dislocations et les particules durcissantes, en fonction du diamètre de ces dernières. Le cisaillement est privilégié pour les précipités γ' de petite taille tandis que le contournement, ou mécanisme d'Orowan, est favorisé en cas de grosses particules [446]. Ce changement de mécanisme de franchissement est clarifié en Figure V.4. Pour des précipités suffisamment grands donc, la contrainte

nécessaire pour que les dislocations les contournent est inférieure à la contrainte nécessaire pour les cisailer. Le durcissement est alors moins efficace avec des précipités au-delà d'une certaine taille.

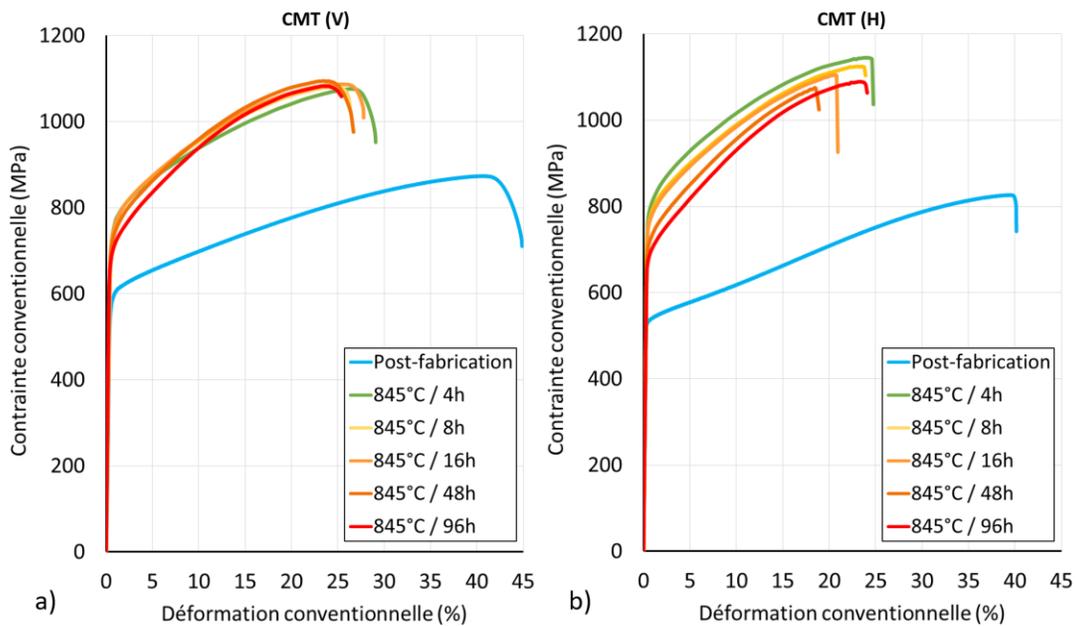


Figure V.3. Courbes conventionnelles de contrainte-déformation du Waspaloy CMT après un revenu de diverses durées à 845 °C : (a) éprouvettes verticales et (b) éprouvettes horizontales.

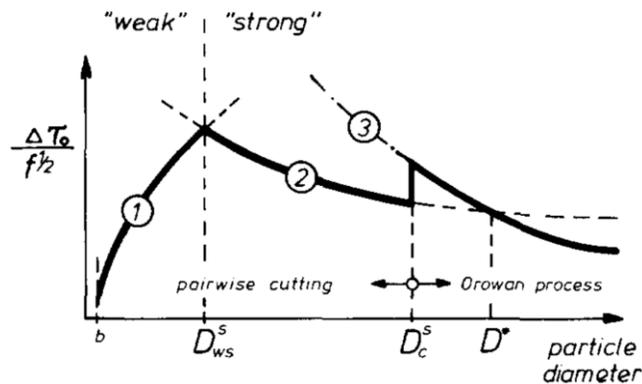


Figure V.4. Mécanisme de franchissement des précipités en fonction de leur taille [446].

Toutes les caractéristiques conventionnelles extraites de ces essais sont résumées dans le Tableau V.3. Les éprouvettes V attestent sans surprise d'une meilleure ductilité en raison de l'orientation et la morphologie favorable des grains dans cette direction, comme à 700 et 760 °C. Les éprouvettes H se montrent légèrement meilleures en termes de $R_{p0,2}$ et R_m jusqu'à 16 h. Au-delà, les deux (H et V) ont des niveaux de propriétés très similaires. L'anisotropie en traction sur ces deux caractéristiques semble presque entièrement dissipée.

Tableau V.3. Résumé des caractéristiques en traction à 20 °C et 10⁻³ s⁻¹ du Waspaloy CMT après des revenus à 845 °C.

Etat métallurgique		Direction de prélèvement	E (GPa)	R _{p0,2} (MPa)	R _m (MPa)	A%
845 °C	4 h	V	159	735	1077	28,5
		H	182	790	1145	24,2
	8 h	V	162	718	1082	25,7
		H	230	769	1125	23,4
	16 h	V	182	725	1088	27,2
		H	187	761	1105	20,4
	48 h	V	197	706	1095	26,2
		H	189	713	1075	18,4
	96 h	V	199	682	1083	25,0
		H	187	681	1090	23,5

V.1.a.iv. Estimation de l'anisotropie en traction à l'ambiante

Le fait d'avoir à chaque condition de revenu les données en traction dans deux directions de sollicitations (selon BD pour les éprouvettes V et selon TD pour les éprouvettes H) permet d'estimer l'anisotropie à température ambiante. Les ratios $\frac{R_{p0,2 H}}{R_{p0,2 V}}$ et $\frac{R_{m H}}{R_{m V}}$ peuvent, en effet, être calculés pour quantifier l'étendue de l'anisotropie sur la limite d'élasticité et la résistance maximale en traction, respectivement. A l'état post-fabrication, 8,6 % d'anisotropie sont observés pour R_{p0,2} et 5,3 % pour R_m.

Les ratios sont calculés à chaque couple durée/température de revenu, et présentés graphiquement en Figure V.5. Une tendance générale ressort : le maximum d'anisotropie est souvent atteint pour R_{p0,2}. La valeur de R_m varie assez peu (< 5 %) en fonction de la direction de sollicitation. Après un revenu à 700 °C (Figure V.5(a)), l'anisotropie évolue très modestement, en comparaison avec le matériau brut de fabrication. L'écart sur R_{p0,2} reste compris entre 7 et 10 %. La durée du revenu ne semble pas avoir d'impact particulier, alors même qu'allonger le temps d'exposition à 700 °C s'avère favorable à l'amélioration des propriétés. En l'absence de grossissement significatif des précipités γ', c'est l'augmentation de la fraction volumique qui agit. Cependant, cette hausse ne semble pas jouer considérablement sur l'anisotropie. Suite à une exposition à 760 °C (Figure V.5(b)), l'anisotropie sur R_{p0,2} diminue jusqu'à 8 h. A 16 h, un maximum de 7,3 % est atteint avant de rediminuer pour des durées supérieures. Enfin, après un revenu à 845 °C (Figure V.5(c)), une tendance claire se dégage : plus le revenu à cette température est long, plus le matériau s'approche de l'isotropie. A 96 h, les ratios sont au minimum avec 0,1 % pour R_{p0,2} et 0,6 % pour R_m.

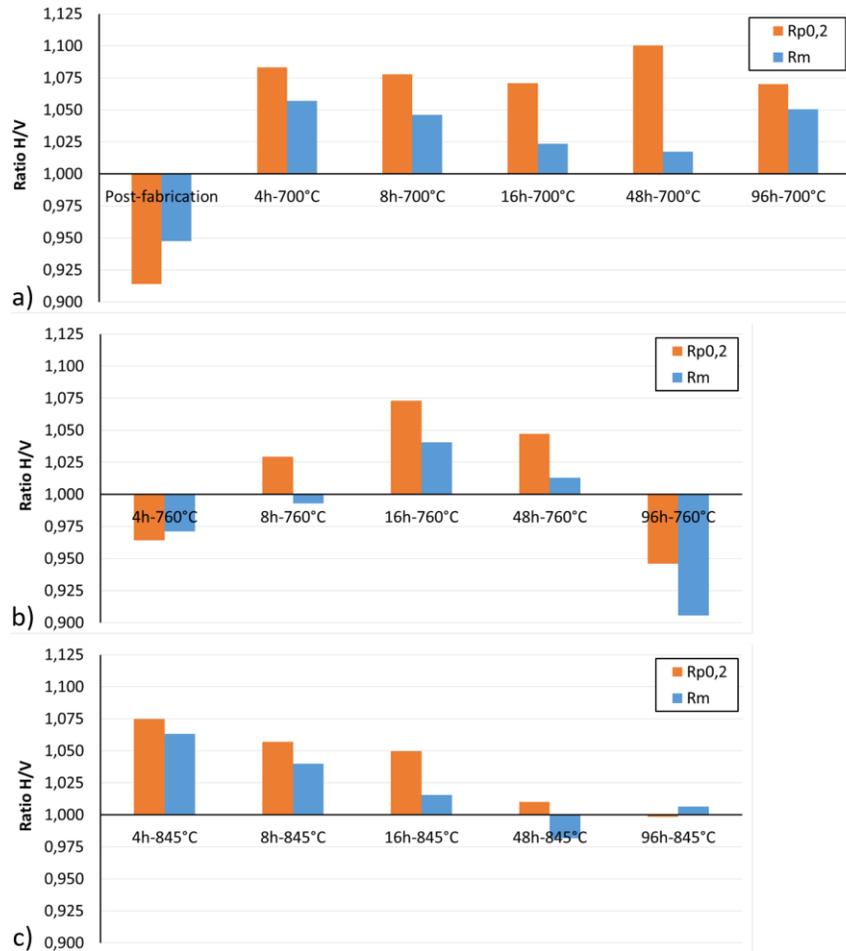


Figure V.5. Ratio de la limite d'élasticité et la résistance maximale en traction à l'ambiante entre éprouvettes horizontales et verticales en fonction du revenu appliqué, et comparaison avec l'état post-fabrication : (a) revenu à 700 °C, (b) revenu à 760 °C et (c) revenu à 845 °C.

Le traitement thermique de revenu, par l'activation de la diffusion des éléments d'alliage entre ID et CD, permet d'entamer l'homogénéisation chimique du Waspaloy CMT et tend à l'optimisation de la précipitation γ' . Cela résulte en une diminution de l'anisotropie en traction à l'ambiante, cette dernière se manifestant essentiellement sur la limite d'élasticité (gouvernée au premier ordre par la précipitation γ'). Cette anisotropie était déjà peu marquée à l'état post-fabrication, avec seulement 8,6 % d'écart sur $R_{p0,2}$ entre les BD et TD.

Ce constat est en bon accord avec littérature : le traitement thermique, généralement constitué d'une mise en solution suivie de deux revenus, permet de mitiger l'anisotropie en traction à température ambiante. Pour le GH4169 (nuance chinoise de l'Inconel 718) élaboré par LMD-poudre, *Zhao et al.* évaluent l'anisotropie sur la limite d'élasticité à 31 % à l'état post-fabrication, et à 8-16 % après traitement thermique en fonction de la température de mise en solution [447]. Dans le cas des procédés base fil en particulier, l'anisotropie du matériau brut de fabrication est généralement faible, et se réduit encore

davantage avec l'application d'un traitement thermique. *Xu et al.* ont, par exemple, montré que l'Inconel 718 WAAM avait une anisotropie sur $R_{p0,2}$ à l'ambiante d'environ 3,7 % avant traitement thermique et de 0,1 % après [245]. *Cormier et al.* ont démontré une même tendance pour l'Inconel 718 LMD-fil, avec entre 3 et 10 % à l'état post-fabrication et un maximum de 5% après traitement thermique en 3 étapes [365]. Ces résultats sont semblables à ceux obtenus dans ces travaux de thèse, si ce n'est qu'ici seul un revenu est mis en œuvre, et qu'il n'y a pas de mise en solution. La diminution de l'anisotropie en traction à l'ambiante reste effective.

V.1.a.v. Synthèse et lien avec le grossissement des précipités γ'

(1) Bilan sur l'effet des revenus expérimentaux en traction à température ambiante

Les propriétés en traction à température ambiante du Waspaloy CMT après revenu (à 700, 760 et 845 °C) ont été évaluées, par une campagne d'essais sur micro-éprouvettes. Le traitement thermique permet d'améliorer significativement la limite d'élasticité ($R_{p0,2}$) et la résistance maximale (R_m) par rapport à l'état post-fabrication, grâce à la nucléation et croissance des précipités γ' sous l'effet de la diffusion des éléments d'alliage. Dès 4 h d'exposition thermique, peu importe la température de revenu et la direction de chargement, un gain moyen de 200 MPa est obtenu sur $R_{p0,2}$ et 250 MPa sur R_m . Une perte de ductilité est cependant remarquée, bien que l'allongement à rupture reste autour de 20-25 %, valeurs attendues pour le Waspaloy forgé. Les éprouvettes verticales (V) présentent généralement une ductilité supérieure en raison de l'orientation des grains colonnaires dans la direction de chargement. Les éprouvettes horizontales (H) présentent de meilleures $R_{p0,2}$ et R_m du fait de la plus petite taille de grains apparente dans cette direction ; l'effet « Hall-Petch » entre en jeu parallèlement à la précipitation γ' . Quelques variations peuvent être attendues en fonction de la localisation du prélèvement dans le mur, surtout pour les deux plus basses températures de revenu, où le gradient de taille de précipités et de propriétés mécaniques associées persiste dans la direction de construction.

La Figure V.6 illustre l'évolution de la limite d'élasticité ($R_{p0,2}$), la résistance maximale (R_m) et l'allongement à rupture (A%) à température ambiante en fonction de la durée du revenu. Les données collectées à l'état post-fabrication (issues de la partie III.2.a.i) sont rappelées au temps « 0 h » pour comparaison. Si la ductilité affiche une tendance générale nette à diminuer avec le temps, ce n'est pas le cas pour $R_{p0,2}$ et R_m qui évoluent différemment en fonction de la température d'exposition. Lors d'un revenu à 700 °C (Figure V.6(a)), elles ne font qu'augmenter en allongeant le traitement thermique. A 760 °C (Figure V.6(b)), l'observation est mitigée avec une augmentation jusqu'à 48 h et diminution ensuite pour

les éprouvettes H. Les éprouvettes V montrent une petite baisse de 30-40 MPa après 4 h, avant de remonter au-delà de 16 h. Enfin, lors d'une exposition à 845 °C, $R_{p0,2}$ et R_m ne font que de diminuer après l'augmentation initiale à 4 h. Pour rappel, plus la température de revenu est élevée et plus les précipités grossissent vite, atteignant rapidement des diamètres très importants (voir partie IV.1). Ces résultats suggèrent alors l'existence d'une taille optimale des précipités γ' dans le Waspaloy CMT pour maximiser les propriétés mécaniques. Ce phénomène est connu de la littérature [446], et est lié au changement de mécanisme de franchissement des précipités par les dislocations (Figure V.4).

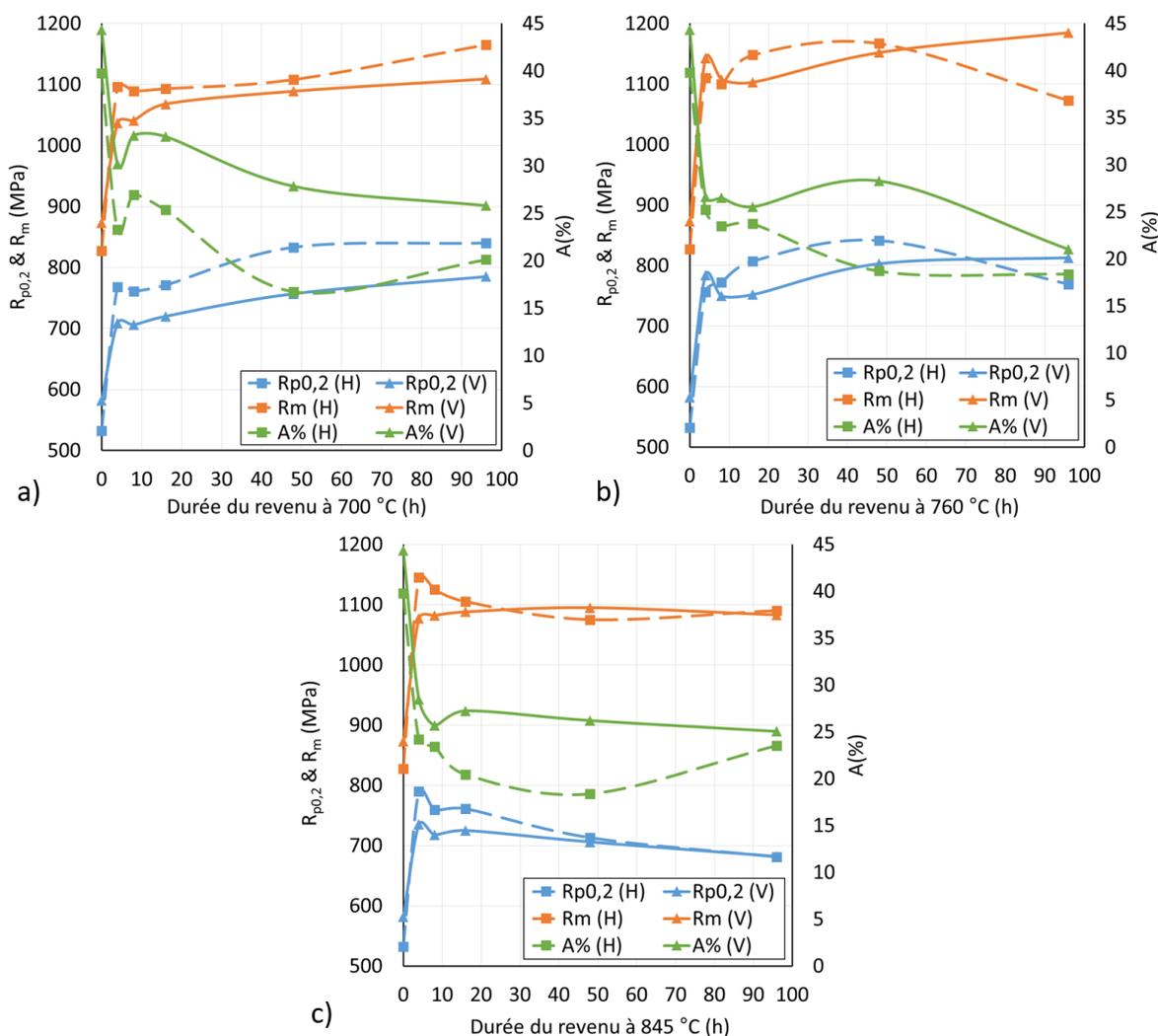


Figure V.6. Evolution de la limite d'élasticité ($R_{p0,2}$), la résistance maximale en traction (R_m) et l'allongement à rupture ($A\%$) à l'ambiante en fonction de la durée du revenu à : (a) 700 °C, (b) 760 °C et (c) 845 °C.

(2) Détermination expérimentale du diamètre optimal

Afin de déterminer la valeur approximative de taille optimale pour les précipités γ' , permettant de maximiser $R_{p0,2}$ et R_m , il est possible de combiner les diamètres mesurés en partie IV.1.a.i avec les essais de traction présentés précédemment. Chaque condition température/temps a une taille de précipités associée. Le comportement classique des superalliages durcis par précipitation est bien connu et a déjà été largement étudié. A taille de grains égale, la limite d'élasticité dépend principalement de la taille des précipités durcissants et de leur distribution (contribution à hauteur de 70-80 % [448]). Cela est d'autant plus vrai en présence de grains de grande taille, l'effet « Hall-Petch » s'exprimant nettement moins.

Le but est donc de tracer l'évolution de $R_{p0,2}$ en fonction du diamètre des particules. Par simplification, les valeurs moyennes des éprouvettes V et H sont considérées ici. Quant à la taille des précipités, cette dernière étant hétérogène entre CD et ID, il a été fait l'hypothèse d'un ratio 75/25 comme en partie IV.3.b.iii. La valeur « moyenne » de diamètre utilisée en abscisses de la Figure V.7(a) est donc $0,75\langle d_{CD} \rangle + 0,25\langle d_{ID} \rangle$. Il est possible de discerner un optimum autour de 20 nm (Figure V.7(b)). Ce diamètre serait donc la taille idéale pour les précipités γ' du Waspaloy CMT, en traction à température ambiante et permettrait de maximiser $R_{p0,2}$ et R_m . Ce diamètre « moyen » optimal est typiquement celui obtenu après un revenu de 48 h à 760 °C, de 16 h à 800 °C ou encore de 4 h à 845 °C (équivalent à la première étape du double revenu applicatif, à savoir le R1). Cette valeur se rapproche du « diamètre critique » déterminé pour de nombreux autres alliages : 19-24 nm pour l'AD730TM [448], [449], 25 nm pour le RR1000 [442] et 25-30 nm pour le Nimonic PE 16 [450]. En particulier, pour le Waspaloy, Yao *et al.* ont calculé un diamètre optimal de 26 nm pour des applications à 700 °C [119].

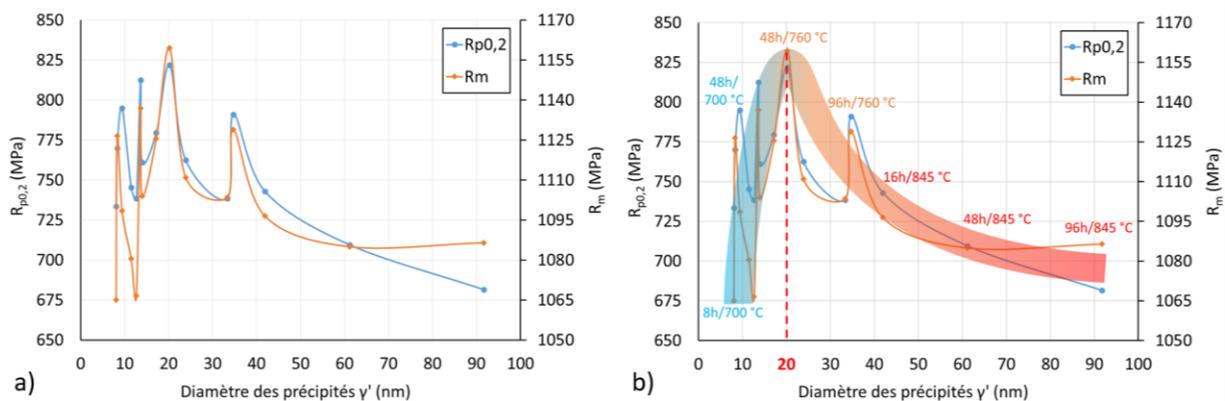


Figure V.7. Lien entre propriétés en traction à l'ambiante et taille des précipités γ' : (a) évolution de la limite d'élasticité et la résistance maximale en traction, et (b) détermination expérimentale du diamètre optimal.

Cette démarche ne constitue toutefois qu'une première estimation et est critiquable. Elle ne tient notamment pas compte du fait que la plasticité débute dans les zones les plus favorables, qui semblent être les ID d'après les résultats d'essais de traction in-situ avec corrélation d'images (partie III.2.a.ii).

(3) Détermination théorique du diamètre optimal

Généralement, la résistance maximale au glissement des dislocations par des particules est atteinte dans le domaine du cisaillement, et plus particulièrement à la convergence des régimes de paires de dislocations faiblement et fortement couplées. Notée D_{WS} en Figure V.4, une évaluation théorique de ce diamètre optimal est possible, à partir du modèle unifié de *Galindo-Nava et al.* [442] :

$$D_{WS} = \frac{\mu b^2}{\gamma_{APB}} \quad \text{Équation 27}$$

Avec μ le module de cisaillement, b la norme du vecteur de Burgers et γ_{APB} l'énergie de paroi d'antiphase. μ peut s'exprimer en fonction du module de Young E et du coefficient de Poisson ν : $\mu = \frac{E}{2(1+\nu)}$. A température ambiante, en prenant $E = 211$ GPa et $\nu = 0,3$ [106], $\mu \approx 81,2$ GPa. A partir de la littérature, pour le Waspaloy, on suppose $b = 0,25$ nm [451] et $\gamma_{APB} = 0,4688$ J.m⁻² [452]. L'application numérique de l'Équation 27 mène à un diamètre critique de 11 nm pour les précipités γ' . Cette valeur est deux fois plus petite que celle déterminée expérimentalement. Elle correspond, cependant, à un second maximum sur la Figure V.7 et permet d'approcher une limite d'élasticité d'environ 720-770 MPa. Ce diamètre « moyen » est typiquement celui résultant d'un revenu de 16 h à 700 °C. Il est à noter toutefois que cela n'est qu'une approche approximative, avec une incertitude considérable compte tenu de la difficulté à estimer γ_{APB} proprement.

V.1.b. Essais en température sur éprouvettes cylindriques après R1+R2

Dans un second temps, une campagne d'essais à l'ambiante et en température (700-750 °C) sur éprouvettes cylindriques (type M6) a été réalisée après le double revenu R1+R2 (850 °C/4 h/AQ + 760 °C/16 h/AQ). Cette condition de traitement thermique est essentielle à étudier car elle correspond à ce qui sera appliqué sur une pièce en Waspaloy suite à une réparation par CMT. La tenue de l'interface est également explorée, via le prélèvement d'éprouvettes verticales avec l'interface CMT/substrat centrée dans la partie utile. Une comparaison avec les échantillons post-fabrication et forgés (sub- et super-solvus) est proposée, ainsi qu'une estimation de l'anisotropie. Pour finir, une étude fractographique des éprouvettes 100 % CMT et des éprouvettes interfaces est réalisée.

V.1.b.i. Courbes contrainte-déformation

(1) A l'ambiante

Le Waspaloy CMT R1+R2 est, tout d'abord, testé à température ambiante. Les courbes contrainte-déformation sont tracées en Figure V.8, avec celles du CMT post-fabrication (en pointillés) et des forgés sub- et super-solvus (en violet et vert respectivement) pour comparaison. Deux éprouvettes verticales (V) de CMT R1+R2 ont été nécessaires, la première – notée n°1 – ayant résulté en des propriétés étrangement inférieures à celles attendues. La raison se révèle à l'étude du faciès par la présence de traces de fissuration de solidification (voir partie V.1.b.iv). Le second (noté n°2) essai se déroule comme prévu. Très peu de différences apparaissent entre H et V, l'anisotropie semble faible. Par rapport au Waspaloy CMT post-fabrication, la séquence de revenu R1+R2 permet une amélioration majeure de la limite d'élasticité (+ 235 MPa) et de la résistance maximale (+ 192 MPa) en contrepartie d'une perte de ductilité modérée (- 15 %). L'allongement à rupture après R1+R2 reste à des valeurs raisonnables, très semblable à celui du matériau sub-solvus. En Figure V.8(a), l'éprouvette interface apparaît comme un compromis entre le substrat forgé et le CMT, avec une plus faible ductilité. En somme, le Waspaloy CMT R1+R2 présente de meilleures propriétés à température ambiante que le forgé super-solvus, mais reste à un niveau inférieur par rapport au forgé sub-solvus, grâce à la précipitation γ' optimisée et la taille de grains intermédiaire ($20 \mu\text{m} < 200 \mu\text{m} < 270 \mu\text{m}$). Toutes les caractéristiques conventionnelles extraites de ces essais sont résumées dans le Tableau V.4.

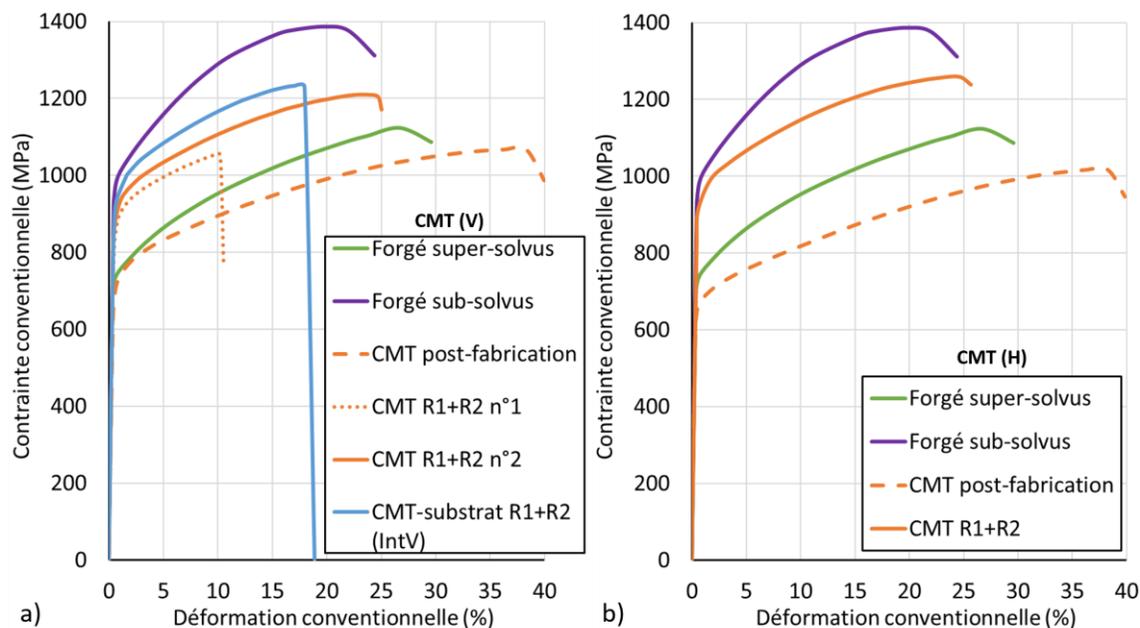


Figure V.8. Courbes conventionnelles de contrainte-déformation à l'ambiante du Waspaloy CMT R1+R2, comparé au CMT post-fabrication et aux échantillons forgés : (a) éprouvettes verticales et (b) éprouvettes horizontales.

Tableau V.4. Résumé des caractéristiques en traction du Waspaloy CMT R1+R2 à 20 °C et 10^{-3} s^{-1} .

Matière	Direction de prélèvement	E (GPa)	R _{p0,2} (MPa)	R _m (MPa)	A%
100 % CMT (R1+R2)	V (n°1)	187	863	1054	10,1
	V (n°2)	205	895	1210	24,5
	H	182	940	1260	25,0
50 % CMT / 50 % substrat (R1+R2)	V	191	929	1234	18,9

(2) A 700 °C

Les superalliages base Ni étant couramment employés pour des applications à haute température, la réalisation d'essais à chaud est cruciale. Les propriétés du Waspaloy CMT R1+R2 sont donc étudiées à 700 °C. Les courbes contrainte-déformation sont tracées en Figure V.9, avec celles du CMT post-fabrication et des forgés sub- et super-solvus pour comparaison. Par rapport aux données à température ambiante, une petite dégradation des propriétés est observée, comme attendu. Le double revenu R1+R2 permet, en température, de bien dépasser le CMT post-fabrication : R_{p0,2} et R_m gagnent + 198 MPa et + 235 MPa respectivement, sans perte significative de ductilité. L'anisotropie semble peu marquée sur R_{p0,2} et R_m, mais l'éprouvette H fait preuve d'une ductilité nettement inférieure. Le Waspaloy CMT R1+R2 à 700 °C se place encore une fois comme un intermédiaire entre le forgé super-solvus et le sub-solvus. Toutes les caractéristiques conventionnelles extraites de ces essais sont résumées dans le Tableau V.5.

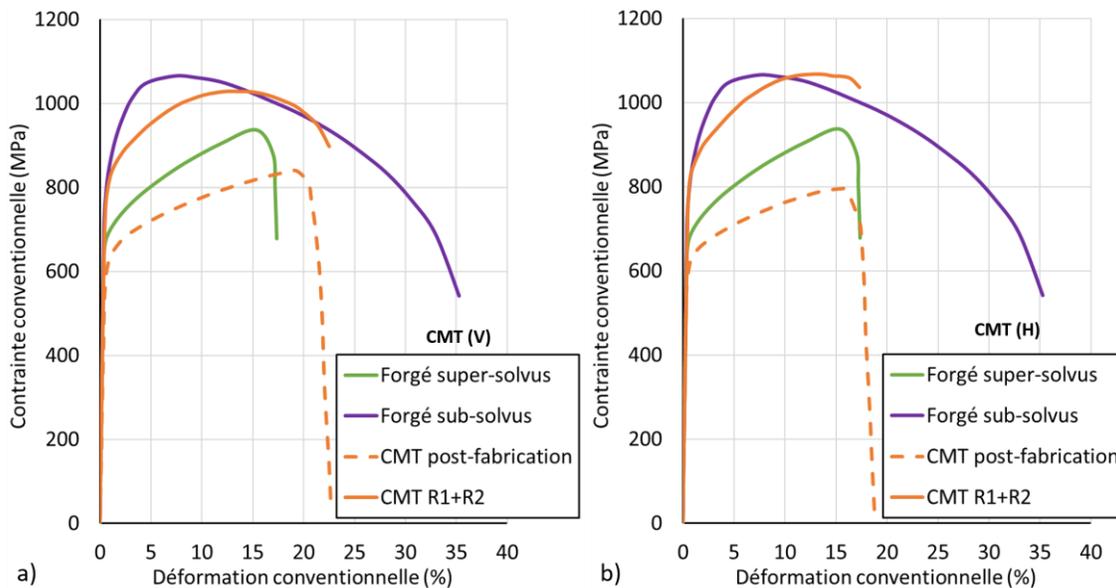


Figure V.9. Courbes conventionnelles de contrainte-déformation à 700 °C du Waspaloy CMT R1+R2, comparé au CMT post-fabrication et aux échantillons forgés : (a) éprouvettes verticales et (b) éprouvettes horizontales.

Tableau V.5. Résumé des caractéristiques en traction du Waspaloy CMT R1+R2 à 700 °C et 10^{-3} s^{-1} .

Matière	Direction de prélèvement	E (GPa)	R _{p0,2} (MPa)	R _m (MPa)	A%
100 % CMT (R1+R2)	V	155	789	1032	21,9
	H	154	823	1074	16,6

(3) A 750 °C

Enfin, sur demande du bureau d'étude de Safran Aircraft Engines qui suit ce sujet, le Waspaloy CMT R1+R2 a été testé en traction à 750 °C. Cette température d'essai, souvent considérée comme la température maximale d'utilisation du Waspaloy, est requise dans le cahier des charges pour la montée en maturité de ce couple matériau/procédé. Comme à température ambiante, des éprouvettes V, H et interface ont été employées. Le Waspaloy CMT post-fabrication et les échantillons forgés n'ayant pas été étudiés à 750 °C, la comparaison n'est proposée qu'ultérieurement (partie V.1.b.ii) en extrapolant par la connaissance de leurs propriétés à 700 et 800 °C. Les courbes contrainte-déformation sont tracées en Figure V.10. R_{p0,2} et R_m se dégradent davantage à cette température mais restent très bonnes avec en moyenne 770 MPa et 940 MPa respectivement. De faibles écarts sont notés sur ces valeurs entre les éprouvettes H et V ; il y a manifestement très peu d'anisotropie à cette température élevée.

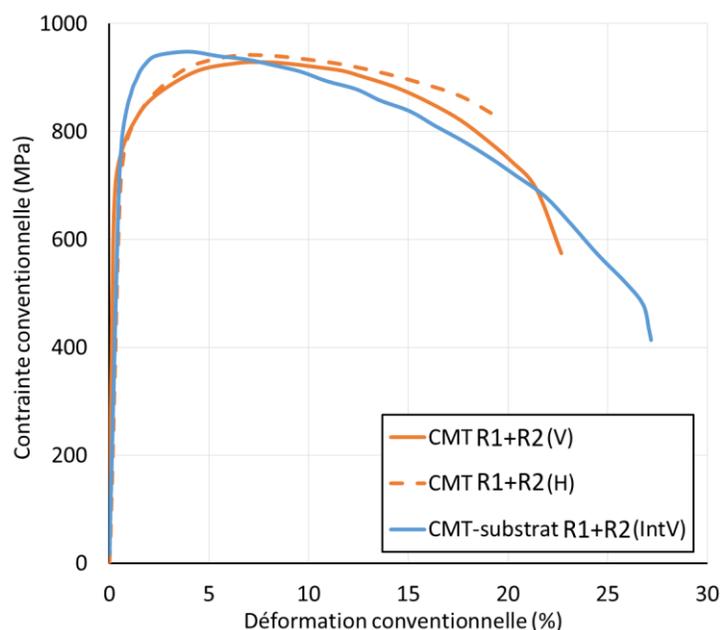


Figure V.10. Courbes conventionnelles de contrainte-déformation à 750 °C du Waspaloy CMT R1+R2.

De plus, l'éprouvette interface présente d'excellentes propriétés également. Le substrat occupant 50 % de sa partie utile a un état métallurgique équivalent au forgé sub-solvus. Ses petits grains sont donc plus avantageux en traction, grâce à l'effet « Hall-Petch », qu'une éprouvette entièrement CMT à gros grains. Une meilleure limite d'élasticité et une plus grande résistance à la traction peuvent donc être atteintes. De manière surprenante, cet échantillon montre un allongement à rupture d'environ 27 %, considérablement supérieur à celui des éprouvettes H et V. Toutes les caractéristiques conventionnelles extraites de ces essais sont résumées dans le Tableau V.6.

Tableau V.6. Résumé des caractéristiques en traction du Waspaloy CMT R1+R2 à 750 °C et 10⁻³ s⁻¹.

Matière	Direction de prélèvement	E (GPa)	R _{p0,2} (MPa)	R _m (MPa)	A%
100 % CMT (R1+R2)	V	145	780	930	22,3
	H	143	760	947	18,9
50 % CMT / 50 % substrat (R1+R2)	V	146	803	948	26,9

V.1.b.ii. Comparaison avec les échantillons forgés et le CMT post-fabrication

Il a ainsi été montré que le double revenu (850 °C/4 h/AQ + 760 °C/16 h/AQ) appliqué au Waspaloy CMT permet d'améliorer les propriétés en traction, par rapport à l'état post-fabrication. A température ambiante, la limite d'élasticité et la résistance maximale augmentent de + 235 MPa et + 192 MPa respectivement, en contrepartie d'une petite baisse de ductilité (- 15 %). Le Waspaloy CMT R1+R2 est encore plus intéressant à chaud. A 700 °C par exemple, l'allongement à rupture est tout aussi bon qu'avant traitement thermique et R_{p0,2} est supérieure de 200 MPa. R_m gagne également 235 MPa. L'amélioration de R_{p0,2} et R_m est permise en grande partie par l'optimisation de la microstructure, et notamment la précipitation γ' (voir partie IV.1). La formation de carbures secondaires M₂₃C₆ aux joints de grains (voir partie IV.2) pourrait expliquer l'abaissement de l'allongement à rupture [453].

Pour une comparaison plus facile et visuelle avec le matériau post-fabrication et les échantillons forgés (sub- et super-solvus), les trois essais après R1+R2 ont été ajoutés à la Figure III.39. La Figure V.11 illustre l'évolution des propriétés en traction de tous les matériaux étudiés en fonction de la température d'essai. En termes de R_{p0,2} (Figure V.11(a)), le CMT R1+R2 dépasse très largement le forgé super-solvus, notamment grâce à ses plus petits grains. Les éprouvettes H semblent par ailleurs démontrer des valeurs supérieures, par l'effet « Hall-Petch ». Il reste cependant moins performant que le sub-solvus. Ces mêmes tendances sont constatées pour R_m (Figure V.11(b)), où le CMT R1+R2 est un compromis entre le sub- et le super-solvus en-dessous de 700 °C. Au-delà, son R_m est équivalent voire meilleur que le forgé sub-solvus.

Enfin, pour l'allongement à rupture (Figure V.11(c)), le double revenu abaisse fortement la ductilité à température ambiante en raison du durcissement par précipitation γ' ; l'allongement à rupture est alors de 24 à 25 %, comme le forgé sub-solvus. A 700-750 °C, cependant, la ductilité est globalement aussi bonne qu'avant revenu et au moins équivalente à celle du forgé super-solvus. Comme à l'état post-fabrication, les éprouvettes V s'allongent davantage grâce aux grains colonnaires orientés parallèlement à la direction de chargement. Les avantages associés à l'introduction de la séquence de revenu R1+R2 se révèlent plus fortement à haute température qu'à l'ambiante.

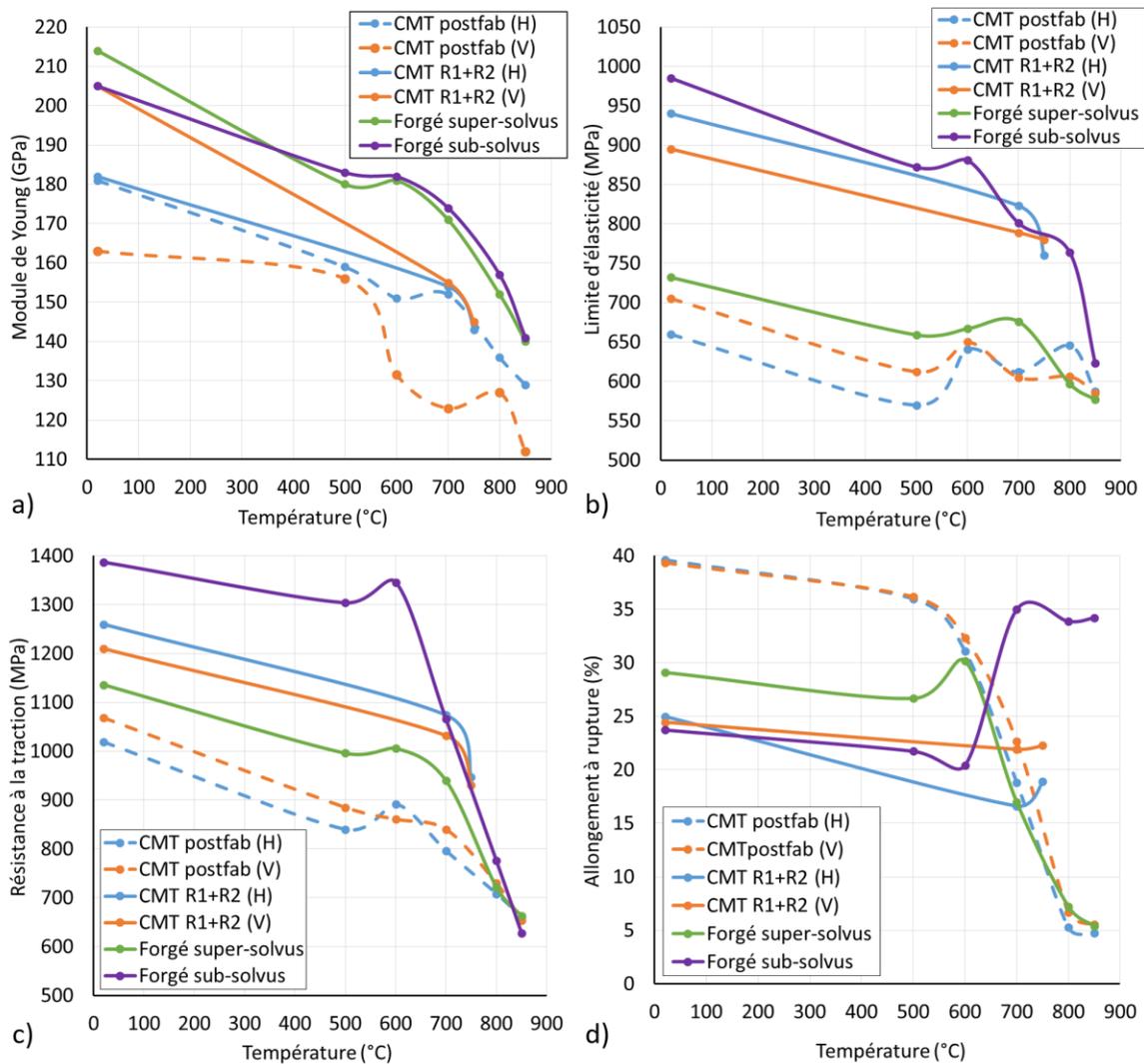


Figure V.11. Evolution des propriétés en traction du Waspaloy CMT R1+R2 en fonction de la température d'essai et comparaison avec les échantillons post-fabrication (courbes en tirets), ainsi que les forgés sub- et super-solvus : (a) module de Young, (b) limite d'élasticité, (c) résistance maximale à la traction et (d) allongement à rupture.

V.1.b.iii. Estimation de l'anisotropie

Comme cela a été fait déjà plusieurs fois dans ce manuscrit, l'anisotropie en traction peut ici aussi, après R1+R2, être approchée par le calcul des ratios $\frac{R_{p0,2 H}}{R_{p0,2 V}}$ et $\frac{R_{m H}}{R_{m V}}$. La Figure V.12 illustre l'étendue de l'anisotropie sur $R_{p0,2}$ et R_m avant (en transparence) et après traitement thermique. Bien que peu prononcée à l'état post-fabrication (< 7 %), le double revenu permet d'abaisser les différences entre éprouvettes H et V. Plus la température d'essai est élevée, plus le Waspaloy CMT se comporte de manière isotrope. Un maximum de 5 % d'écart est atteint sur la limite d'élasticité après R1+R2, et ce à température ambiante. A 750 °C, température d'essai la plus élevée, 2,6 % d'écart seulement sont calculés pour $R_{p0,2}$, et 1,8 % pour R_m .

De plus, il est possible de comparer l'anisotropie en traction à température ambiante après traitement thermique des deux types de géométries d'éprouvettes : les éprouvettes cylindriques après R1+R2 et les micro-éprouvettes après revenus expérimentaux de 4-96 h à 700-845 °C. En effet, bien que les cylindriques aient tendance à présenter de plus faibles écarts entre H et V, certains revenus uniques appliqués sur micro-éprouvettes permettent d'atteindre des niveaux d'anisotropie encore inférieurs. La séquence de revenu R1+R2 se fait en deux étapes, avec un temps total d'exposition de 20 h. Des revenus de 4 ou 8 h à 760 °C ainsi que 16 h et plus à 845 °C permettent aussi d'obtenir moins de 5 % d'anisotropie sur $R_{p0,2}$ à l'ambiante (V.1.a.iv). Le gain est donc similaire, pour des durées bien inférieures. L'application du double revenu n'est peut-être pas optimale pour le Waspaloy CMT au regard de l'anisotropie en traction.

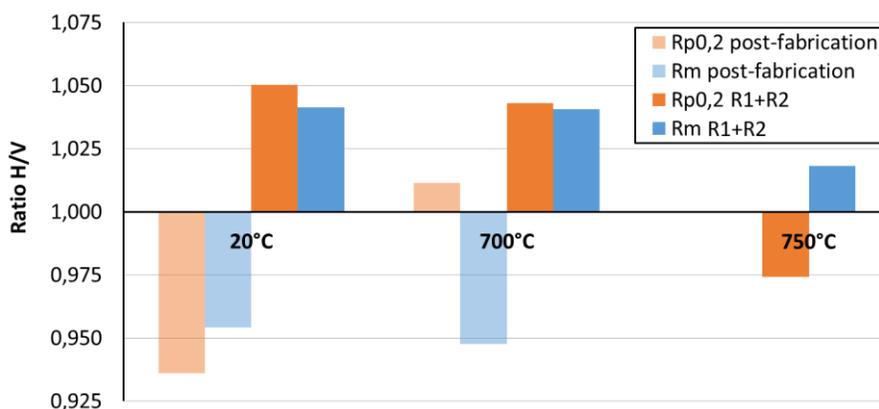


Figure V.12. Ratio de la limite d'élasticité et la résistance maximale en traction entre éprouvettes horizontales et verticales après R1+R2 en fonction de la température d'essai, et comparaison avec l'état post-fabrication.

V.1.b.iv. Fractographie

Les faciès de rupture obtenus après les essais de traction sur les éprouvettes cylindriques de Waspaloy CMT R1+R2 sont présentés dans cette partie. Leur étude permet l'analyse des mécanismes d'endommagement qui interviennent en fonction de la microstructure du matériau et des conditions d'essais. Les éprouvettes 100 % CMT sont observées et commentées, dans un premier temps. La cause de la rupture prématurée à l'ambiante de l'éprouvette R1+R2 V n°1 (V.1.b.i(1)) est notamment mise en lumière. Enfin, les éprouvettes interfaces (50 % substrat sub-solvus et 50 % CMT) sont observées aussi afin de vérifier que l'interface n'est pas un point faible de la structure après ce traitement thermique.

(1) Eprouvettes 100 % CMT

L'analyse fractographique des éprouvettes 100 % CMT R1+R2 après essai de traction à température ambiante est d'abord présentée. Les faciès des éprouvettes H et V (n°2) ayant donné des résultats conformes sont présentés en Figure V.13. Ils apparaissent légèrement elliptiques, similairement à l'état post-fabrication (partie III.2.b.v), mais de manière moins marquée. Cela témoigne d'une déformation par glissement simple. Pour les deux directions, la rupture semble mixte avec une prédominance de rupture intergranulaire. En effet, de nombreuses fissures secondaires sont visibles autour de ce qui ressemble fortement à des joints de grains de forme dendritique ; des alignements dendritiques ressortent aussi de façon nette, appuyant l'hypothèse d'une rupture dans les ID. Toutefois, quelques facettes lisses sont présentes, surtout sur les bords, et manifestent des cupules signes d'une rupture ductile.

Toujours à température ambiante, l'éprouvette verticale n°1 ayant donné des propriétés nettement inférieures à celles attendues, et surtout très peu de ductilité (10 % au lieu d'environ 25 %), son faciès a été étudié avec une attention particulière pour en trouver la cause. Il est présenté en Figure V.14. La rupture est majoritairement intergranulaire. Des traces de porosité interdendritique, aussi dite « spongieuse », sont visibles sur une zone de taille non négligeable. La présence nette de bras secondaires de dendrites peut être observée sur une surface d'environ $550 \times 400 \mu\text{m}^2$. Cela mène à une réduction significative de la section portante lors de l'essai, induisant un abaissement des propriétés mécaniques (R_m et $A\%$ notamment). La section mesurée avant essai étant de $11,88 \text{ mm}^2$, la section effective devrait plutôt être inférieure à $11,66 \text{ mm}^2$. De plus, la présence de nombreuses fissures secondaires intergranulaires est observée. Pour rappel, ce type de défaut (présenté en partie III.1.d.ii), est celui observé le plus couramment dans le Waspaloy CMT. Pour autant, son occurrence dans des éprouvettes et son effet délétère sur les propriétés mécaniques ne se sont manifestés que dans ce cas-ci.

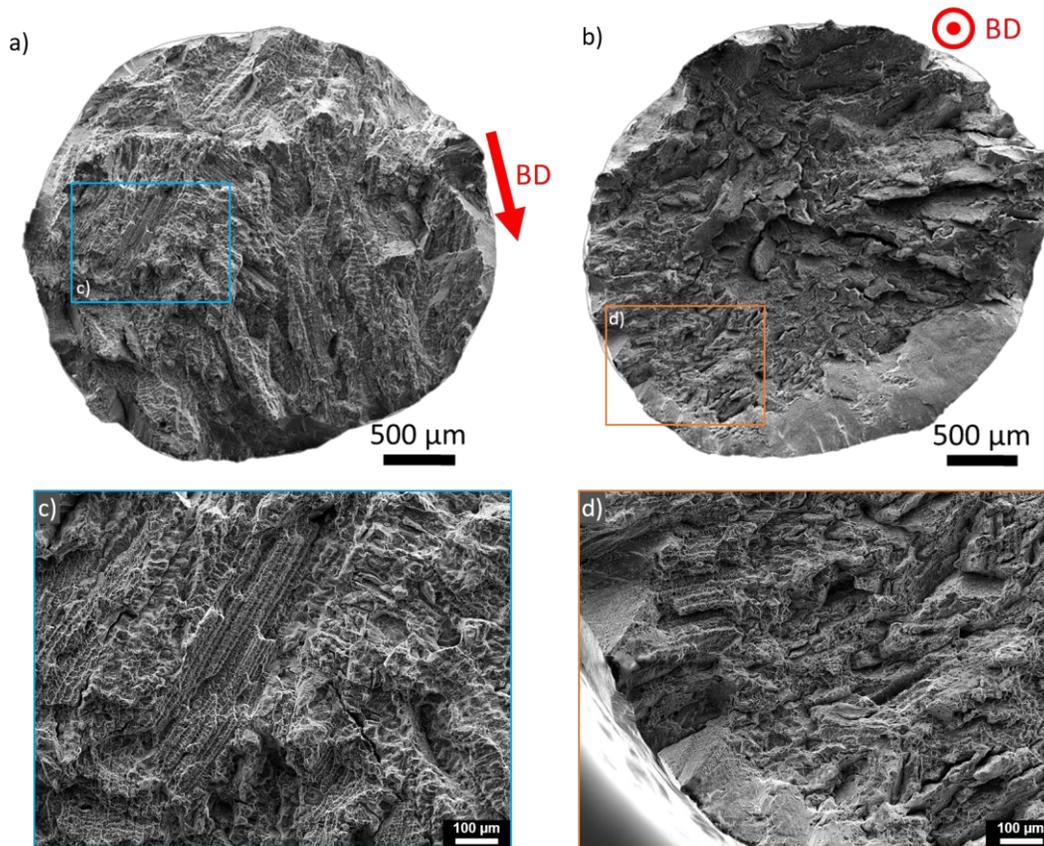


Figure V.13. Faciès de traction du Waspaloy CMT R1+R2 après essai à l'ambiante : (a,c) éprouvette horizontale et (b,d) éprouvette verticale n°2.

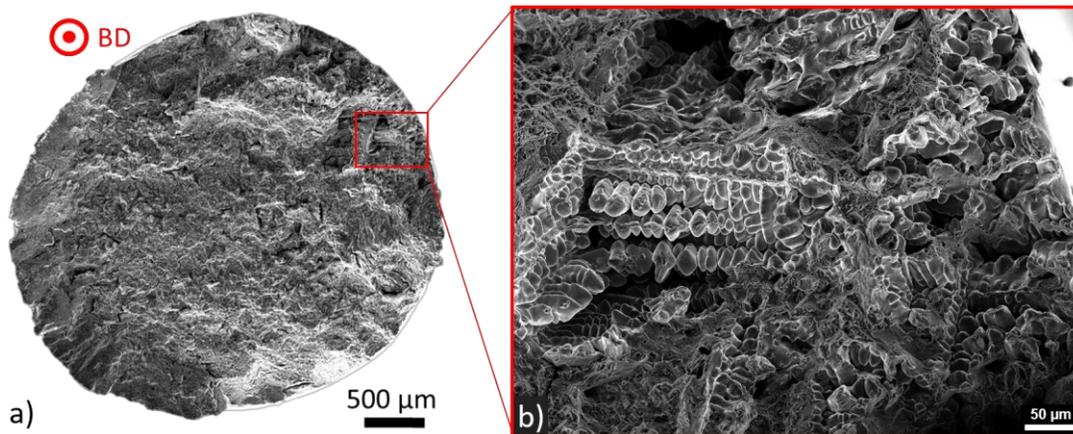


Figure V.14. Faciès de l'éprouvette verticale R1+R2 n°1 (faible ductilité) après essai de traction à l'ambiante observé au MEB : (a) allure générale et (b) traces de porosité interdendritique dite « spongieuse ».

A haute température (700-750 °C), les faciès de rupture changent d'apparence générale, indiquant un changement dans le mécanisme d'endommagement. Ceux des éprouvettes testées à 750 °C sont présentés en Figure V.15. Si la rupture à température ambiante était majoritairement intergranulaire, elle semble basculer vers un mode transgranulaire prépondérant. La rupture ductile est marquée par des

surfaces assez lisses et la présence de cupules, ainsi que la striction dans le cas de l'éprouvette V. Quelques signes de rupture intergranulaire sont toutefois visibles : alignements dendritiques et quelques fissures secondaires intergranulaires pour l'éprouvette H (Figure V.15(a), et grains colonnaires au centre pour l'éprouvette V (Figure V.15(b)).

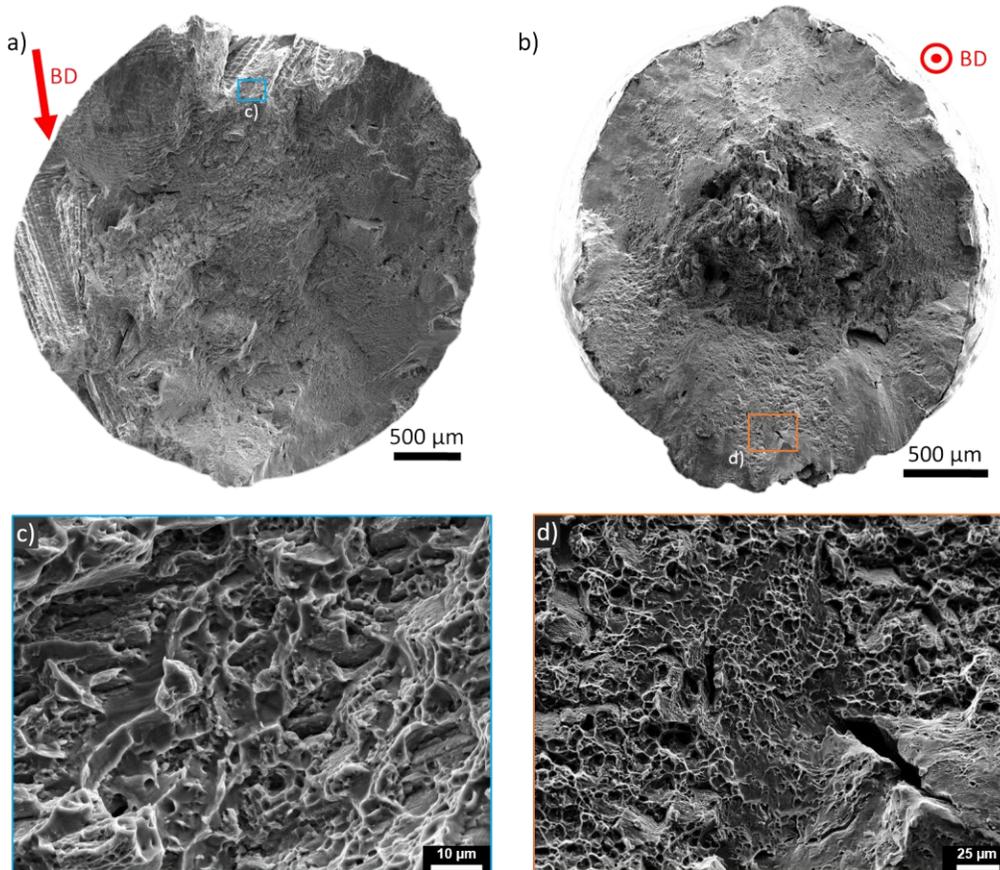


Figure V.15. Faciès de traction du Waspaloy CMT R1+R2 après essai à 750 °C : (a,c) éprouvette horizontale et (b,d) éprouvette verticale.

Ainsi, le Waspaloy CMT R1+R2 semble faire preuve de rupture mixte en traction, avec prédominance du mode intergranulaire à température ambiante et un changement vers le mode transgranulaire à haute température. Ce comportement est l'inverse de celui observé à l'état post-fabrication où la rupture est transgranulaire dans l'intervalle 20-700 °C puis intergranulaire au-delà. Toutes les micrographies de faciès des éprouvettes cylindriques Waspaloy CMT R1+R2 testées en traction sont disponibles en Annexe 9.

(2) Eprouvettes interfaces verticales : 50 % CMT /50 % substrat

Enfin, il est important de vérifier la tenue de l'interface après ce double revenu. C'est, en effet, un enjeu majeur car sa présence est la différence principale entre FA et réparation. La pièce rechargée doit être résistante au niveau de l'interface entre les cordons CMT et le substrat (équivalent sub-solvus). Aussi, la pièce se verra appliquer le R1+R2, d'où la nécessité de vérifier que cette interface ne devient pas un point faible dans la structure après ce traitement thermique. Les éprouvettes V avec 50 % CMT et 50 % substrat testées précédemment sont donc étudiées ici, à travers l'analyse des fûts et des faciès de rupture.

A l'ambiante, la rupture survient dans la partie CMT comme l'illustre la Figure V.16(a). Cela est conforme avec les essais à rupture sur micro-éprouvettes interface à l'état post-fabrication (partie III.2.a.i, Figure III.29). En observant l'aspect macroscopique des grains, la déformation est essentiellement localisée dans les grains colonnaires du rechargement CMT. De plus, cette déformation fait ressortir les différents cordons qu'il est alors possible de distinguer (Figure V.16(b)). La rupture semble avoir lieu entre les cordons n°2 et n°3. Cette observation est positive car l'interface et/ou la ZAT n'apparaissent pas comme des zones de déformation préférentielle, et ne semblent donc pas se positionner comme point faible. Qui plus est, les deux premiers cordons semblent présenter une bonne adhérence entre eux et au substrat. Il est cependant important de garder en tête que le polissage manuel de la partie utile peut induire un petit écart de section portante et favoriser légèrement la déformation en cas de région à plus faible diamètre. L'écart de diamètre mesuré après polissage est très faible ($< 20 \mu\text{m}$ sur un diamètre d'environ 3,85 mm), et donc la microstructure est certainement l'acteur majeur de cette localisation. Il serait intéressant de multiplier les essais à cette condition.

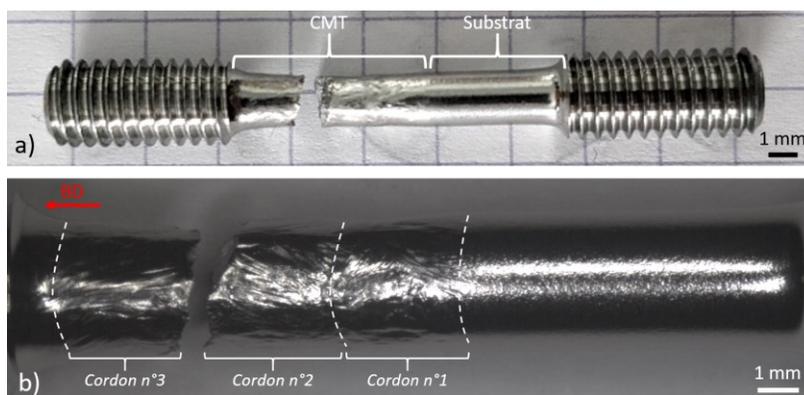


Figure V.16. Epreuve interface verticale R1+R2 après essai de traction à l'ambiante : (a) observation macroscopique et (b) observation au MO avec distinction des cordons grâce à la déformation des grains.

Le faciès de cette éprouvette est présenté en Figure V.17(a). Il apparaît relativement plat et lisse, et ne laisse pas percevoir de structure dendritique ou grains visibles clairement. Cela appuie l'hypothèse

d'une rupture entre deux cordons CMT. La rupture est mixte avec une prédominance transgranulaire, la présence de cupules étant observée sur une grande partie du faciès. Quelques fissures secondaires intergranulaires (Figure V.17(b)) sont toutefois remarquées. Cette observation, vient nuancer la conclusion issue de l'analyse fractographique précédente des éprouvettes 100 % CMT où il semble y avoir une prédominance du mode intergranulaire à température ambiante.

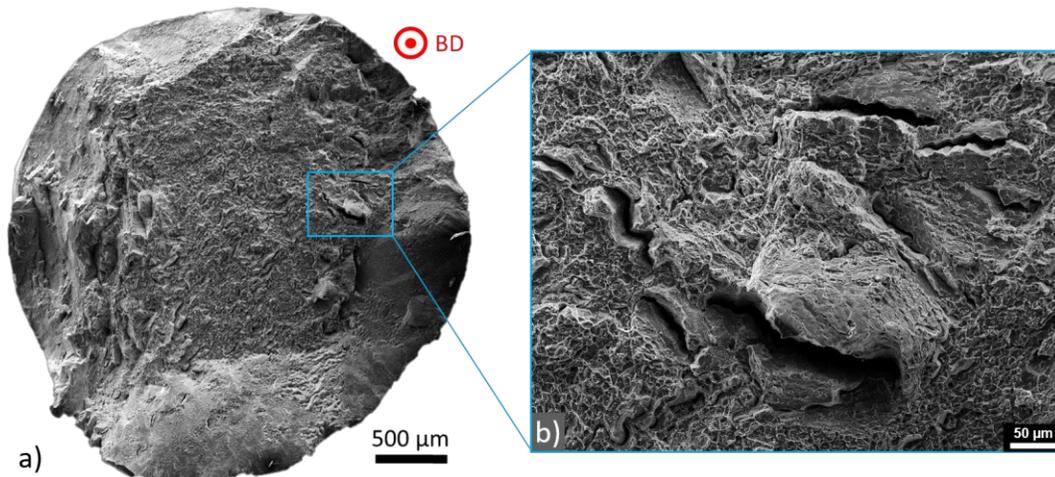


Figure V.17. Faciès de l'éprouvette interface verticale R1+R2 après essai de traction à l'ambiante observé au MEB.

A 750 °C, l'éprouvette interface testée en traction montre des résultats bien différents. Une observation post-mortem du fût est présentée en Figure V.18. Cette fois-ci, la rupture a lieu dans le substrat, loin de l'interface et donc de la ZAT. Il s'agit de la seule fois au cours de ces travaux de thèse qu'une éprouvette interface (post-fabrication ou après revenu, micro-éprouvettes et cylindriques confondues) affiche une rupture hors du rechargement CMT. La déformation est très localisée dans le substrat qui fait preuve d'une striction marquée. Les cordons CMT sont très peu déformés ici, contrairement à l'essai équivalent à température ambiante (Figure V.16). Le faciès de rupture présenté en Figure V.19 permet d'affirmer que la rupture est majoritairement transgranulaire, faisant preuve d'une grande ductilité (presque 27 % d'allongement à rupture, Tableau V.6). La présence de grandes cupules est observée.

La localisation de la rupture est surprenante, étant donné la différence de taille de grains des deux côtés de l'interface. L'effet « Hall-Petch » devrait en théorie se manifester à travers une déformation accrue dans la partie à grands grains, à savoir le rechargement CMT, et ce d'autant plus quand la précipitation γ' est optimisée dans toute l'éprouvette. Pourquoi est-ce qu'à température ambiante la rupture survient dans le rechargement, et à haute température dans le substrat ? Au-delà de 700 °C, la $R_{p0,2}$ et R_m du Waspaloy CMT R1+R2 est égale voire supérieure à celle du matériau forgé sub-solvus (Figure V.11). Ce dernier fait preuve d'une grande viscoplasticité (voir Annexe 1) grâce à ses petits grains, qui à

cette température, favorisent le fluage diffusion et permettent une plus grande déformation. La grande densité de joints de grains amplifie, de plus, les mécanismes d'oxydation - corrosion. Il serait intéressant, pour déterminer le point de basculement (rupture côté CMT vers côté forgé), de réaliser des essais à températures intermédiaires : 600, 650 et 700 °C par exemple. De même, il faudrait refaire l'essai sur quelques autres éprouvettes similaires, dans ces mêmes conditions, pour déterminer si ce phénomène est reproductible. Il convient toutefois de noter que la rupture n'a jamais été observée à l'interface, que ce soit entre la ZAT et le premier cordon, dans la ZAT ou encore entre la ZAT et le substrat. La bonne santé et intégrité de l'interface entre le substrat sub-solvus et le rechargement CMT semble donc effective.

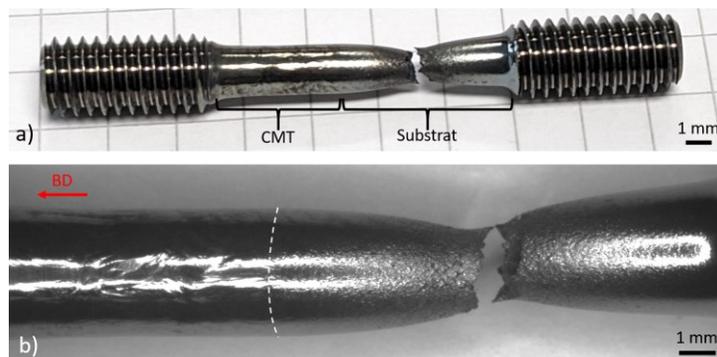


Figure V.18. Eprouvette interface verticale R1+R2 après essai de traction à 750 °C : (a) observation macroscopique et (b) observation au MO avec distinction de l'interface grâce à la déformation des grains.

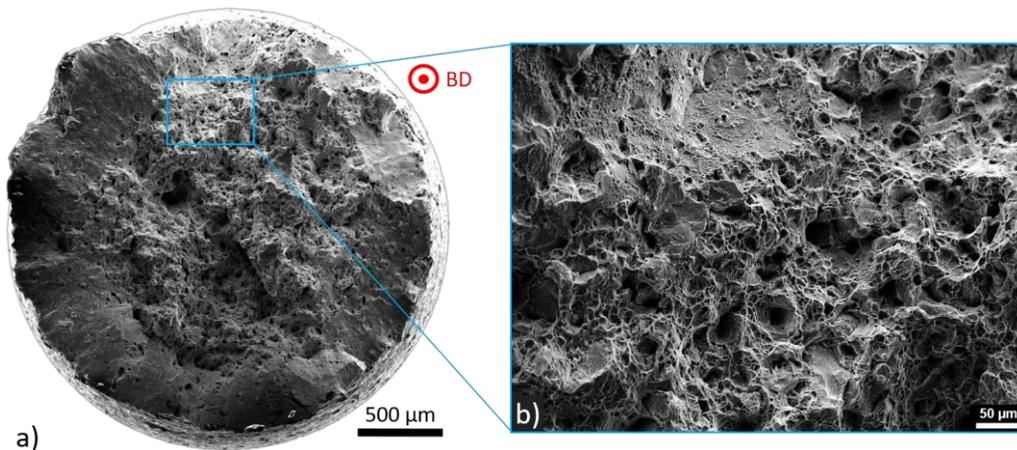


Figure V.19. Faciès de l'éprouvette interface verticale R1+R2 après essai de traction à 750 °C observé au MEB.

Ainsi, la tenue de l'interface a été étudiée après traitement thermique par l'analyse fractographique d'éprouvettes ayant été testées en traction à température ambiante et à 750 °C. Les observations des fûts et des faciès ont permis de déterminer que la rupture est ductile, avec de nombreuses cupules. A 20 °C, la rupture survient dans le rechargement CMT, comme cela est généralement le cas dans tous ces travaux de thèse, et plus particulièrement entre le 2nd et le 3^{ème} cordon. A 750 °C, elle est observée loin de l'interface dans le substrat, qui montre beaucoup de striction.

V.1.c. Synthèse sur les propriétés en traction après revenu

Les traitements thermiques de revenu sont appliqués pour optimiser et stabiliser la microstructure dans le but d'obtenir les propriétés d'usage souhaitées. Les évolutions microstructurales du Waspaloy CMT lors d'une exposition thermique ont été étudiées en parties IV.1 et IV.2 ; les phénomènes de nucléation et grossissement des précipités γ' ont été mis en lumière, de même que la formation de carbures secondaires $M_{23}C_6$ inter- et intragranulaires. L'effet de revenus, et des changements microstructuraux engendrés, sur les propriétés en traction du Waspaloy CMT a été étudié.

Une campagne d'essai à température ambiante a été réalisée sur micro-éprouvettes après des revenus expérimentaux (4-96 h, 700-845 °C). Dès 4 h d'exposition thermique, un gain moyen de 200 MPa est obtenu sur $R_{p0,2}$ et de 250 MPa sur R_m , et ce peu importe la température ou la direction de chargement. Cette amélioration se fait en contrepartie d'une perte de ductilité importante, bien que l'allongement à rupture reste autour de 20-25 %, comme pour les échantillons forgés. Une réduction de l'anisotropie est constatée, d'autant plus marquée que la température de revenu est élevée et la durée grande. Expérimentalement, un diamètre de précipités γ' de 20 nm est déterminé comme optimal pour maximiser $R_{p0,2}$. En effet, bien qu'il soit difficile de décorrélérer le rôle de la précipitation γ' et de la formation carbures secondaires $M_{23}C_6$ sur les propriétés en traction, les premiers semblent responsables de l'amélioration de $R_{p0,2}$ et les seconds possiblement acteurs de la perte de ductilité.

Le Waspaloy R1+R2 permet aussi une amélioration considérable des propriétés en traction par rapport à l'état post-fabrication. En termes de $R_{p0,2}$, il se place comme un intermédiaire entre les matériaux forgés super-solvus et sub-solvus, en-dessous de 700 °C. Au-delà, son R_m est équivalent voire meilleur que le forgé sub-solvus. Si les revenus abaissent fortement l'allongement à rupture à température ambiante (24-25 %), ils induisent une meilleure ductilité à haute température : aussi bonne qu'avant revenu et au moins équivalente à celle du forgé super-solvus. Le double revenu permet de mitiger l'anisotropie sur la limite d'élasticité avec un maximum de 5 % à 20 °C, et 2,6 % à 750 °C. Ses avantages se révèlent plus fortement à haute température qu'à l'ambiante. Une analyse fractographique a permis de discerner les modes d'endommagement. La rupture est généralement mixte, avec une prédominance intergranulaire à température ambiante et un changement vers le mode transgranulaire à 700-750 °C. Ce comportement est l'inverse de celui observé à l'état post-fabrication. La tenue de l'interface a été examinée avec des éprouvettes 50 % CMT et 50 % substrat sub-solvus. A l'ambiante, la rupture a lieu dans le rechargement CMT, entre les cordons n°2 et n°3. A 750 °C, la rupture survient dans le substrat loin de l'interface. L'interface, qui n'était pas un point faible à l'état post-fabrication, ne l'est pas non plus après R1+R2.

V.2. Propriétés en fluage après double revenu R1+R2

Les propriétés en fluage isotherme sous air sont réévaluées après le double revenu R1+R2 (850 °C/4 h/AQ + 760 °C/16 h/AQ), dans les mêmes conditions température/contrainte qu'à l'état post-fabrication pour pouvoir comparer. Les courbes déformation-temps sont d'abord présentées, à 700-750 °C (basse température / haute contrainte) puis à 800-850 °C (haute température / basse contrainte). L'approche de Larson-Miller permet ensuite de positionner le Waspaloy CMT R1+R2 par rapport au matériau brut de fabrication, et aux forgés sub- et super-solvus. Pour finir, une analyse fractographique est réalisée afin de déterminer les modes d'endommagement en fluage après ce traitement thermique.

V.2.a. Courbes déformation-temps

Dans cette partie, les courbes déformation-temps du Waspaloy CMT R1+R2 sont présentées, superposées à celles du CMT post-fabrication (en transparence). Les conditions basse température / haute contrainte sont traitées dans un premier temps, puis les conditions haute température / basse contrainte.

V.2.a.i. A 700 et 750 °C

La Figure V.20 montre les courbes issues des essais de fluage isotherme à 700 °C, avec des chargements de 500 (a), 600 (b) et 650 MPa (c). Le premier constat est, qu'après le double revenu, le matériau affiche des courbes classiques de fluage avec les trois stades bien définis : primaire, secondaire et tertiaire. Cela change du CMT post-fabrication qui ne semblait présenter qu'un stade tertiaire, entrant directement dans le domaine de l'endommagement. Cela s'explique en grande partie par le fait qu'après les revenus, la limite d'élasticité à 700 °C est de 789-823 MPa (Tableau V.5), soit bien supérieure aux contraintes de chargement. La deuxième différence majeure se trouve dans la nette amélioration de la durée de vie (DDV) et de la déformation à rupture (A%) : x 3,5 à 6,1 pour la première et x 3,2 à 4,2 pour la seconde respectivement. Par ailleurs, plus la condition de contrainte est élevée, plus le stade secondaire est court et la durée de vie réduite. Les éprouvettes V montrent plus de ductilité et de meilleures durées de vie, probablement en raison des grands grains colonnaires orientés parallèlement à la direction de sollicitation. Limiter la densité de joints de grains permet en effet de réduire la déformation intergranulaire et ainsi retarder l'endommagement. Cette observation est moins vraie à 650 MPa, contrainte la plus élevée, où les deux éprouvettes se comportent de manière extrêmement semblable. Enfin, l'amplitude du fluage primaire ne semble pas ici sensible à la charge appliquée ; des valeurs entre 0,1 % et 0,67 % sont observées, sans lien entre la contrainte ou la direction de sollicitation.

La Figure V.21 présente les résultats à 750 °C pour une contrainte de 400 MPa. Là encore, il est possible de distinguer les trois stades de fluage sur les courbes. L'amélioration de la durée de vie et de la déformation à rupture constatée à 700 °C est valable ici aussi. En effet, la DDV double et la ductilité en fluage est 1,4 à 2,8 fois plus grande en fonction de la direction de prélèvement. L'éprouvette V montre une meilleure DDV, tandis que de manière surprenante c'est l'éprouvette H qui possède le plus haut A%. De plus, la contraction observée à l'état post-fabrication en début d'essai, disparaît après les revenus.

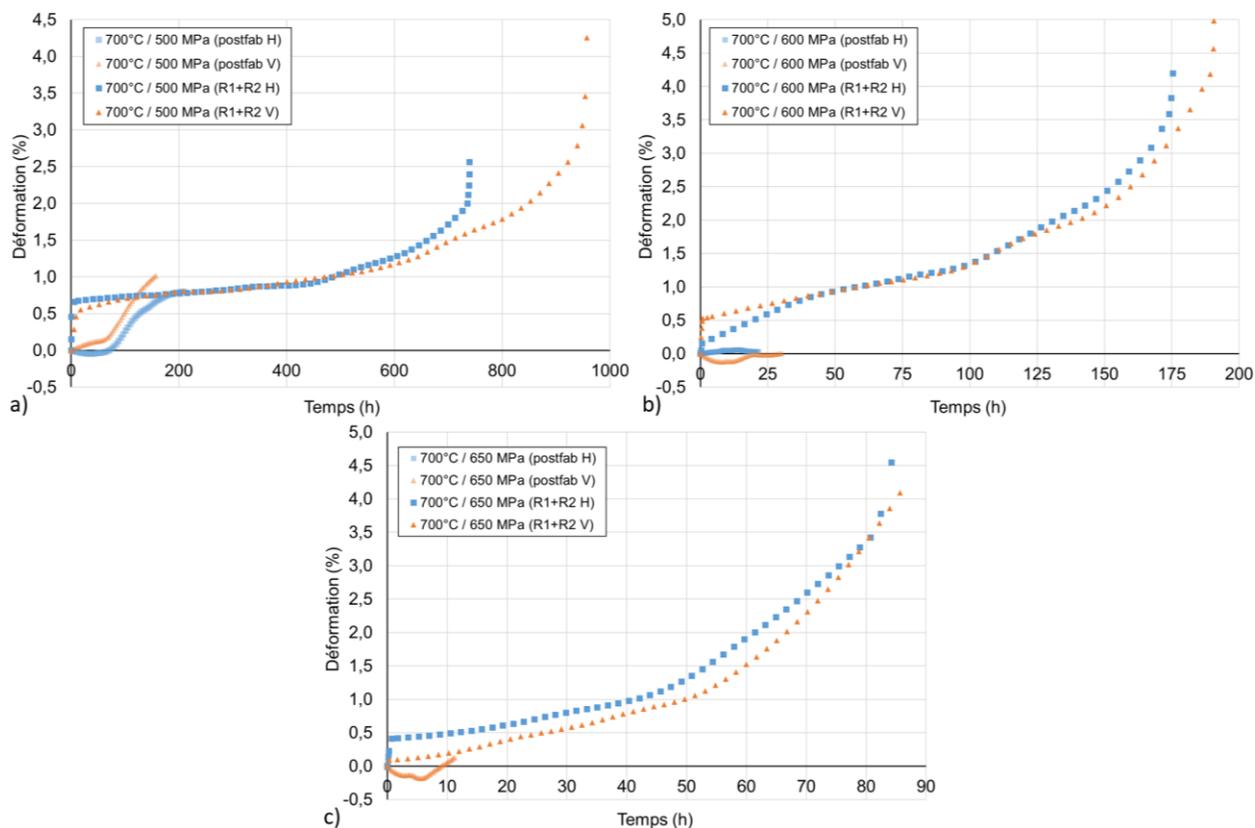


Figure V.20. Courbes de fluage du Waspaloy CMT R1+R2 à 700 °C : (a) 500 MPa, (b) 600 MPa et (c) 650 MPa. Les courbes en transparence sont celles à l'état post-fabrication, pour comparaison.

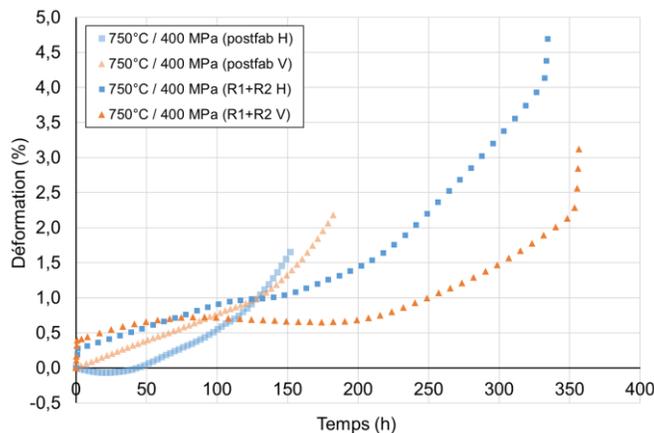


Figure V.21. Courbes de fluage du Waspaloy CMT R1+R2 à 750 °C et 400 MPa. Les courbes en transparence sont celles à l'état post-fabrication, pour comparaison.

Ainsi, en fluage à 700 et 750 °C (conditions basse température et haute contrainte), le traitement thermique R1+R2 permet une augmentation majeure de la DDV et de la ductilité. Les courbes présentent distinctement les trois stades (primaire, secondaire et tertiaire), et la période de « fluage négatif » observée avant revenu (Figure III.44) disparaît. Tout cela est lié aux changements microstructuraux induits par l'exposition thermique, et notamment l'optimisation de la précipitation γ' . Cependant, le comportement en fluage du Waspaloy CMT R1+R2 est différent à 800-850 °C.

V.2.a.ii. A 800 et 850 °C

En basculant dans les conditions de type haute température et basse contrainte, la tenue en fluage du Waspaloy CMT après R1+R2 évolue. La Figure V.22 présente les courbes issues des essais de fluage isotherme à 800 °C, avec des chargements de 250 (a) et 300 MPa (b). Pour une contrainte imposée de 250 MPa, le traitement thermique a un effet bénéfique sur l'éprouvette V qui voit sa DDV augmentée de près de 75 h ainsi que sa ductilité plus que doublée. Son incidence diffère cependant dans le cas de l'éprouvette H où l'allongement à rupture et la DDV sont abaissées de 20 % et 10 % respectivement, en comparaison au Waspaloy CMT post-fabrication. Cette observation est valable également en chargeant davantage, avec une contrainte imposée de 300 MPa. Cette fois-ci, les deux éprouvettes, H comme V, voient leurs propriétés se dégrader après revenu. L'influence négative du traitement thermique se répercute plus fortement sur l'éprouvette H qui entre plus rapidement dans la phase d'endommagement (stade tertiaire). Sa DDV et sa ductilité sont abaissées toutes deux de 20 %, contre 10 % pour l'éprouvette V.

La tendance des propriétés en fluage à se dégrader après R1+R2 lors d'essais à haute température se confirme à 850 °C (Figure V.23), et ce surtout lors d'une sollicitation perpendiculaire à la direction de construction. Avec un chargement de 210 MPa (a), la DDV et l'allongement à rupture de l'éprouvette V sont abaissées de 30 %, contre une réduction de moitié pour l'éprouvette H. Augmenter la contrainte à 260 MPa (b) accentue l'effet délétère du traitement thermique sur cette dernière, qui n'a alors plus que 40 % et 20 % de sa DDV et sa ductilité initiale, respectivement. De manière surprenante, l'éprouvette V affiche une amélioration de 10 % de ses caractéristiques par rapport à son homologue post-fabrication.

Quelles peuvent être les raisons de cette dégradation des propriétés en fluage à haute température, après R1+R2, alors même que ce propre traitement thermique les améliore à basse température et en traction ? Pourquoi cet effet délétère est-il plus prononcé, plus sévère, dans le cas des éprouvettes H ? Au sujet d'essais à haute température, les phénomènes d'oxydation – corrosion sont souvent incriminés dans l'obtention de faibles propriétés. Bien que cela puisse être le cas ici, la température étant assez élevée, la cause est certainement plurifactorielle dans le cas du Waspaloy CMT. Il est, dans un premier temps, possible d'envisager un changement de mécanisme de déformation. Si à

basse température il s'agit essentiellement d'un mécanisme basé sur le mouvement des dislocations (fluage dislocations), à haute température le mécanisme de déformation peut être mixte, intégrant notamment une dimension de fluage diffusion. Le fluage de Herring-Nabarro (diffusion en volume à travers le grain) et le fluage de Coble (diffusion le long des joints de grains) peuvent se manifester dès 800 °C. Leur domaine d'existence est, par ailleurs, d'autant plus grand que la taille de grains est petite ; cela pourrait expliquer en partie la déformation plus rapide des éprouvettes H qui affichent de plus petits grains. *Thébaud* a montré, pour l'AD730™ en fluage à haute température (≥ 850 °C) et basse contrainte (≤ 350 MPa), que la taille de grains joue un rôle prépondérant [454]. Cela semble être le cas également ici.

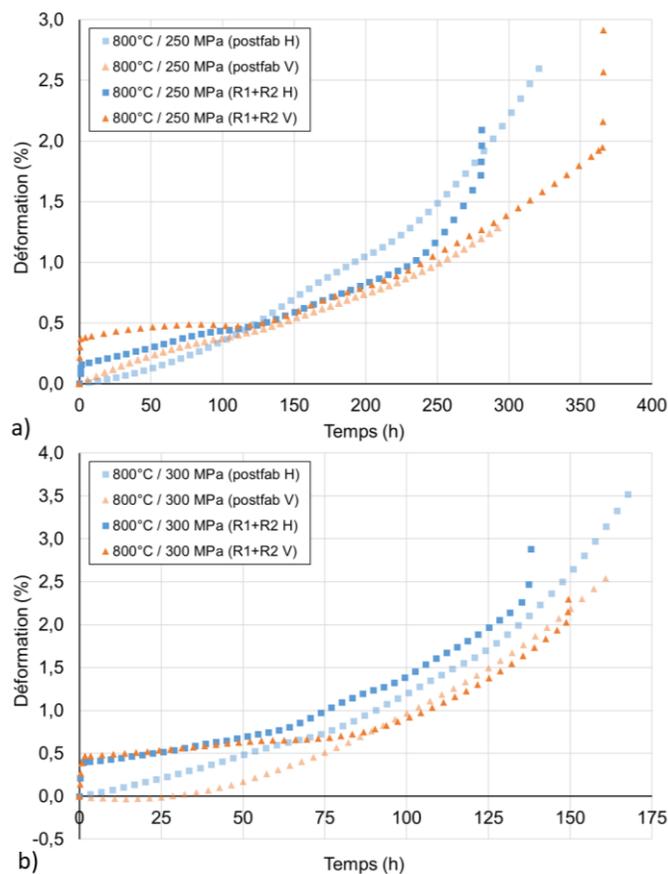


Figure V.22. Courbes de fluage du Waspaloy CMT R1+R2 à 800 °C : (a) 250 MPa et (b) 300 MPa. Les courbes en transparence sont celles à l'état post-fabrication, pour comparaison.

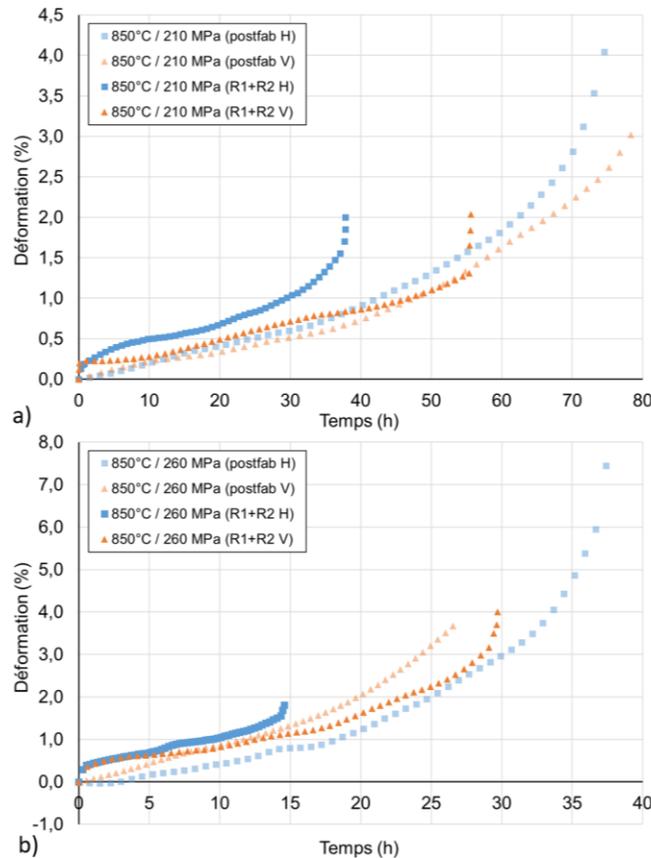


Figure V.23. Courbes de fluage du Waspaloy CMT R1+R2 à 850 °C : (a) 210 MPa et (b) 260 MPa. Les courbes en transparence sont celles à l'état post-fabrication, pour comparaison.

Un autre élément possible de réponse, associée à la taille de grains apparente et à leur morphologie, est la présence de carbures secondaires $M_{23}C_6$ après revenu (voir démontré en partie IV.2). Ils précipitent en grande quantité aux joints de grains sous forme globulaire, avec une alternance de grosses particules de phase γ' . Les matériaux à plus petits grains ont donc une plus grande densité de joints de grains et ainsi une plus grande fraction de carbures $M_{23}C_6$. La littérature a tendance à leur associer un effet bénéfique d'épinglage, limitant voire prévenant le glissement intergranulaire [455], [456]. Cela, combiné à des joints dentelés comme c'est le cas dans le Waspaloy CMT (Figure III.1(a) et Figure IV.17(b)) serait donc très avantageux en fluage. Cependant, sur les joints de grains orientés perpendiculairement à la direction de chargement, la présence de ces carbures pourrait favoriser l'endommagement par cavitation et ainsi accélérer la rupture. Un schéma de ce mécanisme est proposé en Figure V.24. Toutes ces hypothèses (oxydation, fluage diffusion, taille de grains et cavitation autour des carbures aux joints de grains) permettraient de justifier la dégradation majeure des propriétés en fluage à haute température dans les éprouvettes H de Waspaloy CMT R1+R2. Les éprouvettes V sont moins affectées, grâce aux grains nettement plus grands et aux joints orientés parallèlement à la sollicitation. Leurs propriétés se voient soit

légèrement dégradées (- 20 à - 30 %), soit améliorées dans certaines conditions. Une caractérisation microstructurale de ces éprouvettes après essai apparaît nécessaire.

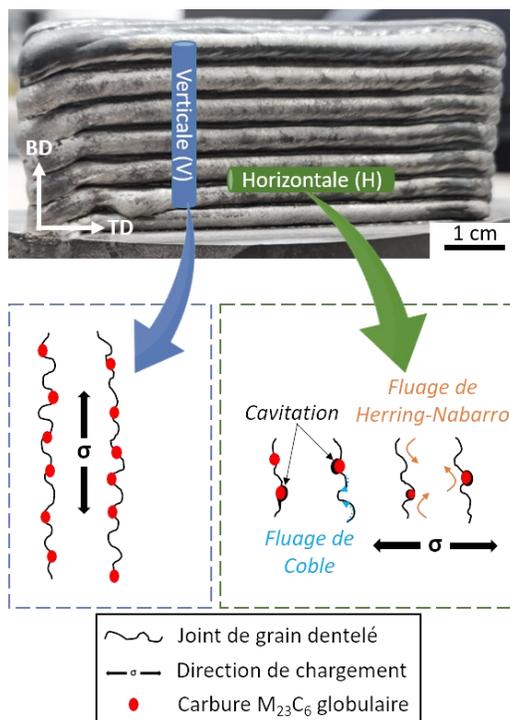


Figure V.24. Proposition de mécanisme de déformation et endommagement en fluage à haute température.

Ainsi, tout comme à 700 et 750 °C, les courbes affichent un stade primaire, secondaire puis tertiaire. De même, la phase de contraction n'apparaît plus. Les propriétés en fluage à haute température sont, cependant, globalement dégradées suite au double revenu, par rapport à l'état brut de fabrication. L'effet défavorable du R1+R2 est plus sévère dans le cas des éprouvettes H que V, probablement en raison de la densité de joints de grains.

V.2.a.iii. Synthèse

Un changement du comportement du Waspaloy CMT est démontré après traitement thermique. Les courbes présentent des allures plus classiques, avec les trois stades bien distincts : fluage primaire (émission de dislocations par déformation plastique et interactions avec les précipités γ'), fluage secondaire (vitesse de déformation constante grâce à une microstructure stable) puis fluage tertiaire (accélération de la déformation menant à l'endommagement et la rupture). A l'état post-fabrication (partie III.3), seul un stade tertiaire était observable, en raison du vieillissement in-situ de la microstructure. De plus, le début des essais était marqué par une période de « fluage négatif » qui disparaît après le double revenu. Avec les revenus préliminaires, les phénomènes de nucléation et grossissement des précipités γ' , ainsi que les transformations de phases (décomposition de MC en $M_{23}C_6$) ont déjà eu lieu.

Dans des conditions basse température – haute contrainte, le matériau après revenu fait preuve d'une importante amélioration de la durée de vie et de la déformation à rupture. A 700 °C, la première se voit multipliée par 3,5 à 6,1, tandis que la seconde est triplée, au minimum. Les chargements imposés (600 et 650 MPa) qui étaient trop proches de la limite d'élasticité à l'état post-fabrication ($R_{p0,2} \approx 608$ MPa) donnent lieu après R1+R2 ($R_{p0,2} \approx 806$ MPa) à de biens meilleurs résultats. L'augmentation des propriétés en fluage est valable aussi à 750 °C : une DDV doublée et une ductilité 1,4 à 2,8 fois plus grande en fonction de la direction de prélèvement. Les éprouvettes V font preuve de plus de ductilité et de meilleures durées de vie. A ces « basses » températures, c'est le fluage dislocations qui domine et les améliorations manifestes après R1+R2 sont attribuées en très grande partie à l'optimisation de la précipitation γ' .

L'effet du traitement thermique sur la tenue en fluage est toutefois très différent à haute température. A 800 °C, une dégradation notable de la durée de vie et de la déformation à rupture sont observées, jusqu'à - 20 %. L'incidence négative des revenus est d'autant plus forte à 850 °C, où une réduction de moitié de la DDV et la ductilité sont visibles pour l'éprouvette H à 210 MPa. A plus grande contrainte (260 MPa), il n'y a plus que 40 % et 20 % de la DDV et la ductilité initiales, respectivement. Les éprouvettes V sont relativement préservées, manifestant soit de faibles abaissments, soit de manière plus surprenante, une amélioration de DDV et de ductilité. La sensibilité est éprouvettes H semble multifactorielle, avec comme hypothèses principales la plus grande densité de joints de grains qui favoriserait l'oxydation, les mécanismes de fluage diffusion, et la cavitation à proximité des carbures $M_{23}C_6$ sur les joints orientés perpendiculairement. Ces mêmes carbures secondaires pourraient, en revanche, apporter un avantage aux éprouvettes V via le phénomène d'épinglage des joints de grains, prévenant ainsi la déformation par glissement intergranulaire.

Le Tableau V.7 fait la synthèse des caractéristiques obtenues en fluage à 700-850 °C pour le Waspaloy CMT R1+R2. Contrairement au matériau brut de fabrication, il est possible de mesurer une vitesse de déformation pendant le fluage secondaire (notée $\dot{\epsilon}_{II}$). Les déformations les plus rapides sont atteintes à 850 °C / 260 MPa. Les plus faibles sont, au contraire, obtenues à 700 °C / 500 MPa. A 700 °C et 600-650 MPa, le Waspaloy CMT R1+R2 se comporte de manière quasiment isotrope en termes de DDV, ductilité mais aussi vitesse de déformation. Enfin, pour une même condition d'essai en fluage, les éprouvettes V ont tendance à présenter des vitesses de déformation considérablement inférieures à celles des éprouvettes H : entre 14 et 98 % plus faibles. Les grands grains, avec les joints orientés parallèlement à la direction de chargement, s'avèrent très favorables en fluage. L'anisotropie du Waspaloy CMT est donc plus marquée en fluage, comme c'est souvent le cas pour les superalliages à solidification dirigée [238],

[277], [457] ou élaborés par EBM [458], [459]. La structure granulaire et la texture cristallographique sont proches.

Tableau V.7. Résumé des caractéristiques en fluage du Waspaloy CMT R1+R2 à 700-850 °C.

Matière	Température	Contrainte	Direction de prélèvement	DDV (h)	$\dot{\epsilon}_{II}$ (s ⁻¹)	A%
100 % CMT (R1+R2)	700 °C	500 MPa	V	957,1	1,45.10 ⁻¹¹	4,3
			H	739,5	6,42.10 ⁻¹⁰	2,6
		600 MPa	V	190,6	1,53.10 ⁻⁸	5,0
			H	175,4	1,77.10 ⁻⁸	4,2
		650 MPa	V	85,6	1,61.10 ⁻⁸	4,1
			H	84,2	1,60.10 ⁻⁸	4,6
	750 °C	400 MPa	V	356,5	1,46.10 ⁻¹⁰	3,1
			H	334,3	3,79.10 ⁻⁹	4,7
	800 °C	250 MPa	V	366,0	7,07.10 ⁻¹⁰	2,9
			H	281,0	4,14.10 ⁻⁹	2,1
		300 MPa	V	149,5	3,02.10 ⁻⁹	2,3
			H	137,9	1,07.10 ⁻⁸	2,9
	850 °C	210 MPa	V	55,6	4,20.10 ⁻⁹	2,0
			H	37,9	2,62.10 ⁻⁸	2,0
		260 MPa	V	29,7	4,41.10 ⁻⁸	4,0
			H	14,6	8,86.10 ⁻⁸	1,8

V.2.b. Approche de Larson-Miller

Afin de comparer la tenue en fluage du Waspaloy CMT R1+R2 avec celle des forgés sub- et super-solvus, le diagramme de Larson-Miller précédent (Figure III.45) est complété. La Figure V.25 présente la superposition des droites pour le matériau post-fabrication et les nuances de forgé (en transparence) avec les nouveaux essais après revenu. En première remarque, il est possible de noter l'obtention d'une excellente corrélation linéaire ($R^2 > 0,99$) pour les éprouvettes V et H R1+R2. C'est le cas pour les 6 droites tracées, indiquant des tendances relativement fiables. La seconde observation notable est la valeur des coefficients directeurs. Si à l'état post-fabrication le comportement en fluage du Waspaloy CMT était semblable (mais inférieur) à celui du forgé super-solvus, il évolue après revenu pour se rapprocher de celui du forgé sub-solvus. Les pentes sont en effet comparables. Le Waspaloy CMT R1+R2 (H comme V) tient aussi bien en fluage que le forgé sub-solvus, voire mieux dans certaines conditions, grâce à la précipitation γ' optimisée et à la grande taille de grains. Le forgé-sub solvus étant représentatif du substrat, cela signifie que le rechargement CMT est au moins aussi performant que le reste de la pièce réparée. C'est un élément très positif et un résultat majeur dans le cadre de la future application industrielle.

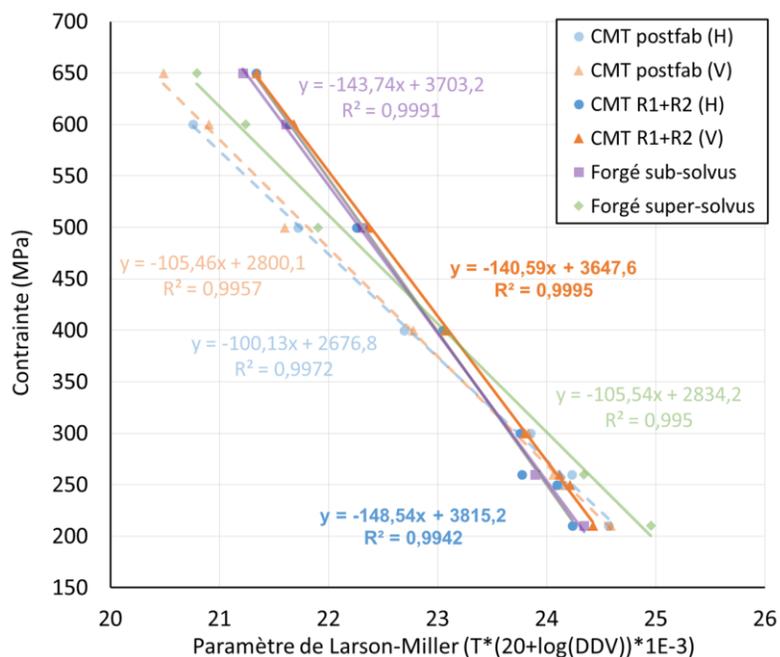


Figure V.25. Diagramme de Larson-Miller du Waspaloy CMT R1+R2 et comparaison avec l'état post-fabrication et les forgés de référence.

Enfin, un dernier élément plutôt surprenant mais pertinent à relever : en condition basse contrainte / haute température, le Waspaloy CMT à l'état brut de présente une bonne tenue en fluage malgré sa microstructure hors équilibre. En effet, en-dessous de 325 MPa environ, il dépasse le sub-solvus, ainsi que le CMT R1+R2 H. En-dessous de 275 MPa, il s'avère également meilleure que le CMT R1+R2 V. Le

vieillessement métallurgique in-situ du matériau post-fabrication, même s'il mène à un endommagement direct, peut donc s'avérer avantageux en fluage à haute température. Un phénomène de stockage des dislocations issues du refroidissement rapide du matériau dans les joints de dendrites pourrait expliquer ces bonnes propriétés avant revenu. Les dislocations ancrées dans les ID freineraient le mouvement des autres dislocations générées lors de la déformation plastique en cours d'essai. Cela a été reporté à l'interface γ/γ' dans les superalliages monocristallins [460], mais peut survenir également dans les structures de solidification (cellulaire ou dendritique). En effet, cela a, par exemple, été mis en évidence par *Atabay et al.* sur le René77 LPBF avec une analyse EBSD fine [361]. Cela apporterait un durcissement supplémentaire à l'état post-fabrication.

Toutefois, en termes d'allongement à rupture, le Waspaloy CMT reste très peu ductile en comparaison avec ses homologues forgés. Le forgé sub-solvus présente une ductilité d'au moins 21 % à 700 °C / 650 MPa, et maximum 32 % à 850 °C / 210 MPa (voir Annexe 3). Le forgé super-solvus s'allonge nettement moins, mais atteint jusqu'à 12 % à 850 °C. Le CMT post-fabrication et R1+R2 affiche des valeurs bien plus faibles, entre 2,5 et 4 % en moyenne.

V.2.c. Fractographie

Les faciès de rupture obtenus suite à ces essais de fluage sur Waspaloy CMT R1+R2 sont présentés dans cette partie. Leur étude peut permettre la confirmation du ou des mécanismes de d'endommagement par fluage actif(s). Cela ne pouvait être fait à 750, 800 et 850 °C avec un diagramme de Norton car seuls deux niveaux de contrainte (voire un pour 750 °C) ont été testés à chaque température. Le mode de rupture, inter- ou intragranulaire peut être un bon indicateur d'un fluage dislocations ou diffusion, respectivement.

La Figure V.26 montre les faciès de rupture des éprouvettes testées en condition basse température – haute contrainte (700 °C / 500 MPa). Ces derniers sont également représentatifs de ce qui est observé à 600 et 650 MPa, ainsi qu'à 750 °C / 400 MPa. La déformation dans ces conditions est en théorie pilotée par le mouvement des dislocations essentiellement, donc une rupture intragranulaire est attendue, en négligeant les effets d'environnement. Dans les faits, les faciès attestent d'une rupture mixte. Les deux faciès présentent, sur au moins leurs deux tiers, un mode de rupture intergranulaire en lien avec la faible déformation à rupture. Des traces évidentes d'alignements de dendrites sont visibles, surtout sur l'éprouvette H (Figure V.26(e)). La présence de cupules atteste d'une déformation plastique malgré la faible ductilité (Figure V.26(c et f)). Les surfaces de rupture après essai de fluage sont assez différentes de celles obtenues en traction à 700 °C (voir Annexe 9), qui présentaient beaucoup plus de signes de ductilité.

Avec la faible vitesse de déformation en fluage, une plus grande part de rupture intergranulaire se manifeste, suggérant une forme de fragilité aux joints de grains. Cela était cependant déjà le cas à l'état post-fabrication (voir Annexe 4). L'environnement, notamment l'oxydation des joints de grains, a probablement un effet non négligeable, même à 700 °C.

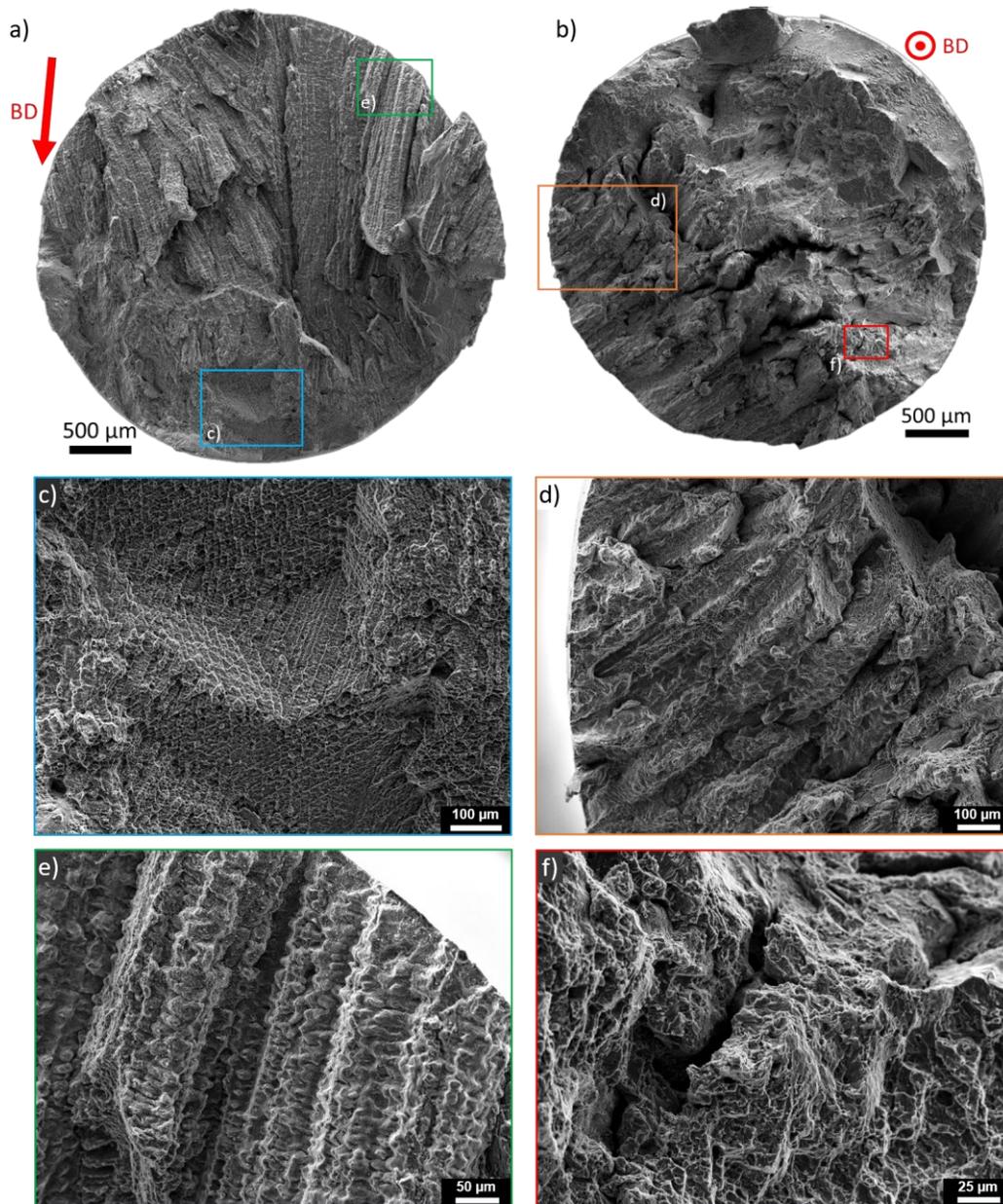


Figure V.26. Faciès de fluage du Waspaloy CMT R1+R2 après essai à 700 °C et 500 MPa (condition basse température - haute contrainte) : (a,c,e) éprouvette horizontale et (b,d,f) éprouvette verticale.

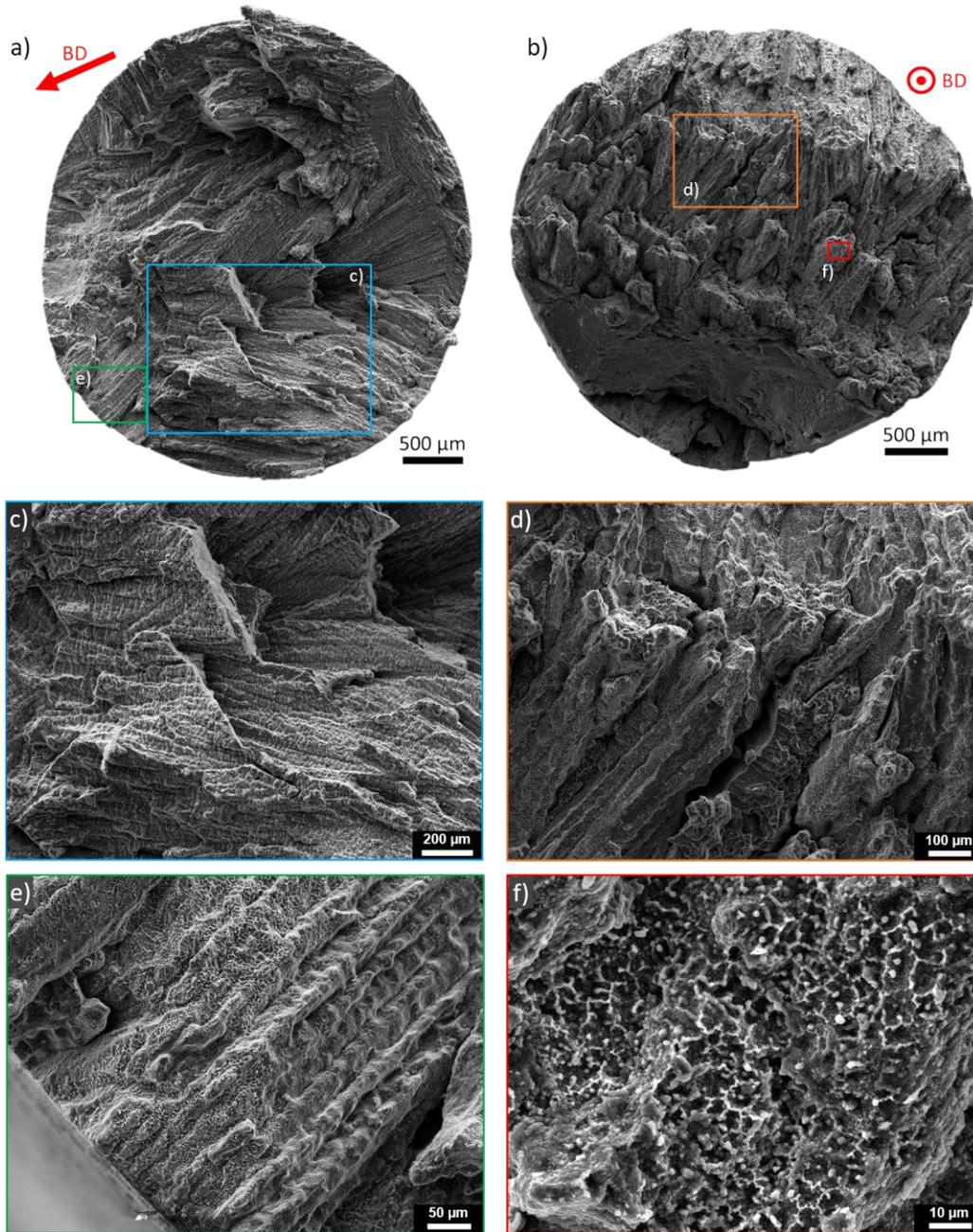


Figure V.27. Faciès de fluage du Waspaloy CMT R1+R2 après essai à 850 °C et 210 MPa (condition haute température - basse contrainte) : (a,c,e) éprouvette horizontale et (b,d,f) éprouvette verticale.

La Figure V.27 montre les faciès de rupture des éprouvettes testées en condition haute température – basse contrainte (850 °C / 210 MPa). Ces derniers sont typiques de ceux observés à 800 et 850 °C. Au regard des courbes obtenues (partie V.2.a.ii), il a été supposé que le mécanisme de fluage diffusion se manifestait fortement dans le cas des éprouvettes H en raison de la plus petite taille de grains apparente. Toutefois, comme précédemment, la rupture apparaît essentiellement intergranulaire, avec les grains colonnaires à joints ondulés bien visibles dans les deux directions. Cela suggère une décohésion aux joints de grains, en lien avec la faible ductilité (< 3 %) en fluage à ces températures. La présence de

cupules n'est cependant plus observée. Sur les 8 faciès de rupture analysés, correspondants à ces conditions, se trouvent de nombreuses particules claires et organisées en réseau. La Figure V.27(f) en présente un exemple. Elles recouvrent la quasi totalité de la surface de rupture, préférentiellement dans les ID, et n'étaient pas observables sur les faciès précédents à 700-750 °C. Cela laisse penser qu'il ne s'agit pas juste des carbures primaires et secondaires. Elles pourraient, sans certitude, être des oxydes formés lors de l'ouverture de la fissure primaire à haute température, et favoriser la fissuration intergranulaire. Une analyse EDS permettrait leur identification. Cela serait toutefois cohérent avec la grande sensibilité du Waspaloy à l'oxydation aux joints de grains, et notamment au niveau des carbures secondaires $M_{23}C_6$ [378].

Toutes les micrographies de faciès des éprouvettes cylindriques de Waspaloy CMT R1+R2 testées en fluage sont disponibles en Annexe 10. Leur observation a révélé une rupture intergranulaire, par décohésion des joints de grains, peu importe les conditions de température et chargement. Des cupules, signes de ductilité face à la déformation plastique, sont présentes à 700-750 °C. A 800-850°C, elles sont remplacées par ce qui semble être des oxydes, suggérant une rupture facilitée par l'endommagement environnemental. Les modes de fluage dislocations ou diffusion supposés à la vue des courbes restent donc non corroborés. La réalisation de coupes longitudinales, comme celles présentées à l'état post-fabrication en partie III.3.d, aurait été utile pour confirmer les mécanismes de déformation et d'endommagement proposés, notamment le phénomène de cavitation autour des carbures secondaires $M_{23}C_6$ aux joints de grains des éprouvettes H. Le manque de temps n'a cependant pas permis cette étude complémentaire.

V.2.d. Synthèse sur les propriétés en fluage après revenu

L'effet du double revenu R1+R2 sur la tenue en fluage du Waspaloy CMT a été étudié, et mis au regard des résultats obtenus avant traitement thermique. Dans un premier temps, les courbes déformation-temps ont été comparées. Si à l'état post-fabrication seul un stade tertiaire de fluage était observé, les courbes obtenues après R1+R2 présentent distinctement les trois stades classiques (primaire, secondaire et tertiaire). Cela est attribué au vieillissement in-situ vécu par les éprouvettes avant traitement thermique. Les revenus R1+R2 permettent, en amont, la nucléation et le grossissement des précipités γ' , de même que les transformations de phase comme la formation de carbures secondaires $M_{23}C_6$. La phase de « fluage négatif » disparaît alors, appuyant l'hypothèse d'une existence de ce phénomène liée à des changements microstructuraux dans le Waspaloy CMT brut de fabrication. Il est important de rappeler qu'avant fluage, une stabilisation de 3 h à la température d'essai est appliquée (voir partie II.3.c). Alors, lors des essais à 850 °C, cette étape consiste presque déjà en la première partie de la séquence de

traitement thermique R1+R2, où le R1 est un revenu de 4 h à 850 °C. Or, cela a été montré bénéfique sur les propriétés en traction dans la partie V.1.a.iii. En fluage, les deux revenus successifs permettent l'amélioration de la durée de vie et la ductilité à basse température (700-750 °C) et haute contrainte (400-650 MPa). A plus haute température (800-850 °C) et basse contrainte (210-300 MPa), les propriétés sont abaissées et ce de manière plus importante sur les éprouvettes horizontales. Dans ces conditions, la microstructure ne fait que se dégrader pendant la stabilisation thermique préalable à l'essai, et pendant l'essai en lui-même. L'analyse fractographique indique que la rupture est majoritairement intergranulaire à chaque fois, liée à la décohésion aux joints de grains assistée par oxydation. La réalisation de coupes longitudinales et l'observation des fissures secondaires permettrait de confirmer cela.

L'anisotropie, peu prononcée en traction, est nettement plus marquée en fluage. Cela s'explique par un impact au premier ordre de la précipitation γ' dans le premier cas, et un rôle majeur de la taille de grains et de la texture cristallographique dans le second. Les éprouvettes verticales présentent une meilleure tenue en fluage : ductilité accrue, durée de vie supérieure et vitesse de déformation considérablement inférieure à celle des éprouvettes horizontales. Leurs grands grains colonnaires, avec les joints ondulés et orientés parallèlement à la direction de sollicitation sont très favorables à la tenue en fluage. La densité de joints de grains est somme toute inférieure, réduisant le risque de fluage diffusion et d'oxydation.

Enfin, le Waspaloy CMT R1+R2 a un comportement en fluage équivalent, voire meilleur, que le forgé sub-solvus qui représente le substrat de la pièce à réparer. Il fait toutefois preuve d'une faible ductilité en comparaison, avec un maximum de 2,4 à 4 % atteint en moyenne en fonction des conditions. Remarquablement, le Waspaloy CMT post-fabrication s'avère plus performant à haute température et basse contrainte (≤ 275 MPa) que le forgé sub-solvus et le CMT R1+R2. Le vieillissement métallurgique in-situ semble donc favorable dans ces conditions. De plus, le phénomène d'ancrage dans les régions interdendritiques des dislocations issues de la solidification et du cyclage thermique permettrait un durcissement supplémentaire, qui disparaît après revenu avec la relaxation des contraintes résiduelles.

Conclusion du chapitre V

Les propriétés mécaniques en traction et en fluage, qui découlent des changements microstructuraux décrits précédemment, ont été évaluées dans ce chapitre. Les points clés à retenir sont les suivants :

- En traction à température ambiante, une nette amélioration de la limite d'élasticité et de la résistance maximale est obtenue après les revenus expérimentaux (700-845 °C, 4-96 h), en contrepartie d'une légère baisse de ductilité. Dès 4 h seulement, $R_{p0,2}$ et R_m gagnent 200 MPa et 250 MPa en moyenne respectivement, peu importe la température de revenu. Un diamètre optimal des précipités γ' pour maximiser la $R_{p0,2}$ est estimé à 20 nm. Le double revenu « classique » R1+R2 (850 °C/4 h/AQ + 760 °C/16 h/AQ) permet une nette amélioration des propriétés par rapport à l'état brut de fabrication. Ses avantages se révèlent davantage à haute température qu'à l'ambiante : + 198 MPa sur $R_{p0,2}$, + 235 MPa sur R_m et autant de ductilité que le CMT post-fabrication à 700 °C. L'analyse fractographique montre une rupture mixte, avec une prédominance intergranulaire jusqu'à 700-750 °C et un changement vers le mode transgranulaire ensuite. La tenue de l'interface a été examinée. La rupture a toujours lieu hors de la ZAT et de l'interface : elle se situe entre les cordons CMT n°2 et n°3 à l'ambiante, et dans le substrat à 750 °C.

- Les propriétés en fluage après revenus ont été étudiées. Le « fluage négatif » présent à l'état post-fabrication disparaît pour laisser place à des courbes classiques avec trois stades (primaire, secondaire et tertiaire). A 700-750 °C, la durée de vie et la déformation à rupture sont grandement améliorées par rapport à l'état post-fabrication. A 800-850 °C, les propriétés se dégradent, et ce plus fortement sur les éprouvettes horizontales. Le Waspaloy CMT R1+R2 a un comportement supérieur ou égal au forgé subsolvus, représentatif du substrat de la pièce à réparer. La ductilité reste très limitée. Si l'anisotropie est faible en traction, elle est plus marquée en fluage, surtout à haute température. Dans ces conditions, la taille de grains joue un rôle prépondérant, au détriment d'une sollicitation selon le déplacement de la torche. La plus grande densité de grains mène à plus de joints « mal orientés » et potentiellement plus d'oxydation. La rupture a lieu par décohésion intergranulaire, d'après l'analyse fractographique.

Le chapitre VI, dernier de ce manuscrit, discute le transfert de tous les résultats expérimentaux traités en parties III à V vers la perspective de l'application industrielle. Il se veut comme une ouverture. Les caractérisations de murs fins et épais présentent en effet un aspect assez fondamental et quelque peu éloigné de la réparation attendue. Il est alors important de s'assurer que les conclusions tirées s'avèrent valables aussi pour une pièce industrielle réparée.

Chapitre VI :

Vers l'application industrielle

Table des matières du chapitre VI : Vers l'application industrielle

VI.1.	Considérations industrielles	282
VI.1.a.	Pièces concernées et choix du procédé.....	282
VI.1.b.	Optimisation des paramètres du procédé.....	283
VI.1.c.	Garantie de la santé matière par le contrôle non destructif	285
VI.2.	Essai sur pièce réelle	286
VI.2.a.	Etat métallurgique de l'échantillon et aspect général	286
VI.2.b.	Structure granulaire et orientation cristallographique.....	287
VI.2.b.i.	De l'ensemble	287
VI.2.b.ii.	De la ZAT.....	288
VI.2.c.	Microstructure étudiée au MEB	289
VI.2.c.i.	Dans le rechargement	289
VI.2.c.ii.	Dans le substrat.....	291
VI.2.c.iii.	Dans la ZAT	292
VI.2.d.	Estimation de l'étendue de la ZAT	293
VI.2.d.i.	Par EBSD	293
VI.2.d.ii.	Par microdureté	294
VI.3.	Parachèvement et traitement thermique	295
VI.3.a.	Stratégie actuelle	295
VI.3.b.	Possibles alternatives de traitement thermique	295
	Conclusion du chapitre VI	297

VI. Vers l'application industrielle

Le Waspaloy CMT a été caractérisé jusqu'à lors (dans les chapitres de résultats III à 0) essentiellement à partir de murs. Ces derniers, même fins, restent relativement différents des structures qui seront effectivement réparées. Ils comptaient au minimum une dizaine de cordons superposés les uns sur les autres. Généralement, les zones réparées ne représentent pas plus de 3 à 5 couches de hauteur. Ce chapitre vise donc à vérifier que les résultats et conclusions associés aux murs étudiés précédemment sont transférables vers une vraie pièce réparée, de plus petite dimension et avec une paramétrie légèrement différente. Observe-t-on la même structure granulaire et la même microstructure ? Comment est la ZAT et quelle est sa profondeur ?

Dans un premier temps, les considérations industrielles sont discutées à travers le type de pièces concernées par un possible rechargement en CMT, l'optimisation des paramètres du procédé, ou encore les moyens de garantir une bonne santé matière par le contrôle non destructif. Dans un second temps, un morceau de pièce rechargée est présenté et son état métallurgique décrit. Sa structure granulaire, texture cristallographique et microstructure (distinguant substrat, ZAT et rechargement CMT) sont analysés ensuite, avant d'estimer l'épaisseur de la ZAT par divers moyens. Enfin, la question du traitement thermique est abordée. La stratégie actuelle est introduite et de possibles alternatives sont proposées à partir des résultats expérimentaux de ces travaux de thèse.

VI.1. Considérations industrielles

VI.1.a. Pièces concernées et choix du procédé

Les procédés base laser comme le LMD-poudre sont adaptés pour les composants fins (anneau d'étanchéité labyrinthe [461], aubes de compresseur [462] ou encore aubes de turbine [463]) en raison de la précision du dépôt (épaisseur de cordon $\approx 150\text{-}500\ \mu\text{m}$) et d'une ZAT très mince ($\approx 100\text{-}300\ \mu\text{m}$ [347], [348]). L'état de surface est relativement bon, avec peu de rugosité et d'ondulations entre les cordons, allégeant les opérations d'usinage et de parachèvement ultérieures. A l'inverse, le dépôt par CMT induit plus de rugosité et un fini en surface moins bon. Les cordons étant plus hauts (2,5 à 5 mm), il y a davantage d'ondulations (voir Figure III.12). Le gros avantage du procédé CMT est qu'il permet de déposer beaucoup de matière rapidement ($2\ \text{à}\ 4\ \text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$), et donc de gagner un temps considérable en réduisant les temps d'opération, que ce soit en utilisation du portique de soudage ou en main d'œuvre. Cela a été vérifié en pratique à SAE Châtelleraut, qui étudie les deux technologies en vue de réparations. Pour la construction de murs en Waspaloy, le procédé LMD-poudre requiert 6 h pour fabriquer une structure de $80\ \times\ 25\ \times\ 75\ \text{mm}^3$ tandis que le CMT met seulement 1 h pour déposer $100\ \times\ 25\ \times\ 75\ \text{mm}^3$ [323]. En considérant la densité

du Waspaloy égale à $8,19 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ [106], les taux de dépôt de chaque procédé peuvent être estimés à environ $1,5 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ pour le CMT contre $200 \text{ g}\cdot\text{h}^{-1}$ pour le LMD-poudre. Le CMT dépose donc 7,5 fois plus de matière pour un temps donné. Chaque procédé est alors destiné à des applications de rechargement différentes.

Par cette possibilité de fondre et déposer beaucoup de métal rapidement, la réparation avec ce procédé concerne plutôt les pièces à gros volume. Un bon exemple est présenté dans la thèse de *Benoit*, qui en 2012 a étudié la réparation par CMT de grands composants en alliages d'aluminium en partenariat avec SAE (anciennement Snecma) Châtelleraut [464]. La pièce type à recharger était alors un carter de rétention des aubes de la soufflante en amont de la partie froide d'un turboréacteur. Dans le cas des travaux présentés ici, il s'agit de pièces en superalliage base Ni donc essentiellement localisées dans les parties chaudes du moteur (voir Figure I.1), en aval de la chambre de combustion. Les composants visés sont donc surtout au niveau des turbines.

L'utilisation du CMT est aujourd'hui envisagée comme alternative à l'actuel soudage TIG. Reconnu pour sa production de cordons et soudures de bonne qualité, ce procédé est employé dans l'industrie aéronautique depuis des décennies déjà [6], [7], [8]. Toutefois, les réparations en TIG s'avèrent être particulièrement chronophages à cause de la faible productivité et énergivores. *Benoit* a cherché dans sa thèse à comparer le CMT et le TIG dans le cas d'un dépôt en alliage d'aluminium 5356. En raison des vitesses plus faibles du TIG ($WFS = 2,5 \text{ m}\cdot\text{min}^{-1}$ et $TS = 0,16 \text{ m}\cdot\text{min}^{-1}$), l'énergie linéaire du rechargement est plus de 3 fois supérieure à celle du CMT [464]. Ce dernier propose donc une alternative bien plus productive et induisant un plus faible apport de chaleur, donc une ZAT moins épaisse.

VI.1.b. Optimisation des paramètres du procédé

Dans ces travaux de thèse, lors de la fabrication des murs, la paramétrie a été assez peu changée (voir Tableau II.2). Les paramètres principaux du procédé CMT ont été présentés en chapitre I, partie I.2.b.iii. Comme évoqué précédemment, les variables sur lesquelles jouer sont limitées car le système de soudage est conçu pour fonctionner à partir de synergies prédéfinies. Ces synergies sont des programmations électriques du poste permettant un réglage adaptatif du courant et la tension en fonction de valeurs d'entrée comme la vitesse de dévidage du fil (*Wire Feed Speed, WFS*) et la vitesse d'avance de la torche (*Travel Speed, TS*). Elles peuvent être vues comme des abaques de fonctionnement.

Les paramètres à étudier dans le but d'une potentielle optimisation de la paramétrie sont donc essentiellement WFS et TS. En termes de procédure, il serait intéressant d'établir un plan d'essais où WFS varie (entre $4,5$ et $8 \text{ m}\cdot\text{min}^{-1}$) et TS aussi ($0,25$ à $1,0 \text{ m}\cdot\text{min}^{-1}$), et associer à cette matrice les caractéristiques

géométriques des cordons correspondants (largeur, hauteur, angle de mouillage). La mesure de la taille de ZAT serait également une bonne variable à collecter, et à éventuellement lier avec des valeurs d'apport de chaleur (HI calculé avec l'Équation 8 ou l'Équation 9 par exemple). L'aspect à optimiser peut être varié. Entre autres, on peut vouloir :

- Augmenter la productivité à travers le taux de dépôt, en augmentant la quantité de fil qui sort par unité de temps (WFS) ;
- Limiter l'épaisseur de la ZAT afin de ne pas affecter trop fortement et une trop grande zone du corps de la pièce à recharger. L'idée générale est d'abaisser l'énergie linéaire (ou apport de chaleur). La première possibilité est d'augmenter TS, car en déplaçant la torche plus vite la chaleur s'accumule moins. Il faut veiller, toutefois, à garder une bonne liaison avec le substrat et les cordons inférieurs ; un déplacement trop rapide de la torche est connu pour entraîner des défauts de collage. Une seconde option est l'emploi du mode « *cycle step* » (voir partie I.2.b.ii) ; le dépôt discontinu inclut des pauses (par exemple 20 à 30 cycles CMT puis 0,17 à 0,2 s de temporisation et ainsi de suite). Cela entraîne un plus faible apport de chaleur mais une moins bonne productivité en contrepartie (jusqu'à deux fois plus lent). Enfin, il est envisageable de faire évoluer la paramétrie en fonction du cordon. Le premier cordon peut être déposé différemment, de façon moins énergétique de sorte à limiter la ZAT, puis les suivants plus énergétiquement pour bien assurer le mouillage et la liaison ;
- Limiter la rugosité en surface pour faciliter l'étape d'usinage consécutive. Pour cela, il est envisageable de raccourcir la distance entre la pointe de l'électrode et le substrat (*CTWD*).

Globalement, le choix de la paramétrie sera une question de compromis, car accentuer un attribut entraînera souvent la dégradation d'un autre aspect. Par exemple, choisir un fil de diamètre supérieur pour augmenter le taux de dépôt risque de mener à des cordons plus hauts et ainsi à une rugosité en surface plus importante. Enfin, s'il était possible de discuter la stratégie de dépôt des cordons pour les murs (aller-aller ou aller-retour), cela n'est pas vraiment nécessaire dans le cas de pièces cylindriques de grande taille. Le dépôt se fera dans une unique direction, en mode aller-aller. La difficulté principale est la montée de la torche sur le cordon qui vient d'être fini pour entamer le dépôt du suivant.

VI.1.c. Garantie de la santé matière par le contrôle non destructif

De par les micro-défauts observés dans le Waspaloy CMT (essentiellement de la fissuration par solidification et de la porosité de petite taille dans une moindre mesure), quels moyens de contrôle non destructif sont adaptés pour vérifier la conformité des pièces réparées avec ce procédé ?

La première étape peut être le ressuage. Cette technique consiste à enduire la surface de la pièce avec une substance fluorescente, permettant ainsi de détecter les discontinuités et fissures débouchantes. La thermographie infrarouge peut également être mise en œuvre pour détecter les défauts surfaciques ou sub-surfaciques. Dans un second temps, l'analyse des défauts interne demeure importante et peut se faire par plusieurs moyens en fonction des dimensions du composant à inspecter :

- La radiographie et la tomographie à rayons X permettent une observation interne de la pièce mais sont coûteuses et chronophages. De plus, la résolution dépend fortement des épaisseurs des zones inspectées. En cas de composant trop épais, la résolution risque d'être trop faible pour révéler correctement les discontinuités, notamment en raison du caractère absorbant du nickel vis-à-vis des rayons X ;
- L'imagerie par ondes ultrasonores, que ce soit par immersion ou avec une sonde directement sur la pièce (si l'état de surface le permet), offre une analyse plus rapide et plus profonde de la matière. Pour des composants d'épaisseur supérieure à 25 mm, il a été déterminé que la précision des ultrasons est meilleure [465] que celle des méthodes tomodynamométriques, qui est de l'ordre de 1 % de l'épaisseur.

Enfin, en complément, le mieux reste à intégrer un système de contrôle ou surveillance in-situ du procédé. Cela peut prendre plusieurs aspects, comme le suivi des signaux thermiques (température du bain de fusion mesurée par un pyromètre ou une caméra infrarouge), visuels (dimensions et géométries du bain de fusion analysées avec des capteurs CCD ou CMOS, par exemple), ou encore spectraux (repérage des défauts et éclaboussures avec un spectromètre optique) [466], [467]. En somme, les moyens de contrôle non destructif représentent un gros enjeu avec l'émergence de pièces produites ou réparées par FA. De plus, pour la réparation, il est nécessaire de garder en tête que tous les ateliers de MRO ne sont pas équipés de la même façon et avec des équipements capables d'analyses fines. De même, la géométrie des pièces peut s'avérer très limitante.

VI.2. Essai sur pièce réelle

Dans cette seconde partie, un morceau de rechargement sur pièce réelle est caractérisé, et comparé au regard des résultats obtenus précédemment sur les murs. L'aspect général et l'état métallurgique de l'échantillon sont d'abord décrits, avant d'étudier la structure granulaire et la texture cristallographique. La microstructure du rechargement est analysée au MEB, de même que celle du substrat et de la ZAT. Plusieurs approches à l'estimation de la profondeur de la ZAT sont enfin proposées.

VI.2.a. Etat métallurgique de l'échantillon et aspect général

Le substrat de cet échantillon est une pièce ayant volé. Pour tenter de réinitialiser sa microstructure, une mise en solution sub-solvus est appliquée avant le rechargement. Le dépôt de matière par CMT a été réalisé avec une paramétrie légèrement différente, non détaillée ici. Enfin, le double revenu R1+R2 a été mis en œuvre sur l'ensemble. La Figure VI.1 résume l'état métallurgique de l'échantillon. La distinction du rechargement, de la ZAT et du substrat au MO est présentée en Figure VI.2.

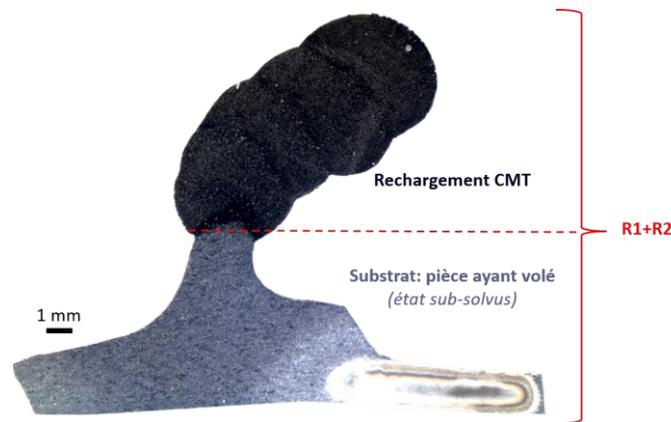


Figure VI.1. Schématisation de l'état métallurgique de l'échantillon.

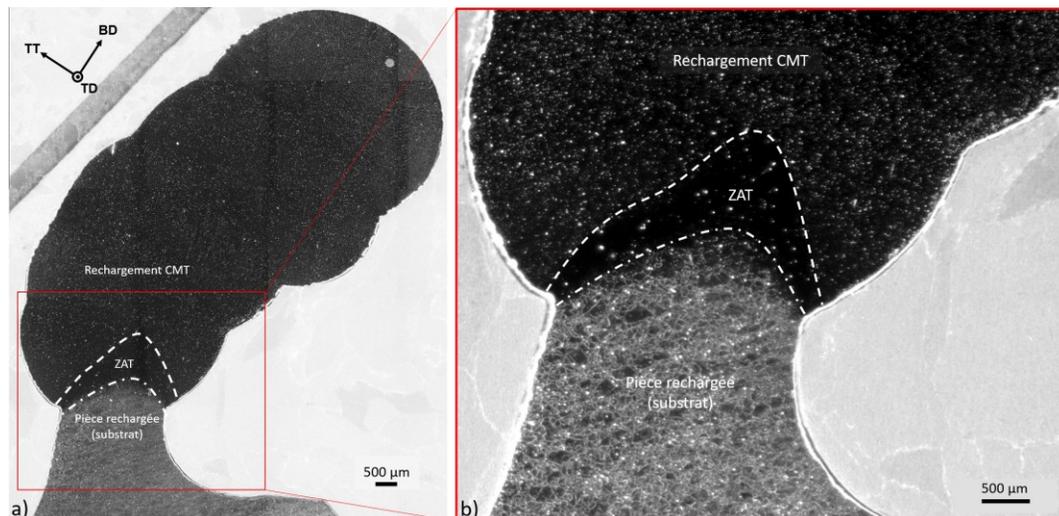


Figure VI.2. Observations de la pièce rechargée au MO : (a) distinction des diverses régions d'intérêt et (b) zoom sur l'interface.

Avec l'électropolissage, en vue d'analyses EBSD, la ZAT semble bien se distinguer du substrat. Par l'effet d'attaque différent entre les deux, une profondeur de ZAT entre 0,25 et 1 mm peut être mesurée. Dans le rechargement, pleins de petites particules ressortent, probablement des carbures alignés dans les ID. La partie suivante est dédiée à l'étude de la structure granulaire et de l'orientation cristallographique de l'échantillon.

VI.2.b. Structure granulaire et orientation cristallographique

VI.2.b.i. De l'ensemble

Afin de vérifier que les murs étudiés précédemment (voir partie III.1.a) présentent bien une structure granulaire semblable à celle de ce morceau de pièce rechargée, deux cartographies EBSD ont été acquises. La première, de grandes dimensions (4 x 7,3 mm²), a été réalisée sur la majeure partie de l'échantillon pour en observer la structure générale (Figure VI.3). Un pas d'acquisition de 0,6 µm a été employé de sorte à convenir à la fois aux petits grains du substrat (et de la ZAT), et aux grands grains supposés du rechargement CMT.

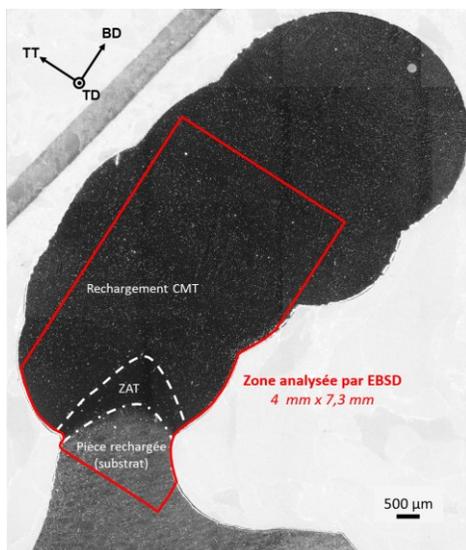


Figure VI.3. Définition de la zone analysée par EBSD sur la pièce rechargée.

Le résultat est présenté en Figure VI.4 sous la forme IQ+IPF, avec l'IPF codée selon la direction de construction BD, estimée ici parallèle à l'horizontale. Le rechargement affiche une structure granulaire colonnaire, très semblable à celle des murs. Le premier cordon apparaît assez bleuté en raison de comment BD a été codée. Si l'on modifie pour que BD soit considérée perpendiculaire à l'interface avec le cordon, les grains colonnaires ressortiraient nettement plus rouges. Par épitaxie, les grains du cordon au-dessus s'affichent également plutôt bleus. Globalement, les cordons suivants montrent une forte texture <001>. Tout comme dans les murs (Figure III.1(b)), quelques petits grains orientés aléatoirement sont visibles dans

les régions entre deux cordons successifs. De même, il est possible de noter un gradient de taille de grains et de rapport de forme dans le Waspaloy CMT ; la structure granulaire est relativement fine proche de l'interface (épaisseur 20 à 70 μm) et de plus en plus grossière en s'en éloignant (jusqu'à 280-350 μm). Les lignes courbes sur le haut de l'image, et les ridules circulaires sur la droite sont des artéfacts liés à la procédure d'électropolissage.

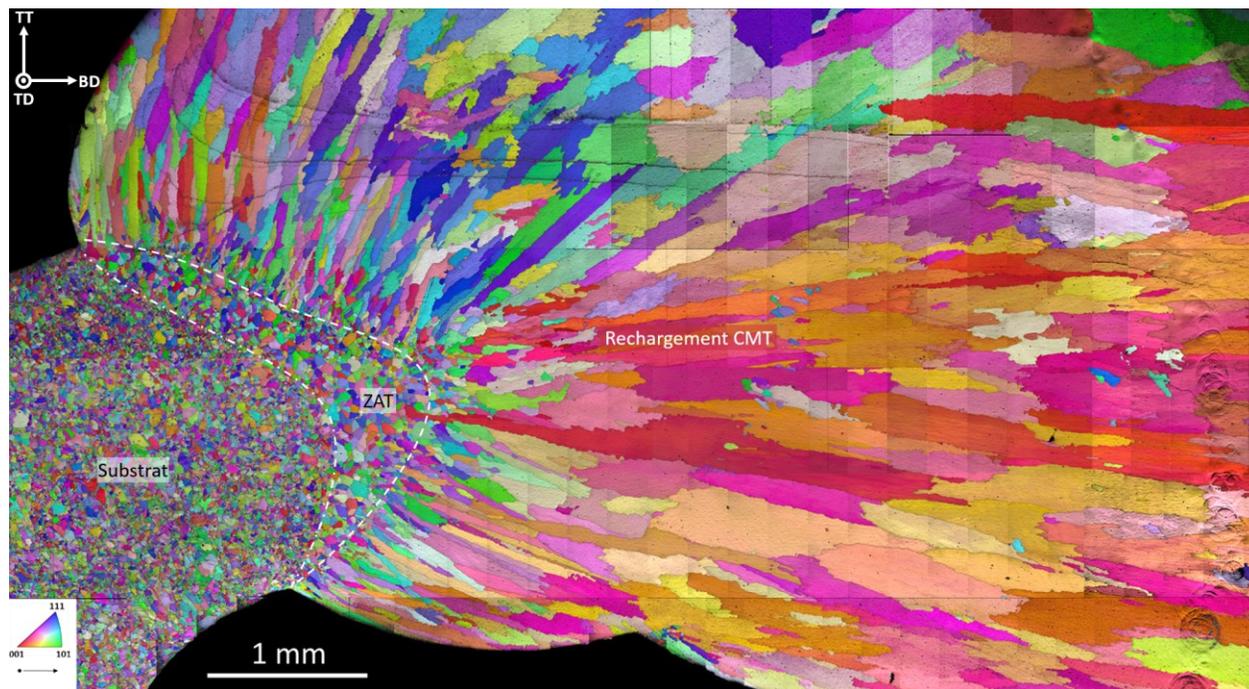


Figure VI.4. Cartographie EBSD de la pièce rechargée, en IPF+IQ codé selon BD.

VI.2.b.ii. De la ZAT

Cette section se concentre sur l'étude de la ZAT, à travers une seconde cartographie plus fine (pas d'acquisition 100 nm) et restreinte à la limite inférieure à savoir celle avec le substrat (Figure VI.5). Grâce aux petites dimensions de la cartographie ($460 \times 435 \mu\text{m}^2$), il est possible d'apprécier les plus gros grains de la ZAT et, semble-t-il une plus faible fraction de joints de macles. Sur la Figure VI.5(b), les petites particules aux anciens joints de grains (déjà observées en partie III.1.e) sont visibles dans le substrat et absentes dans la ZAT. La question de la profondeur de la ZAT est abordée plus loin, en partie VI.2.d.

Ainsi la ZAT de la pièce rechargée semble marquée par les mêmes marqueurs microstructuraux que les murs : les grains équiaxes orientés aléatoirement du substrat ayant grossi, et l'absence des particules fines aux anciens joints de grains (malgré le double revenu R1+R2). Une description plus détaillée de la microstructure du rechargement, du substrat et de la ZAT est proposée dans la partie suivante avec des observations au MEB.

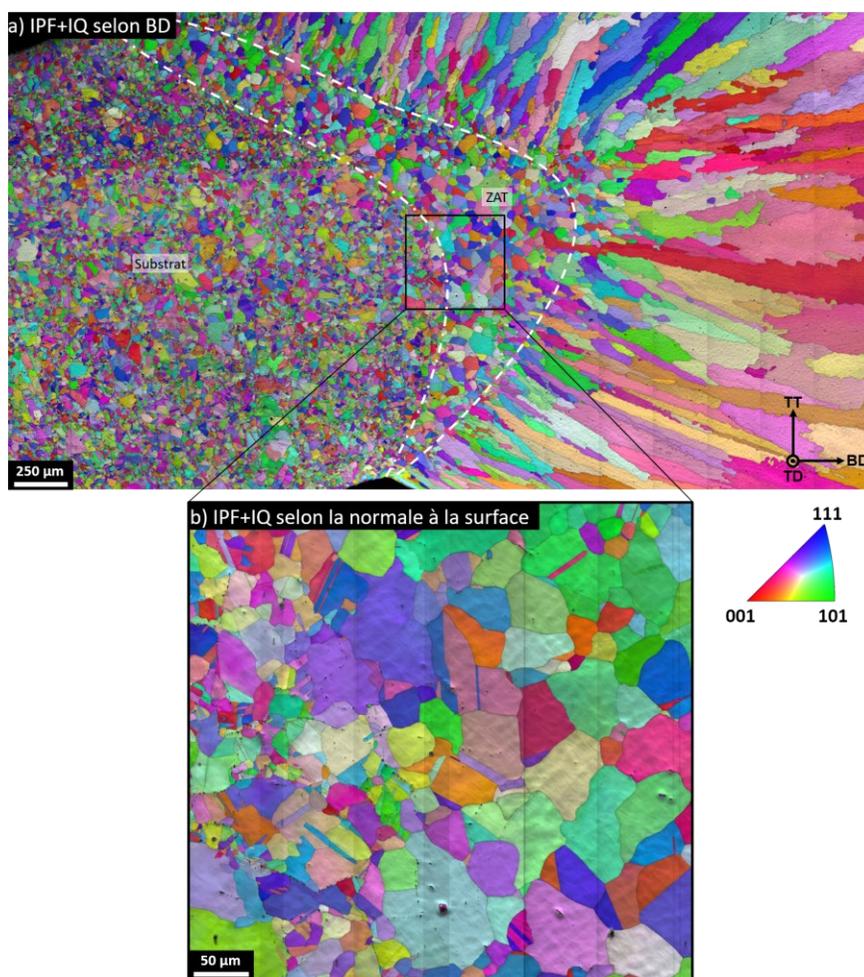


Figure VI.5. Analyse EBSD de l'interface de la pièce rechargée : (a) cartographie en IPF+IQ selon BD et (b) cartographie de la ZAT en IPF+IQ selon la normale à la surface.

VI.2.c. Microstructure étudiée au MEB

VI.2.c.i. Dans le rechargement

La microstructure du rechargement CMT de la pièce réparée, à l'état R1+R2, est étudiée au MEB. Une structure dendritique colonnaire est observée (Figure VI.6(a)), parallèle à BD. Dans les ID, des carbures primaires (Ti,Mo)C blocky et des carbures secondaires $M_{23}C_6$ en plaquettes sont présents (Figure VI.6(b)). Ces deux aspects sont conformes aux résultats obtenus sur les murs. Quant à la phase γ' , des précipités sphériques de diamètre $25,7 \pm 6,2$ nm dans les ID (Figure VI.6(c)) et $23,7 \pm 5,6$ nm dans les CD (Figure VI.6(d)) sont visibles. La distribution est tracée en Figure VI.7, avec le rappel de l'état post-fabrication. Le double revenu a permis de bien homogénéiser les tailles de précipités, comme montré en partie IV.1.a.ii, bien que ceux des ID restent très légèrement plus gros. La taille obtenue après R1+R2 dans cet échantillon est plus petite que les diamètres mesurés dans la coupe de mur fin précédemment ; cela peut s'expliquer par le faible nombre de cordons déposé et donc l'effet de revenu in-situ est largement atténué.

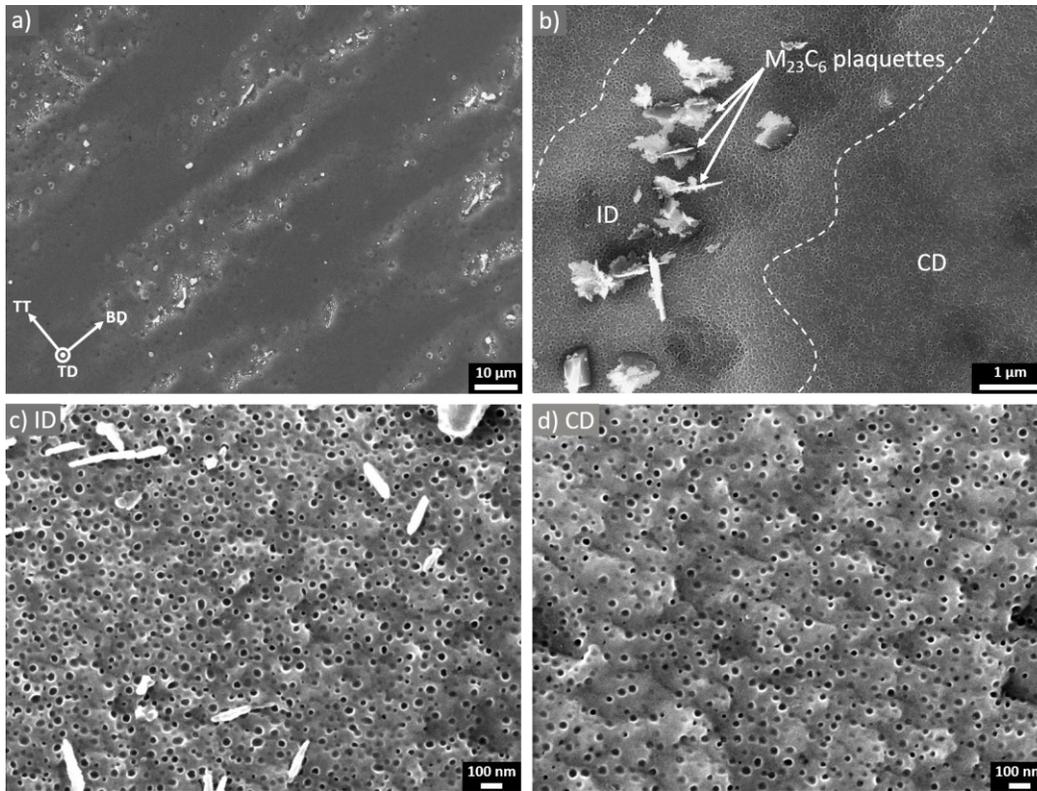


Figure VI.6. Partie CMT de la pièce rechargée : (a) microstructure générale, (b) $M_{23}C_6$ plaquettes et (c,d) précipitation γ' dans les ID et les CD respectivement.

La distribution obtenue ici est proche de celle résultant d'un revenu unique de 4 h à 845 °C (voir partie IV.1.a.i et Annexe 6). Ce diamètre est légèrement supérieur à l'optimal de 20 nm déterminé expérimentalement en partie V.1.a.v0.

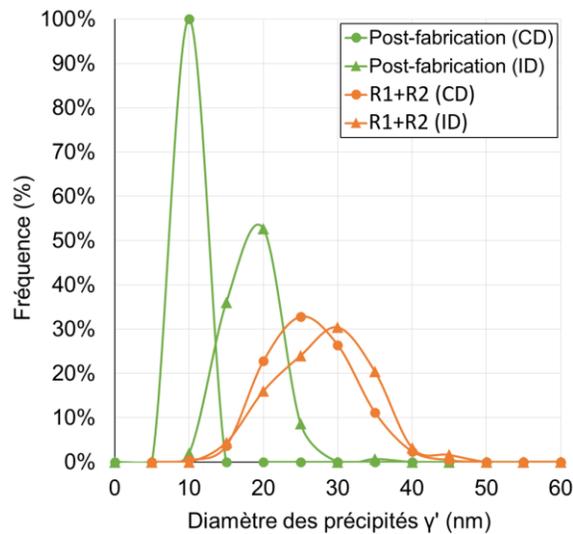


Figure VI.7. Distribution des diamètres des précipités γ' après R1+R2 dans les CD et les ID de la partie CMT de la pièce rechargée.

VI.2.c.ii. Dans le substrat

De la même façon, le substrat est observé au MEB. La zone analysée est choisie loin de l'interface afin d'éviter toute confusion avec la ZAT. Des petits grains ($\approx 25\text{-}35\ \mu\text{m}$) se mélangent à de bien plus gros grains ($\approx 55\text{-}85\ \mu\text{m}$), comme le montre la Figure VI.8(a). Les joints de grains sont décorés par ce qui semble être une alternance de carbures et de gros précipités γ' intergranulaires (Figure VI.8(b)). Au sein des grains, deux populations de précipités γ' se manifestent (Figure VI.8(c)) : des précipités secondaires de diamètre environ $350\text{-}700\ \text{nm}$ et des précipités tertiaires bien plus fins, de diamètre $35\ \text{à}\ 60\ \text{nm}$. Pour rappel, l'historique de l'échantillon est complexe, la pièce ayant volé. Un grand nombre de cycles à haute température (jusqu'à $750\ \text{°C}$ en service, en théorie) peut modifier fortement la microstructure, et la mise en solution sub-solvus ($1020\ \text{°C}$ pendant 2 h) ne permet pas de la réinitialiser parfaitement. Une certaine fraction de phase γ' persiste après cette mise en solution, et peut grossir beaucoup après les deux revenus ; c'est certainement le cas des gros précipités de $350\text{-}700\ \text{nm}$. Cela peut donc expliquer l'écart entre le substrat observé ici, et le Waspaloy forgé petits grains (PER3 sub-solvus) présenté en partie II.1.c.

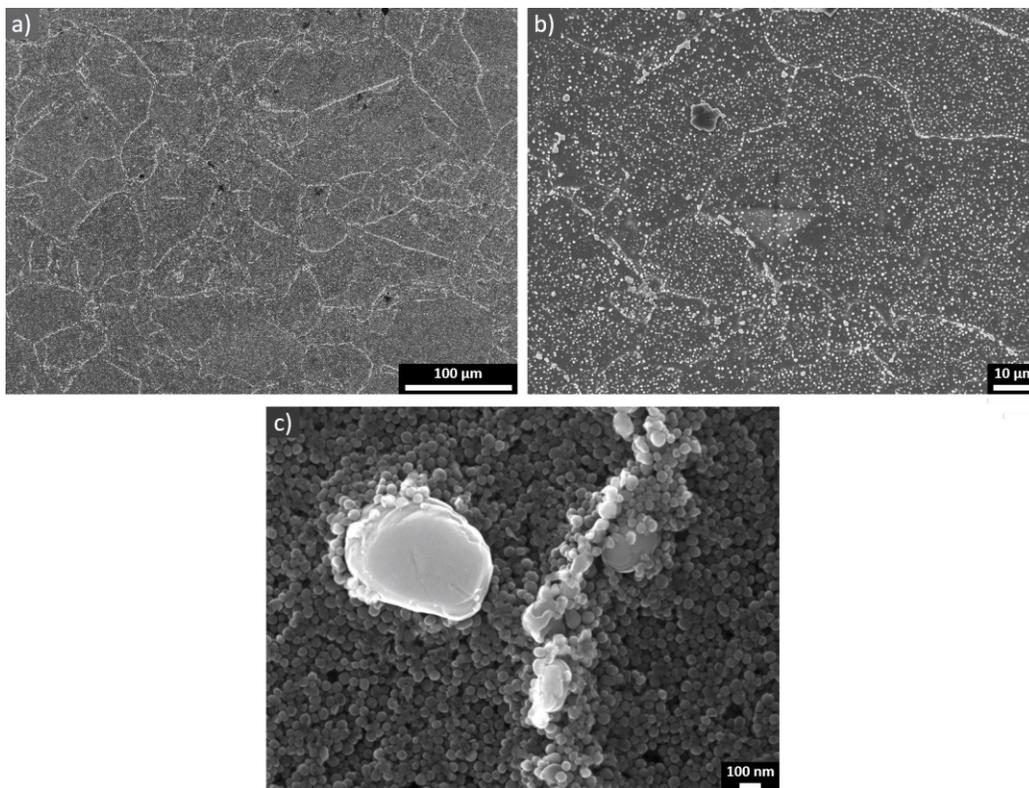


Figure VI.8. Substrat de la pièce rechargée : (a) structure granulaire, (b) microstructure générale et (c) précipitation γ' .

VI.2.c.iii. Dans la ZAT

Pour finir, la région directement adjacente à l'interface a été observée et considérée comme la ZAT. Dans les travaux précédents, la ZAT avait toujours été étudiée post-fabrication ; ici, le double revenu R1+R2 a été appliqué et la microstructure peut donc s'avérer différente. La structure granulaire est présentée en Figure VI.9(a). Comme abordé en partie III.1.e.i, les grains apparaissent significativement plus gros (35 à 60 μm) et moins anguleux. De plus, contrairement au substrat décrit précédemment, les gros précipités γ' intragranulaires sont absents (Figure VI.9(b)). A une échelle plus fine, en Figure VI.9(c), on s'aperçoit que les joints de grains sont composés de précipités γ' allongés (morphologie « fan » [468]). Cela laisse penser à un signe de migration des joints de grains, comme observé dans les thèses de *Burlot* [469] et *Seret* [470]. Le phénomène s'expliquerait par la reprécipitation discontinue à l'arrière du front de migration des précipités d'abord dissouts par l'avancée du front, avec les joints de grains qui bougent en « traînant » avec eux les éléments γ' - gènes (Al et Ti typiquement) [471], [472]. Ce mécanisme de précipitation se produit généralement lors de traitements thermiques auxquels sont associées croissance des grains et/ou recristallisation statique. Enfin la précipitation intragranulaire est fine ($\approx 35\text{-}60\text{ nm}$) et relativement uniforme. Le double revenu permet donc de refaire précipiter de la phase γ' dans la ZAT, après que cette dernière ait été dissoute avec l'apport de chaleur lors du dépôt des premiers cordons.

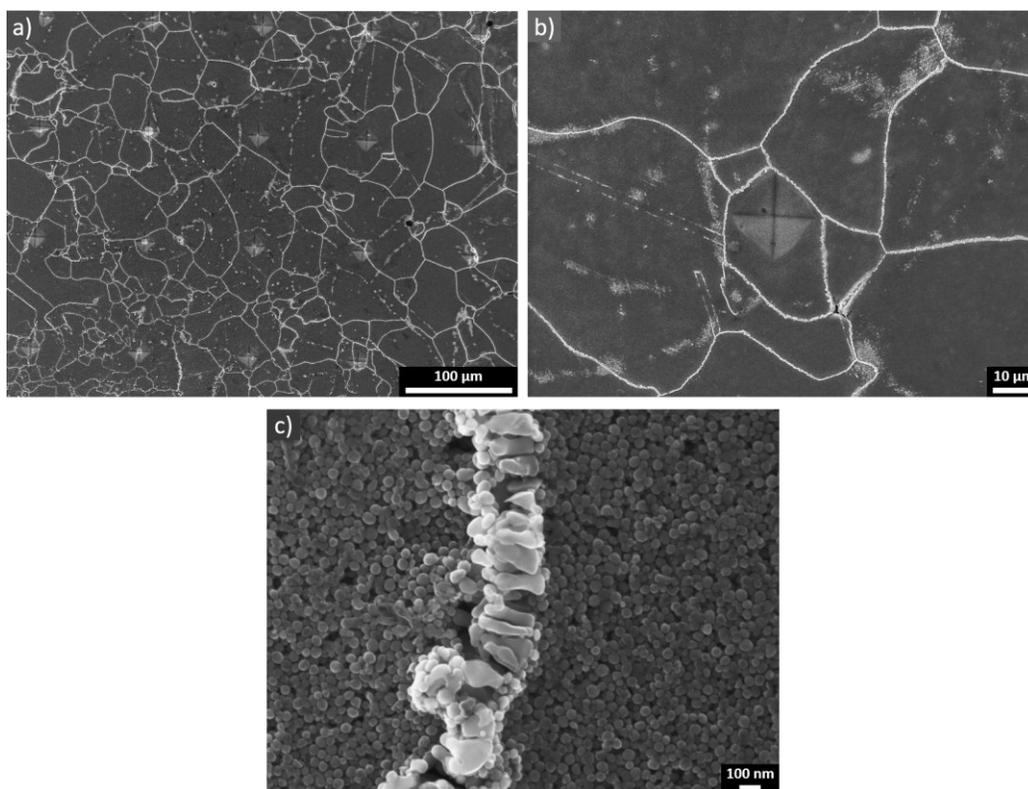


Figure VI.9. ZAT de la pièce rechargée : (a) structure granulaire, (b) microstructure générale et (c) précipitation γ' .

VI.2.d. Estimation de l'étendue de la ZAT

Comme cela a été introduit en partie III.1.e, l'interface et la ZAT en particulier sont d'un grand intérêt en réparation, contrairement à la FA classique. L'estimation de son étendue est fondamentale et représente un paramètre important pour le bureau d'études. De plus, connaître la ZAT peut permettre de prévoir le nombre de fois où le composant pourra être réparé. Si à chaque fois que la pièce est envoyée à l'atelier de MRO, il faut retirer les cordons usés et la ZAT en-dessous, alors cela limite fortement le nombre d'opérations de réparation futures. Cette section est dédiée à la détermination de la ZAT de la pièce rechargée, après R1+R2.

En Figure VI.2, au MO, elle apparaît atteindre 0,25 à 1 mm en fonction de la zone de mesure ; le maximum de 1 mm mesuré est pris entre les deux premiers cordons. L'analyse EBSD et la microdureté sont employées sur le même échantillon pour comparer.

VI.2.d.i. Par EBSD

La cartographie EBSD présentée en Figure VI.4 montre clairement que la ZAT a, en moyenne, une plus grande taille de grains. Avec la cartographie affinée (Figure VI.5(b)), avec ce critère, cela placerait la limite inférieure de la ZAT à la ligne blanche en Figure VI.10. Cela aboutit à une profondeur d'environ 670 μm . Si en revanche on considère plutôt la ZAT comme la zone dépourvue de « particules fines aux anciens joints de grains », alors son étendue apparente rétrécit de 70 à 120 μm . La limite inférieure tombe alors au niveau de la ligne noire en Figure VI.10, et mène à une estimation d'environ 550 μm .

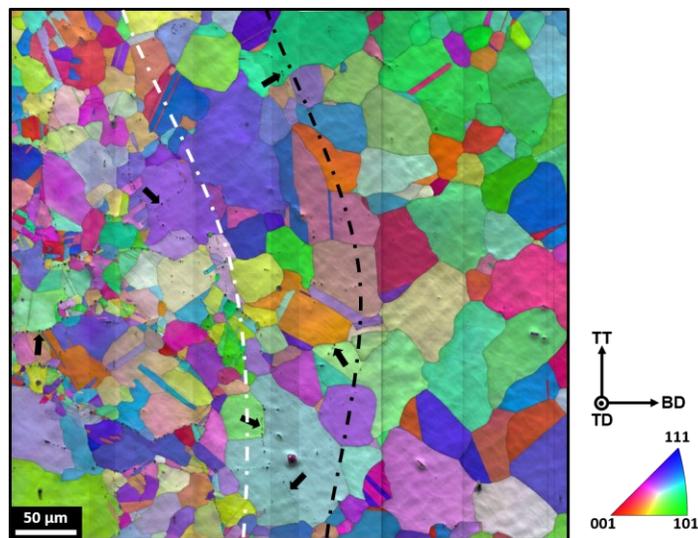


Figure VI.10. Distinction de la limite inférieure de la ZAT par EBSD, via la taille de grains (ligne blanche) et via la présence des particules aux joints de grains (ligne noire).

VI.2.d.ii. Par microdureté

La dernière approche à l'estimation de la ZAT de la pièce rechargée est la microdureté. En partie III.1.e.iii, des filiations linéaires en HV0,3 ont été réalisées à l'état post-fabrication et la méthode s'est avérée peu concluante. Ici, une grande matrice de 440 indentations en HV0,1 a été mise en œuvre, à cheval sur le rechargement CMT, la ZAT apparente et le substrat (Figure VI.11), avec un pas de 0,1 mm. Il est bon de rappeler que l'échantillon est à l'état R1+R2. Une étude préliminaire menée à Châtellerault a permis de d'établir que le substrat R1+R2 affiche une dureté moyenne d'environ 405 HV0,3. Les résultats de cette matrice sont présentés sous la forme d'une cartographie en Figure VI.12(a).

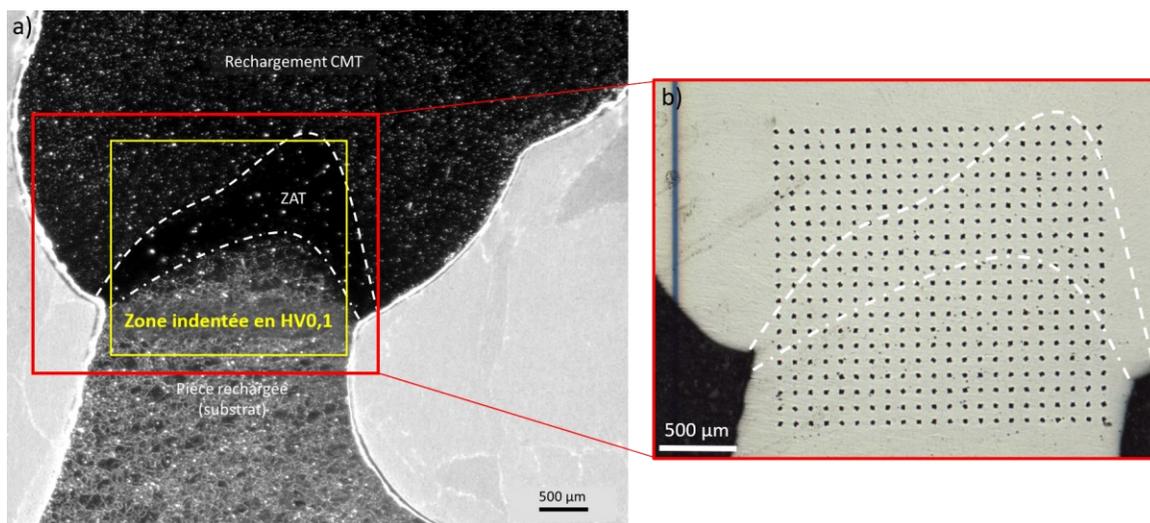


Figure VI.11. Définition de la zone étudiée par microdureté HV0,1 sur la pièce rechargée.

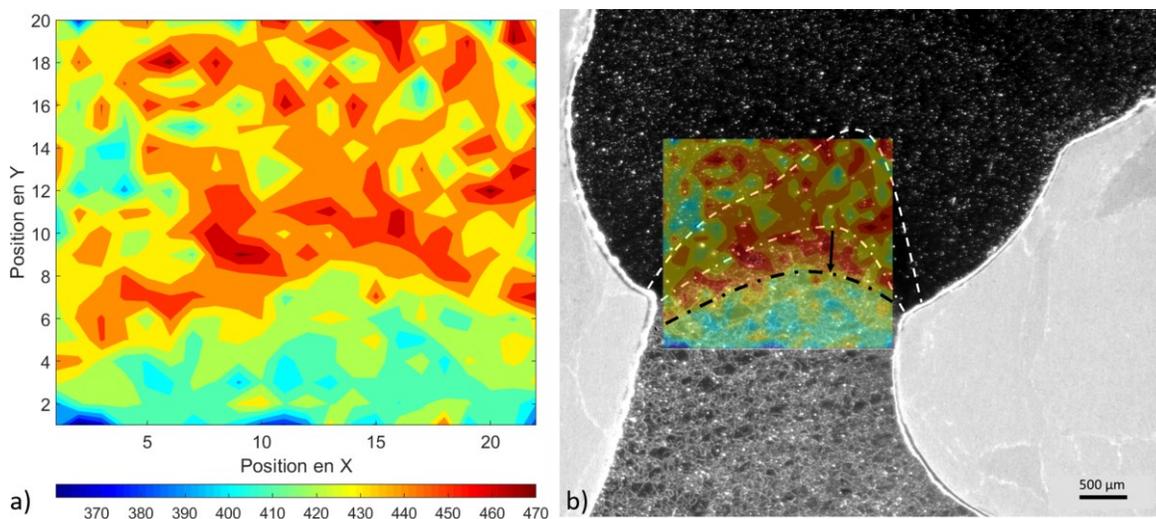


Figure VI.12. Résultats de microdureté avant lissage (données brutes) : (a) cartographie générée par Matlab et (b) superposition sur l'échantillon.

Les données brutes manifestent pas mal de bruit, avec notamment la présence de « points chauds » correspondant aux zones où les indentations rencontrent de gros carbures ou des joints de

grains. Le substrat apparaît comme la zone la moins dure, avec des valeurs entre 390 et 420 HV_{0,1}. La ZAT, malgré ses plus gros grains et plus petits précipités γ' , exprime les plus grandes valeurs de dureté. En superposant avec la macrographie de l'échantillon, on obtient la Figure VI.12(b). La forme générale de la limite inférieure ressort sur la cartographie mais plus basse. La ZAT, si on définit sa nouvelle limite inférieure comme étant la ligne noire (HV_{0,1} < 420), affiche alors une profondeur maximale de 1,5 mm. Cela est à peu près trois fois plus grand que sur les murs étudiés précédemment, en raison soit de la paramétrie employée (toutefois les méthodes visuelles au MO ou à l'EBSID ne l'attestent pas), soit car la microdureté permettrait de révéler des éléments supplémentaires, imperceptibles à l'optique et par EBSID.

VI.3. Parachèvement et traitement thermique

VI.3.a.Stratégie actuelle

Quand le composant qui a volé et qui nécessite d'être réparé arrive aux services de MRO, la première étape est le retrait de la région endommagée par usinage. Un traitement thermique de mise en solution sub-solvus est appliquée pour restaurer l'état métallurgique avant le rechargement. Les cordons CMT sont déposés successivement de sorte à rétablir les dimensions d'origine de la zone. Sur l'ensemble de la pièce rechargée, à savoir le substrat sub-solvus et les cordons CMT, le double revenu R1+R2 (850 °C / 4 h puis 760 °C / 16 h) est appliqué, comme préconisé pour les composants en Waspaloy par la spécification AMS 5706. Enfin, une dernière étape d'usinage est mise en œuvre pour restaurer les surfaces et structures fonctionnelles.

VI.3.b.Possibles alternatives de traitement thermique

La stratégie de traitement thermique actuelle est donc basée sur celle des composants forgés conventionnels. Il n'y pas encore de normes ou spécifications de traitements thermiques caractéristiques pour les pièces issues de FA. Il est alors possible de réfléchir à un revenu plus adapté à la partie CMT, comme parmi ceux étudiés dans ces travaux de thèse.

Il a été montré que même à basse température, 700 °C par exemple, la nucléation et le grossissement des précipités γ' permettait une nette amélioration des propriétés mécaniques. Or, un unique traitement thermique, plus court et à plus faible température que ceux appliqués actuellement seraient avantageux économiquement. En effet, il limiterait le temps d'occupation d'un four, réduirait la durée totale des opérations, et serait moins coûteux en électricité. Quelques revenus prometteurs ont été retenus à partir des résultats expérimentaux des chapitres III, IV et 0 :

- 48 h à 760 °C ou 16 h à 845 °C pour la taille de précipités γ' optimale (≈ 20 nm, partie V.1.a.v) déterminée expérimentalement de sorte à optimiser $R_{p0,2}$ à température ambiante. Ces températures restent élevées et les durées aussi ; cela est relativement proche de ce qui est déjà appliqué avec le R1+R2. Par le calcul théorique, le revenu de 16 h à 700 °C semblait donner un diamètre optimal de 11 nm ;

- 4 h à 845 °C, correspondant uniquement à la première étape du R1+R2 mais qui permettrait d'obtenir des distributions de précipités γ' semblables en considérablement moins de temps.

Pour ces revenus spécifiques au Waspaloy CMT, une application locale du revenu serait nécessaire afin de ne pas affecter le reste de la pièce. Cela peut s'imaginer par chauffage par induction, chauffage par résistance ou encore chauffage par lampe, comme suggéré dans le brevet n°US7896986B2 [473]. Cela risque cependant de générer quelques soucis de contraintes résiduelles locales. De plus, cette méthode suggère l'application d'un traitement thermique d'optimisation de la microstructure au substrat (à la pièce) avant le rechargement.

Enfin, il est envisageable de réaliser la mise en solution sub-solvus (et non super-solvus pour ne pas trop faire grossir les grains) sur l'ensemble de la pièce après rechargement, et non plus en amont. Cela permettrait de casser partiellement la structure dendritique dans la partie CMT et d'homogénéiser la microstructure. Le double revenu R1+R2 pourrait ensuite être appliqué au composant entier. Toutes ces alternatives sont à étudier en fonction des propriétés mécaniques nécessaires à la zone réparée, et attendues par le BE. Généralement, pour des applications de type étanchéité dont la principale usure vient de frottement et où le rôle principal est la rétention de composants critiques (aubes par exemple), les grains colonnaires à structure dendritique du rechargement et les propriétés mécaniques légèrement inférieures à celles du reste de la pièce peuvent finalement être tolérés.

Avec le plein essor de la FA, il semble souhaitable de sortir des « sentiers battus » et réfléchir hors du cadre habituel des matériaux forgés et de fonderie. Dernièrement, de nombreuses études dédiées à l'optimisation du traitement thermique pour les superalliages base Ni élaborés par FA sont parues [263], [316], [447], [474], [475], [476]. Ils permettent d'adapter la microstructure pour obtenir les propriétés mécaniques désirées en fonction de l'application visée. Les cinétiques de précipitation sont différentes des matériaux conventionnels en raison de la nature hors-équilibre des dépôts. La connaissance de diagrammes TTT comme ceux dressés expérimentalement en Figure IV.13 (précipités γ') et Figure IV.30 (carbures secondaires $M_{23}C_6$) permet de savoir à quoi s'attendre.

Conclusion du chapitre VI

Ce dernier chapitre a été voulu comme une ouverture, pour élargir les résultats plutôt fondamentaux de ces travaux de thèse au monde industriel. Les considérations comme le type de pièces concernées par la réparation par CMT, l'optimisation des paramètres du procédé ou encore les moyens de contrôle non destructif envisageables pour vérifier la conformité des pièces ont été abordées. Pour le moment, le traitement thermique appliqué est celui préconisé et optimisé pour le Waspaloy forgé (spécification AMS 5706). Cependant, en raison de la microstructure hors-équilibre du Waspaloy CMT, des revenus alternatifs adaptés ont été proposés. Un morceau de pièce rechargée par CMT a été caractérisé. La structure granulaire et la microstructure sont cohérentes avec les résultats expérimentaux obtenus en parties III.1, IV.1 et IV.2. Les conclusions tirées des analyses des murs sont donc transposables à une vraie pièce réparée. La profondeur de ZAT a été estimée entre 0,5 et 1,5 mm après le double revenu R1+R2 ; le Tableau VI.1 récapitule les différents moyens de mesure et les valeurs associées.

Tableau VI.1. Synthèse des moyens de mesure de la ZAT sur la pièce rechargée et estimations associées.

Méthode d'analyse	Épaisseur estimée
MO (effet d'attaque chimie)	≈ 1 mm
EBSD (croissances des grains / absence de particules fines aux joints de grains)	≈ 670 μm / 550 μm
Microdureté Vickers (HV0,1)	≈ 1,5 mm

Enfin, la maturité technologique est évaluée avec l'échelle des TRL (*Technology Readiness Level*), pouvant atteindre jusqu'à 9 niveaux (Figure VI.13). L'idée générale est d'abord une démonstration à l'échelle du laboratoire (1 à 3/4), puis une démonstration industrielle (4/5 et 6) et enfin, si pertinent, l'implémentation industrielle (7 à 9). La montée en maturité du procédé CMT pour la réparation de composants en Waspaloy est réalisée par SAE Châtelleraut, qui traite les niveaux intermédiaires/hauts (≈ 4 à 6). Le passage du TRL6 est par ailleurs une condition pour pouvoir implémenter un nouveau procédé. Les analyses de microstructure et les résultats d'essais mécaniques obtenus dans ces travaux de thèse sont associés et comparés à des études en interne. Cela permet de renforcer les connaissances autour de ce couple matériau/procédé et ainsi de les utiliser pour justifier les passages progressifs des paliers.



Figure VI.13. Echelle de TRL traduisant la montée en maturité classique d'une technologie en 9 niveaux. Adapté de [477].

Conclusions générales et perspectives

Conclusions générales et perspectives

Les superalliages base Ni sont couramment employés dans les parties chaudes des moteurs d'avion en raison de leurs excellentes propriétés mécaniques et leur bonne résistance à la corrosion à haute température. Généralement produits par fonderie ou forgeage, leur élaboration par Fabrication Additive (FA) montre un intérêt croissant. En parallèle, les ventes de turboréacteurs se font désormais sous contrat avec une promesse d'heures de vol et une maintenance incluse. Dans le but de réduire les coûts économiques et écologiques liés au remplacement complet d'une pièce, les services de maintenance, réparation et révision se voient fortement sollicités. L'amélioration des cycles et de la productivité est essentielle, avec des délais restreints à respecter pour répondre aux exigences des compagnies aériennes. Depuis plusieurs décennies déjà, les techniques traditionnelles de soudage (MIG, TIG et PAW) manuelles, sont employées en réparation pour rétablir les contours initiaux et dimensions de pièces à haute valeur ajoutée. Le *Cold Metal Transfer* (CMT), procédé arc-fil alternatif du MIG, pourrait être un bon candidat pour réduire les temps d'opération dans le cas de grosses pièces grâce à un taux de dépôt de matière élevé. Ces travaux de thèse, inscrits dans le projet OPERA (Optimisation des Procédés en Réparation Additive) en collaboration avec le site Safran Aircraft Engines de Châtelleraut, portent sur la caractérisation du Waspaloy, superalliage base Ni durci par précipitation γ' , élaboré par CMT. Afin d'envisager ce procédé pour la réparation de composants aéronautiques de grande taille, la caractérisation à la fois microstructurale et mécanique du Waspaloy CMT a été réalisée. Avec l'intention d'optimiser la microstructure par un traitement thermique différent de celui préconisé pour le matériau forgé, la stabilité thermique a été étudiée et les propriétés mécaniques associées après revenu ont été évaluées.

Le matériau brut de fabrication présente une structure de solidification dendritique colonnaire orientée dans la direction de construction. La vitesse de refroidissement avec le procédé CMT étant plus élevée qu'en fonderie, cela conduit à une ségrégation chimique marquée, avec notamment une distribution en titane hétérogène entre les cœurs de dendrite et les régions interdendritiques. Ces dernières contiennent des précipités γ' plus nombreux et plus gros, ainsi que des carbures primaires (Ti,Mo)C. Un effet de revenu in-situ est observé dans les couches inférieures, entraînant des gradients de précipitation. La Zone Affectée Thermiquement (ZAT) semble 4 à 5 fois inférieure à celle en soudage TIG. Les propriétés mécaniques en traction uniaxiale montrent que le durcissement par précipitation γ' ultra-fine et par sous-structure de dislocations est efficace. La limite d'élasticité et la résistance à la traction affichent une faible anisotropie, et sont légèrement inférieures à celle du matériau forgé super-solvus. Le Waspaloy CMT post-fabrication fait en revanche preuve d'une grande ductilité. L'analyse par corrélation

d'images numériques montre que la déformation est principalement localisée dans le rechargement, et non à l'interface, en raison de la texture cristallographique marquée et d'une forte taille de grain. La rupture se produit de manière ductile jusqu'à 700 °C, puis intergranulaire au-delà. En fluage isotherme à 700-850 °C, un phénomène de contraction se manifeste dans les premières heures des essais, probablement en raison de variations de désaccord paramétrique γ/γ' et la formation de carbures secondaires. Comparé au matériau forgé super-solvus, le Waspaloy CMT brut de fabrication présente des propriétés légèrement inférieures. Il dépasse toutefois le forgé sub-solvus à haute température. La rupture est essentiellement intergranulaire sous l'effet de l'oxydation.

De par la nature hors-équilibre du Waspaloy CMT, la stabilité thermique de sa microstructure a été étudiée entre 700 et 1050 °C. Le premier changement microstructural majeur est le grossissement des précipités γ' par mûrissement d'Ostwald à 760-900 °C, possiblement contrôlé par la diffusion du Mo. Le mécanisme apparaît facilité dans les cœurs de dendrite qui montrent une plus faible énergie d'activation, mais une plus faible température de solvus apparente. Une autre transformation importante a lieu au niveau des carbures primaires (Ti,Mo)C intergranulaires et interdendritiques. Ils se décomposent pour former des carbures secondaires $M_{23}C_6$ enrichis en Cr et Mo, de morphologie globulaire dans le premier cas et sous forme de plaquettes dans le second. Ils affichent une relation d'orientation cube-cube avec la matrice γ . Des diagrammes transformation-temps-température (TTT) expérimentaux ont ainsi été établis pour les phases γ' et $M_{23}C_6$, mettant en valeur leur formation synchrone assistée par la présence de défauts cristallins suivant la réaction bien connue $MC + \gamma \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma'$. L'équilibre thermodynamique du Waspaloy CMT a été étudié empiriquement d'une part, par un revenu long, et numériquement d'autre part, avec l'aide de Thermo-Calc® pour les régions interdendritiques. La simulation d'une solidification hors-équilibre (modèle de Scheil-Gulliver) prévoit l'apparition des phases γ , TiC, η et σ . A l'équilibre, les phases γ , γ' , TiC et $M_{23}C_6$ sont annoncées, en accord avec l'approche expérimentale. Les phases σ et η n'ont pas été identifiées dans ces travaux. L'effet de ces changements microstructuraux sur les propriétés mécaniques monotones a ensuite été évalué. Les essais de traction après traitement thermique de revenu montrent une nette amélioration de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction, en contrepartie d'une perte de ductilité. Le gain est maximisé à haute température après le double revenu 850 °C/4 h + 760 °C/16 h, où le Waspaloy CMT a un comportement intermédiaire aux matériaux forgés sub- et super-solvus. La rupture ne survient jamais à l'interface dans les éprouvettes 50 % CMT / 50 % forgé. Le « fluage négatif » disparaît après revenu pour donner lieu à un comportement classique, en trois stades. Le traitement thermique a un effet positif à 700-750 °C où la durée de vie et la déformation à rupture sont grandement améliorées. Au contraire, à 800-850 °C, ces propriétés sont fortement dégradées pour les éprouvettes

horizontales. A ces températures, après revenu, l'étape de dégradation de la microstructure est directement entamée en raison du survieillissement. L'anisotropie, pourtant peu marquée en traction, est marquée dans ces conditions. Un point notable est que le Waspaloy CMT après double revenu a une tenue en fluage au moins aussi bonne que le Waspaloy forgé sub-solvus, représentatif du substrat de la pièce à réparer. Les grands grains colonnaires s'avèrent avantageux face à ce type de sollicitation.

Enfin, les résultats fondamentaux obtenus sur les murs (constructions linéaires utilisées pour la grande majorité des essais et analysées dans ces travaux de thèse) se trouvent transposables aussi sur une vraie pièce réparée par CMT. La caractérisation de la structure granulaire et la microstructure a permis de mettre en lumière une précipitation γ' semblable et les mêmes carbures (TiC et $(Cr,Mo)_{23}C_6$). La ZAT a été investiguée par divers moyens techniques (microscopie optique, EBSD et microdureté) ; sa profondeur après traitement thermique est estimée entre 0,5 et 1,5 mm. Cette étude aura permis de consolider les connaissances autour de ce couple matériau/procédé et d'accompagner la montée en maturité chez Safran Aircraft Engines à Châtelleraut. Dans le but de compléter ces travaux, plusieurs perspectives sont envisageables. Il est possible de distinguer les perspectives applicatives avec un but plutôt industriel, des perspectives académiques dont l'objectif est plus fondamental.

Perspectives applicatives

Tout d'abord, la tenue de l'interface en fluage n'a pas été étudiée, ni à l'état post-fabrication ni après R1+R2. Cela pourrait être mis en œuvre avec des éprouvettes cylindriques 50 % CMT / 50 % substrat tel que cela a été fait en traction. La différence de taille de grains entre le substrat et le rechargement fait que chaque partie devrait avoir un comportement bien différent. Le substrat (sub-solvus) a des durées de vie plus courte mais une ductilité supérieure. Où aurait lieu la rupture ? L'effet de revenus autres que le R1+R2 pourrait aussi être exploré sur la tenue en fluage. En effet, ce dernier est préconisé pour le Waspaloy forgé et donc pas nécessairement adapté au matériau CMT qui présente une microstructure hétérogène. Un unique revenu, plus court et/ou moins chaud pourrait avoir un effet déjà notable, notamment dans des conditions basse température - haute contrainte. En lien avec le diamètre optimal de précipités γ' , un revenu de 48 h à 760 °C, ou 16 h à 845 °C pourraient être investigués.

Dans ces travaux de thèse, seuls des essais monotones ont été réalisés. Or, la pièce réparée sera amenée à voler à nouveau, et donc à subir des cycles de charge et de température avec la succession de vols. En complément de la traction et du fluage, il serait donc intéressant d'étudier la tenue en fatigue du Waspaloy CMT. Cela a déjà été exploré un peu pour l'Inconel 718, que ce soit sur des éprouvettes 100 % LPBF [478], [479], [480] ou interface (50 % DED) pour de la réparation [481]. Il n'y a toutefois aucune

donnée dans la littérature quant au Waspaloy élaboré par FA ou soudage. Pour SAE, des essais de fatigue oligo-cyclique (*Low Cycle Fatigue, LCF*) permettraient d'évaluer la durabilité du matériau et notamment d'étudier les possibles sites d'amorçage préférentiels (porosité par exemple). Des essais de fissuration par fatigue peuvent aussi être considérés, sur des éprouvettes CT de petites dimensions prélevées horizontalement et verticalement. Usinées entièrement dans le rechargement, l'entaille de l'éprouvette V pourrait être positionnée entre deux grains colonnaires et celle de l'éprouvette H sur une région intercordon. A l'interface, elle pourrait être positionnée entre la ZAT et le rechargement pour voir comment se propage une fissure avec une microstructure aussi hétérogène et tenter d'identifier des seuils de fissuration. Tout ce panel d'essais aboutirait à une caractérisation complète du comportement mécanique du Waspaloy CMT.

De plus, bien que le procédé CMT soit considéré comme plus « froid » que le MIG et le TIG, les contraintes résiduelles sont inévitables au vu du refroidissement rapide et de l'historique thermique complexe. Leur évaluation par diffraction de neutrons, méthode non-destructive très précise, a été entreprise à l'Institut Laue-Langevin. Des mesures ont été réalisées sur un mur fin post-fabrication et un autre, semblable, après R1+R2. L'acquisition a été faite sur toute la hauteur du rechargement (≈ 10 cordons) et jusqu'à 25 mm sous l'interface. Les données sont encore en cours de post-traitement au moment de l'écriture de ce mémoire.

Enfin, au vu des différentes méthodes utilisables pour estimer la ZAT, il semble pertinent à l'avenir de s'accorder sur un moyen unique (et répétable) de détermination. Cela permettrait de comparer les procédés de FA et de soudage entre eux. La nanoindentation pourrait être explorée à cet effet, bien que sensible à la dérive thermique. La microindentation, avec la plus faible charge possible, pourrait constituer une solution, à la bonne échelle. La complexité pour les superalliages base Ni durcis par précipitation tient de la multiplicité des sources de durcissement (écrouissage, taille de grains et précipitation) ; le Waspaloy dépend essentiellement des précipités γ' . Par ailleurs, il est possible de penser à la conception d'éprouvettes mécaniques spécifiques à la caractérisation des zones rechargées. La grande majorité des géométries employées à l'heure actuelle (cylindriques M6 et M12 notamment) est calquée sur les moyens de fabrication conventionnels (forgeage et fonderie), présentant donc des dimensions inadaptées aux rechargements de petite taille. Bien que cela soit assez peu critique en CMT, la pièce réelle ayant une microstructure somme toute semblable à celle des murs, des écarts ont malgré tout été observés en traction entre les micro-éprouvettes plates et les éprouvettes cylindriques M6. Avec d'autres technologies DED, le LMD-poudre par exemple, la question se poserait davantage. La représentativité des éprouvettes mécaniques par rapport à la pièce ou l'application visée est d'un grand intérêt industriel.

Perspectives académiques

Dans un but plus fondamental, le phénomène de contraction observé en début d'essai de fluage sur le Waspaloy CMT post-fabrication pourrait être étudié avec plus de précision. En raison de la petite partie utile des éprouvettes, l'équipement employé dans ces travaux induit un rapport signal sur bruit assez élevé. L'utilisation d'une machine électromécanique permettrait des mesures plus précises. Des essais de dilatométrie isotherme sont aussi envisageables pour isoler l'influence de la température. De plus, les analyses fractographiques portent à croire que l'oxydation aurait un rôle non négligeable dans le mode de rupture, en fluage notamment. A haute température, les faciès sont significativement différents de ceux obtenus en traction et ce probablement à cause de la forte vitesse de déformation imposée lors de ces essais (10^{-3} s^{-1}). Des essais sous vide, des essais de traction à vitesse de déformation plus faible, ou encore des observations de coupes longitudinales après R1+R2 sont envisageables pour quantifier l'impact de l'oxydation. Cette étude est d'intérêt applicatif mais aussi académique.

En lien avec les gradients de taille de précipités γ' dans les murs fabriqués, il est concevable de prélever volontairement des éprouvettes horizontales à diverses localisations du mur. En gardant bien la traçabilité de la position initiale, et en les testant ensuite en traction et en fluage, cela donne un ordre d'idée de la dispersion possible. De plus, la maîtrise de ces gradients de précipités γ' (donc gradients de propriétés mécaniques) peut mener à l'ouverture vers des applications pour matériaux à gradients (*Functionally Graded Materials, FGM*).

Pour finir, une approche semblable à celle utilisée pour l'identification des carbures secondaires pourrait être envisagée pour la phase en aiguilles présente dans les ID au-delà de 1000 °C. Plusieurs éléments pointent déjà vers l'hypothèse de la phase η , mais une étude combinée EDS et SAED au MET permettrait de distinguer sans ambiguïté à la fois sa chimie et sa nature cristalline. Ce composé est reconnu pour sa fragilité et son effet néfaste sur les propriétés mécaniques, il serait donc pertinent de déterminer son domaine d'existence (par un diagramme TTT expérimental par exemple) afin d'éviter sa formation en service ou lors d'un traitement thermique.

Annexes

Annexes

Annexe 1 : Propriétés en traction du Waspaloy forgé

Les deux types de Waspaloy forgé (sub-solvus / grains fins et super-solvus / gros grains) ont été testés en traction de 20 à 850 °C, avec des éprouvettes cylindriques. Les courbes contrainte-déformation sont présentées ici, de même qu'un tableau récapitulatif.

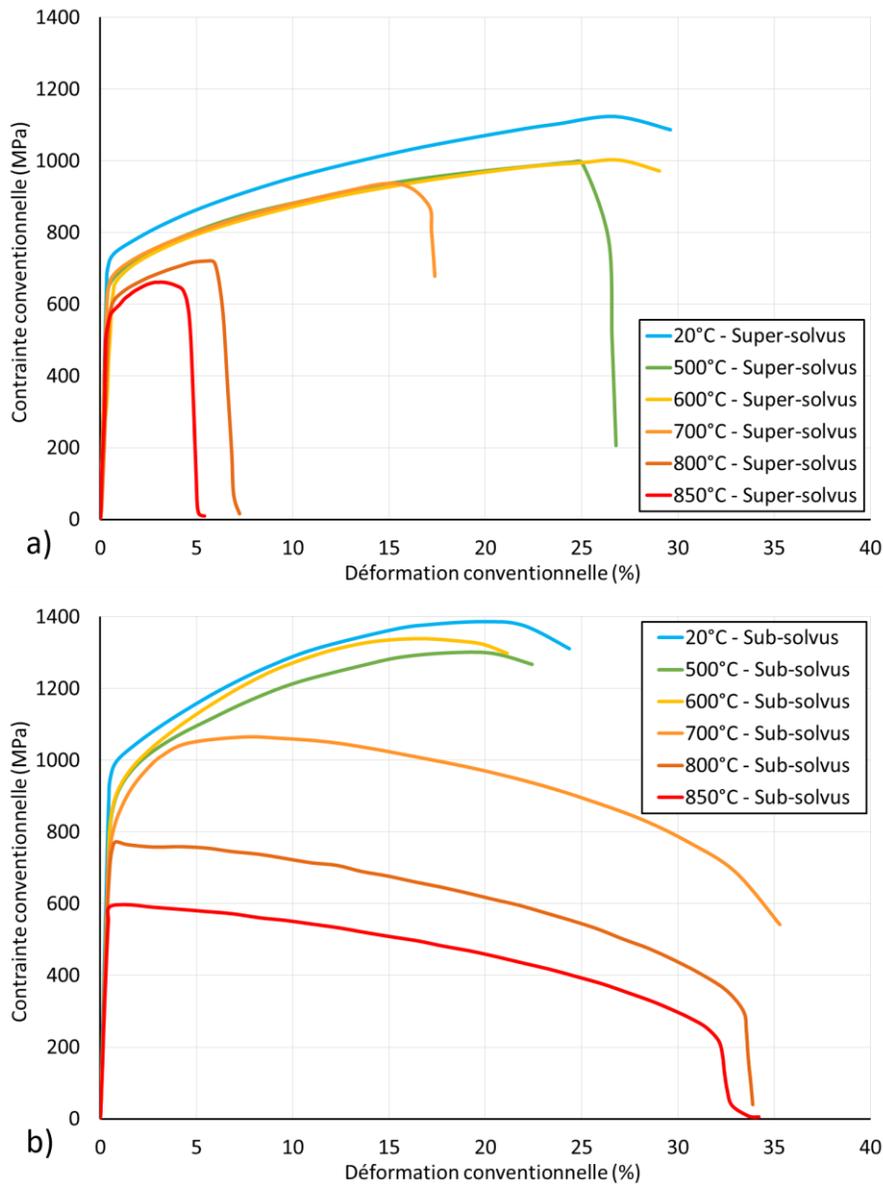


Figure A1. Courbes conventionnelles de contrainte-déformation du Waspaloy forgé : (a) super-solvus et (b) sub-solvus.

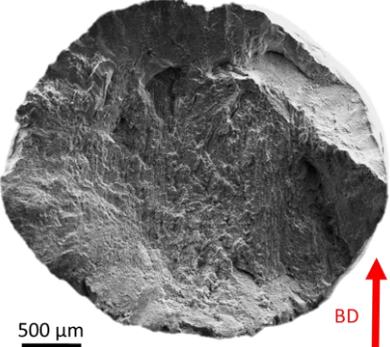
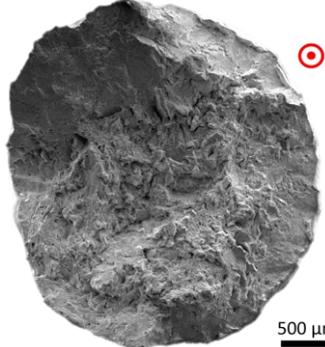
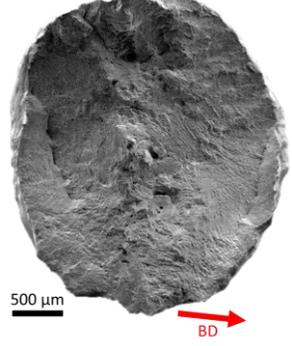
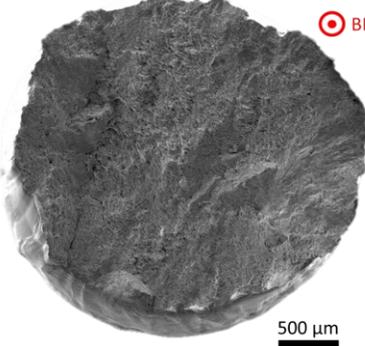
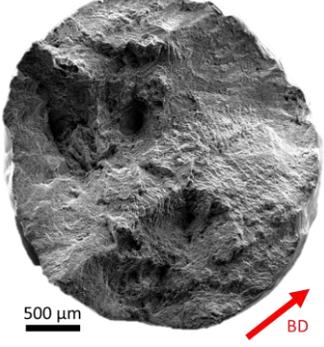
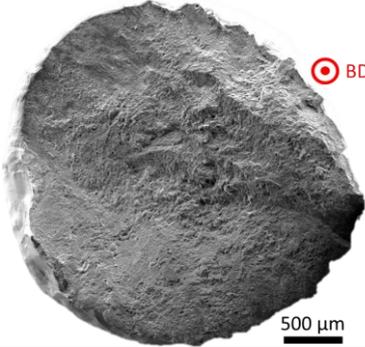
Tableau A1. Résumé des caractéristiques en traction du Waspaloy forgé à 20-850 °C et $10^{-3} s^{-1}$.

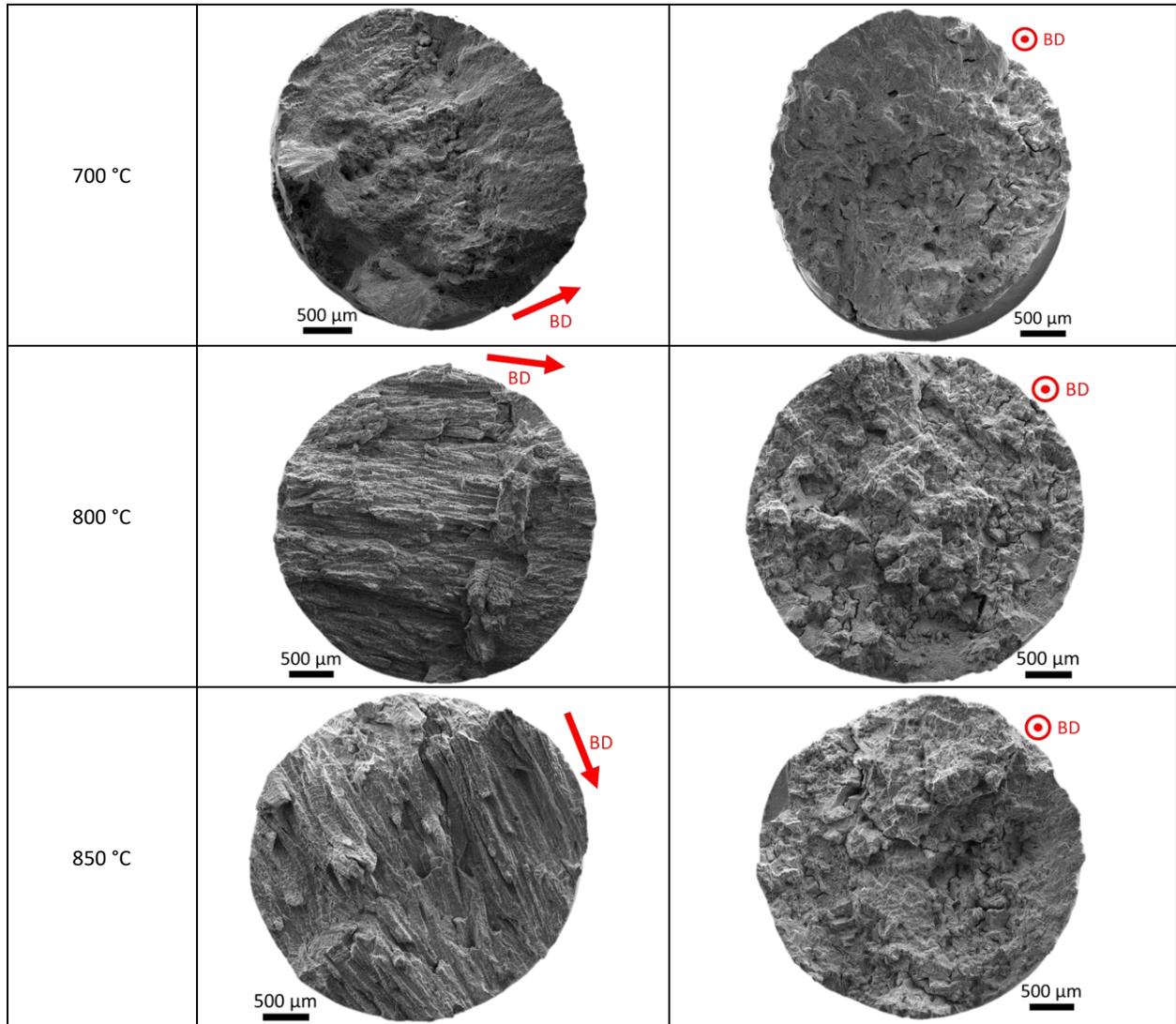
Température d'essai	Matière	E (GPa)	R _{p0,2} (MPa)	R _m (MPa)	A%
20 °C	Sub-solvus	205	985	1387	23,7
	Super-solvus	214	732	1136	29,1
500 °C	Sub-solvus	183	872	1304	21,7
	Super-solvus	180	659	996	26,7
600 °C	Sub-solvus	182	881	1346	20,4
	Super-solvus	181	667	1006	30,2
700 °C	Sub-solvus	174	801	1066	35,0
	Super-solvus	171	676	940	17,0
800 °C	Sub-solvus	157	764	776	33,9
	Super-solvus	152	597	722	7,2
850 °C	Sub-solvus	141	623	628	34,2
	Super-solvus	140	577	663	5,4

Annexe 2 : Fractographie du Waspaloy CMT post-fabrication testé en traction de 20 à 850 °C

Tous les faciès de rupture du Waspaloy CMT post-fabrication testé en traction sont présentés ici.

Tableau A2. Synthèse graphique des faciès de rupture du Waspaloy CMT post-fabrication observés au MEB après essai de traction, en fonction de la température d'essai et de la direction de prélèvement.

Température d'essai	Eprouvette horizontale	Eprouvette verticale
20 °C		
500 °C		
600 °C		



La structure dendritique apparaît nettement sur les faciès à partir de 800 °C, et ce d'autant plus pour les éprouvettes horizontales.

Annexe 3 : Propriétés en fluage du Waspaloy forgé

Les deux types de Waspaloy forgé (sub-solvus / petits grains et super-solvus / gros grains) ont été testés en fluage à 700 et 850 °C, avec des éprouvettes cylindriques. Les courbes déformation-temps et l'évolution de la vitesse de déformation sont présentées ici, de même qu'un tableau récapitulatif.

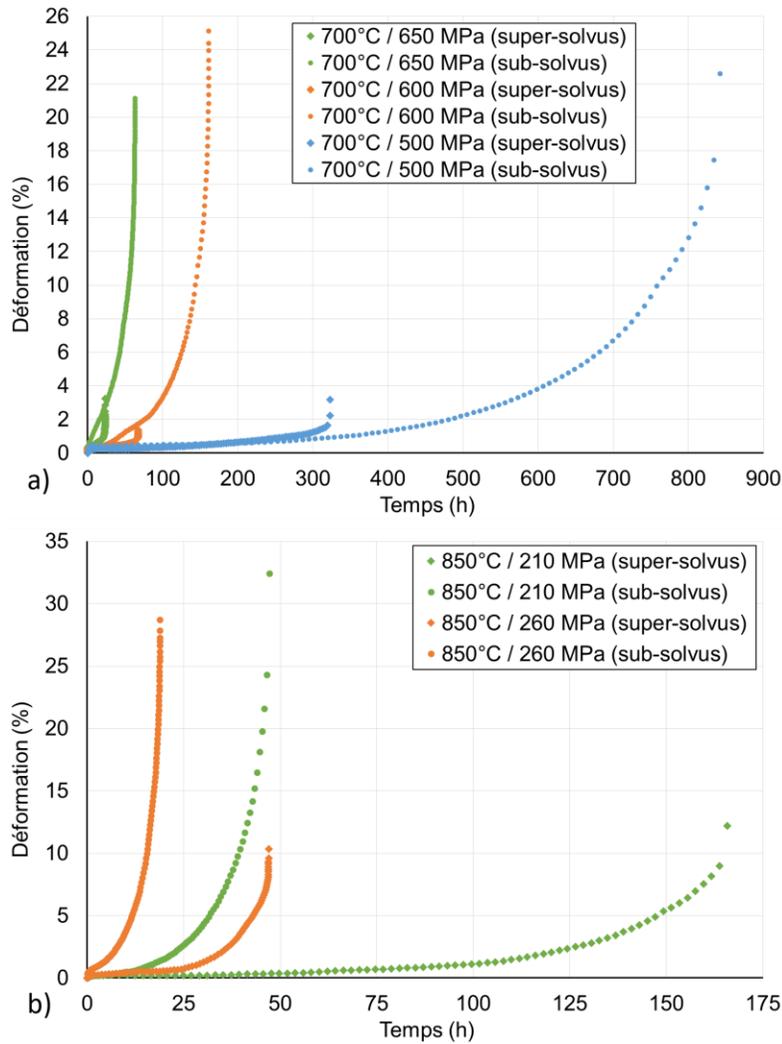


Figure A3.1. Courbes de fluage du Waspaloy forgé à : (a) 700 °C et (b) 850 °C.

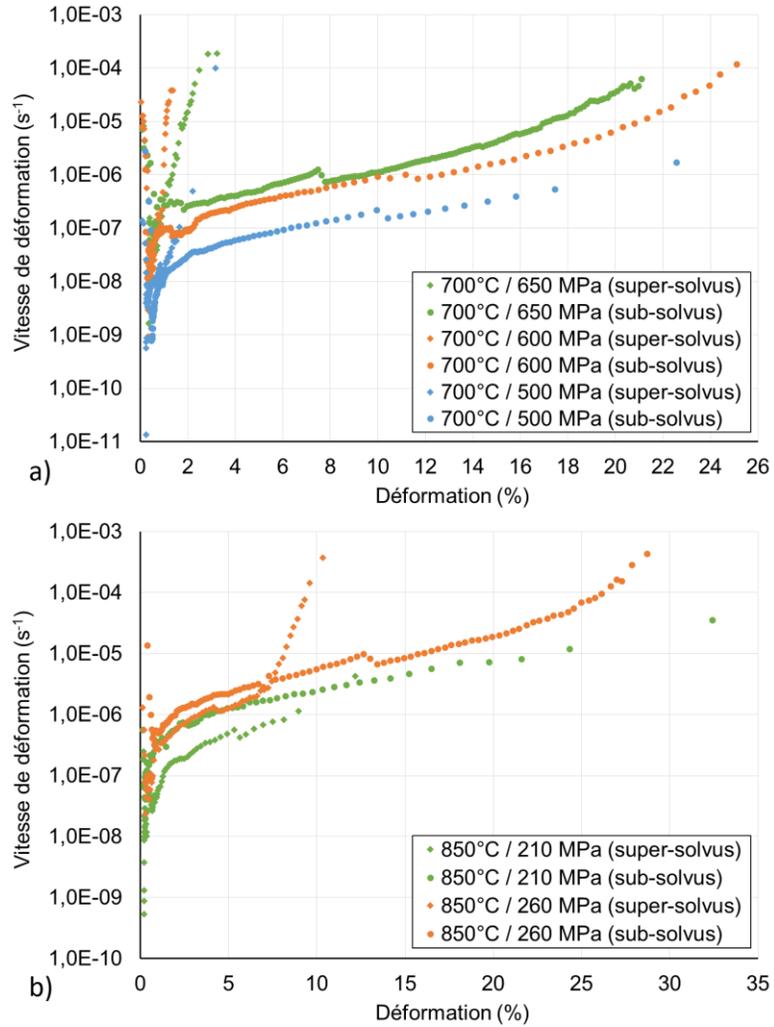


Figure A3.2. Vitesse de déformation en fonction de la déformation en fluage pour le Waspaloy forgé à : (a) 700 °C et (b) 850 °C.

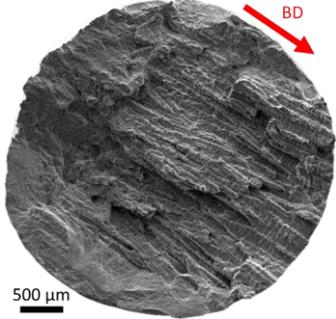
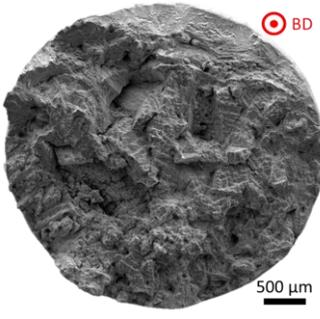
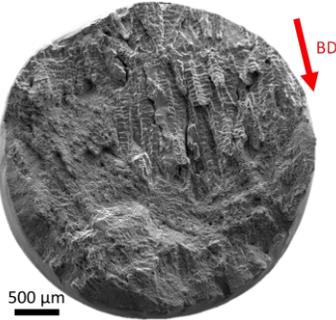
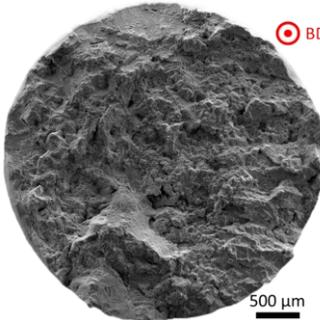
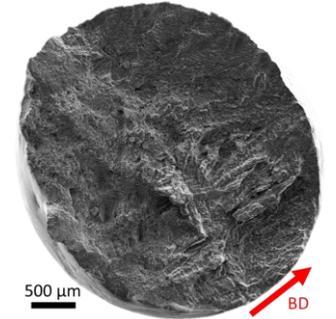
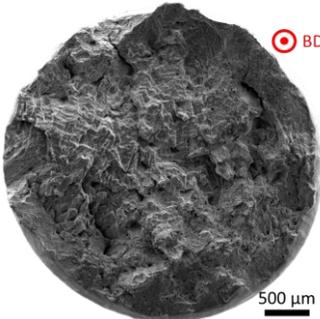
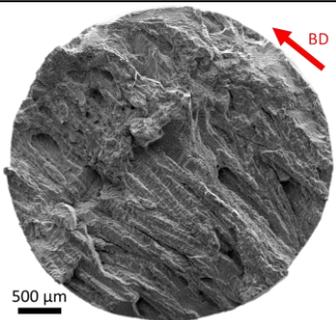
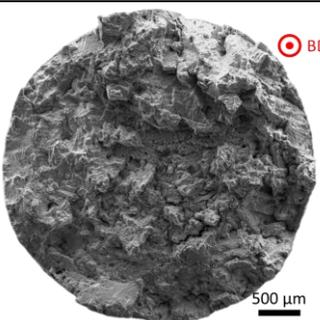
Tableau A3. Résumé des caractéristiques en fluage du Waspaloy forgé à 700 et 850 °C.

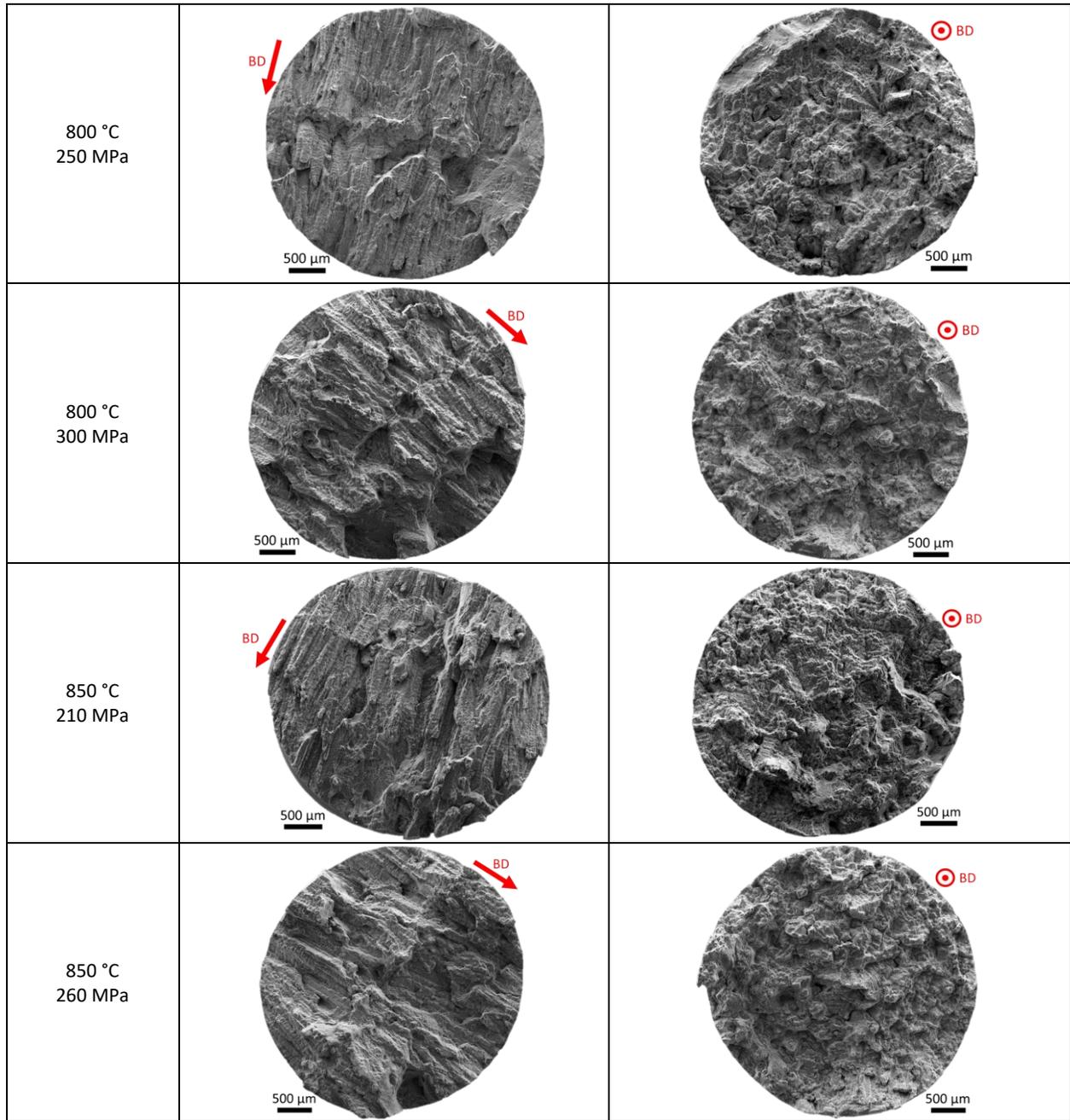
Température	Contrainte	Matière	DDV (h)	$\dot{\epsilon}_{II}$ (s ⁻¹)	A%	PLM
700 °C	500 MPa	Sub-solvus	842,3	$7,87 \cdot 10^{-10}$	22,57	22,3
		Super-solvus	323,0	$1,35 \cdot 10^{-11}$	3,17	21,9
	600 MPa	Sub-solvus	161,4	$1,17 \cdot 10^{-8}$	25,11	21,6
		Super-solvus	67,3	$9,29 \cdot 10^{-10}$	1,37	21,2
	650 MPa	Sub-solvus	63,0	$2,24 \cdot 10^{-7}$	21,10	21,2
		Super-solvus	23,3	$1,64 \cdot 10^{-9}$	3,23	20,8
850 °C	210 MPa	Sub-solvus	47,1	$1,47 \cdot 10^{-8}$	32,41	24,3
		Super-solvus	165,8	$5,32 \cdot 10^{-10}$	12,18	25,0
	260 MPa	Sub-solvus	18,8	$3,29 \cdot 10^{-7}$	28,73	23,9
		Super-solvus	47,0	$2,36 \cdot 10^{-8}$	10,34	24,3

Annexe 4 : Fractographie du Waspaloy CMT post-fabrication testé en fluage de 700 à 850 °C

Tous les faciès de rupture du Waspaloy CMT post-fabrication testé en fluage sont présentés ici.

Tableau A4. Synthèse graphique des faciès de rupture du Waspaloy CMT post-fabrication observés au MEB après essai de fluage, en fonction des conditions d'essai (température et contrainte) et de la direction de prélèvement.

Conditions d'essai	Eprouvette horizontale	Eprouvette verticale
700 °C 500 MPa		
700 °C 600 MPa		
700 °C 650 MPa		
750 °C 400 MPa		



La structure dendritique apparaît nettement sur tous les faciès, contrairement à la traction où le phénomène se présentait au-delà de 800 °C. Les dendrites colonnaires sont d'autant plus visibles pour les éprouvettes horizontales.

Annexe 5 : Micrographies MEB de la précipitation γ' après revenu

Cette annexe présente les micrographies MEB acquises à chaque condition de revenu dans les cœurs de dendrite (CD) et les espaces interdendritiques (ID) pour analyser la précipitation γ' . Des durées de 4, 8, 16, 48 et 96 h sont étudiées pour une exposition à 700, 760, 800, 845 et 900 °C.

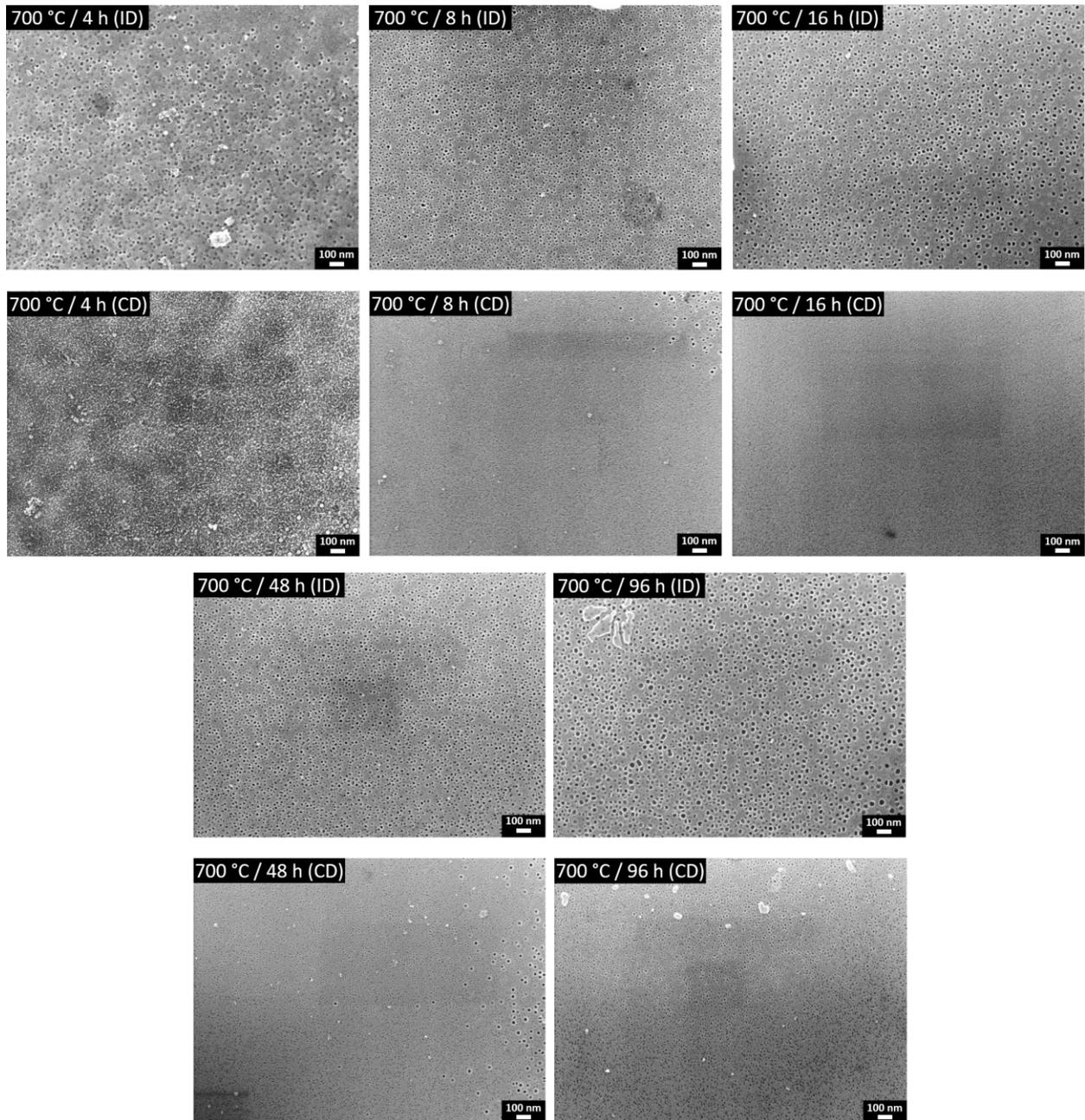


Figure A5.1. Observations MEB des précipités γ' après un revenu à 700 °C après 4, 8, 16, 48 et 96 h dans les ID les CD.

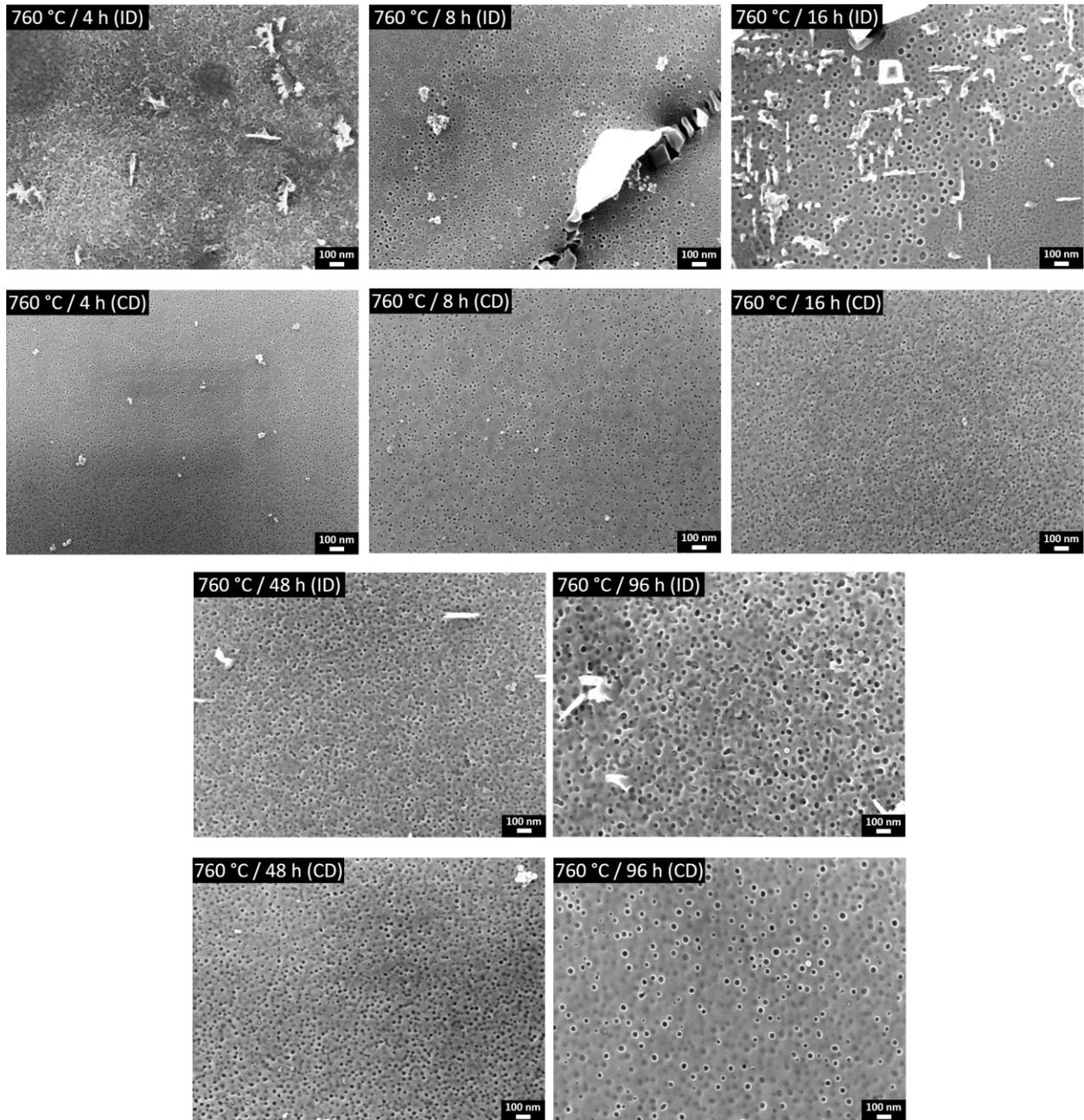


Figure A5.2. Observations MEB des précipités γ' après un revenu à 760 °C après 4, 8, 16, 48 et 96 h dans les ID les CD.

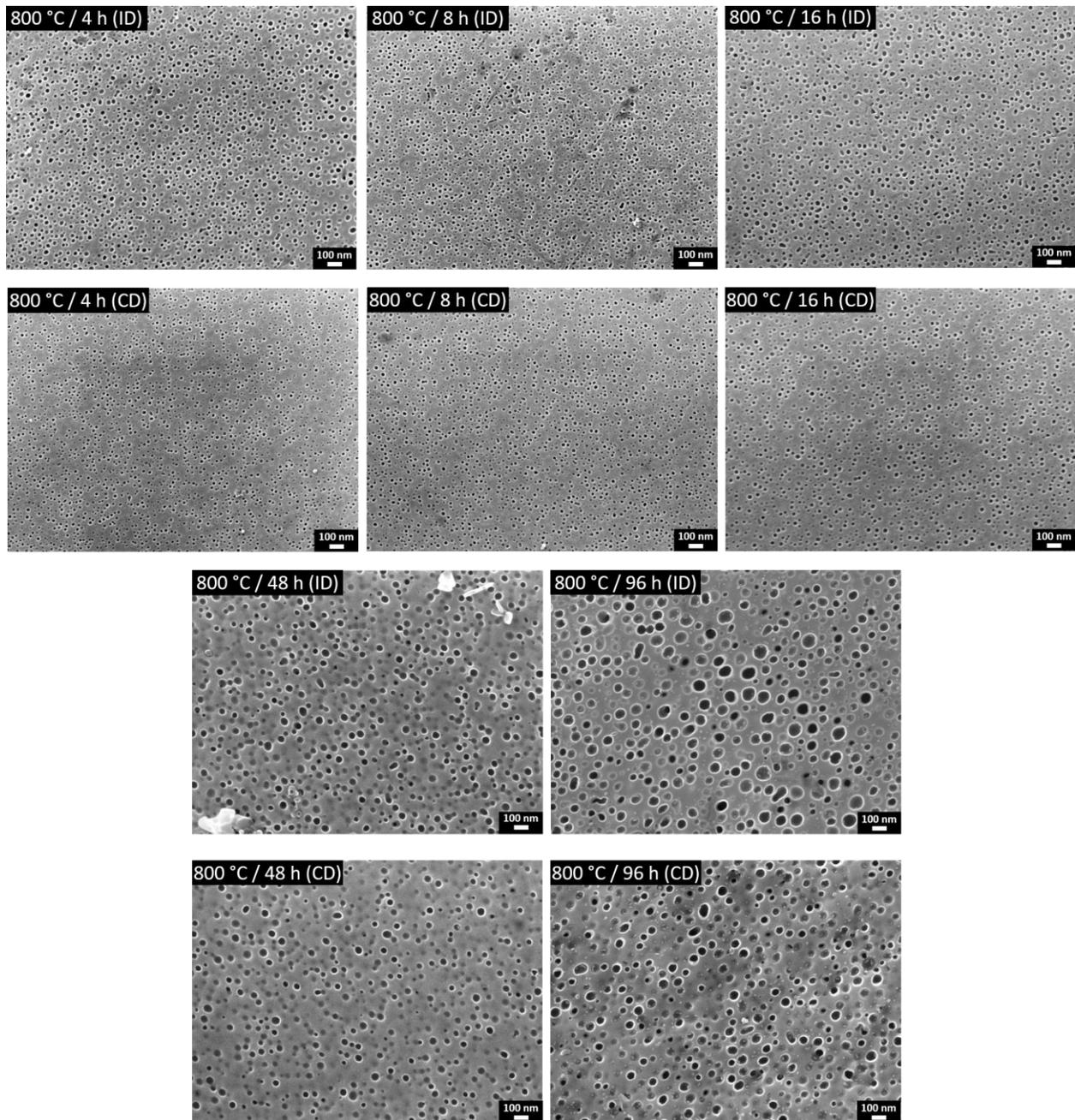


Figure A5.3. Observations MEB des précipités γ' après un revenu à 800 °C après 4, 8, 16, 48 et 96 h dans les ID les CD.

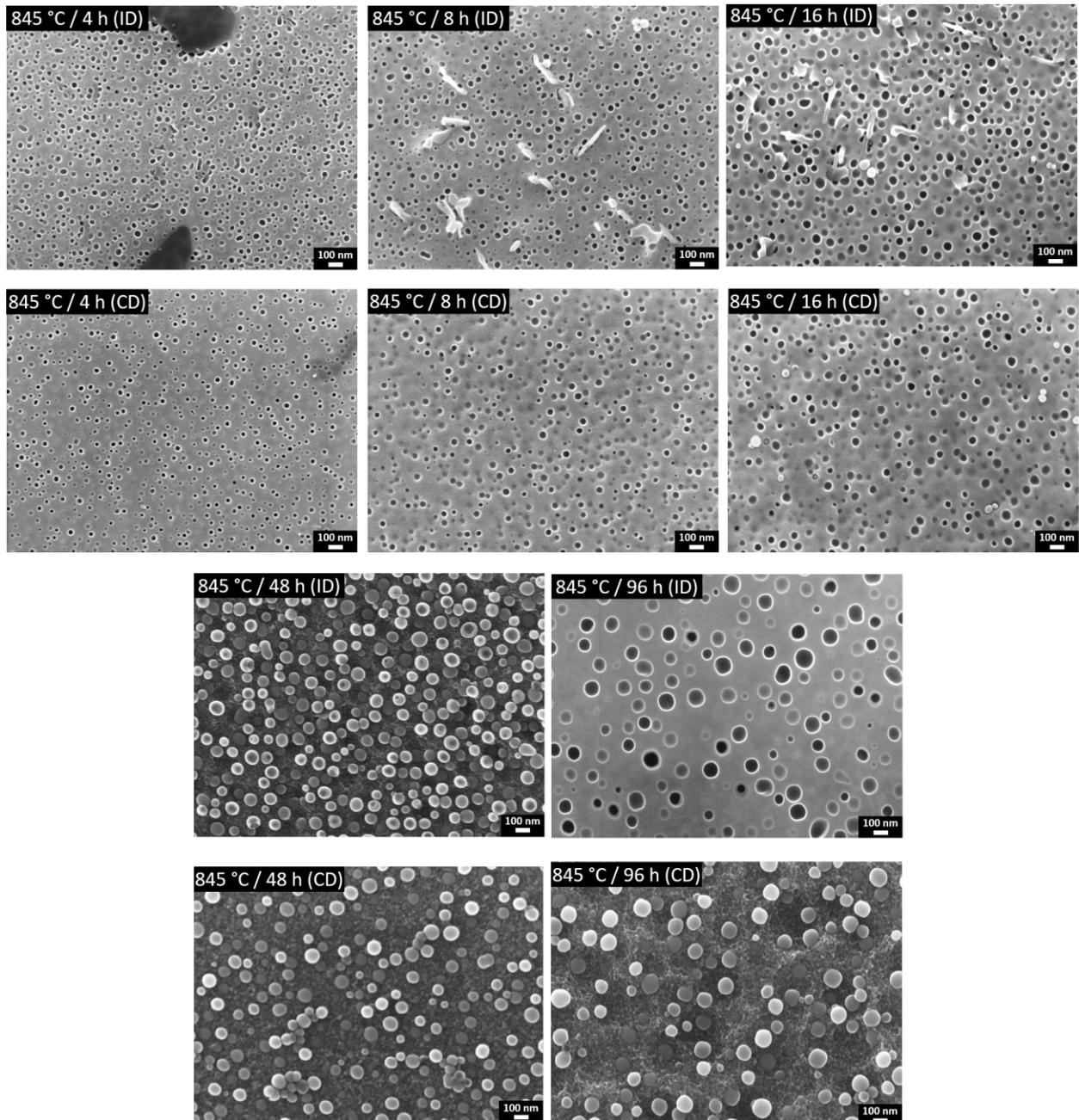


Figure A5.4. Observations MEB des précipités γ' après un revenu à 845 °C après 4, 8, 16, 48 et 96 h dans les ID les CD.

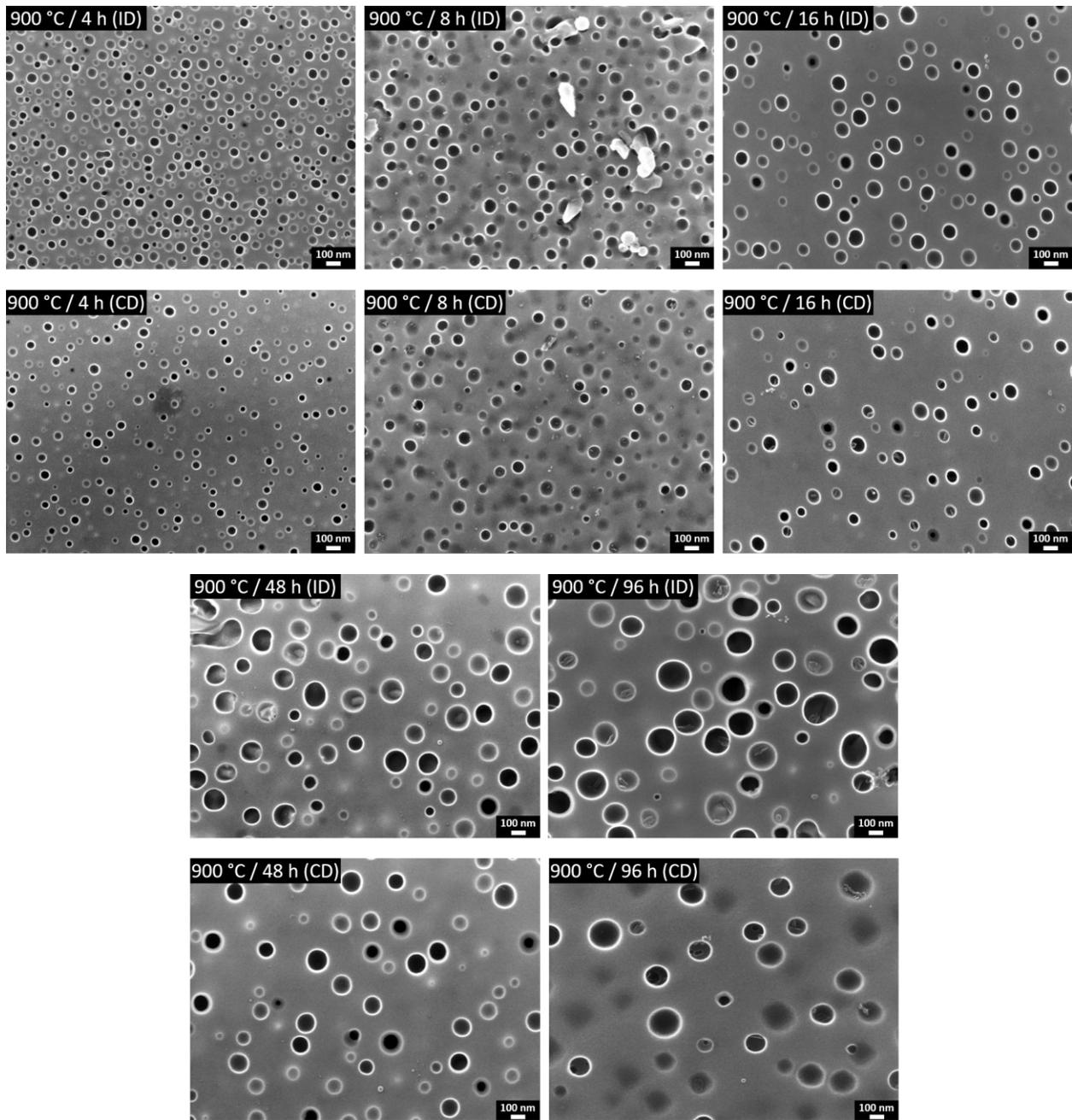


Figure A5.5. Observations MEB des précipités γ' après un revenu à 900 °C après 4, 8, 16, 48 et 96 h dans les ID les CD.

Annexe 6 : Distributions des diamètres de précipités γ' après revenu

Cette annexe présente les distributions de diamètres des précipités γ' après chaque température de revenu (700-900 °C), en distinguant les ID des CD. L'état initial post-fabrication est rappelé en vert pour comparaison.

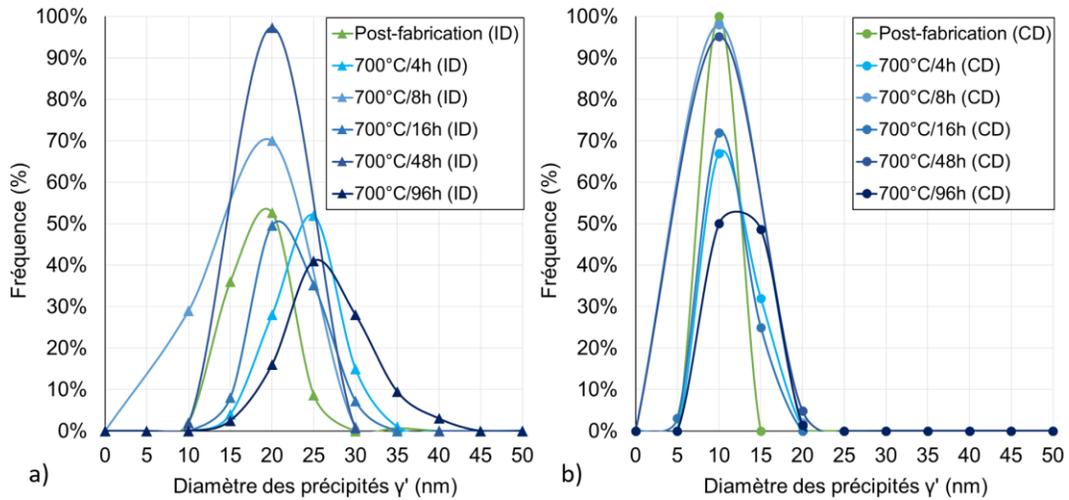


Figure A6.1. Distribution des diamètres des précipités γ' à 700 °C dans : (a) les ID et (b) les CD.

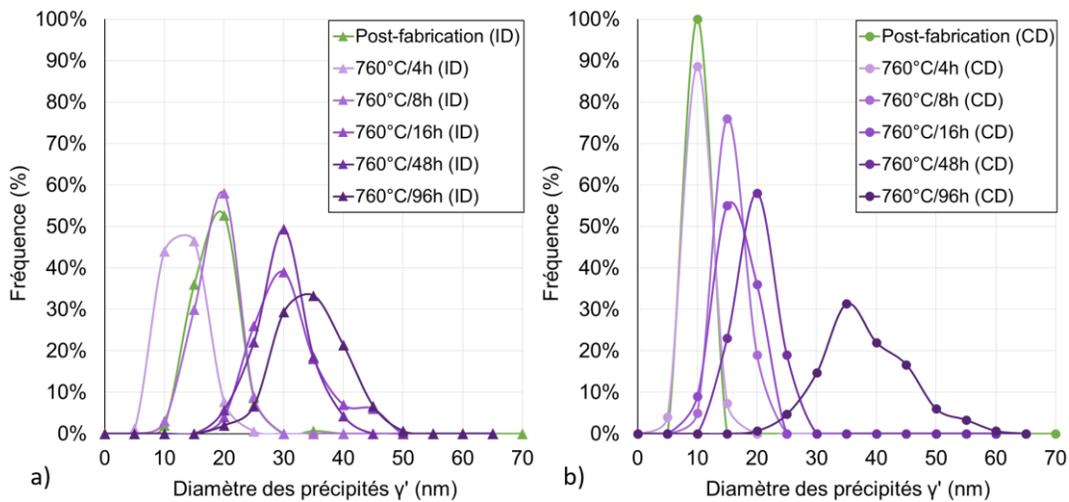


Figure A6.2. Distribution des diamètres des précipités γ' à 760 °C dans : (a) les ID et (b) les CD.

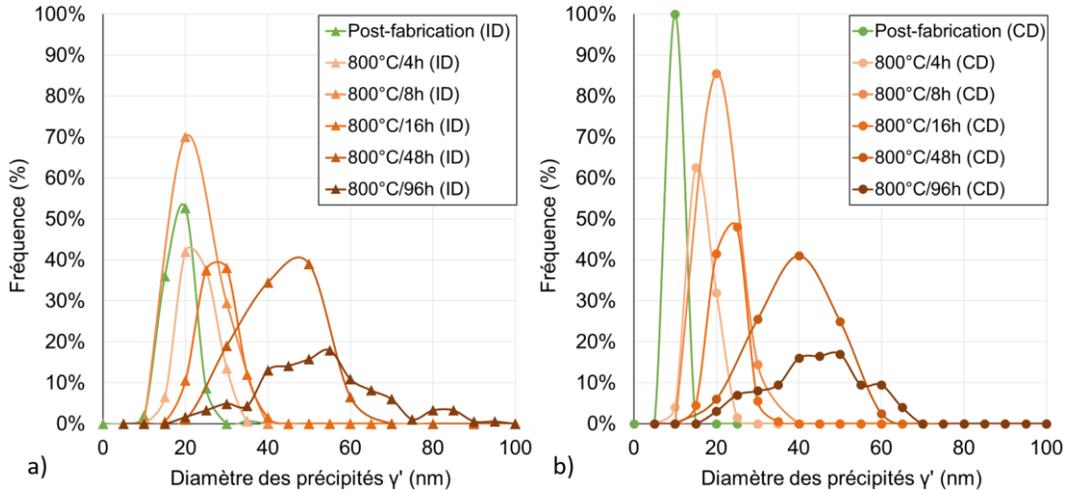


Figure A6.3. Distribution des diamètres des précipités γ' à 800 °C dans : (a) les ID et (b) les CD.

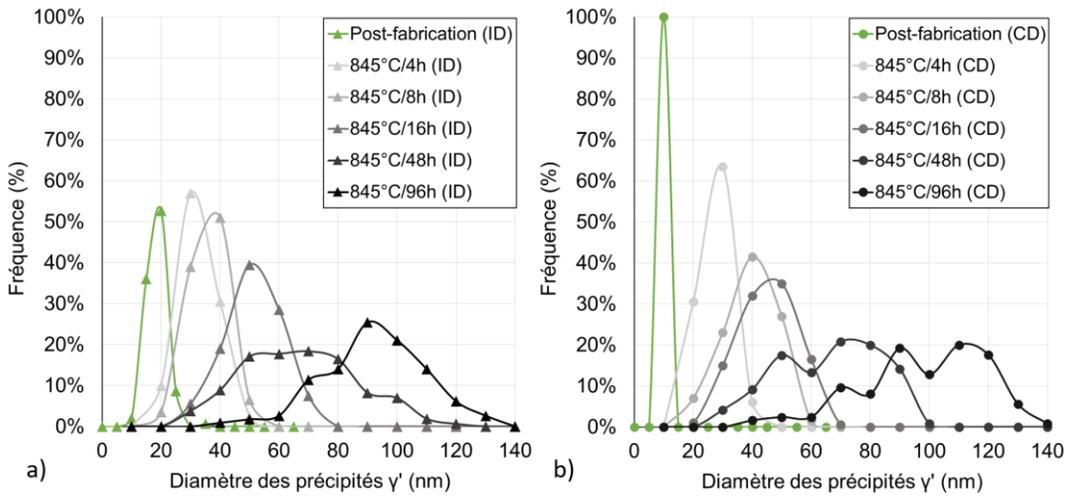


Figure A6.4. Distribution des diamètres des précipités γ' à 845 °C dans : (a) les ID et (b) les CD.

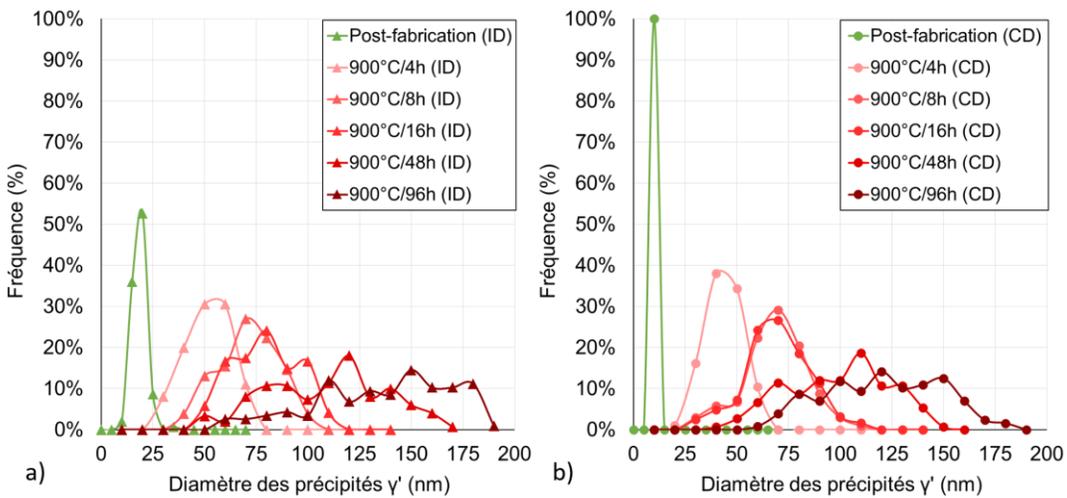


Figure A6.5 Distribution des diamètres des précipités γ' à 900 °C dans : (a) les ID et (b) les CD.

Annexe 7 : Compositions chimiques des cœurs de dendrite et des espaces interdendritiques

Cette annexe présente les compositions chimiques mesurées par EDS-MEB et les spectres associés dans les cœurs de dendrite (CD) et les espaces interdendritiques (ID) du Waspaloy CMT à divers état métallurgique : post-fabrication et après revenu (700 °C/8 h, 760 °C/16 h, 845 °C/16 h et 900 °C/16 h).

Tableau A7.1. Composition chimique (% massique) des CD et ID dans un mur de Waspaloy CMT à l'état post-fabrication.

	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	Si	Mn
CD (4 mesures)	58,45 ± 0,12	18,58 ± 0,07	14,67 ± 0,15	3,47 ± 0,05	2,08 ± 0,11	1,24 ± 0,02	1,46 ± 0,03	0,014 ± 0,008	0,027 ± 0,013
ID (7 mesures)	57,35 ± 0,79	18,15 ± 0,17	13,39 ± 0,26	4,23 ± 0,41	4,18 ± 0,88	1,32 ± 0,13	1,28 ± 0,04	0,061 ± 0,031	0,039 ± 0,017

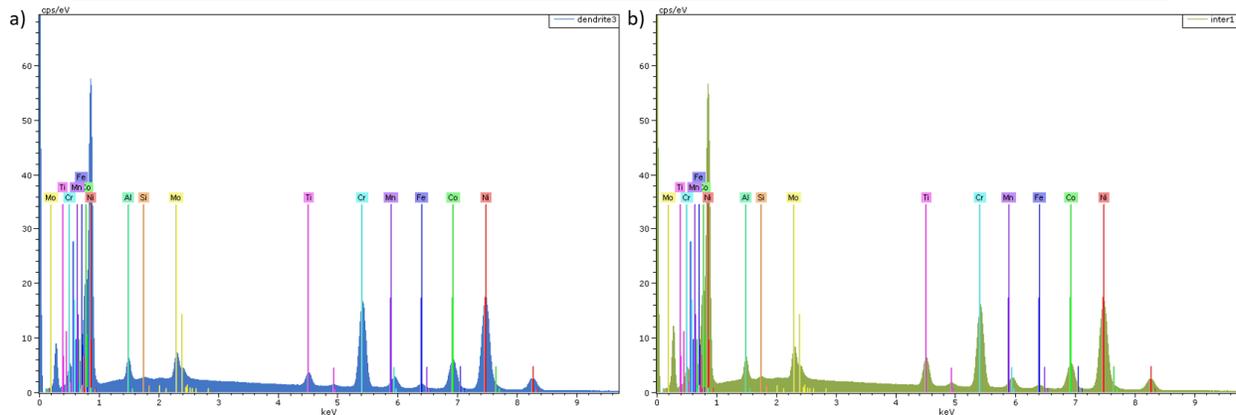


Figure A7.1. Spectres EDS du Waspaloy CMT à l'état post-fabrication dans : (a) les CD et (b) les ID.

Tableau A7.2. Composition chimique (% massique) des CD et ID dans un mur de Waspaloy CMT après un revenu de 8 h à 700 °C.

	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	Si	Mn
CD (5 mesures)	58,30 ± 0,13	18,61 ± 0,09	14,61 ± 0,18	3,54 ± 0,08	2,16 ± 0,23	1,26 ± 0,01	1,44 ± 0,03	0,024 ± 0,006	0,041 ± 0,015
ID (5 mesures)	57,72 ± 0,23	18,31 ± 0,06	13,55 ± 0,09	4,04 ± 0,07	3,70 ± 0,24	1,30 ± 0,03	1,30 ± 0,03	0,044 ± 0,014	0,047 ± 0,011

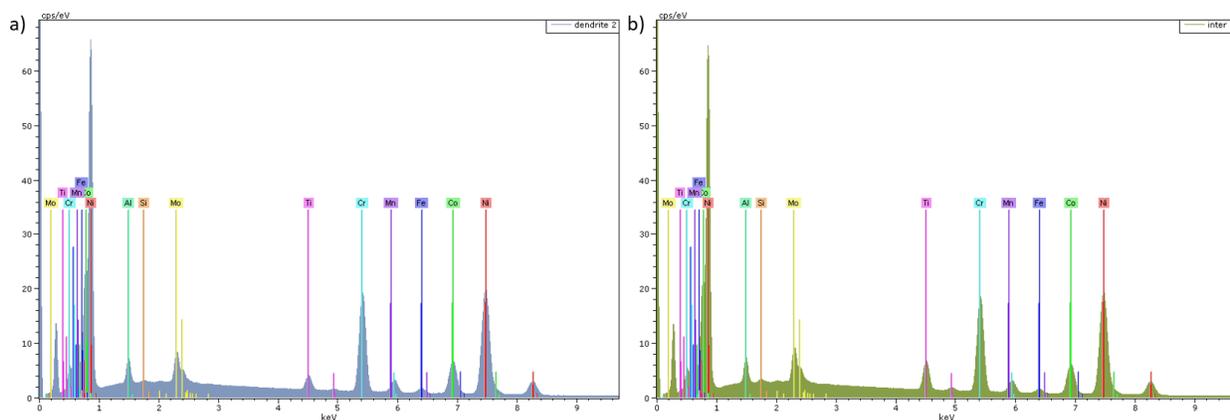


Figure A7.2. Spectres EDS du Waspaloy CMT après un revenu de 8 h à 700 °C dans : (a) les CD et (b) les ID.

Tableau A7.3. Composition chimique (% massique) des CD et ID dans un mur de Waspaloy CMT après un revenu de 16 h à 760 °C.

	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	Si	Mn
CD (5 mesures)	58,21 ± 0,25	18,58 ± 0,19	14,66 ± 0,09	3,50 ± 0,06	2,27 ± 0,12	1,25 ± 0,02	1,47 ± 0,01	0,014 ± 0,005	0,047 ± 0,009
ID (4 mesures)	57,85 ± 0,16	18,42 ± 0,15	13,89 ± 0,30	3,89 ± 0,20	3,17 ± 0,37	1,35 ± 0,12	1,36 ± 0,04	0,046 ± 0,050	0,031 ± 0,009

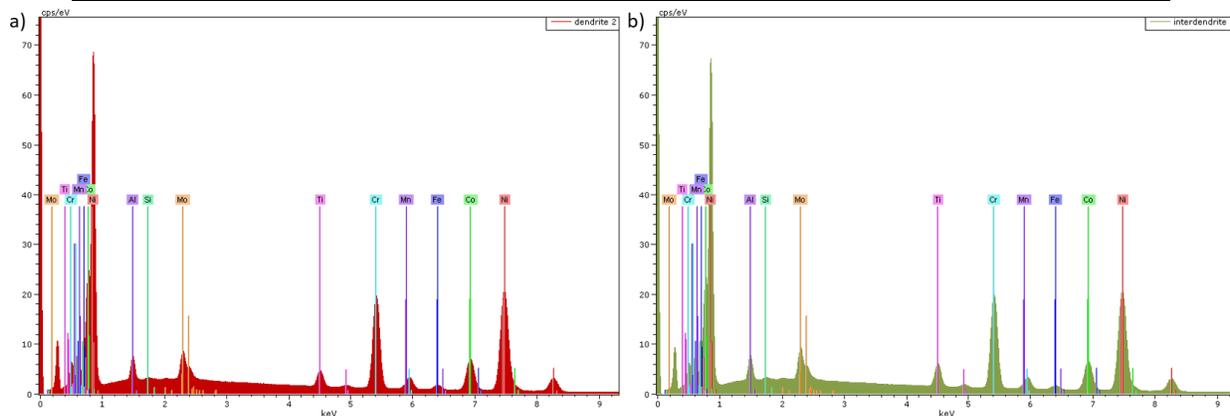


Figure A7.3. Spectres EDS du Waspaloy CMT après un revenu de 16 h à 760 °C dans : (a) les CD et (b) les ID.

Tableau A7.4. Composition chimique (% massique) des CD et ID dans un mur de Waspaloy CMT après un revenu de 16 h à 845 °C.

	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	Si	Mn
CD (5 mesures)	58,27 ± 0,18	18,85 ± 0,10	14,72 ± 0,10	3,47 ± 0,04	1,94 ± 0,11	1,23 ± 0,01	1,46 ± 0,01	0,012 ± 0,002	0,041 ± 0,014
ID (5 mesures)	57,63 ± 0,37	18,45 ± 0,38	13,43 ± 0,25	4,00 ± 0,08	3,74 ± 0,41	1,36 ± 0,03	1,30 ± 0,04	0,041 ± 0,010	0,059 ± 0,013

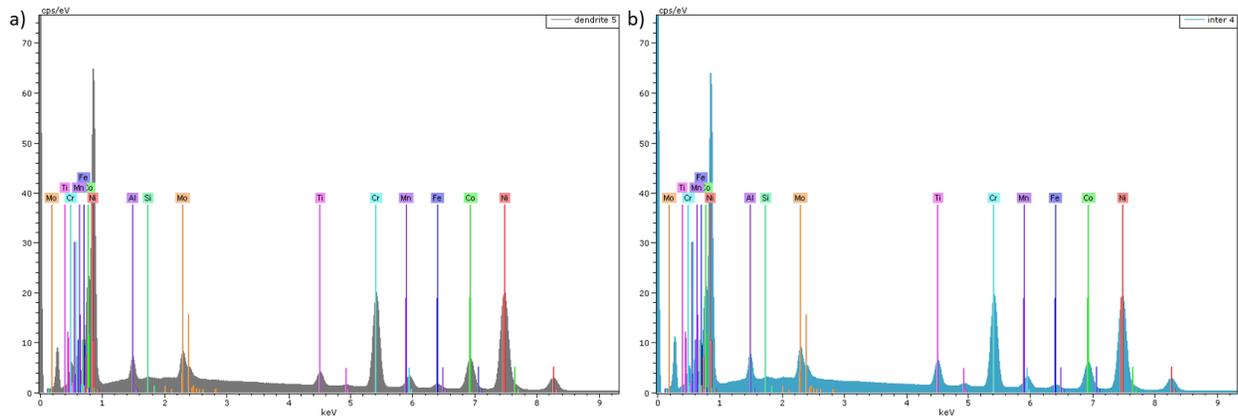


Figure A7.4. Spectres EDS du Waspaloy CMT après un revenu de 16 h à 845 °C dans : (a) les CD et (b) les ID.

Tableau A7.5. Composition chimique (% massique) des CD et ID dans un mur de Waspaloy CMT après un revenu de 16 h à 900 °C.

	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	Si	Mn
CD (5 mesures)	57,80 ± 0,12	18,88 ± 0,11	14,63 ± 0,08	3,66 ± 0,06	2,05 ± 0,05	1,38 ± 0,08	1,46 ± 0,01	0,075 ± 0,030	0,056 ± 0,010
ID (4 mesures)	58,07 ± 0,24	18,27 ± 0,28	13,89 ± 0,28	3,89 ± 0,20	2,86 ± 0,33	1,51 ± 0,13	1,37 ± 0,03	0,092 ± 0,045	0,032 ± 0,019

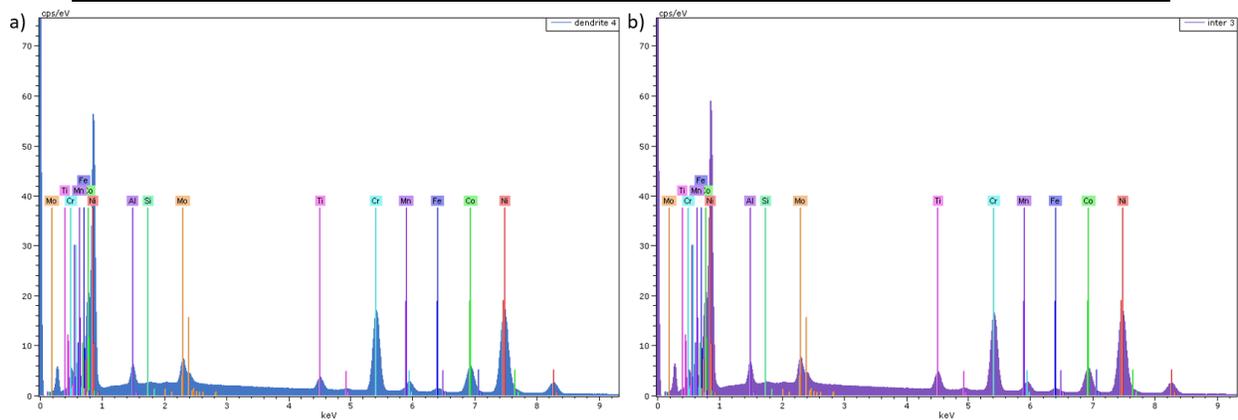


Figure A7.5. Spectres EDS du Waspaloy CMT après un revenu de 16 h à 900 °C dans : (a) les CD et (b) les ID.

Annexe 8 : Compositions chimiques des phases présentes dans les espaces interdendritiques à l'équilibre thermodynamique

Sur la version 2023a du logiciel Thermo-Calc® et avec la base de données TCNI10.

A partir de la composition chimique mesurée par EDS-MEB dans les espaces interdendritiques (ID) à l'état post-fabrication :

Tableau A8.1. Fractions volumiques et compositions chimiques (% atomique) en fonction de la température des phases présentes dans les ID à l'équilibre thermodynamique, à partir de la composition mesurée par EDS-MEB dans les ID à l'état post-fabrication.

Phase	Température (°C)	Fraction volumique (%)	Composition chimique (% atomique)								
			Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	Si	Mn
γ	700	62,44	52,23	26,09	16,94	1,66	0,51	0,49	1,84	0,18	0,06
	760	66,15	51,73	26,07	16,49	2,24	0,73	0,72	1,78	0,18	0,06
	845	73,84	50,97	25,92	15,72	3,15	1,13	1,24	1,66	0,16	0,05
	900	77,86	51,55	25,02	15,23	3,17	1,57	1,68	1,57	0,16	0,05
γ'	700	29,85	70,54	0,83	4,39	0,02	15,66	8,35	0,21	~0	~0
	760	26,63	70,31	0,93	4,56	0,04	15,43	8,55	0,18	~0	~0
	845	19,82	69,92	1,09	4,81	0,07	15,05	8,88	0,18	~0	~0
	900	14,14	69,66	1,25	4,95	0,09	14,77	9,09	0,19	~0	~0
σ	700	7,71	23,02	43,12	12,66	20,10	~0	~0	-	~0	~0
	760	5,34	22,77	43,29	12,81	19,92	~0	~0	0,48	~0	~0
	845	0,77	22,33	43,77	12,99	19,56	~0	~0	0,52	~0	~0
	900	0	-	-	-	-	-	-	0,53	-	-
η	700	0	-	-	-	-	-	-	1,10	-	-
	760	1,88	71,54	0,59	0,59	0,08	22,51	1,82	1,21	~0	~0
	845	5,57	71,01	0,62	0,62	0,12	22,20	2,12	1,35	~0	~0
	900	8,00	70,73	0,67	0,67	0,13	21,97	2,31	-	~0	~0

A partir de la composition chimique des ID calculée par Scheil avec l'hypothèse des derniers 25 % de liquide :

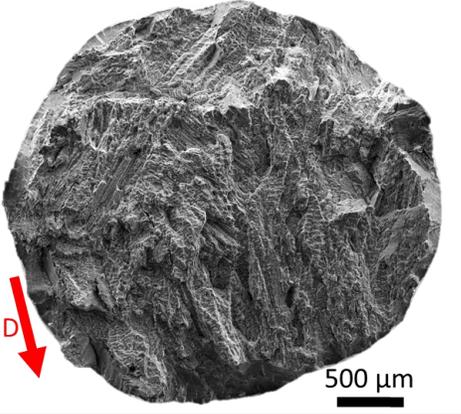
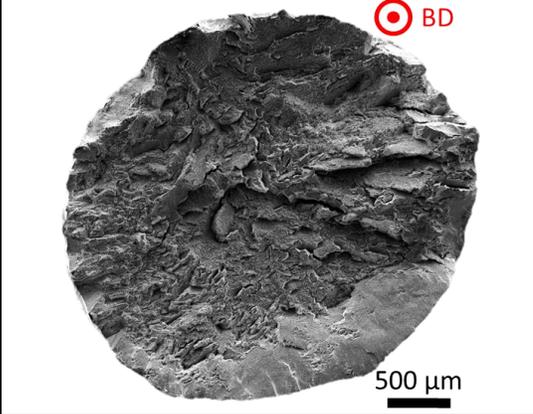
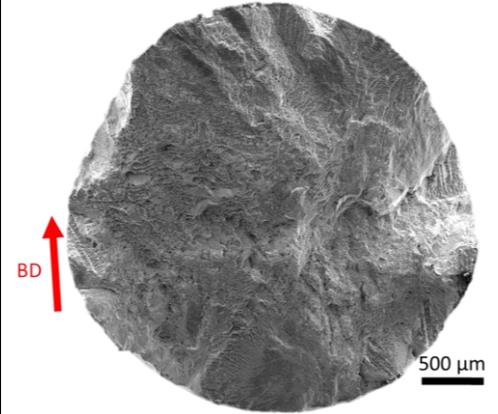
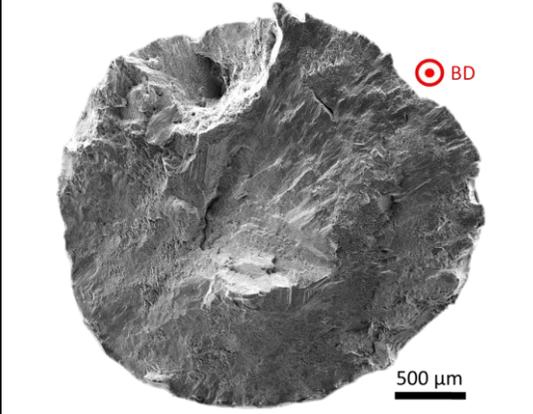
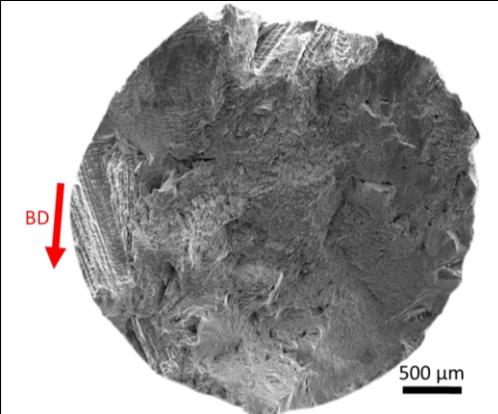
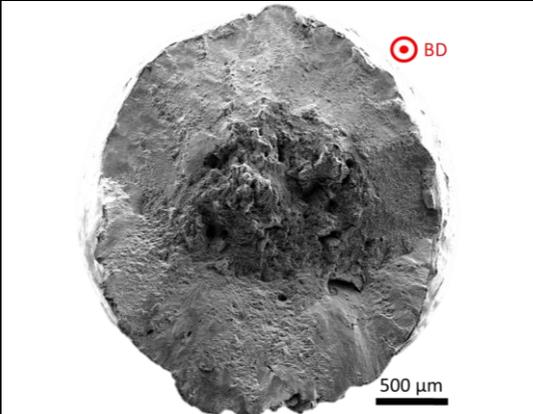
Tableau A8.2. Fractions volumiques et compositions chimiques (% atomique) en fonction de la température des phases présentes dans les ID à l'équilibre thermodynamique, à partir du calcul de Scheil et de l'hypothèse des derniers 25 % de liquide.

Phase	Température (°C)	Fraction volumique (%)	Composition chimique (% atomique)									
			Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Fe	Si	Mn	C
γ	700	44,71	52,50	25,54	17,06	1,74	0,54	0,49	1,83	0,22	0,08	~0
	760	47,28	52,15	25,49	16,46	2,36	0,76	0,75	1,75	0,20	0,08	~0
	845	52,74	51,55	25,31	15,54	3,35	1,16	1,24	1,60	0,18	0,07	~0
	900	58,05	51,12	25,08	14,85	4,02	1,50	1,71	1,50	0,16	0,06	~0
γ'	700	21,61	70,51	0,81	4,43	0,02	15,67	8,33	0,21	~0	~0	~0
	760	18,73	70,32	0,92	4,57	0,04	15,42	8,55	0,18	~0	~0	~0
	845	13,09	69,99	1,08	4,76	0,08	15,04	8,88	0,17	~0	~0	~0
	900	7,89	69,72	1,22	4,87	0,11	14,79	9,11	0,18	~0	~0	~0
σ	700	9,94	23,78	41,65	11,80	21,72	~0	~0	1,05	~0	~0	0
	760	8,36	23,40	41,95	12,08	21,40	~0	~0	1,17	~0	~0	0
	845	5,10	22,90	42,51	12,34	20,95	~0	~0	1,30	~0	~0	0
	900	2,34	22,59	42,87	12,40	20,76	~0	~0	1,38	~0	~0	0
η	700	18,37	71,92	0,58	2,69	0,05	22,71	1,61	0,44	~0	0	0
	760	20,29	71,57	0,85	2,98	0,08	22,50	1,82	0,47	~0	0	0
	845	23,68	71,09	0,61	3,38	0,13	22,18	2,10	0,51	~0	0	0
	900	26,77	70,74	0,67	3,61	0,16	21,96	2,33	0,53	~0	0	0
M ₂₃ C ₆	700	5,37	1,91	66,92	0,71	9,61	0	0	0,17	0	~0	20,68
	760	5,34	2,26	66,48	0,84	9,52	0	0	0,19	0	~0	20,71
	845	5,29	2,70	66,01	1,01	9,36	0	0	0,22	0	~0	20,70
	900	5,25	2,92	65,82	1,11	9,24	0	0	0,22	0	~0	20,69

Annexe 9 : Fractographie du Waspaloy CMT R1+R2 testé en traction à 20, 700 et 750 °C

Tous les faciès de rupture du Waspaloy CMT après R1+R2 testé en traction sont présentés ici.

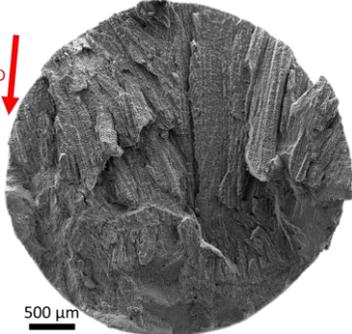
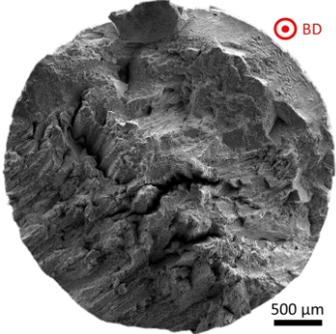
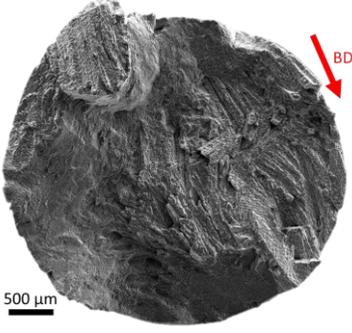
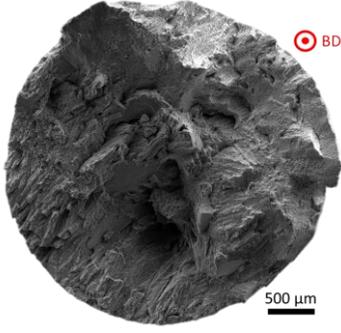
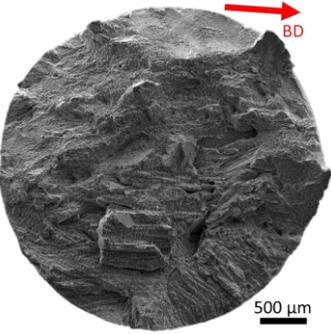
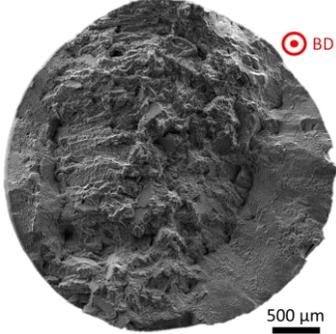
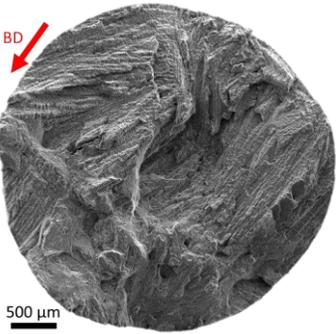
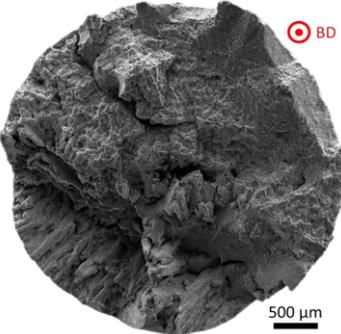
Tableau A9. Synthèse graphique des faciès de rupture du Waspaloy CMT R1+R2 observés au MEB après essai de traction, en fonction de la température d'essai et de la direction de prélèvement.

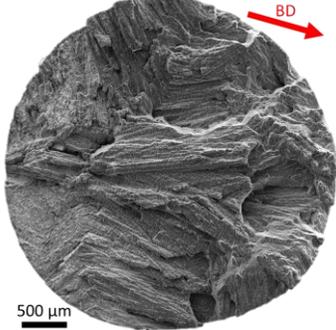
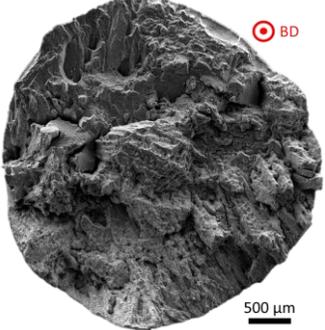
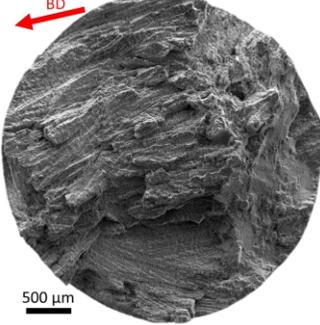
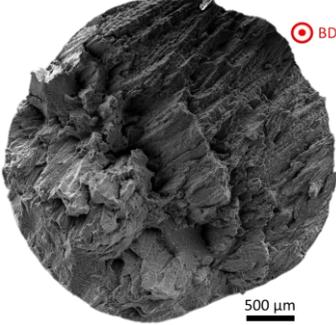
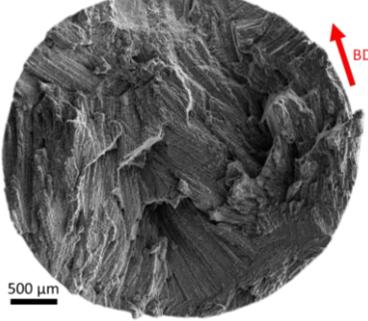
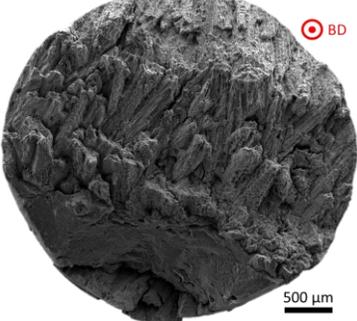
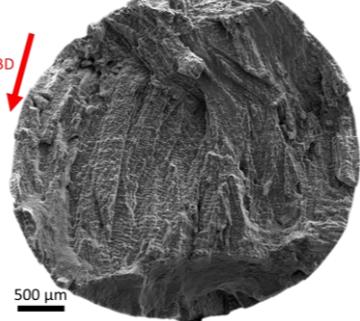
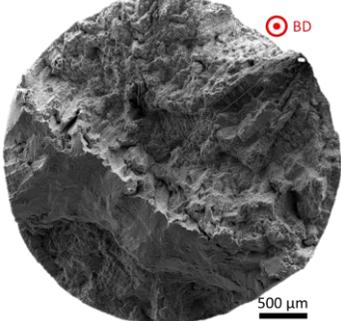
Température d'essai	Eprouvette horizontale	Eprouvette verticale
20 °C		
700 °C		
750 °C		

Annexe 10 : Fractographie du Waspaloy CMT R1+R2 testé en fluage de 700 à 850 °C

Tous les faciès de rupture du Waspaloy CMT après R1+R2 testé en fluage sont présentés ici.

Tableau A10. Synthèse graphique des faciès de rupture du Waspaloy CMT R1+R2 observés au MEB après essai de fluage, en fonction des conditions d'essai (température et contrainte) et de la direction de prélèvement.

Conditions d'essai	Eprouvette horizontale	Eprouvette verticale
700 °C 500 MPa		
700 °C 600 MPa		
700 °C 650 MPa		
750 °C 400 MPa		

<p>800 °C 250 MPa</p>		
<p>800 °C 300 MPa</p>		
<p>850 °C 210 MPa</p>		
<p>850 °C 260 MPa</p>		

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] Nations Unies, « L'Accord de Paris ». Consulté le: 17 août 2023. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.un.org/fr/climatechange/paris-agreement>
- [2] Rolls-Royce, « Rolls-Royce celebrates 50th anniversary of Power-by-the-Hour ». Consulté le: 16 août 2023. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.rolls-royce.com/media/press-releases-archive/yr-2012/121030-the-hour.aspx>
- [3] Safran Group, « Safran signs a maintenance agreement with Air France Industries KLM E&M ». Consulté le: 16 août 2023. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.safran-group.com/news/safran-signs-maintenance-agreement-air-france-industries-klm-em-2023-07-05>
- [4] F. Pedraza et S. Utada, « Refurbishment », in *Nickel Base Single Crystals Across Length Scales*, G. Cailletaud, J. Cormier, G. Eggeler, V. Maurel, et L. Nazé, Éd., Elsevier, 2022, p. 259-281.
- [5] C. Y. Su, C. P. Chou, B. C. Wu, et W. C. Lih, « Plasma transferred arc repair welding of the nickel-base superalloy IN-738LC », *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 6, p. 619-627, 1997, doi: <https://doi.org/10.1007/s11665-997-0055-7>.
- [6] J. Liburdi, P. Lowden, et C. Pilcher, « Automated Welding of Turbine Blades », Toronto, Ontario, Canada: ASME, 1989. doi: <https://doi.org/10.1115/89-GT-307>.
- [7] J. Liburdi, P. Lowden, et C. Pilcher, « Automated Welding of Turbine Blades », *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*, vol. 112, n° 4, p. 550-554, 1990, doi: <https://doi.org/10.1115/1.2906203>.
- [8] M. B. Henderson, D. Arrell, R. Larsson, M. Heobel, et G. Marchant, « Nickel based superalloy welding practices for industrial gas turbine applications », *Science and Technology of Welding and Joining*, vol. 9, n° 1, p. 13-21, 2004, doi: <https://doi.org/10.1179/136217104225017099>.
- [9] A. Gregori et D. Bertaso, « Welding and Deposition of Nickel Superalloys 718, Waspaloy and Single Crystal Alloy CMSX-10 », *Welding in the World*, vol. 51, n° 11, p. 34-47, 2007, doi: [10.1007/BF03266607](https://doi.org/10.1007/BF03266607).
- [10] O. A. Ojo et N. L. Richards, « Heat-affected zone cracking in welded nickel superalloys », in *Welding and Joining of Aerospace Materials*, Elsevier, 2012, p. 142-177.
- [11] R. J. Lancaster, S. J. Davies, S. P. Jeffs, D. T. S. Lewis, et M. P. Coleman, « The effects of thermal exposure on the high temperature behaviour of a Laser Powder Bed Fused nickel based superalloy C263 », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 801, p. 140409, 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140409>.
- [12] O. Adegoke, J. Andersson, H. Brodin, et R. Pederson, « Review of Laser Powder Bed Fusion of Gamma-Prime-Strengthened Nickel-Based Superalloys », *Metals*, vol. 10, n° 8, p. 996, 2020, doi: [10.3390/met10080996](https://doi.org/10.3390/met10080996).
- [13] M. P. Haines, V. V. Rielli, S. Primig, et N. Haghdadi, « Powder bed fusion additive manufacturing of Ni-based superalloys: a review of the main microstructural constituents and characterization

techniques », *Journal of Materials Science*, vol. 57, n° 30, p. 14135-14187, 2022, doi: 10.1007/s10853-022-07501-4.

- [14] L. N. Carter, M. M. Attallah, et R. C. Reed, « Laser Powder Bed Fabrication of Nickel-Base Superalloys: Influence of Parameters; Characterisation, Quantification and Mitigation of Cracking », Seven Springs, Pennsylvania, USA, 2012, p. 577-586. doi: <https://doi.org/10.1002/9781118516430.ch64>.
- [15] A. Segerstark, J. Andersson, L.-E. Svensson, et O. Ojo, « Microstructural characterization of laser metal powder deposited Alloy 718 », *Materials Characterization*, vol. 142, p. 550-559, 2018, doi: 10.1016/j.matchar.2018.06.020.
- [16] S. Huang *et al.*, « Residual stress and microstructure in IN718-René41 graded superalloy fabricated by laser blown directed energy deposition », *Frontiers in Metals and Alloys*, vol. 1, 2022, doi: 10.3389/ftmal.2022.1070562.
- [17] C. Kumara *et al.*, « Microstructure modelling of laser metal powder directed energy deposition of alloy 718 », *Additive Manufacturing*, vol. 25, p. 357-364, 2019, doi: 10.1016/j.addma.2018.11.024.
- [18] Y. Tian *et al.*, « Rationalization of Microstructure Heterogeneity in INCONEL 718 Builds Made by the Direct Laser Additive Manufacturing Process », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 45, n° 10, p. 4470-4483, 2014, doi: 10.1007/s11661-014-2370-6.
- [19] O. T. Ola et F. E. Doern, « A study of cold metal transfer clads in nickel-base INCONEL 718 superalloy », *Materials & Design*, vol. 57, p. 51-59, 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2013.12.060.
- [20] A. Benoit, S. Jobez, P. Paillard, V. Klosek, et T. Baudin, « Study of Inconel 718 weldability using MIG CMT process », *Science and Technology of Welding and Joining*, vol. 16, n° 6, p. 477-482, 2011, doi: 10.1179/1362171811Y.0000000031.
- [21] D. Iordachescu et L. Quintino, « Steps toward a new classification of metal transfer in gas metal arc welding », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 202, n° 1-3, p. 391-397, 2008, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2007.08.081.
- [22] P. A. Colegrove *et al.*, « Welding process impact on residual stress and distortion », *Science and Technology of Welding and Joining*, vol. 14, n° 8, p. 717-725, 2009, doi: <https://doi.org/10.1179/136217109X406938>.
- [23] M. Qian, « An investigation of the repair weldability of Waspaloy and alloy 718 », The Ohio State University, 2001. [En ligne]. Disponible sur: https://www.researchgate.net/publication/234407580_An_investigation_of_the_repair_weldability_of_Waspaloy_and_alloy_718
- [24] M. Qian et J. C. Lippold, « The Effect of Multiple Postweld Heat Treatment Cycles on the Weldability of Waspaloy® », *Welding Research Supplement*, vol. 11, p. 233s-238s, 2002.
- [25] J. N. DuPont, J. C. Lippold, et S. D. Kiser, *Welding Metallurgy and Weldability of Nickel-base Alloys*. Wiley, 2009.
- [26] R. C. Reed, *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press, 2006.

- [27] R. Schafrik et R. Sprague, « Saga of Gas Turbine Materials, Part III », *Advanced Materials and Processes*, vol. 162, n° 5, p. 29-33, 2004.
- [28] M. Revaud, « Optimisation métallurgique du superalliage à base de Nickel 718Plus », PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Paris, 2013. [En ligne]. Disponible sur: <https://pastel.archives-ouvertes.fr/file/index/docid/957905/filename/2013ENMP0048.pdf>
- [29] F. R. N. Nabarro et H. L. de Villiers, *The Physics of Creep: Creep and Creep-resistant Alloys*, 1^{re} éd. Taylor&Francis, 1995.
- [30] P. Beardmore, R. G. Davies, et T. L. Johnston, « On The Temperature Dependence of the Flow Stress of Nickel-Base Alloys », *Transactions of The Metallurgical Society of AIME*, vol. 245, p. 1537-1545, 1969.
- [31] T. Murakumo, T. Kobayashi, Y. Koizumi, et H. Harada, « Creep behaviour of Ni-base single-crystal superalloys with various γ' volume fraction », *Acta Materialia*, vol. 52, n° 12, p. 3737-3744, 2004, doi: 10.1016/j.actamat.2004.04.028.
- [32] T. M. Pollock et S. Tin, « Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties », *Journal of Propulsion and Power*, vol. 22, n° 2, p. 361-374, 2006, doi: 10.2514/1.18239.
- [33] C. T. Sims, N. S. Stoloff, et W. C. Hagel, *Superalloys II : High temperature materials for aerospace and industrial power*. New-York: Wiley-Interscience, 1987.
- [34] H. J. Stone, T. M. Holden, et R. C. Reed, « On the generation of microstrains during the plastic deformation of Waspaloy », *Acta Materialia*, vol. 47, n° 17, p. 4435-4448, 1999, doi: [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(99\)00314-6](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00314-6).
- [35] K. Tomihisa, Y. Kaneno, et T. Takasugi, « Phase relation and microstructure in Ni3Al–Ni3Ti–Ni3Nb pseudo-ternary alloy system », *Intermetallics*, vol. 10, n° 3, p. 247-254, 2002, doi: [https://doi.org/10.1016/S0966-9795\(01\)00131-5](https://doi.org/10.1016/S0966-9795(01)00131-5).
- [36] G. K. Bouse, « Eta (η) and Platelet Phases in Investment Cast Superalloys », *Superalloys*, p. 163-172, 1996.
- [37] T. Wang, C. Wang, W. Sun, X. Qin, J. Guo, et L. Zhou, « Microstructure evolution and mechanical properties of GH984G alloy with different Ti/Al ratios during long-term thermal exposure », *Materials & Design (1980-2015)*, vol. 62, p. 225-232, 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2014.05.020.
- [38] M. J. Wong, P. G. Sanders, J. P. Shingledecker, et C. L. White, « Design of an Eta-Phase Precipitation-Hardenable Nickel-Based Alloy with the Potential for Improved Creep Strength Above 1023 K (750 °C) », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 46, n° 7, p. 2947-2955, 2015, doi: 10.1007/s11661-015-2898-0.
- [39] X. Lin et T. M. Yue, « Phase formation and microstructure evolution in laser rapid forming of graded SS316L/Rene88DT alloy », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 402, n° 1-2, p. 294-306, 2005, doi: 10.1016/j.msea.2005.05.024.
- [40] J. R. Mihalisin et R. F. Decker, « Phase Transformations in Nickel-Rich Nickel-Titanium-Aluminium Alloys », *Transactions of The Metallurgical Society of AIME*, vol. 218, p. 507-515, 1960.

- [41] B. H. Kear, J. M. Oblak, et A. F. Giamei, « Stacking faults in gamma prime Ni₃(Al,Ti) precipitation hardened nickel-base alloys », *Metallurgical Transactions*, vol. 1, n° 9, p. 2477-2486, 1970, doi: https://ui.adsabs.harvard.edu/link_gateway/1970MT.....1.2477K/doi:10.1007/BF03038373.
- [42] F. Long *et al.*, « Phase transformation of η and σ phases in an experimental nickel-based superalloy », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 478, n° 1-2, p. 181-187, 2009, doi: 10.1016/j.jallcom.2008.11.121.
- [43] F. Long *et al.*, « Formation of η and σ phase in three polycrystalline superalloys and their impact on tensile properties », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, n° 1-2, p. 361-369, 2009, doi: 10.1016/j.msea.2009.09.016.
- [44] M. Seifollahi, S. H. Razavi, Sh. Kheirandish, et S. M. Abbasi, « The Role of η Phase on the Strength of A286 Superalloy with Different Ti/Al Ratios », *Physics of Metals and Metallography*, vol. 121, n° 3, p. 284-290, 2020, doi: 10.1134/S0031918X20030059.
- [45] P. De Tiedra, Ó. Martín, et M. San-Juan, « Potentiodynamic study of the influence of gamma prime and eta phases on pitting corrosion of A286 superalloy », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 673, p. 231-236, 2016, doi: 10.1016/j.jallcom.2016.02.261.
- [46] Y. Xu, C. Yang, X. Xiao, X. Cao, G. Jia, et Z. Shen, « Evolution of microstructure and mechanical properties of Ti modified superalloy Nimonic 80A », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 530, p. 315-326, 2011, doi: 10.1016/j.msea.2011.09.091.
- [47] Y. Xu *et al.*, « Relationship between Ti/Al ratio and stress-rupture properties in nickel-based superalloy », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 544, p. 48-53, 2012, doi: 10.1016/j.msea.2012.03.006.
- [48] N. D. Evans, P. J. Maziasz, R. W. Swindeman, et G. D. Smith, « Microstructure and phase stability in INCONEL alloy 740 during creep », *Scripta Materialia*, vol. 51, n° 6, p. 503-507, 2004, doi: 10.1016/j.scriptamat.2004.05.047.
- [49] C. Y. Cui, Y. F. Gu, D. H. Ping, H. Harada, et T. Fukuda, « The evolution of η phase in Ni-Co base superalloys », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 485, n° 1-2, p. 651-656, 2008, doi: 10.1016/j.msea.2007.08.047.
- [50] M. J. Cieslak, T. J. Headley, A. D. Romig, et T. Kollie, « A melting and solidification study of alloy 625 », *Metallurgical Transactions A*, vol. 19, n° 9, p. 2319-2331, 1988, doi: 10.1007/BF02645056.
- [51] H. E. Collins, « Relative Stability of Carbide and Intermetallic Phases in Nickel-Base Superalloys », in *International Symposium on Structural Stability in Superalloys (1968)*, TMS, 1968, p. 171-198. doi: 10.7449/1968/Superalloys_1968_171_198.
- [52] M. Pessah-Simonetti, « Effets des instabilités structurales sur les propriétés mécaniques du superalliage monocristallin MC2 », PhD Thesis, Université de Paris-Sud, Orsay, 1994.
- [53] T. Sourmail, « Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels », *Materials Science and Technology*, vol. 17, n° 1, p. 1-14, 2001, doi: <https://doi.org/10.1179/026708301101508972>.

- [54] ASM Handbook Committee, *Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*, vol. 2. ASM International, 1990. [En ligne]. Disponible sur: <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v02.9781627081627>
- [55] R. C. Reed, *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press, 2008.
- [56] G. Lvov, V. I. Levit, et M. J. Kaufman, « Mechanism of Primary MC Carbide Decomposition in Ni-Base Superalloys », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 35, p. 1669-1679, 2004, doi: <https://doi.org/10.1007/s11661-004-0076-x>.
- [57] X. Z. Qin, J. T. Guo, C. Yuan, J. S. Hou, et H. Q. Ye, « Degeneration of Primary MC Carbide in a Cast Ni-Base Superalloy », *Materials Science Forum*, vol. 546-549, p. 1301-1304, 2007, doi: [10.4028/www.scientific.net/MSF.546-549.1301](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.546-549.1301).
- [58] B. G. Choi, I. S. Kim, D. H. Kim, S. M. Seo, et C. Y. Jo, « Eta phase formation during thermal exposure and its effect on mechanical properties in Ni-base superalloy GTD 111 », in *Superalloys*, 2004, p. 163-171.
- [59] X. Chen, Z. Yao, J. Dong, H. Shen, et Y. Wang, « The effect of stress on primary MC carbides degeneration of Waspaloy during long term thermal exposure », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 735, p. 928-937, 2018, doi: [10.1016/j.jallcom.2017.11.166](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.11.166).
- [60] J. Wang, L. Zhou, X. Qin, L. Sheng, J. Hou, et J. Guo, « Primary MC decomposition and its effects on the rupture behaviors in hot-corrosion resistant Ni-based superalloy K444 », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 553, p. 14-21, 2012, doi: [10.1016/j.msea.2012.05.077](https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.05.077).
- [61] C. M. F. Rae et R. C. Reed, « The precipitation of topologically close-packed phases in rhenium-containing superalloys », *Acta Materialia*, vol. 49, n° 19, p. 4113-4125, 2001, doi: [10.1016/S1359-6454\(01\)00265-8](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00265-8).
- [62] M. Simonetti et P. Caron, « Role and behaviour of μ phase during deformation of a nickel-based single crystal superalloy », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 254, n° 1-2, p. 1-12, 1998.
- [63] A. Laurence, « Impact du sur-vieillissement métallurgique sur le comportement et la durabilité du nouveau superalliage pour disque de turbine René 65 », PhD Thesis, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Poitiers, 2016. [En ligne]. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01371652/document>
- [64] M. Pessah-Simonetti, P. Donnadieu, et P. Caron, « T. C. P. phase particles embedded in a superalloy matrix: Interpretation and prediction of the orientation relationships », *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 30, n° 12, Art. n° 12, 1994, doi: [https://doi.org/10.1016/0956-716X\(94\)90307-7](https://doi.org/10.1016/0956-716X(94)90307-7).
- [65] K. Zhao, M. YH, et H. ZQ, « μ phase in a nickel base directionally solidified alloy », *Materials transactions*, vol. 46, n° 1, p. 54-58, 2005.
- [66] A. K. Sinha, « Topologically close-packed structures of transition metal alloys », *Progress in Materials Science*, vol. 15, n° 2, p. 81-185, 1972, doi: [https://doi.org/10.1016/0079-6425\(72\)90002-3](https://doi.org/10.1016/0079-6425(72)90002-3).
- [67] R. Darolia, D. F. Lahrman, et R. D. Field, « Formation of Topologically Closed Packed Phases in Nickel Base Single Crystal Superalloys », *Superalloys*, p. 255-264, 1988.

- [68] J. S. Ogborn, D. L. Olson, et M. J. Cieslak, « Influence of solidification on the microstructural evolution of nickel base weld metal », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 203, n° 1-2, p. 134-139, 1995.
- [69] A. S. Wilson, K. A. Christofidou, A. Evans, M. C. Hardy, et H. J. Stone, « Comparison of Methods for Quantification of Topologically Close-Packed Phases in Ni-Based Superalloys », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 50, n° 12, p. 5925-5934, 2019, doi: 10.1007/s11661-019-05442-3.
- [70] K. Matuszewski *et al.*, « Effect of ruthenium on the precipitation of topologically close packed phases in Ni-based superalloys of 3rd and 4th generation », *Acta Materialia*, vol. 95, p. 274-283, 2015, doi: 10.1016/j.actamat.2015.05.033.
- [71] M. C. Hardy *et al.*, « Solving Recent Challenges for Wrought Ni-Base Superalloys », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 51, n° 6, p. 2626-2650, 2020, doi: 10.1007/s11661-020-05773-6.
- [72] T. M. Pollock et S. Tin, « Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure, and Properties », *Journal of Propulsion and Power*, vol. 22, n° 2, p. 361-374, 2006, doi: <https://doi.org/10.2514/1.18239>.
- [73] J. R. Davis, *ASM Specialty Handbook: Heat-Resistant Materials*. ASM International, 1997.
- [74] M. P. Jackson et R. C. Reed, « Heat treatment of UDIMET 720Li: the effect of microstructure on properties », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 259, n° 1, p. 85-97, 1999, doi: [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(98\)00867-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)00867-3).
- [75] J. Mao, K.-M. Chang, W. Yang, D. U. Furrer, K. Ray, et S. P. Vaze, « Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy Rene88DT », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 332, n° 1-2, Art. n° 1-2, juill. 2002, doi: 10.1016/S0921-5093(01)01758-0.
- [76] R. Radis, M. Schaffer, M. Albu, G. Kothleitner, P. Poelt, et E. Kozeschnik, « Evolution of Size and Morphology of γ' Precipitates in UDIMET 720 Li during Continuous Cooling », présenté à Superalloys 2008, TMS, 2008, p. 829-836. doi: 10.7449/2008/Superalloys_2008_829_836.
- [77] R. D. Vengrenovitch, « On the ostwald ripening theory », *Acta Metallurgica*, vol. 30, n° 6, p. 1079-1086, 1982, doi: [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(82\)90004-9](https://doi.org/10.1016/0001-6160(82)90004-9).
- [78] H. A. Calderon, P. W. Voorhees, J. L. Murray, et G. Kostorz, « Ostwald ripening in concentrated alloys », *Acta Metallurgica Et Materialia*, vol. 42, n° 3, p. 991-1000, 1994, doi: [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(94\)90293-3](https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)90293-3).
- [79] P. W. Voorhees, « Coarsening in binary solid-liquid mixtures », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 21, p. 27-37, 1990, doi: <https://doi.org/10.1007/BF02656421>.
- [80] J. Santos, N. Calero, L. A. Trujillo-Cayado, M. C. Garcia, et J. Muñoz, « Assessing differences between Ostwald ripening and coalescence by rheology, laser diffraction and multiple light scattering », *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, vol. 159, p. 405-411, 2017, doi: 10.1016/j.colsurfb.2017.08.015.
- [81] A. Baldan, « Review Progress in Ostwald ripening theories and their applications to nickel-base superalloys -Part I: Ostwald ripening theorie », *Journal of Materials Science*, vol. 37, n° 11, p. 2171-2202, 2002, doi: <https://doi.org/10.1023/A:1015388912729>.

- [82] G. W. Greenwood, « The growth of dispersed precipitates in solutions », *Acta Metallurgica*, vol. 4, n° 3, p. 243-248, 1956, doi: [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(56\)90060-8](https://doi.org/10.1016/0001-6160(56)90060-8).
- [83] I. M. Lifshitz et V. V. Slyozov, « The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions », *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 19, n° 1-2, p. 35-50, 1961, doi: [https://doi.org/10.1016/0022-3697\(61\)90054-3](https://doi.org/10.1016/0022-3697(61)90054-3).
- [84] C. Wagner, « Theorie der Alterung von Niederschlägen durch Umlösen (Ostwald-Reifung) », *Zeitschrift für Elektrochemie, Berichte der Bunsengesellschaft für physikalische Chemie*, vol. 65, n° 7-8, p. 581-591, 1961, doi: <https://doi.org/10.1002/bbpc.19610650704>.
- [85] B. Flageolet, P. Villechaise, M. Jouiad, et J. Mendez, « Ageing Characterization of the Power Metallurgy Superalloy N18 », présenté à Superalloys 2004, TMS, 2004, p. 371-379. doi: [10.7449/2004/Superalloys_2004_371_379](https://doi.org/10.7449/2004/Superalloys_2004_371_379).
- [86] A. Laurence *et al.*, « Impact of the solution cooling rate and of thermal aging on the creep properties of the new cast & wrought René 65 Ni-based superalloy », 2014, p. 333-348. doi: <https://doi.org/10.1002/9781119016854.ch27>.
- [87] D. Hadjiapostolidou et B. A. Shollock, « Long Term Coarsening in René 80 Ni-Base Superalloy », TMS, 2008, p. 733-739. doi: [10.7449/2008/Superalloys_2008_733_739](https://doi.org/10.7449/2008/Superalloys_2008_733_739).
- [88] A. Picasso, A. Somoza, et A. Tolley, « Nucleation, growth and coarsening of γ' -precipitates in a Ni–Cr–Al-based commercial superalloy during artificial aging », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 479, n° 1-2, p. 129-133, 2009, doi: [10.1016/j.jallcom.2008.12.068](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.12.068).
- [89] V. S. K. G. Kelekanjeri, L. K. Moss, R. A. Gerhardt, et J. Ilavsky, « Quantification of the coarsening kinetics of γ' precipitates in Waspaloy microstructures with different prior homogenizing treatments », *Acta Materialia*, vol. 57, n° 16, p. 4658-4670, 2009, doi: [10.1016/j.actamat.2009.06.019](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.06.019).
- [90] H. Wang *et al.*, « Matrix-Diffusion-Controlled Coarsening of the γ' Phase in Waspaloy », *Metals and Materials International*, vol. 25, n° 6, p. 1410-1419, 2019, doi: [10.1007/s12540-019-00274-7](https://doi.org/10.1007/s12540-019-00274-7).
- [91] A. Baldan, « Review Progress in Ostwald ripening theories and their applications to nickel-base superalloys -Part II: Nickel-base superalloys », *Journal of Materials Science*, vol. 37, n° 12, p. 2379-2405, 2002, doi: <https://doi.org/10.1023/A:1015408116016>.
- [92] A. J. Ardell et R. B. Nicholson, « The coarsening of γ' in Ni-Al alloys », *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 27, n° 11-12, p. 1793-1804, 1966, doi: [https://doi.org/10.1016/0022-3697\(66\)90110-7](https://doi.org/10.1016/0022-3697(66)90110-7).
- [93] A. J. Ardell, « The growth of gamma prime precipitates in aged Ni-Ti alloys », *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 1, n° 2, p. 525-534, 1970.
- [94] G. Muralidharan et H. Chen, « Coarsening kinetics of coherent γ' precipitates in ternary Ni-based alloys: the Ni–Al–Si system », *Science and Technology of Advanced Materials*, vol. 1, n° 1, p. 51-62, 2000, doi: [10.1016/S1468-6996\(00\)00005-X](https://doi.org/10.1016/S1468-6996(00)00005-X).

- [95] H. B. Motejadded, M. Soltanieh, et S. Rastegari, « Coarsening Kinetics of γ' Precipitates in Dendritic Regions of a Ni3Al Base Alloy », *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 28, n° 3, p. 221-228, 2012, doi: [https://doi.org/10.1016/S1005-0302\(12\)60045-0](https://doi.org/10.1016/S1005-0302(12)60045-0).
- [96] H. T. Kim, S. S. Chun, X. X. Yao, Y. Fang, et J. Choi, « Gamma prime (γ') precipitating and ageing behaviours in two newly developed nickel-base superalloys », *Journal of Materials Science*, vol. 32, n° 18, p. 4917-4923, 1997, doi: <https://doi.org/10.1023/A:1018672107071>.
- [97] B. Flageolet, P. Villechaise, M. Jouiad, et J. Mendez, « Ageing Characterization of the Power Metallurgy Superalloy N18 », TMS, 2004, p. 371-379. doi: 10.7449/2004/Superalloys_2004_371_379.
- [98] A. E. Wessman, A. Laurence, J. Cormier, P. Villechaise, T. Billot, et J.-M. Franchet, « Thermal Stability of Cast and Wrought Alloy Rene 65 », Seven Springs, PA, USA: The Minerals, Metals & Materials Society, 2016, p. 793-800. doi: 10.7449/Superalloys/2016/Superalloys_2016_793_800.
- [99] G. Burlot, J. Cormier, D. Eyidi, E. Cadel, et P. Villechaise, « Precipitate-free zones formation at grain boundaries in γ/γ' Ni-based superalloys », *Journal of Materials Science*, 2024, doi: <https://doi.org/10.1007/s10853-024-09777-0>.
- [100] F. Masoumi, M. Jahazi, D. Shahriari, et J. Cormier, « Coarsening and dissolution of γ' precipitates during solution treatment of AD730™ Ni-based superalloy: Mechanisms and kinetics models », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 658, p. 981-995, 2016, doi: 10.1016/j.jallcom.2015.11.002.
- [101] Z. Mao, C. K. Sudbrack, K. E. Yoon, G. Martin, et D. N. Seidman, « The mechanism of morphogenesis in a phase-separating concentrated multicomponent alloy », *Nature Materials*, vol. 6, n° 3, p. 210-216, 2007, doi: 10.1038/nmat1845.
- [102] R. Eriş, M. V. Akdeniz, et A. O. Mekhrabov, « Unveiling the effect of Hf-(Mo,W) addition on the coarsening, agglomeration, and dissolution behaviour of γ' -Ni3Al precipitates in model Ni-based superalloys », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 936, p. 167869, 2023, doi: 10.1016/j.jallcom.2022.167869.
- [103] R. H. Thielemann, « High Temperature Nickel Base Alloy », US patent 2948606A, 9 août 1960 [En ligne]. Disponible sur: <https://patentimages.storage.googleapis.com/9b/f3/3b/fab9730241a31e/US2948606.pdf>
- [104] J.-Y. Guédou, « Les Superalliages base nickel : près d'un siècle de développement de matériaux pour l'aéronautique fonctionnant à haute température », Nacelles. Consulté le: 24 février 2021. [En ligne]. Disponible sur: <http://revues.univ-tlse2.fr/pum/nacelles/index.php?id=958>
- [105] J. Jacobsson, J. Andersson, A. Brederholm, et H. Hänninen, « Weldability of Ni-Based Superalloys Waspaloy® and Haynes® 282® - A Study Performed with Vastrestraint Testing », *Res. Rev. J Mat. Sci*, vol. 04, n° 04, 2016, doi: 10.4172/2321-6212.1000152.
- [106] Special Metals, « Waspaloy », SMC-011, 2004. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.specialmetals.com/assets/smc/documents/alloys/other/waspaloy.pdf>
- [107] S. Utada, R. Sasaki, Roger. C. Reed, et Yuanbo. T. Tang, « Overheating of Waspaloy: Effect of cooling rate on flow stress behavior », *Materials & Design*, vol. 221, p. 110911, 2022, doi: 10.1016/j.matdes.2022.110911.

- [108] G. Liu, L. Kong, X. Xiao, et S. Biroasca, « Microstructure evolution and phase transformation in a nickel-based superalloy with varying Ti/Al ratios: Part 1 - Microstructure evolution », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 831, p. 142228, 2022, doi: 10.1016/j.msea.2021.142228.
- [109] F. Hanning, A. K. Khan, O. Ojo, et J. Andersson, « Effect of Short-Term Isothermal Exposure on the Ductility Signature of Waspaloy in the Temperature Range of 750–950 °C: A Comparison with Haynes® 282® », Pittsburgh, PA, USA: TMS, 2023, p. 197-210. doi: https://doi.org/10.1007/978-3-031-27447-3_13.
- [110] B. A. Lerch, N. Jayaraman, et S. D. Antolovich, « A Study of Fatigue Damage Mechanisms in Waspaloy from 25 to 800 °C », *Materials Science and Engineering*, vol. 66, n° 2, p. 151-166, 1984, doi: [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(84\)90177-0](https://doi.org/10.1016/0025-5416(84)90177-0).
- [111] Y. Wang, J. Dong, M. Zhang, et Z. Yao, « Stress relaxation behavior and mechanism of AEREX350 and Waspaloy superalloys », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 678, p. 10-22, 2016, doi: 10.1016/j.msea.2016.09.077.
- [112] B. A. Lerch, *Microstructural effects on the room and elevated temperature low cycle fatigue behavior of Waspaloy*. National Aeronautics and Space Administration, 1982. [En ligne]. Disponible sur: <https://core.ac.uk/download/pdf/42856158.pdf>
- [113] L. K. Singhal et J. W. Martin, « The nucleation and growth of widmannstätten m23c6 precipitation in an austenitic stainless steel », *Acta Metallurgica*, vol. 16, n° 9, p. 1159-1165, 1968, doi: [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(68\)90050-3](https://doi.org/10.1016/0001-6160(68)90050-3).
- [114] F. R. Beckitt et B. R. Clark, « The shape and mechanism of formation of M23C6 carbide in austenite », *Acta Metallurgica*, vol. 15, n° 1, p. 113-129, 1967, doi: [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(67\)90159-9](https://doi.org/10.1016/0001-6160(67)90159-9).
- [115] G. P. Sabol et R. Stickler, « Microstructure of Nickel-Based Superalloys », *physica status solidi (a)*, vol. 35, n° 1, p. 11-52, 1969, doi: <https://doi.org/10.1002/pssb.19690350102>.
- [116] C. Dong, Z. Liu, X. Wang, Z. Liu, Z. Chen, et H. Bao, « Formation behavior of long needle-like M23C6 carbides in a nickel-based alloy without γ' phase during long time aging », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 821, p. 153259, 2020, doi: 10.1016/j.jallcom.2019.153259.
- [117] G. Liu, X. Xiao, M. Véron, et S. Biroasca, « The nucleation and growth of η phase in nickel-based superalloy during long-term thermal exposure », *Acta Materialia*, vol. 185, p. 493-506, 2020, doi: 10.1016/j.actamat.2019.12.038.
- [118] G. Liu, L. Kong, X. Xiao, et S. Biroasca, « Microstructure evolution and phase transformation in a nickel-based superalloy with varying Ti/Al ratios: Part 2 – Phase transformation », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 831, p. 142229, 2022, doi: 10.1016/j.msea.2021.142229.
- [119] H. Yao, J. Dong, Z. Gong, J. Zhao, et G. Yang, « Influence of Replacing Molybdenum with Tungsten on the Creep Fracture Property of Waspaloy Nickel-Based Alloy », *Metals*, vol. 12, n° 11, p. 1842, 2022, doi: 10.3390/met12111842.
- [120] J. Andersson, S. Raza, A. Eliasson, et K. B. Surreddi, « Solidification of Alloy 718, ATI 718Plus and Waspaloy », John Wiley & Sons, Inc., 2014, p. 145-156. doi: 10.7449/2014/Superalloys_2014_181_192.

- [121] R. L. Whelchel, R. A. Gerhardt, et K. C. Littrell, « Modeling the Electrical Response of Waspaloy due to the Nucleation, Growth, and Coarsening of γ' », *Materials Science Forum*, vol. 706-709, p. 2406-2411, 2012, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.706-709.2406.
- [122] ISO et ASTM, « ISO/ASTM 52900 : Additive manufacturing - General principles - Terminology », Standard International, 2015.
- [123] F. Martina et S. Williams, « Wire+arc additive manufacturing vs. traditional machining from solid: a cost comparison », Welding Engineering and Laser Processing Centre - Cranfield University, Version 1.0, 2015.
- [124] N. Kwabena Adomako, N. Haghdadi, et S. Primig, « Electron and laser-based additive manufacturing of Ni-based superalloys: A review of heterogeneities in microstructure and mechanical properties », *Materials & Design*, vol. 223, p. 111245, 2022, doi: 10.1016/j.matdes.2022.111245.
- [125] J. Xu, H. Gruber, D. Deng, R. L. Peng, et J. J. Moverare, « Short-term creep behavior of an additive manufactured non-weldable Nickel-base superalloy evaluated by slow strain rate testing », *Acta Materialia*, vol. 179, p. 142-157, 2019, doi: 10.1016/j.actamat.2019.08.034.
- [126] B. Dubiel et J. Sieniawski, « Precipitates in Additively Manufactured Inconel 625 Superalloy », *Materials*, vol. 12, n° 7, p. 1144, 2019, doi: 10.3390/ma12071144.
- [127] D. Bürger, A. B. Parsa, M. Ramsperger, C. Körner, et G. Eggeler, « Creep properties of single crystal Ni-base superalloys (SX): A comparison between conventionally cast and additive manufactured CMSX-4 materials », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 762, p. 138098, 2019, doi: 10.1016/j.msea.2019.138098.
- [128] S. Chandra *et al.*, « Nanometer-scale precipitations in a selective electron beam melted nickel-based superalloy », *Scripta Materialia*, vol. 194, p. 113661, 2021, doi: 10.1016/j.scriptamat.2020.113661.
- [129] H. Y. Wan, Z. J. Zhou, C. P. Li, G. F. Chen, et G. P. Zhang, « Effect of scanning strategy on grain structure and crystallographic texture of Inconel 718 processed by selective laser melting », *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 34, n° 10, p. 1799-1804, 2018, doi: 10.1016/j.jmst.2018.02.002.
- [130] T. Trosch, J. Strößner, R. Völkl, et U. Glatzel, « Microstructure and mechanical properties of selective laser melted Inconel 718 compared to forging and casting », *Materials Letters*, vol. 164, p. 428-431, 2016, doi: 10.1016/j.matlet.2015.10.136.
- [131] K. N. Amato *et al.*, « Microstructures and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by selective laser melting », *Acta Materialia*, vol. 60, n° 5, p. 2229-2239, 2012, doi: 10.1016/j.actamat.2011.12.032.
- [132] A. Anders, « Tracking down the origin of arc plasma science-II. early continuous discharges », *IEEE Transactions on Plasma Science*, vol. 31, n° 5, p. 1060-1069, 2003, doi: 10.1109/TPS.2003.815477.
- [133] R. Baker, « Method of making decorative articles », US patent 1533300A, 1920

- [134] V. Dhinakaran, J. Ajith, A. Fathima Yasin Fahmidha, T. Jagadeesha, T. Sathish, et B. Stalin, « Wire Arc Additive Manufacturing (WAAM) process of nickel based superalloys – A review », *Materials Today: Proceedings*, vol. 21, p. 920-925, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2019.08.159.
- [135] T. A. Rodrigues, V. Duarte, R. M. Miranda, T. G. Santos, et J. P. Oliveira, « Current Status and Perspectives on Wire and Arc Additive Manufacturing (WAAM) », *Materials*, vol. 12, n° 7, p. 1121, 2019, doi: 10.3390/ma12071121.
- [136] C. G. Pickin et K. Young, « Evaluation of cold metal transfer (CMT) process for welding aluminium alloy », *Science and Technology of Welding and Joining*, vol. 11, n° 5, p. 583-585, 2006, doi: 10.1179/174329306X120886.
- [137] H. Pinto, A. Pyzalla, H. Hackl, et J. Bruckner, « A Comparative Study of Microstructure and Residual Stresses of CMT-, MIG- and Laser-Hybrid Welds », *Materials Science Forum*, vol. 524-525, p. 627-632, 2006, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.524-525.627.
- [138] G. Lorenzin et G. Rutili, « The innovative use of low heat input in welding: experiences on ‘cladding’ and brazing using the CMT process Paper presented at the 4th National Welding Day, Workshop: “Brazing”, Genoa, 25–26 October 2007. », *Welding International*, vol. 23, n° 8, p. 622-632, 2009, doi: 10.1080/09507110802543252.
- [139] C. G. Pickin, S. W. Williams, et M. Lunt, « Characterisation of the cold metal transfer (CMT) process and its application for low dilution cladding », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 211, n° 3, p. 496-502, 2011, doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2010.11.005>.
- [140] I. Planas Meunier Santos Pinto, « Additive Manufacturing of Nickel components using CMT process », Master’s thesis, Técnico Lisboa, 2015. [En ligne]. Disponible sur: <https://fenix.tecnico.ulisboa.pt/downloadFile/844820067124561/Tese%20IP.pdf>
- [141] J. Feng, H. Zhang, et P. He, « The CMT short-circuiting metal transfer process and its use in thin aluminium sheets welding », *Materials & Design*, vol. 30, n° 5, p. 1850-1852, 2009, doi: 10.1016/j.matdes.2008.07.015.
- [142] J. Feng, H. Zhang, et P. He, « The CMT short-circuiting metal transfer process and its use in thin aluminium sheets welding », *Materials & Design*, vol. 30, n° 5, p. 1850-1852, 2009, doi: 10.1016/j.matdes.2008.07.015.
- [143] L. O. Osoba, R. G. Ding, et O. A. Ojo, « Microstructural analysis of laser weld fusion zone in Haynes 282 superalloy », *Materials Characterization*, vol. 65, p. 93-99, 2012, doi: 10.1016/j.matchar.2011.12.009.
- [144] O. T. Ola, O. A. Ojo, et M. C. Chaturvedi, « Laser arc hybrid weld microstructure in nickel based IN738 superalloy », *Materials Science and Technology*, vol. 29, n° 4, p. 426-438, 2013, doi: 10.1179/1743284712Y.0000000129.
- [145] D. Van, G. P. Dinda, J. Park, J. Mazumder, et S. H. Lee, « Enhancing hardness of Inconel 718 deposits using the aging effects of cold metal transfer-based additive manufacturing », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 776, p. 139005, 2020, doi: 10.1016/j.msea.2020.139005.
- [146] Fronius, « Cold Metal Transfer », M,06,0001,EN, 2017. [En ligne]. Disponible sur: <https://pdf.directindustry.com/pdf/fronius/cold-metal-transfer/5983-579090.html>

- [147] B. Cong, J. Ding, et S. Williams, « Effect of arc mode in cold metal transfer process on porosity of additively manufactured Al-6.3%Cu alloy », *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 76, n° 9-12, p. 1593-1606, 2015, doi: 10.1007/s00170-014-6346-x.
- [148] M. Gierth, P. Henckell, Y. Ali, J. Scholl, et J. P. Bergmann, « Wire Arc Additive Manufacturing (WAAM) of Aluminum Alloy AlMg5Mn with Energy-Reduced Gas Metal Arc Welding (GMAW) », *Materials*, vol. 13, n° 12, p. 2671, 2020, doi: 10.3390/ma13122671.
- [149] Fronius, « TPS 320i C », 42,0426,0113,EN, 2021. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.fronius.com/~/downloads/Perfect%20Welding/Operating%20Instructions/42%2C0426%2C0113%2CEN.pdf>
- [150] Fronius, « CMT Cycle Step ». Consulté le: 29 août 2023. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.fronius.com/en/welding-technology/info-centre/magazine/2019/cmt-cycle-step>
- [151] M. Peng *et al.*, « CMT welding-brazing of al/steel dissimilar materials using cycle-step mode », *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 18, p. 1267-1280, 2022, doi: 10.1016/j.jmrt.2022.03.043.
- [152] V. Votruba *et al.*, « Experimental investigation of CMT discontinuous wire arc additive manufacturing of Inconel 625 », *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 122, n° 2, p. 711-727, 2022, doi: 10.1007/s00170-022-09878-7.
- [153] N. Pavan Kumar, S. Arungalai Vendan, et N. Siva Shanmugam, « Investigations on the parametric effects of cold metal transfer process on the microstructural aspects in AA6061 », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 658, p. 255-264, 2016, doi: 10.1016/j.jallcom.2015.10.166.
- [154] J. González, I. Rodríguez, J.-L. Prado-Cerqueira, J. L. Diéguez, et A. Pereira, « Additive manufacturing with GMAW welding and CMT technology », *Procedia Manufacturing*, vol. 13, p. 840-847, 2017, doi: 10.1016/j.promfg.2017.09.189.
- [155] M. Balasubramanian, M. Vineeth Choudary, A. Nagaraja, et K. Om Charan Sai, « Cold metal transfer process – A review », *Materials Today: Proceedings*, vol. 33, p. 543-549, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2020.05.225.
- [156] T. Melfi, « New Code Requirements for Calculating Heat Input », *Welding Journal*, vol. 89, n° 6, p. 61-63, 2010.
- [157] N. E. Imoudu, « The Characteristic of Cold Metal Transfer (CMT) and its application For Cladding », Master's thesis, The Arctic University of Norway, 2017. [En ligne]. Disponible sur: <https://hdl.handle.net/10037/12968>
- [158] P. Henckell, M. Gierth, Y. Ali, J. Reimann, et J. P. Bergmann, « Reduction of Energy Input in Wire Arc Additive Manufacturing (WAAM) with Gas Metal Arc Welding (GMAW) », *Materials*, vol. 13, n° 11, p. 2491, 2020, doi: 10.3390/ma13112491.
- [159] P. M. Dickens, M. S. Pridham, R. C. Cobb, I. Gibson, et G. Dixon, « Rapid Prototyping Using 3-D Welding », Austin (Texas, US), 1992, p. 280-290.
- [160] F. Martina, « Recent developments in large-scale Wire+Arc Additive Manufacturing », ILA Berlin Air Show, 1 juin 2016. [En ligne]. Disponible sur: <https://waammat.com/documents/ila-berlin-2016>

- [161] P. Pant *et al.*, « Mapping of residual stresses in as-built Inconel 718 fabricated by laser powder bed fusion: A neutron diffraction study of build orientation influence on residual stresses », *Additive Manufacturing*, vol. 36, p. 101501, 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101501.
- [162] K. Gruber, R. Dziedzic, B. Kuźnicka, B. Madejski, et M. Malicki, « Impact of high temperature stress relieving on final properties of Inconel 718 processed by laser powder bed fusion », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 813, p. 141111, 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141111>.
- [163] E. M. Fayed, D. Shahriari, M. Saadati, V. Brailovski, M. Jahazi, et M. Medraj, « Influence of Homogenization and Solution Treatments Time on the Microstructure and Hardness of Inconel 718 Fabricated by Laser Powder Bed Fusion Process », *Materials*, vol. 13, n° 11, p. 2574, 2020, doi: 10.3390/ma13112574.
- [164] R. M. Kindermann, M. J. Roy, R. Morana, et P. B. Prangnell, « Process response of Inconel 718 to wire + arc additive manufacturing with cold metal transfer », *Materials & Design*, vol. 195, p. 109031, 2020, doi: 10.1016/j.matdes.2020.109031.
- [165] X. Lu, M. V. Li, et H. Yang, « Comparison of wire-arc and powder-laser additive manufacturing for IN718 superalloy: unified consideration for selecting process parameters based on volumetric energy density », *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 114, n° 5-6, p. 1517-1531, 2021, doi: 10.1007/s00170-021-06990-y.
- [166] B. Wu *et al.*, « A review of the wire arc additive manufacturing of metals: properties, defects and quality improvement », *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 35, p. 127-139, 2018, doi: 10.1016/j.jmapro.2018.08.001.
- [167] J. Xiong, G. Zhang, et W. Zhang, « Forming appearance analysis in multi-layer single-pass GMAW-based additive manufacturing », *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 80, n° 9-12, p. 1767-1776, 2015, doi: 10.1007/s00170-015-7112-4.
- [168] J. Ding *et al.*, « Thermo-mechanical analysis of Wire and Arc Additive Layer Manufacturing process on large multi-layer parts », *Computational Materials Science*, vol. 50, n° 12, p. 3315-3322, 2011, doi: 10.1016/j.commatsci.2011.06.023.
- [169] J. Xiong, Y. Lei, et R. Li, « Finite element analysis and experimental validation of thermal behavior for thin-walled parts in GMAW-based additive manufacturing with various substrate preheating temperatures », *Applied Thermal Engineering*, vol. 126, p. 43-52, 2017, doi: 10.1016/j.applthermaleng.2017.07.168.
- [170] B. Cong, J. Ding, et S. Williams, « Effect of arc mode in cold metal transfer process on porosity of additively manufactured Al-6.3%Cu alloy », *Int J Adv Manuf Technol*, p. 15, 2015.
- [171] L. Gridelet *et al.*, « Proposal of a new risk assessment method for the handling of powders and nanomaterials », *Industrial Health*, vol. 53, n° 1, p. 56-68, 2015, doi: 10.2486/indhealth.2014-0046.
- [172] R. Chen *et al.*, « Exposure, assessment and health hazards of particulate matter in metal additive manufacturing: A review », *Chemosphere*, vol. 259, p. 127452, 2020, doi: 10.1016/j.chemosphere.2020.127452.

- [173] I. Planas Meunier Santos Pinto, « Additive Manufacturing of Nickel components using CMT process », Master of Science, Técnico Lisboa, 2015. [En ligne]. Disponible sur: https://www.google.com/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=&ved=2ahUKEwks5uE-ZHvAhVLz4UKHQULDWAQFjACegQIAxAD&url=https%3A%2F%2Ffenix.tecnico.ulisboa.pt%2FdownloadFile%2F844820067124561%2FTese%2520IP.pdf&usg=AOvVaw3I-fGvaKPh-eK9udiWVb_s
- [174] D. Ding, Z. Pan, D. Cuiuri, et H. Li, « Wire-feed additive manufacturing of metal components: technologies, developments and future interests », *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 81, n° 1-4, p. 465-481, 2015, doi: 10.1007/s00170-015-7077-3.
- [175] R. R. Unocic et J. N. DuPont, « Process efficiency measurements in the laser engineered net shaping process », *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 35, n° 1, p. 143-152, 2004, doi: 10.1007/s11663-004-0104-7.
- [176] H. Schultz, *Electron Beam Welding*, 1^{re} éd. Woodhead Publishing, 1994.
- [177] R. C. Reed, H. J. Stone, D. Dye, S. M. Roberts, et S. G. McKenzie, « Process Modelling of the Electron Beam Welding of Aeroengine Components », in *Superalloys 2000 (Ninth International Symposium)*, TMS, 2000, p. 665-674. doi: 10.7449/2000/Superalloys_2000_665_674.
- [178] A. Joseph, D. Harwig, D. F. Farson, et R. Richardson, « Measurement and calculation of arc power and heat transfer efficiency in pulsed gas metal arc welding », *Science and Technology of Welding and Joining*, vol. 8, n° 6, p. 9, 2003.
- [179] J. N. Dupont et A. R. Marder, « Thermal Efficiency of Arc Welding Processes », *Welding Journal*, vol. 74, n° 12, p. 406-416, 1995.
- [180] N. Pépe, S. Egerland, P. A. Colegrove, D. Yapp, A. Leonharstberger, et A. Scotti, « Measuring the process efficiency of controlled gas metal arc welding processes », *Science and Technology of Welding and Joining*, vol. 16, n° 5, p. 412-417, 2011.
- [181] P. Moghimian *et al.*, « Metal powders in additive manufacturing: A review on reusability and recyclability of common titanium, nickel and aluminum alloys », *Additive Manufacturing*, vol. 43, p. 102017, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102017.
- [182] L. Cordova, M. Campos, et T. Tinga, « Revealing the Effects of Powder Reuse for Selective Laser Melting by Powder Characterization », *JOM*, vol. 71, n° 3, p. 1062-1072, 2019, doi: 10.1007/s11837-018-3305-2.
- [183] L. C. Ardila *et al.*, « Effect of IN718 Recycled Powder Reuse on Properties of Parts Manufactured by Means of Selective Laser Melting », *Physics Procedia*, vol. 56, p. 99-107, 2014, doi: 10.1016/j.phpro.2014.08.152.
- [184] G. Gaustad, E. Olivetti, et R. Kirchain, « Improving aluminum recycling: A survey of sorting and impurity removal technologies », *Resources, Conservation and Recycling*, vol. 58, p. 79-87, 2012, doi: 10.1016/j.resconrec.2011.10.010.
- [185] B. Wu *et al.*, « A review of the wire arc additive manufacturing of metals: properties, defects and quality improvement », *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 35, p. 127-139, 2018, doi: 10.1016/j.jmapro.2018.08.001.

- [186] T. Mukherjee, W. Zhang, et T. DebRoy, « An improved prediction of residual stresses and distortion in additive manufacturing », *Computational Materials Science*, vol. 126, p. 360-372, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2016.10.003>.
- [187] J. Gu, J. Ding, S. W. Williams, H. Gu, P. Ma, et Y. Zhai, « The effect of inter-layer cold working and post-deposition heat treatment on porosity in additively manufactured aluminum alloys », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 230, p. 26-34, 2016, doi: [10.1016/j.jmatprotec.2015.11.006](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.11.006).
- [188] W. J. Sames, F. Medina, W. H. Peter, S. S. Babu, et R. R. Dehoff, « Effect of Process Control and Powder Quality on Inconel 718 Produced Using Electron Beam Melting », Hoboken, NJ, USA, 2014, p. 409-423. doi: [10.1002/9781119016854.ch32](https://doi.org/10.1002/9781119016854.ch32).
- [189] T. Hassel et T. Carstensen, « Properties and anisotropy behaviour of a nickel base alloy material produced by robot-based wire and arc additive manufacturing », *Welding in the World*, vol. 64, n° 11, p. 1921-1931, 2020, doi: [10.1007/s40194-020-00971-7](https://doi.org/10.1007/s40194-020-00971-7).
- [190] P. J. Withers et H. K. D. H. Bhadeshia, « Residual stress: Part 1 - Measurement techniques », *Materials Science and Technology*, vol. 17, p. 355-365, 2001, doi: <https://doi.org/10.1179/026708301101509980>.
- [191] T. DebRoy *et al.*, « Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties », *Progress in Materials Science*, vol. 92, p. 112-224, 2018, doi: [10.1016/j.pmatsci.2017.10.001](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001).
- [192] C. Li, Z. Y. Liu, X. Y. Fang, et Y. B. Guo, « Residual Stress in Metal Additive Manufacturing », *Procedia CIRP*, vol. 71, p. 348-353, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.procir.2018.05.039>.
- [193] E. F. Nippes, « The weld heat-affected zone », *Welding Journal*, vol. 38, n° 1, p. 1s-17s, 1959.
- [194] W. F. Savage, E. F. Nippes, et E. S. Szekeres, « A Study of Weld Interface Phenomena in a Low Alloy Steel », *Welding Journal*, vol. 55, n° 9, p. 260s-268s, 1976.
- [195] J. C. Lippold, *Welding Metallurgy and Weldability*, 1^{re} éd. Wiley, 2014.
- [196] J. N. DuPont, J. C. Lippold, et S. D. Kiser, *Welding Metallurgy and Weldability of Nickel-base alloys*. Wiley, 2009.
- [197] Ł. Rakoczy *et al.*, « The role of the strengthening phases on the HAZ liquation cracking in a cast Ni-based superalloy used in industrial gas turbines », *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, vol. 23, n° 2, Art. n° 2, 2023, doi: [10.1007/s43452-023-00659-x](https://doi.org/10.1007/s43452-023-00659-x).
- [198] O. A. Ojo, N. L. Richards, et M. C. Chaturvedi, « Contribution of constitutional liquation of gamma prime precipitate to weld HAZ cracking of cast Inconel 738 superalloy », *Scripta Materialia*, vol. 50, n° 5, p. 641-646, 2004, doi: [10.1016/j.scriptamat.2003.11.025](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2003.11.025).
- [199] J. Andersson et G. P. Sjöberg, « Repair welding of wrought superalloys: Alloy 718, Allvac 718Plus and Waspaloy », *Science and Technology of Welding and Joining*, vol. 17, n° 1, p. 49-59, 2012, doi: [10.1179/1362171811Y.0000000077](https://doi.org/10.1179/1362171811Y.0000000077).

- [200] J. Jang, J. Yim, et S. H. Lee, « Phase formation kinetics during heat treatments of Inconel 718 deposits based on cold metal transfer-based wire arc additive manufacturing », *Materials Characterization*, vol. 193, p. 112294, 2022, doi: 10.1016/j.matchar.2022.112294.
- [201] A. Kaldellis, A. Alexandratou, A. Kladis, S. Deligiannis, P. Tsakiridis, et G. Fournalis, « Comparative Study of Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Inconel[®] 718 and Waspaloy[®] Welds », *MATEC Web of Conferences*, p. 349:02004, 2021, doi: 10.1051/mateconf/202134902004.
- [202] N. I. S. Hussein, J. Segal, D. G. McCartney, et I. R. Pashby, « Microstructure formation in Waspaloy multilayer builds following direct metal deposition with laser and wire », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 497, n° 1-2, p. 260-269, 2008, doi: 10.1016/j.msea.2008.07.021.
- [203] N. I. S. Hussein, M. N. Ayof, M. A. Sulaiman, G. McCartney, et I. Pashby, « Tensile Properties, Microstructure and Microhardness Analysis of Directly Deposited Waspaloy by Gas Tungsten Arc Welding », *Malaysian Journal of Microscopy*, vol. 16, n° 2, p. 1-10, 2020.
- [204] J. Andersson, « Weldability of precipitation hardening superalloys: influence of microstructure », PhD thesis, Chalmers University of Technology, Göteborg, 2011.
- [205] M. Prager et C. S. Shira, « Welding of Precipitation Hardening Nickel-Base Alloys », *Weld Research Council Bulletin*, vol. 6, p. 128-155, 1968.
- [206] F. Hanning, « Weld Cracking of Precipitation Hardening Ni-based Superalloys : Investigation of repair welding characteristics and susceptibility towards strain age cracking », PhD thesis, Chalmers University of Technology, Göteborg, 2020. Consulté le: 31 mars 2021. [En ligne]. Disponible sur: <https://research.chalmers.se/en/publication/515608>
- [207] W. F. Savage et C. Lundin, « The Vareststraint Test », *Welding Journal*, vol. 44, n° 10, p. 433s-442s, 1965.
- [208] G. E. Santos, É. M. Miná, D. A. C. Pequeno, H. C. De Miranda, et C. C. Silva, « Evaluation of solidification cracking of Ni-based alloy dissimilar welds based on Trans-Vareststraint test », *Weld World*, vol. 65, n° 10, p. 1969-1982, 2021, doi: 10.1007/s40194-021-01147-7.
- [209] ISO, « ISO 17641-1:2004 - Destructive tests on welds in metallic materials — Hot cracking tests for weldments — Arc welding processes — Part 1: General ». Consulté le: 23 mars 2021. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.iso.org/standard/39622.html>
- [210] ISO, « ISO 17641-2:2015 - Destructive tests on welds in metallic materials — Hot cracking tests for weldments — Arc welding processes — Part 2: Self-restraint tests ». Consulté le: 23 mars 2021. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.iso.org/standard/67262.html>
- [211] J. C. Lippold, *Welding metallurgy and weldability*. Hoboken, NJ: Wiley, 2015.
- [212] E.-J. Chun, Y.-S. Jeong, K.-M. Kim, H. Lee, et S.-M. Seo, « Suppression of liquation cracking susceptibility via pre-weld heat treatment for manufacturing of CM247LC superalloy turbine blade welds », *Journal of Advanced Joining Processes*, vol. 4, p. 100069, 2021, doi: 10.1016/j.jajp.2021.100069.
- [213] S. Kou, *Welding metallurgy*, 2. ed. Hoboken, NJ: Wiley-Interscience, 2003.

- [214] B. T. Alexandrov, J. C. Lippold, et N. E. Nissley, « Evaluation of Weld Solidification Cracking in Ni-Base Superalloys Using the Cast Pin Tear Test », in *Hot Cracking Phenomena in Welds II*, Springer, Berlin, Heidelberg., Springer, Berlin, Heidelberg, 2008, p. 193-213.
- [215] R. G. Thompson, D. E. Mayo, et B. Radhakrishnan, « The relationship between carbon content, microstructure, and intergranular liquation cracking in cast nickel alloy 718 », *Metallurgical Transactions A*, vol. 22, p. 557-567, 1991, doi: <https://doi.org/10.1007/BF02656823>.
- [216] B. Radhakrishnan et R. G. Thompson, « A Phase Diagram Approach to Study Liquation Cracking in Alloy 718 », *Metallurgical Transactions A*, vol. 22, p. 887-902, 1991, doi: <https://doi.org/10.1007/BF02658999>.
- [217] M. Qian, « An investigation of the Repair Weldability of Waspaloy and Alloy 718 », PhD thesis, The Ohio State University, 2001. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.semanticscholar.org/paper/An-investigation-of-the-repair-weldability-of-and-Qian/495442f0a2ba57a88ceda47f79300417347db7f7>
- [218] S. J. Norton et J. C. Lippold, « Development of a Gleeble-based Test for Postweld Heat Treatment Cracking Susceptibility », 2003, p. 609-614.
- [219] S. J. Norton, « Development of a Gleeble based test for post weld heat treatment cracking in nickel alloys », Master's thesis, The Ohio State University, 2002. [En ligne]. Disponible sur: https://etd.ohiolink.edu/apexprod/rws_etd/send_file/send?accession=osu1057177289&disposition=attachment
- [220] J. P. Oliveira, T. G. Santos, et R. M. Miranda, « Revisiting fundamental welding concepts to improve additive manufacturing: From theory to practice », *Progress in Materials Science*, vol. 107, p. 100590, 2020, doi: 10.1016/j.pmatsci.2019.100590.
- [221] W. J. Sames, K. A. Unocic, R. R. Dehoff, T. Lolla, et S. S. Babu, « Thermal effects on microstructural heterogeneity of Inconel 718 materials fabricated by electron beam melting », *Journal of Materials Research*, vol. 29, n° 17, p. 1920-1930, 2014, doi: 10.1557/jmr.2014.140.
- [222] J. J. Blecher, T. A. Palmer, et T. DebRoy, « Solidification Map of a Nickel-Base Alloy », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 45, n° 4, p. 2142-2151, 2014, doi: 10.1007/s11661-013-2149-1.
- [223] L. Nastac, J. J. Valencia, M. L. Tims, et F. R. Dax, « Advances in the solidification of IN718 and RS5 Alloys », in *Proceedings of Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, Pittsburgh, Pennsylvania: TMS, 2001, p. 103-112. doi: 10.7449/2001/Superalloys_2001_103_112.
- [224] A. Segerstark, « Additive Manufacturing using Alloy 718 Powder: Influence of Laser Metal Deposition Process Parameters on Microstructural Characteristics », PhD Thesis, University West, Trollhättan, 2015. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.diva-portal.org/smash/get/diva2:882458/FULLTEXT01.pdf>
- [225] M. Godec *et al.*, « Hybrid additive manufacturing of Inconel 718 for future space applications », *Materials Characterization*, vol. 172, p. 110842, 2021, doi: 10.1016/j.matchar.2020.110842.
- [226] X. Wang et K. Chou, « Effects of thermal cycles on the microstructure evolution of Inconel 718 during selective laser melting process », *Additive Manufacturing*, vol. 18, p. 1-14, 2017, doi: 10.1016/j.addma.2017.08.016.

- [227] Y. C. Yeoh *et al.*, « Multiscale microstructural heterogeneity and mechanical property scatter in Inconel 718 produced by directed energy deposition », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 887, p. 161426, 2021, doi: 10.1016/j.jallcom.2021.161426.
- [228] F. Liu *et al.*, « Microstructural changes in a laser solid forming Inconel 718 superalloy thin wall in the deposition direction », *Optics & Laser Technology*, vol. 45, p. 330-335, 2013, doi: 10.1016/j.optlastec.2012.06.028.
- [229] X. Wang, T. Keya, et K. Chou, « Build Height Effect on the Inconel 718 Parts Fabricated by Selective Laser Melting », *Procedia Manufacturing*, vol. 5, p. 1006-1017, 2016, doi: 10.1016/j.promfg.2016.08.089.
- [230] P. Karimi, E. Sadeghi, D. Deng, H. Gruber, J. Andersson, et P. Nylén, « Influence of build layout and orientation on microstructural characteristics of electron beam melted Alloy 718 », *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 99, n° 9-12, p. 2903-2913, 2018, doi: 10.1007/s00170-018-2621-6.
- [231] F. Xu, Y. Lv, Y. Liu, F. Shu, P. He, et B. Xu, « Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Inconel 625 Alloy during Pulsed Plasma Arc Deposition Process », *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 29, n° 5, p. 480-488, 2013, doi: 10.1016/j.jmst.2013.02.010.
- [232] K. Wang, D. Du, G. Liu, Z. Pu, B. Chang, et J. Ju, « Microstructure and mechanical properties of high chromium nickel-based superalloy fabricated by laser metal deposition », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 780, p. 139185, 2020, doi: 10.1016/j.msea.2020.139185.
- [233] H. L. Wei, J. W. Elmer, et T. DebRoy, « Origin of grain orientation during solidification of an aluminum alloy », *Acta Materialia*, vol. 115, p. 123-131, 2016, doi: 10.1016/j.actamat.2016.05.057.
- [234] A. Mostafa, I. Picazo Rubio, V. Brailovski, M. Jahazi, et M. Medraj, « Structure, Texture and Phases in 3D Printed IN718 Alloy Subjected to Homogenization and HIP Treatments », *Metals*, vol. 7, n° 6, p. 196, 2017, doi: 10.3390/met7060196.
- [235] L. N. Carter, C. Martin, P. J. Withers, et M. M. Attallah, « The influence of the laser scan strategy on grain structure and cracking behaviour in SLM powder-bed fabricated nickel superalloy », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 615, p. 338-347, 2014, doi: 10.1016/j.jallcom.2014.06.172.
- [236] E. Chauvet *et al.*, « Hot cracking mechanism affecting a non-weldable Ni-based superalloy produced by selective electron Beam Melting », *Acta Materialia*, vol. 142, p. 82-94, 2018, doi: 10.1016/j.actamat.2017.09.047.
- [237] L. Mataveli Suave *et al.*, « High temperature creep damage mechanisms in a directionally solidified alloy: impact of crystallography and environment », in *Superalloys 2016*, TMS, 2016, p. 747-756. doi: <https://doi.org/10.1002/9781119075646.ch80>.
- [238] L. Mataveli Suave *et al.*, « High temperature creep damage mechanisms in a directionally solidified alloy: impact of crystallography and environment », *Superalloys*, p. 747-756, 2016, doi: <https://doi.org/10.1002/9781119075646.ch80>.
- [239] H. Helmer, A. Bauereiß, R. F. Singer, et C. Körner, « Grain structure evolution in Inconel 718 during selective electron beam melting », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 668, p. 180-187, 2016, doi: 10.1016/j.msea.2016.05.046.

- [240] M. Ramsperger et S. Eichler, « Electron Beam Based Additive Manufacturing of Alloy 247 for Turbine Engine Application: From Research towards Industrialization », *Metall Mater Trans A*, vol. 54, n° 5, p. 1730-1743, 2023, doi: 10.1007/s11661-022-06955-0.
- [241] M. Gäumann, C. Bezançon, P. Canalis, et W. Kurz, « Single-crystal laser deposition of superalloys: Processing-microstructure maps », *Acta Materialia*, vol. 49, n° 6, p. 1051-1062, 2001, doi: 10.1016/S1359-6454(00)00367-0.
- [242] Z. Zhou, L. Huang, Y. Shang, Y. Li, L. Jiang, et Q. Lei, « Causes analysis on cracks in nickel-based single crystal superalloy fabricated by laser powder deposition additive manufacturing », *Materials & Design*, vol. 160, p. 1238-1249, 2018, doi: 10.1016/j.matdes.2018.10.042.
- [243] Q. Li, X. Lin, X. Wang, H. Yang, et W. Huang, « Morphology evolution of γ' phase in K465 nickel-base superalloy during laser forming repairing », *Journal of Laser Applications*, vol. 28, n° 2, 2016, doi: 10.2351/1.4943903.
- [244] Z. Xu, J. Xiao, et S. Chen, « A novel high-dynamic actuator based in-situ micro-forging process for wire arc additive manufacturing of aluminum alloy », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 324, p. 118259, 2024, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2023.118259>.
- [245] X. Xu, S. Ganguly, J. Ding, C. E. Seow, et S. Williams, « Enhancing mechanical properties of wire + arc additively manufactured INCONEL 718 superalloy through in-process thermomechanical processing », *Materials & Design*, vol. 160, p. 1042-1051, 2018, doi: 10.1016/j.matdes.2018.10.038.
- [246] Y. L. Hu, Y. L. Li, S. Y. Zhang, X. Lin, Z. H. Wang, et W. D. Huang, « Effect of solution temperature on static recrystallization and ductility of Inconel 625 superalloy fabricated by directed energy deposition », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 772, p. 138711, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138711>.
- [247] A. R. Balachandramurthi, J. Olsson, J. Ålgårdh, A. Snis, J. Moverare, et R. Pederson, « Microstructure tailoring in Electron Beam Powder Bed Fusion additive manufacturing and its potential consequences », *Results in Materials*, vol. 1, p. 100017, 2019, doi: 10.1016/j.rinma.2019.100017.
- [248] W. J. Sames, F. A. List, S. Pannala, R. R. Dehoff, et S. S. Babu, « The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing », *International Materials Reviews*, vol. 61, n° 5, p. 315-360, 2016, doi: 10.1080/09506608.2015.1116649.
- [249] A. Klassen, V. E. Forster, V. Juechter, et C. Körner, « Numerical simulation of multi-component evaporation during selective electron beam melting of TiAl », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 247, p. 280-288, 2017, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2017.04.016.
- [250] C. Panwisawas, Y. T. Tang, J. Ghousoub, et R. C. Reed, « Additive Manufacturability of Nickel-Based Superalloys: Composition-Process Induced Vapourization », in *Superalloys 2020*, S. Tin, M. Hardy, J. Clews, J. Cormier, Q. Feng, J. Marcin, C. O'Brien, et A. Suzuki, Éd., Cham: Springer International Publishing, 2020, p. 1024-1032. doi: 10.1007/978-3-030-51834-9_100.
- [251] T. Mukherjee, J. S. Zuback, A. De, et T. DebRoy, « Printability of alloys for additive manufacturing », *Scientific Reports*, vol. 6, n° 1, 2016, doi: 10.1038/srep19717.

- [252] P. K. Sung et D. R. Poirier, « Liquid-Solid Partition Ratios in Nickel-Base Alloys », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 30, p. 2173-2181, 1999, doi: <https://doi.org/10.1007/s11661-999-0029-5>.
- [253] S.-H. Kang, Y. Deguchi, K. Yamamoto, K. Ogi, et M. Shirai, « Solidification Process and Behavior of Alloying Elements in Ni-Based Superalloy Inconel718 », *Materials Transactions*, vol. 45, n° 8, p. 2728-2733, 2004, doi: 10.2320/matertrans.45.2728.
- [254] C. Kumara, A. R. Balachandramurthi, S. Goel, F. Hanning, et J. Moverare, « Toward a better understanding of phase transformations in additive manufacturing of Alloy 718 », *Materialia*, vol. 13, p. 100862, 2020, doi: 10.1016/j.mtla.2020.100862.
- [255] G. Matache, D. M. Stefanescu, C. Puscasu, et E. Alexandrescu, « Dendritic segregation and arm spacing in directionally solidified CMSX-4 superalloy », *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 29, n° 5, p. 303-316, 2016, doi: 10.1080/13640461.2016.1166726.
- [256] D. Deng, R. L. Peng, H. Söderberg, et J. Moverare, « On the formation of microstructural gradients in a nickel-base superalloy during electron beam melting », *Materials & Design*, vol. 160, p. 251-261, 2018, doi: 10.1016/j.matdes.2018.09.006.
- [257] M. Ramsperger, R. F. Singer, et C. Körner, « Microstructure of the Nickel-Base Superalloy CMSX-4 Fabricated by Selective Electron Beam Melting », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 47, n° 3, p. 1469-1480, 2016, doi: 10.1007/s11661-015-3300-y.
- [258] S.-H. Sun *et al.*, « Electron beam additive manufacturing of Inconel 718 alloy rods: Impact of build direction on microstructure and high-temperature tensile properties », *Additive Manufacturing*, vol. 23, p. 457-470, 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.08.017.
- [259] E. O. Hall, « The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results », *Proceedings of the Physical Society, Section B*, vol. 64, n° 9, p. 747-753, 1951, doi: 10.1088/0370-1301/64/9/303.
- [260] N. J. Petch, « The Cleavage Strength of Polycrystals », *Journal of the Iron and Steel Institute*, vol. 174, p. 25-28, 1953.
- [261] D. Deng, « Additively Manufactured Inconel 718 : Microstructures and Mechanical Properties », PhD Thesis, Linköping University, Linköping, Sweden, 2018. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.diva-portal.org/smash/get/diva2:1177201/FULLTEXT02.pdf>
- [262] D. Deng, J. Moverare, R. L. Peng, et H. Söderberg, « Microstructure and anisotropic mechanical properties of EBM manufactured Inconel 718 and effects of post heat treatments », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 693, p. 151-163, 2017, doi: 10.1016/j.msea.2017.03.085.
- [263] C. E. Seow, H. E. Coules, G. Wu, R. H. U. Khan, X. Xu, et S. Williams, « Wire + Arc Additively Manufactured Inconel 718: Effect of post-deposition heat treatments on microstructure and tensile properties », *Materials & Design*, vol. 183, p. 108157, 2019, doi: 10.1016/j.matdes.2019.108157.
- [264] D. N. Duhal et C. P. Sullivan, « Some effects of hafnium additions on the mechanical properties of a columnar-grained nickel-base superalloy », *Journal of Metals*, vol. 23, p. 38-40, 1971, doi: <https://doi.org/10.1007/BF03355714>.

- [265] J. Cormier *et al.*, « In-Situ Determination of Precipitation Kinetics During Heat Treatment of Superalloy 718 », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 52, n° 2, p. 500-511, 2021, doi: 10.1007/s11661-020-06078-4.
- [266] G. Cailletaud, J. Cormier, G. Eggeler, V. Maurel, et L. Nazé, Éd., *Nickel base single crystals across length scales*, 1st éd. Elsevier, 2021. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.elsevier.com/books/nickel-base-single-crystals-across-length-scales/naze/978-0-12-819357-0>
- [267] Y.-L. Kuo, S. Horikawa, et K. Takehi, « Effects of build direction and heat treatment on creep properties of Ni-base superalloy built up by additive manufacturing », *Scripta Materialia*, vol. 129, p. 74-78, 2017, doi: 10.1016/j.scriptamat.2016.10.035.
- [268] Y.-L. Kuo, T. Nagahari, et K. Takehi, « The Effect of Post-Processes on the Microstructure and Creep Properties of Alloy718 Built Up by Selective Laser Melting », *Materials*, vol. 11, n° 6, p. 996, 2018, doi: 10.3390/ma11060996.
- [269] H. Hilal, R. Lancaster, S. Jeffs, J. Boswell, D. Stapleton, et G. Baxter, « The Influence of Process Parameters and Build Orientation on the Creep Behaviour of a Laser Powder Bed Fused Ni-based Superalloy for Aerospace Applications », *Materials*, vol. 12, n° 9, p. 1390, 2019, doi: 10.3390/ma12091390.
- [270] L. Rickenbacher, T. Etter, S. Hövel, et K. Wegener, « High temperature material properties of IN738LC processed by selective laser melting (SLM) technology », *Rapid Prototyping Journal*, vol. 19, n° 4, p. 282-290, 2013, doi: <https://doi.org/10.1108/13552541311323281>.
- [271] K. Kunze, T. Etter, J. Grässlin, et V. Shklover, « Texture, anisotropy in microstructure and mechanical properties of IN738LC alloy processed by selective laser melting (SLM) », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 620, p. 213-222, 2015, doi: 10.1016/j.msea.2014.10.003.
- [272] M. V. Nathal, « Effect of Initial Gamma Prime Size on the Elevated Temperature Creep Properties of Single Crystal Nickel Base Superalloys », *Metallurgical Transactions A*, n° 18, p. 1961-1970, 1987, doi: 10.1007/bf02647026.
- [273] P. Caron, « High γ' Solvus New Generation Nickel-Based Superalloys for Single Crystal Turbine Blade Applications », présenté à Superalloys 2000, TMS, 2000, p. 737-746. doi: 10.7449/2000/Superalloys_2000_737_746.
- [274] P. Caron, Y. Ohta, Y. G. Nakagawa, et T. Khan, « Creep Deformation Anisotropy in Single Crystal Superalloys », présenté à Superalloys 1988, TMS, 1988, p. 215-224. doi: 10.7449/1988/superalloys_1988_215_224.
- [275] B. F. Dyson et M. McLean, « Particle-coarsening, σ_0 and tertiary creep », *Acta Metallurgica*, vol. 31, n° 1, p. 17-27, 1983, doi: [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(83\)90059-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(83)90059-7).
- [276] A. P. Mouritz, *Introduction to aerospace materials*. Woodhead Publishing, 2012.
- [277] J. C. Stinville *et al.*, « Damage nucleation during transverse creep of a directionally solidified Ni-based superalloy », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 858, p. 144089, 2022, doi: 10.1016/j.msea.2022.144089.

- [278] I. Serrano-Munoz *et al.*, « The residual stress in as-built Laser Powder Bed Fusion IN718 alloy as a consequence of the scanning strategy induced microstructure », *Scientific Reports*, vol. 10, n° 1, 2020, doi: 10.1038/s41598-020-71112-9.
- [279] T. Mishurova *et al.*, « The Influence of the Support Structure on Residual Stress and Distortion in SLM Inconel 718 Parts », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 49, n° 7, p. 3038-3046, 2018, doi: 10.1007/s11661-018-4653-9.
- [280] Q. Wu, T. Mukherjee, C. Liu, J. Lu, et T. DebRoy, « Residual stresses and distortion in the patterned printing of titanium and nickel alloys », *Additive Manufacturing*, vol. 29, p. 100808, 2019, doi: 10.1016/j.addma.2019.100808.
- [281] B. Ahmad, S. O. van der Veen, M. E. Fitzpatrick, et H. Guo, « Residual stress evaluation in selective-laser-melting additively manufactured titanium (Ti-6Al-4V) and inconel 718 using the contour method and numerical simulation », *Additive Manufacturing*, vol. 22, p. 571-582, 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.06.002.
- [282] S. J. Foster *et al.*, « Process-Defect-Structure-Property Correlations During Laser Powder Bed Fusion of Alloy 718: Role of In Situ and Ex Situ Characterizations », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 49, n° 11, p. 5775-5798, 2018, doi: 10.1007/s11661-018-4870-2.
- [283] I. Lopez-Galilea *et al.*, « Additive manufacturing of CMSX-4 Ni-base superalloy by selective laser melting: Influence of processing parameters and heat treatment », *Additive Manufacturing*, vol. 30, p. 100874, 2019, doi: 10.1016/j.addma.2019.100874.
- [284] L. Mataveli Suave *et al.*, « Microstructural Evolutions During Thermal Aging of Alloy 625: Impact of Temperature and Forming Process », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 45, n° 7, p. 2963-2982, 2014, doi: 10.1007/s11661-014-2256-7.
- [285] C. Rueden, *Fiji*. 2012. [En ligne]. Disponible sur: <https://imagej.net/software/fiji/>
- [286] I. Arganda-Carreras, *Trainable Weka Segmentation*. 2017. [En ligne]. Disponible sur: <https://imagej.net/plugins/tws/>
- [287] M. Karlík et B. Jouffrey, « Étude des métaux par microscopie électronique en transmission (MET) - Microscope, échantillons et diffraction », *Techniques de l'ingénieur*, vol. Étude et propriétés des métaux, n° M4134 v1, p. 19, 2008, doi: 10.51257/a-v1-m4134.
- [288] P. Stadelmann, *JEMS*. in *Electron Microscopy Software*. Jongny, Suisse, 2023. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.jems-swiss.ch/>
- [289] J. W. Edington, *Typical Electron Microscope Investigations*, 1^{re} éd. Macmillan Education, 1976.
- [290] H. Long *et al.*, « Minimum interface misfit criterion for the precipitation morphologies of TCP phases in a Ni-based single crystal superalloy », *Intermetallics*, vol. 94, p. 55-64, 2018, doi: 10.1016/j.intermet.2017.12.020.
- [291] D. B. Williams et C. B. Carter, *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*. Springer New York, 2009.

- [292] A. Huet, A. Naït-Ali, T. Giroud, P. Villechaise, et S. Hémerly, « Onset of plastic deformation and strain localization in relation to β phase in metastable β and dual phase Ti alloys », *Acta Materialia*, vol. 240, p. 118348, 2022, doi: 10.1016/j.actamat.2022.118348.
- [293] J. Blaber, B. Adair, et A. Antoniou, « Ncorr: Open-Source 2D Digital Image Correlation Matlab Software », *Experimental Mechanics*, vol. 55, n° 6, p. 1105-1122, 2015, doi: 10.1007/s11340-015-0009-1.
- [294] D. Yan, C. C. Tasan, et D. Raabe, « High resolution in situ mapping of microstrain and microstructure evolution reveals damage resistance criteria in dual phase steels », *Acta Materialia*, vol. 96, p. 399-409, 2015, doi: 10.1016/j.actamat.2015.05.038.
- [295] S. Wei, J. Kim, et C. C. Tasan, « In-situ investigation of plasticity in a Ti-Al-V-Fe ($\alpha+\beta$) alloy: Slip mechanisms, strain localization, and partitioning », *International Journal of Plasticity*, vol. 148, p. 103131, 2022, doi: 10.1016/j.ijplas.2021.103131.
- [296] H. Ohtani, « The CALPHAD Method », in *Springer Handbook of Materials Measurement Methods*, Berlin, Heidelberg: Springer, 2006.
- [297] B. Chalmers, *Principles of Solidification*. Wiley, 1964.
- [298] Y. T. Tang, A. J. Wilkinson, et R. C. Reed, « Grain Boundary Serration in Nickel-Based Superalloy Inconel 600: Generation and Effects on Mechanical Behavior », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 49, n° 9, p. 4324-4342, 2018, doi: 10.1007/s11661-018-4671-7.
- [299] M. Haack, M. Kuczyk, A. Seidel, E. López, F. Brückner, et C. Leyens, « Investigation on the formation of grain boundary serrations in additively manufactured superalloy Haynes 230 », *Journal of Laser Applications*, vol. 32, n° 3, 2020, doi: 10.2351/7.0000112.
- [300] A. Després *et al.*, « On the role of boron, carbon and zirconium on hot cracking and creep resistance of an additively manufactured polycrystalline superalloy », *Materialia*, vol. 19, p. 101193, 2021, doi: 10.1016/j.mtla.2021.101193.
- [301] N. Hasani *et al.*, « Dislocations mobility in superalloy-steel hybrid components produced using wire arc additive manufacturing », *Materials & Design*, vol. 220, p. 110899, 2022, doi: 10.1016/j.matdes.2022.110899.
- [302] J. G. Yoon, H. W. Jeong, Y. S. Yoo, et H. U. Hong, « Influence of initial microstructure on creep deformation behaviors and fracture characteristics of Haynes 230 superalloy at 900°C », *Materials Characterization*, vol. 101, p. 49-57, 2015, doi: 10.1016/j.matchar.2015.01.002.
- [303] M. Cheng, X. Xiao, G. Luo, S. Li, et L. Song, « Effect of laser intensity profile on the microstructure and texture of Inconel 718 superalloy fabricated by direct energy deposition », *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 18, p. 2001-2012, 2022, doi: 10.1016/j.jmrt.2022.03.035.
- [304] B. Lan *et al.*, « The influence of microstructural anisotropy on the hot deformation of wire arc additive manufactured (WAAM) Inconel 718 », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 823, p. 141733, 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.141733.

- [305] J. C. Stinville, K. Gallup, et T. M. Pollock, « Transverse Creep of Nickel-Base Superalloy Bicrystals », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 46, n° 6, p. 2516-2529, 2015, doi: 10.1007/s11661-015-2869-5.
- [306] B. Baufeld, « Mechanical Properties of INCONEL 718 Parts Manufactured by Shaped Metal Deposition (SMD) », *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 21, n° 7, Art. n° 7, 2012.
- [307] H. Yin et S. D. Felicelli, « Dendrite growth simulation during solidification in the LENS process », *Acta Materialia*, vol. 58, n° 4, Art. n° 4, 2010, doi: 10.1016/j.actamat.2009.10.053.
- [308] M. C. Flemings, « Solidification processing », *Metallurgical Transactions*, vol. 5, p. 2121-2134, 1974, doi: <https://doi.org/10.1007/BF02643923>.
- [309] J. Nawrocki, M. Motyka, D. Szeliga, W. Ziaja, R. Cygan, et J. Sieniawski, « Effect of cooling rate on macro- and microstructure of thin-walled nickel superalloy precision castings », *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 49, p. 153-161, 2020, doi: 10.1016/j.jmapro.2019.11.028.
- [310] L. Ling *et al.*, « Study of Microsegregation and Laves Phase in INCONEL718 Superalloy Regarding Cooling Rate During Solidification », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 46, n° 1, p. 354-361, 2015, doi: 10.1007/s11661-014-2614-5.
- [311] S. Milenkovic, I. Sabirov, et J. Llorca, « Effect of the cooling rate on microstructure and hardness of MAR-M247 Ni-based superalloy », *Materials Letters*, vol. 73, p. 216-219, 2012, doi: <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2012.01.028>.
- [312] M. M. Kirka, K. A. Unocic, N. Raghavan, F. Medina, R. R. Dehoff, et S. S. Babu, « Microstructure Development in Electron Beam-Melted Inconel 718 and Associated Tensile Properties », *JOM*, vol. 68, n° 3, p. 1012-1020, 2016, doi: 10.1007/s11837-016-1812-6.
- [313] Y. Li et D. Gu, « Parametric analysis of thermal behavior during selective laser melting additive manufacturing of aluminum alloy powder », *Materials & Design*, vol. 63, p. 856-867, 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2014.07.006.
- [314] D. Zhang, Z. Feng, C. Wang, W. Wang, Z. Liu, et W. Niu, « Comparison of microstructures and mechanical properties of Inconel 718 alloy processed by selective laser melting and casting », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 724, p. 357-367, 2018, doi: 10.1016/j.msea.2018.03.073.
- [315] J. Yu *et al.*, « Physical simulation of investment casting for GTD-222 Ni-based superalloy processed by controlled cooling rates », *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 105, n° 7-8, p. 3531-3542, 2019, doi: 10.1007/s00170-019-04616-y.
- [316] A. Safarzade, M. Sharifitabar, et M. Shafiee Afarani, « Effects of heat treatment on microstructure and mechanical properties of Inconel 625 alloy fabricated by wire arc additive manufacturing process », *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 30, n° 11, p. 3016-3030, 2020, doi: 10.1016/S1003-6326(20)65439-5.
- [317] V. R. Duarte, T. A. Rodrigues, N. Schell, R. M. Miranda, J. P. Oliveira, et T. G. Santos, « Hot forging wire and arc additive manufacturing (HF-WAAM) », *Additive Manufacturing*, vol. 35, p. 101193, 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101193.

- [318] S. H. Lee, « CMT-Based Wire Arc Additive Manufacturing Using 316L Stainless Steel: Effect of Heat Accumulation on the Multi-Layer Deposits », *Metals*, vol. 10, n° 2, p. 278, 2020, doi: 10.3390/met10020278.
- [319] A. Jena, S. E. Atabay, A. Gontcharov, P. Lowden, et M. Brochu, « Laser powder bed fusion of a new high gamma prime Ni-based superalloy with improved weldability », *Materials & Design*, vol. 208, p. 109895, 2021, doi: 10.1016/j.matdes.2021.109895.
- [320] N. Haghdadi *et al.*, « Multimodal γ' precipitation in Inconel-738 Ni-based superalloy during electron-beam powder bed fusion additive manufacturing », *Journal of Materials Science*, vol. 55, n° 27, p. 13342-13350, 2020, doi: 10.1007/s10853-020-04915-w.
- [321] S. Floreen, G. E. Fuchs, et W. J. Yang, « The Metallurgy of Alloy 625 », 1994, p. 13-37. doi: 10.7449/1994/Superalloys_1994_13_37.
- [322] M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay, et S. Banerjee, « Carbide Precipitation in Nickel Base Superalloys 718 and 625 and Their Effect on Mechanical Properties », Pittsburgh, PA, USA, 1997, p. 367-378. doi: 10.7449/1997/Superalloys_1997_367_378.
- [323] A. Cervellon *et al.*, « Mechanical properties of Waspaloy repaired by laser metal deposition and cold metal transfer », in *Superalloys 2024*, Seven Springs, Pennsylvania, USA: TMS, 2024.
- [324] W. Jamrozik, J. Górka, et T. Kik, « Temperature-Based Prediction of Joint Hardness in TIG Welding of Inconel 600, 625 and 718 Nickel Superalloys », *Materials*, vol. 14, n° 2, p. 442, 2021, doi: 10.3390/ma14020442.
- [325] V. D. Divya *et al.*, « Microstructure of selective laser melted CM247LC nickel-based superalloy and its evolution through heat treatment », *Materials Characterization*, vol. 114, p. 62-74, 2016, doi: 10.1016/j.matchar.2016.02.004.
- [326] T. De Terris, « Fabrication additive par fusion laser sélective (SLM) d'un superalliage base nickel : relations procédé – microstructures – propriétés mécaniques », PhD Thesis, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2019. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.theses.fr/2019ENAM0061>
- [327] Y. Lu *et al.*, « Study on the microstructure, mechanical property and residual stress of SLM Inconel-718 alloy manufactured by differing island scanning strategy », *Optics & Laser Technology*, vol. 75, p. 197-206, 2015, doi: 10.1016/j.optlastec.2015.07.009.
- [328] Y. T. Tang *et al.*, « Alloys-by-design: Application to new superalloys for additive manufacturing », *Acta Materialia*, vol. 202, p. 417-436, 2021, doi: 10.1016/j.actamat.2020.09.023.
- [329] R. M. Kindermann, M. J. Roy, R. Morana, et J. A. Francis, « Effects of microstructural heterogeneity and structural defects on the mechanical behaviour of wire + arc additively manufactured Inconel 718 components », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 839, p. 142826, 2022, doi: 10.1016/j.msea.2022.142826.
- [330] Y. Chen *et al.*, « Dendritic microstructure and hot cracking of laser additive manufactured Inconel 718 under improved base cooling », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 670, p. 312-321, 2016, doi: 10.1016/j.jallcom.2016.01.250.

- [331] P. Karimi, E. Sadeghi, J. Ålgårdh, et J. Andersson, « EBM-manufactured single tracks of Alloy 718: Influence of energy input and focus offset on geometrical and microstructural characteristics », *Materials Characterization*, vol. 148, p. 88-99, 2019, doi: 10.1016/j.matchar.2018.11.033.
- [332] P. Karimi, E. Sadeghi, P. Åkerfeldt, J. Ålgårdh, et J. Andersson, « Influence of successive thermal cycling on microstructure evolution of EBM-manufactured alloy 718 in track-by-track and layer-by-layer design », *Materials & Design*, vol. 160, p. 427-441, 2018, doi: 10.1016/j.matdes.2018.09.038.
- [333] P. Karimi *et al.*, « Tailored grain morphology via a unique melting strategy in electron beam-powder bed fusion », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 824, p. 141820, 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.141820.
- [334] L. Ji *et al.*, « Research on Mechanisms and Controlling Methods of Macro Defects in TC4 Alloy Fabricated by Wire Additive Manufacturing », *Materials*, vol. 11, n° 7, p. 1104, 2018, doi: 10.3390/ma11071104.
- [335] Ł. Rakoczy, M. Grudzień, et A. Zielińska-Lipiec, « Contribution of microstructural constituents on hot cracking of MAR-M247 nickel based superalloy », *Archives of Metallurgy and Materials*, vol. 63, 2018.
- [336] Ł. Rakoczy *et al.*, « The role of the strengthening phases on the HAZ liquation cracking in a cast Ni-based superalloy used in industrial gas turbines », *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, vol. 23, n° 2, 2023, doi: 10.1007/s43452-023-00659-x.
- [337] M. T. Rush, P. A. Colegrove, Z. Zhang, et D. Broad, « Liquation and post-weld heat treatment cracking in Rene 80 laser repair welds », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 212, n° 1, p. 188-197, 2012, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2011.09.001>.
- [338] O. A. Ojo, N. L. Richards, et M. C. Chaturvedi, « Liquation of various phases in HAZ during welding of cast Inconel* 738LC », *Materials Science and Technology*, vol. 20, n° 8, p. 1027-1034, 2004, doi: 10.1179/026708304225019948.
- [339] W. A. Owczarski, D. S. Duvall, et C. P. Sullivan, « A MODEL FOR HEAT AFFECTED ZONE CRACKING IN NICKEL- BASE SUPERALLOYS », *Welding Journal*, vol. 45, n° 4, p. 145-155, 1966.
- [340] D. S. Duvall et W. A. Owczarski, « Further Heat-Affected- Zone Studies in Heat Resistant Nickel Alloys », *Welding Journal*, vol. 46, n° 9, p. 423-432, 1967.
- [341] C. Boucher, D. Varela, M. Dadian, et H. Granjon, « Fissuration à chaud et progrès récents en soudabilité des alliages de nickel, type Inconel 718 et Waspaloy », *Rev. Met. Paris*, vol. 73, n° 12, Art. n° 12, 1976, doi: 10.1051/metal/197673120817.
- [342] M. P. Jackson et R. C. Reed, « Heat treatment of UDIMET 720Li: the effect of microstructure on properties », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 259, n° 1, Art. n° 1, janv. 1999, doi: 10.1016/S0921-5093(98)00867-3.
- [343] T.-F. Wang, X.-J. Di, C.-N. Li, J.-M. Wang, et D.-P. Wang, « Effect of δ Phase on Microstructure and Hardness of Heat-Affected Zone in TIG-Welded GH4169 Superalloy », *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, vol. 32, n° 8, p. 1041-1052, 2019, doi: 10.1007/s40195-018-0861-y.

- [344] G. Wu, K. Ding, S. Qiao, T. Wei, X. Liu, et Y. Gao, « Weakening modes for the heat affected zone in Inconel 625 superalloy welded joints under different high temperature rupture conditions », *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 14, p. 2233-2242, 2021, doi: 10.1016/j.jmrt.2021.07.156.
- [345] J. Piłkuła, M. Łomozik, et T. Pfeifer, « The influence of manual metal arc multiple repair welding of long operated waterwall on the structure and hardness of the heat affected zone of welded joints », *Archives of Metallurgy and Materials*, vol. 62, n° 1, p. 327-333, 2017, doi: 10.1515/amm-2017-0049.
- [346] G. Asala, A. K. Khan, J. Andersson, et O. A. Ojo, « Microstructural Analyses of ATI 718Plus® Produced by Wire-Arc Additive Manufacturing Process », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 48, n° 9, p. 4211-4228, 2017, doi: 10.1007/s11661-017-4162-2.
- [347] R. G. Ding, Z. W. Huang, H. Y. Li, I. Mitchell, G. Baxter, et P. Bowen, « Electron microscopy study of direct laser deposited IN718 », *Materials Characterization*, vol. 106, p. 324-337, 2015, doi: 10.1016/j.matchar.2015.06.017.
- [348] J.-H. Yu, Y.-S. Choi, D.-S. Shim, et S.-H. Park, « Repairing casting part using laser assisted additive metal-layer deposition and its mechanical properties », *Optics & Laser Technology*, vol. 106, p. 87-93, 2018, doi: 10.1016/j.optlastec.2018.04.007.
- [349] S. Kano *et al.*, « Microstructure and mechanical property in heat affected zone (HAZ) in F82H jointed with SUS316L by fiber laser welding », *Nuclear Materials and Energy*, vol. 9, p. 300-305, 2016, doi: 10.1016/j.nme.2016.08.004.
- [350] J. D. Morrow, *Metals Characterization by Principal Component EDS Analysis and EBSD*. Consulté le: 5 février 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://assets.thermofisher.com/TFS-Assets/MSD/posters/PS53068-poster-metals-characterization-principal-component-eds-analysis-ebds.pdf>
- [351] N. I. S. Hussein, M. N. Ayof, Y. H. P. Manurung, I. R. Pashby, et J. Segal, « Fractography of Waspaloy Wire Deposited With Laser and Arc Additive Manufacturing Processes », *Journal of Advanced Manufacturing Technology (JAMT)*, vol. 16, n° 2, p. 41-52, 2022.
- [352] P. Kyvelou *et al.*, « Mechanical and microstructural testing of wire and arc additively manufactured sheet material », *Materials & Design*, vol. 192, p. 108675, 2020, doi: 10.1016/j.matdes.2020.108675.
- [353] N. Martin, A. Hor, E. Copin, P. Lours, et L. Ratsifandrihana, « Correlation between microstructure heterogeneity and multi-scale mechanical behavior of hybrid LPBF-DED Inconel 625 », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 303, p. 117542, 2022, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2022.117542.
- [354] M. Godec *et al.*, « Hybrid additive manufacturing of Inconel 718 for future space applications », *Materials Characterization*, vol. 172, p. 110842, 2021, doi: 10.1016/j.matchar.2020.110842.
- [355] L. Palmeira Belotti, T. F. W. van Nuland, M. G. D. Geers, J. P. M. Hoefnagels, et J. A. W. van Dommelen, « On the anisotropy of thick-walled wire arc additively manufactured stainless steel parts », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 863, p. 144538, 2023, doi: 10.1016/j.msea.2022.144538.

- [356] T. Yvinec *et al.*, « Tensile properties of Ti-6Al-4V as-built by laser metal deposition: The relationship between heat affected zone bands, strain localization and anisotropy in ductility », *Additive Manufacturing*, vol. 55, p. 102830, 2022, doi: 10.1016/j.addma.2022.102830.
- [357] J. Pernica, T. Gajdaczek, P. Černý, P. Dostal, M. Brabec, et M. Korenko, « Use of Digital Image Correlation in Predicting Mechanical Properties of Parts Made by Additive Manufacturing », *Acta Technologica Agriculturae*, vol. 26, n° 3, p. 166-172, 2023, doi: 10.2478/ata-2023-0022.
- [358] R. M. Kindermann, M. J. Roy, R. Morana, J. A. Francis, et P. B. Prangnell, « Wire-arc directed energy deposition of Inconel 718: Effects of heat input and build interruptions on mechanical performance », *Additive Manufacturing*, vol. 76, p. 103765, 2023, doi: 10.1016/j.addma.2023.103765.
- [359] V. A. Popovich, E. V. Borisov, A. A. Popovich, V. Sh. Sufiarov, D. V. Masaylo, et L. Alzina, « Functionally graded Inconel 718 processed by additive manufacturing: Crystallographic texture, anisotropy of microstructure and mechanical properties », *Materials & Design*, vol. 114, p. 441-449, 2017, doi: 10.1016/j.matdes.2016.10.075.
- [360] J. Xu, H. Gruber, R. Boyd, S. Jiang, R. L. Peng, et J. J. Moverare, « On the strengthening and embrittlement mechanisms of an additively manufactured Nickel-base superalloy », *Materialia*, vol. 10, p. 100657, 2020, doi: 10.1016/j.mtla.2020.100657.
- [361] S. E. Atabay, O. Sanchez-Mata, J. A. Muñiz-Lerma, et M. Brochu, « Microstructure and mechanical properties of difficult to weld Rene 77 superalloy produced by laser powder bed fusion », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 827, p. 142053, 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.142053.
- [362] Y. Chen, C. Yang, C. Fan, et M. Wang, « Microstructure evolution and mechanical properties of a nickel-based superalloy repaired using wire and arc additive manufacturing », *Materials Characterization*, vol. 193, p. 112315, 2022, doi: 10.1016/j.matchar.2022.112315.
- [363] H. Kim, W. Cong, H.-C. Zhang, et Z. Liu, « Laser Engineered Net Shaping of Nickel-Based Superalloy Inconel 718 Powders onto AISI 4140 Alloy Steel Substrates: Interface Bond and Fracture Failure Mechanism », *Materials*, vol. 10, n° 4, p. 341, 2017, doi: 10.3390/ma10040341.
- [364] A. R. Kannan, Y. Palguna, R. Korla, S. M. Kumar, R. Pramod, et N. S. Shanmugam, « Hot tensile deformation and fracture behavior of wire arc additive manufactured Hastelloy C-276 », *Welding in the World*, vol. 67, n° 4, p. 1037-1047, 2023, doi: 10.1007/s40194-023-01462-1.
- [365] J. Cormier *et al.*, « Tensile Properties of Inconel 718 Produced by LMD-Wire », Pittsburgh, PA, USA: TMS, 2023, p. 699-716. doi: https://doi.org/10.1007/978-3-031-27447-3_42.
- [366] Q. Jiang *et al.*, « Microstructure and Mechanical Properties of Thick-Walled Inconel 625 Alloy Manufactured by Wire Arc Additive Manufacture with Different Torch Paths », *Advanced Engineering Materials*, vol. 23, n° 1, p. 2000728, 2021, doi: 10.1002/adem.202000728.
- [367] J. F. Wang, Q. J. Sun, H. Wang, J. P. Liu, et J. C. Feng, « Effect of location on microstructure and mechanical properties of additive layer manufactured Inconel 625 using gas tungsten arc welding », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 676, p. 395-405, 2016, doi: 10.1016/j.msea.2016.09.015.

- [368] E. Nembach, « The high temperature peak of the yield strength of γ' -strengthened superalloys », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 429, n° 1-2, p. 277-286, 2006, doi: 10.1016/j.msea.2006.05.032.
- [369] T. Sakai, M. Ohashi, K. Chiba, et J. J. Jonas, « Recovery and recrystallization of polycrystalline nickel after hot working », *Acta Metallurgica*, vol. 36, n° 7, p. 1781-1790, 1988, doi: [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(88\)90246-5](https://doi.org/10.1016/0001-6160(88)90246-5).
- [370] X. Zhang *et al.*, « Anisotropy in microstructure and mechanical properties of additively manufactured Ni-based GH4099 alloy », *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 26, p. 6552-6564, 2023, doi: 10.1016/j.jmrt.2023.09.038.
- [371] T. Hasebe, M. Sakane, et M. Ohnami, « Elastic Anisotropy of Directionally Solidified Superalloy », *Journal of Engineering Materials and Technology*, vol. 114, n° 2, p. 141-146, 1992, doi: <https://doi.org/10.1115/1.2904153>.
- [372] G. Martin, N. Ochoa, K. Saï, E. Hervé-Luanco, et G. Cailletaud, « A multiscale model for the elastoviscoplastic behavior of Directionally Solidified alloys: Application to FE structural computations », *International Journal of Solids and Structures*, vol. 51, n° 5, p. 1175-1187, 2014, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2013.12.013.
- [373] C. Kumara, D. Deng, J. Moverare, et P. Nylén, « Modelling of anisotropic elastic properties in alloy 718 built by electron beam melting », *Materials Science and Technology*, vol. 34, n° 5, p. 529-537, 2018, doi: 10.1080/02670836.2018.1426258.
- [374] L. P. Kubin, B. Lisecki, et P. Caron, « Octahedral slip instabilities in γ/γ' superalloy single crystals CMSX-2 and AM3 », *Philosophical Magazine A*, vol. 71, n° 5, p. 991-1009, 1995, doi: 10.1080/01418619508236233.
- [375] R. A. MacKay et R. D. Maier, « The influence of orientation on the stress rupture properties of nickel-base superalloy single crystals », *Metallurgical Transactions A*, vol. 13, p. 1747-1754, 1982, doi: <https://doi.org/10.1007/BF02647830>.
- [376] M. C. Rezende, L. S. Araújo, S. B. Gabriel, J. Dille, et L. H. de Almeida, « Oxidation assisted intergranular cracking under loading at dynamic strain aging temperatures in Inconel 718 superalloy », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 643, p. S256-S259, 2015, doi: 10.1016/j.jallcom.2014.12.279.
- [377] E. G. Wagenhuber, V. B. Trindade, et U. Krupp, « The Role of Oxygen-Grain-Boundary Diffusion During Intercrystalline Oxidation and Intergranular Fatigue Crack Propagation in Alloy 718 », Pittsburgh, PA, USA, 2005, p. 591-600.
- [378] J. H. Chen, P. M. Rogers, et J. A. Little, « Oxidation behavior of several chromia-forming commercial nickel-base superalloys », *Oxidation of Metals*, vol. 47, n° 5/6, p. 381-410, 1997, doi: <https://doi.org/10.1007/BF02134783>.
- [379] L. M. Pike et S. K. Srivastava, « Oxidation Behavior of Wrought Gamma-Prime Strengthened Alloys », *Materials Science Forum*, vol. 595-598, p. 661-671, 2008, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.595-598.661.

- [380] J. Cormier, *Outils de l'ingénieur pour le dimensionnement des structures sous sollicitation de fluage*, ISAE-ENSMA. in Cours troisième année.
- [381] S. Antonov *et al.*, « Plasticity assisted redistribution of solutes leading to topological inversion during creep of superalloys », *Scripta Materialia*, vol. 186, p. 287-292, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.05.004>.
- [382] R. Timmins, G. W. Greenwood, et D. F. Dyson, « Negative creep in a nickel-base superalloy », *Scripta Metallurgica*, vol. 20, n° 1, p. 67-70, 1986, doi: [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(86\)90214-0](https://doi.org/10.1016/0036-9748(86)90214-0).
- [383] B. Reppich, « Negatives Kriechen », *Zeitschrift für Metallkunde*, vol. 75, p. 193-202, 1984.
- [384] B. Reppich, « Negatives Kriechen und Mikrogefüge langzeitexponierter Gasturbinenwerkstoffe », *Zeitschrift für Metallkunde*, vol. 85, p. 28-38, 1994.
- [385] S. Kinzel, J. Gabel, R. Völkl, et U. Glatzel, « Reasons for Volume Contraction after Long-Term Annealing of Waspaloy », *Advanced Engineering Materials*, vol. 17, n° 8, p. 1106-1112, 2015, doi: [10.1002/adem.201500159](https://doi.org/10.1002/adem.201500159).
- [386] A. N. Christensen, « A Neutron Diffraction Investigation on Single Crystals of Titanium Carbide, Titanium Nitride, and Zirconium Nitride », *Acta Chemica Scandinavica A*, vol. 29, p. 563-564, 1975, doi: [10.3891/acta.chem.scand.29a-0563](https://doi.org/10.3891/acta.chem.scand.29a-0563).
- [387] J. Xie, J. Shen, N. Chen, et S. Seetharaman, « Site preference and mechanical properties of Cr_{23-x}TxC₆ and Fe₂₁T₂C₆ (T=Mo, W) », *Acta Materialia*, vol. 54, n° 18, p. 4653-4658, 2006, doi: [10.1016/j.actamat.2006.03.059](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.03.059).
- [388] A. L. Bowman, G. P. Arnold, E. K. Storms, et N. G. Nereson, « The crystal structure of Cr₂₃C₆ », *Acta Crystallographica Section B Structural Crystallography and Crystal Chemistry*, vol. 28, n° 10, p. 3102-3103, 1972, doi: [10.1107/S0567740872007526](https://doi.org/10.1107/S0567740872007526).
- [389] W. V. Youdelis et O. Kwon, « Carbide phases in cobalt base superalloy: role of nucleation entropy in refinement », *Metal Science*, vol. 17, n° 8, p. 379-384, 1983, doi: <https://doi.org/10.1179/030634583790420664>.
- [390] E. Metcalfe, B. Nath, et A. Wickens, « Some effects of the ordering transformation in Nimonic 80A on stress relaxation behaviour », *Materials Science and Engineering*, vol. 67, n° 2, p. 157-162, 1984, doi: [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(84\)90046-6](https://doi.org/10.1016/0025-5416(84)90046-6).
- [391] K. Firlus, R. Völkl, J. Gabel, et U. Glatzel, « The influence of Cr, Al, Co, Fe and C on negative creep of Waspaloy », *International Journal of Materials Research*, vol. 112, n° 2, p. 90-97, 2021, doi: <https://doi.org/10.1515/ijmr-2020-7980>.
- [392] H. Qin *et al.*, « Study of precipitation-assisted stress relaxation and creep behavior during the ageing of a nickel-iron superalloy », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 742, p. 493-500, 2019, doi: [10.1016/j.msea.2018.11.028](https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.11.028).
- [393] M. Durand, « Analyse des mécanismes métallurgiques survenant dans l'alliage AD730TM au cours du revenu de relaxation des contraintes », PhD thesis, Université Paris sciences et lettres, 2021. [En ligne]. Disponible sur: <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-03521628/document>

- [394] E. C. Monkman et N. J. Grant, « An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep rupture tests », *Proceedings ASTM*, vol. 56, p. 593, 1956.
- [395] G. B. Viswanathan, D. E. Mills, et M. J. Mills, « Oxidation-Related Microstructural Changes at a Crack Tip in Waspaloy After Elevated-Temperature Dwell-Fatigue Testing », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 50, n° 12, p. 5574-5580, 2019, doi: 10.1007/s11661-019-05499-0.
- [396] P. Kontis, Z. Li, D. M. Collins, J. Cormier, D. Raabe, et B. Gault, « The effect of chromium and cobalt segregation at dislocations on nickel-based superalloys », *Scripta Materialia*, vol. 145, p. 76-80, 2018, doi: 10.1016/j.scriptamat.2017.10.005.
- [397] M. Legros, G. Dehm, E. Arzt, et T. J. Balk, « Observation of Giant Diffusivity Along Dislocation Cores », *Science*, vol. 319, n° 5870, p. 1646-1649, 2008, doi: 10.1126/science.1151771.
- [398] R. Bird, W. Stewart, et E. Lightfoot, *Transport Phenomena*. John Wiley & Sons, 1960.
- [399] R. A. Swalin, « A model for solute diffusion in metals based on elasticity concepts », *Acta Metallurgica*, vol. 5, n° 8, p. 443-448, 1957, doi: [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(57\)90062-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(57)90062-7).
- [400] R. A. Swalin et A. Martin, « Solute Diffusion in Nickel-Base Substitutional Solid Solutions », *Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, vol. 8, n° 5, p. 567-571, 1956, doi: <https://doi.org/10.1007/BF03377730>.
- [401] J. D. Robson, « Modelling the evolution of particle size distribution during nucleation, growth and coarsening », *Materials Science and Technology*, vol. 20, n° 4, p. 441-448, 2004, doi: 10.1179/026708304225016725.
- [402] M. Gebura et J. Lapin, « Microsegregation Induced Inhomogeneity of Coarsening of γ' Precipitates in a Nickel-Based Single Crystal Superalloy », *Defect and Diffusion Forum*, vol. 297-301, p. 826-831, 2010, doi: 10.4028/www.scientific.net/DDF.297-301.826.
- [403] F. He *et al.*, « Anomalous effect of lattice misfit on the coarsening behavior of multicomponent L12 phase », *Scripta Materialia*, vol. 183, p. 111-116, 2020, doi: 10.1016/j.scriptamat.2020.03.030.
- [404] S. Mukherjee *et al.*, « Temporal evolution of γ' precipitate in HAYNES 282 during ageing: growth and coarsening kinetics, solute partitioning and lattice misfit », *Materialia*, vol. 26, p. 101633, 2022, doi: <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2022.101633>.
- [405] S. L. Semiatin *et al.*, « High-Temperature Static Coarsening of Gamma-Prime Precipitates in NiAlCr-X Single Crystals », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 50, n° 5, p. 2289-2301, 2019, doi: 10.1007/s11661-018-05104-w.
- [406] F. Lu *et al.*, « Unveiling the Re effect on long-term coarsening behaviors of γ' precipitates in Ni-based single crystal superalloys », *Acta Materialia*, vol. 233, p. 117979, 2022, doi: 10.1016/j.actamat.2022.117979.
- [407] C. Sudbrack, K. Yoon, R. Noebe, et D. Seidman, « Temporal evolution of the nanostructure and phase compositions in a model Ni–Al–Cr alloy », *Acta Materialia*, vol. 54, n° 12, p. 3199-3210, 2006, doi: 10.1016/j.actamat.2006.03.015.

- [408] S. Zhao, X. Xie, G. D. Smith, et S. J. Patel, « Gamma prime coarsening and age-hardening behaviors in a new nickel base superalloy », *Materials Letters*, vol. 58, n° 11, p. 1784-1787, 2004, doi: 10.1016/j.matlet.2003.10.053.
- [409] H. J. Zhou, F. Xue, H. Chang, et Q. Feng, « Effect of Mo on microstructural characteristics and coarsening kinetics of γ' precipitates in Co–Al–W–Ta–Ti alloys », *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 34, n° 5, p. 799-805, 2018, doi: 10.1016/j.jmst.2017.04.012.
- [410] F. W. C. Farias *et al.*, « High-performance Ni-based superalloy 718 fabricated via arc plasma directed energy deposition: effect of post-deposition heat treatments on microstructure and mechanical properties », *Additive Manufacturing*, vol. 88, p. 104252, mai 2024, doi: 10.1016/j.addma.2024.104252.
- [411] R. V. Miner, J. Gayda, et R. D. Maier, « Fatigue and creep-fatigue deformation of several nickel-base superalloys at 650°C », *Metallurgical Transactions A*, vol. 13, p. 1755-1765, 1982, doi: <https://doi.org/10.1007/BF02647831>.
- [412] G. Shen, S. L. Semiatin, et R. Shivpuri, « Modeling microstructural development during the forging of Waspaloy », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 26, p. 1795-1803, 1995, doi: <https://doi.org/10.1007/BF02670767>.
- [413] W. Hermann, M. Fahrman, et H.-G. Sockel, « Determination of the γ' -Solvus Temperature of Two Commercial Wrought Ni-Base Superalloys by Thermal Expansion Measurements », Champion, Pennsylvania, USA: The Minerals, Metals & Materials Society, 2004. doi: 10.7449/2004/Superalloys_2004_517_522.
- [414] A. Devaux, B. Picque, M. Gervais, E. Georges, T. Poulain, et P. Heritier, « AD730TM - A New Nickel-based Superalloy for High Temperature Engine Rotative Parts », in *Superalloys 2012*, TMS, 2012, p. 911-919. doi: 10.7449/2012/Superalloys_2012_911_919.
- [415] K.-M. Chang et X. Liu, « Effect of γ' content on the mechanical behavior of the Waspaloy alloy system », *Materials Science and Engineering A*, vol. 308, n° 1-2, p. 1-8, 2001, doi: [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)02042-6](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)02042-6).
- [416] H. Huang, G. Liu, H. Wang, A. Ullah, et B. Hu, « Dissolution Behavior and Kinetics of γ' Phase During Solution Treatment in Powder Metallurgy Nickel-Based Superalloy », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 51, n° 3, p. 1075-1084, 2020, doi: 10.1007/s11661-019-05581-7.
- [417] M. J. Whelan, « On the Kinetics of Precipitate Dissolution », *Metal Science Journal*, vol. 3, n° 1, p. 95-97, 1969, doi: <https://doi.org/10.1179/msc.1969.3.1.95>.
- [418] L. A. Jackman, H. B. Canada, et F. E. Sczerzenie, « Quantitative carbon partitioning diagrams for Waspaloy and their application to chemistry modifications and processing », *Superalloys*, p. 365-374, 1980.
- [419] S. Antonov *et al.*, « σ and η Phase Formation in Advanced Polycrystalline Ni-base Superalloys », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 687, p. 232-240, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.01.064>.
- [420] M. P. Jackson, « Modelling and Characterisation of Phase Transformation in Nickel-base Superalloys », PhD Thesis, University of Cambridge, 1998.

- [421] R. C. Reed, M. P. Jackson, et Y. S. Na, « Characterization and Modeling of the Precipitation of the Sigma Phase in UDIMET 720 and UDIMET 720LI », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 30, n° 3, p. 521-533, 1999.
- [422] C. B. Carter et D. B. Williams, Éd., *Transmission Electron Microscopy: Diffraction, Imaging, and Spectrometry*. Springer Cham, 2016.
- [423] R. Yong-Hua, G. Yong-Xiang, et H. G. Xiang, « Characterization of M23C6 Carbide Precipitated at Grain Boundaries in a Superalloy », *Metallography*, vol. 22, n° 1, p. 47-55, 1989, doi: [https://doi.org/10.1016/0026-0800\(89\)90021-9](https://doi.org/10.1016/0026-0800(89)90021-9).
- [424] X. B. Hu, X. Z. Qin, J. S. Hou, L. Z. Zhou, et X. L. Ma, « Microstructural characterization of the M23C6 carbide in a long-term aged Ni-based superalloy », *Philosophical Magazine Letters*, vol. 97, n° 2, p. 43-49, 2017, doi: 10.1080/09500839.2016.1273554.
- [425] B. J. Pearcey et R. W. Smashey, *Transactions of The Metallurgical Society of AIME*, vol. 239, p. 451-457, 1967.
- [426] W. C. Hagel et H. J. Beattie, « High Temperature Aging Structures in γ' - Hardened Austenitic Alloys », *Transactions of The Metallurgical Society of AIME*, vol. 215, p. 967-975, 1959.
- [427] U. E. Wolff, *Transactions of The Metallurgical Society of AIME*, vol. 236, p. 19, 1966.
- [428] M. J. Donachie, A. A. Pinkowish, W. P. Danesi, J. F. Radavich, et W. H. Coutts, « Effect of Hot Work on the Properties of Waspaloy », *Metallurgical Transactions*, vol. 1, n° 9, p. 2623-2630, 1970, doi: <https://doi.org/10.1007/BF03038394>.
- [429] F. L. Versnyder et M. E. Shank, « The development of columnar grain and single crystal high temperature materials through directional solidification », *Materials Science and Engineering*, vol. 6, n° 4, p. 213-247, 1970, doi: [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(70\)90050-9](https://doi.org/10.1016/0025-5416(70)90050-9).
- [430] M. Abbasi, I. Park, H. Park, et R. Ayer, « Origin of fine needle-like M23C6 carbides in a heat resistant steel after extended service », *Materials Characterization*, vol. 188, p. 111916, 2022, doi: 10.1016/j.matchar.2022.111916.
- [431] D. Tytko, P.-P. Choi, J. Klöwer, A. Kostka, G. Inden, et D. Raabe, « Microstructural evolution of a Ni-based superalloy (617B) at 700°C studied by electron microscopy and atom probe tomography », *Acta Materialia*, vol. 60, n° 4, p. 1731-1740, 2012, doi: 10.1016/j.actamat.2011.11.020.
- [432] E. A. Fell, *Scripta Metallurgica*, vol. 63, n° 378, p. 157, 1961.
- [433] E. L. Raymond, « Mechanisms of Sensitization and Stabilization of Incoloy Nickel-Iron-Chromium Alloy 825 », *Corrosion-NACE*, vol. 24, n° 6, p. 180-188, 1968, doi: <https://doi.org/10.5006/0010-9312-24.6.180>.
- [434] C. Joseph, C. Persson, et M. Hörnqvist Colliander, « Precipitation Kinetics and Morphology of Grain Boundary Carbides in Ni-Base Superalloy Haynes 282 », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 51, n° 12, p. 6136-6141, 2020, doi: 10.1007/s11661-020-06019-1.

- [435] H. E. Collins, « The effect of thermal exposure on the microstructure and mechanical properties of nickel-base superalloys », *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 5, n° 1, p. 189-204, 1974, doi: 10.1007/BF02642943.
- [436] A. Aghajani, J. Tewes, A. B. Parsa, T. Hoffmann, A. Kostka, et J. Kloewer, « Identification of Mo-Rich M23C6 Carbides in Alloy 718 », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 47, n° 9, p. 4382-4392, 2016, doi: 10.1007/s11661-016-3593-5.
- [437] T. A. Parthasarathy et P. G. Shewmon, « Diffusion induced grain boundary migration in Ni-C alloys », *Scripta Metallurgica*, vol. 17, n° 7, p. 943-946, 1983, doi: [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(83\)90267-3](https://doi.org/10.1016/0036-9748(83)90267-3).
- [438] A. K. Sinha et J. J. Moore, « Precipitation of M23C6 carbides in an aged Inconel X-750 », *Metallography*, vol. 19, n° 1, p. 87-98, 1986, doi: [https://doi.org/10.1016/0026-0800\(86\)90009-1](https://doi.org/10.1016/0026-0800(86)90009-1).
- [439] C. Hammond et J. Nutting, « The physical metallurgy of superalloys and titanium alloys », *Metal Science*, vol. 11, n° 10, p. 474-490, 1977, doi: <https://doi.org/10.1179/msc.1977.11.10.474>.
- [440] F. Vogel *et al.*, « Mapping the evolution of hierarchical microstructures in a Ni-based superalloy », *Nature Communications*, vol. 4, n° 1, 2013, doi: 10.1038/ncomms3955.
- [441] R. A. Ricks, A. J. Porter, et R. C. Ecob, « The growth of γ' precipitates in nickel-base superalloys », *Acta Metallurgica*, vol. 31, n° 1, p. 43-53, 1983, doi: [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(83\)90062-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(83)90062-7).
- [442] E. I. Galindo-Nava, L. D. Connor, et C. M. F. Rae, « On the prediction of the yield stress of unimodal and multimodal γ' Nickel-base superalloys », *Acta Materialia*, vol. 98, p. 377-390, 2015, doi: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.07.048>.
- [443] W. Deng, D. Zhang, H. Wu, Z. Huang, K. Zhou, et L. Jiang, « Prediction of yield strength in a polycrystalline nickel base superalloy during interrupt cooling », *Scripta Materialia*, vol. 183, p. 139-143, 2020, doi: 10.1016/j.scriptamat.2020.03.034.
- [444] M. Panella, « Prédiction des propriétés mécaniques de superalliages base nickel en relation avec leur microstructure granulaire et de précipitation », PhD Thesis, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, 2021. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-03477822v1/document>
- [445] L. Tan *et al.*, « Tensile properties of three newly developed Ni-base powder metallurgy superalloys », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 804, p. 322-330, 2019, doi: 10.1016/j.jallcom.2019.07.002.
- [446] W. Hüther et B. Reppich, « Interaction of Dislocations With Coherent, Stress-Free, Ordered Particles », *International Journal of Materials Research*, vol. 69, n° 10, p. 628-634, 1978, doi: 10.1515/ijmr-1978-691003.
- [447] Z. Zhao, L. Li, W. Yang, Y. Zeng, Y. Lian, et Z. Yue, « A comprehensive study of the anisotropic tensile properties of laser additive manufactured Ni-based superalloy after heat treatment », *International Journal of Plasticity*, vol. 148, p. 103147, 2022, doi: 10.1016/j.ijplas.2021.103147.

- [448] M. Panella, « Préviation des propriétés mécaniques de superalliages base nickel en relation avec leur microstructure granulaire et de précipitation », PhD Thesis, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, 2021.
- [449] N. Mrozowski, « Mécanismes de propagation de fissure dans un superalliage base nickel polycristallin en régime d'interaction fatigue-fluage-oxydation-vieillessement métallurgique », PhD Thesis, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique-Poitiers, 2020. [En ligne]. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-03092324/document>
- [450] B. Reppich, P. Schepp, et G. Wehner, « Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in γ' precipitating nickel-base alloys—II. Experiments », *Acta Metallurgica*, vol. 30, n° 1, p. 95-104, 1982, doi: [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(82\)90049-9](https://doi.org/10.1016/0001-6160(82)90049-9).
- [451] H. J. Frost et M. F. Ashby, *Deformation- Mechanism Maps; the Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*, Pergamon Press. 1982.
- [452] K. V. Vamsi et S. Karthikeyan, « Modeling APB energies in multicomponent Ni-base superalloys », *Intermetallics*, vol. 132, p. 107124, 2021, doi: [10.1016/j.intermet.2021.107124](https://doi.org/10.1016/j.intermet.2021.107124).
- [453] S. Y. Chen et D. Gan, « Effects of grain boundary carbides on the tensile and impact properties of type 316 stainless steel », *Materials Science and Engineering*, vol. 84, p. 65-76, 1986, doi: [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(86\)90223-5](https://doi.org/10.1016/0025-5416(86)90223-5).
- [454] L. Thébaud, « Etude des relations entre microstructure et propriétés mécaniques du nouveau superalliage base nickel AD730™ », PhD thesis, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Poitiers, 2017. [En ligne]. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01735104>
- [455] F. T. Furillo, J. M. Davidson, J. K. Tien, et L. A. Jackman, « The effects of grain boundary carbides on the creep and back stress of a nickel-base superalloy », *Materials Science and Engineering*, vol. 39, n° 2, p. 267-273, 1979, doi: [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(79\)90065-X](https://doi.org/10.1016/0025-5416(79)90065-X).
- [456] L. Z. He *et al.*, « Effect of carbides on the creep properties of a Ni-base superalloy M963 », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 397, n° 1-2, p. 297-304, 2005, doi: [10.1016/j.msea.2005.02.038](https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.02.038).
- [457] D. Shi, C. Dong, et X. Yang, « Constitutive modeling and failure mechanisms of anisotropic tensile and creep behaviors of nickel-base directionally solidified superalloy », *Materials & Design*, vol. 45, p. 663-673, 2013, doi: [10.1016/j.matdes.2012.09.031](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.09.031).
- [458] M. M. Kirka *et al.*, « Mechanical Performance of a Non-weldable Ni-Base Superalloy: Inconel 738 Fabricated by Electron Beam Melting », in *Superalloys*, 2020, p. 1075-1084. doi: https://doi.org/10.1007/978-3-030-51834-9_105.
- [459] B. Shassere, D. Greeley, A. Okello, M. Kirka, P. Nandwana, et R. Dehoff, « Correlation of Microstructure to Creep Response of Hot Isostatically Pressed and Aged Electron Beam Melted Inconel 718 », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 49, n° 10, p. 5107-5117, 2018, doi: [10.1007/s11661-018-4812-z](https://doi.org/10.1007/s11661-018-4812-z).
- [460] J. Cormier, X. Milhet, et J. Mendez, « Non-isothermal creep at very high temperature of the nickel-based single crystal superalloy MC2 », *Acta Materialia*, vol. 55, n° 18, p. 6250-6259, 2007, doi: [10.1016/j.actamat.2007.07.048](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.07.048).

- [461] A. Gasser, G. Backes, I. Kelbassa, A. Weisheit, et K. Wissenbach, « Laser Additive Manufacturing: Laser Metal Deposition (LMD) and Selective Laser Melting (SLM) in Turbo-Engine Applications », *Laser Technik Journal*, vol. 7, n° 2, p. 58-63, 2010, doi: 10.1002/latj.201090029.
- [462] O. Yilmaz, N. Gindy, et J. Gao, « A repair and overhaul methodology for aeroengine components », *Robotics and Computer-Integrated Manufacturing*, vol. 26, n° 2, p. 190-201, 2010, doi: 10.1016/j.rcim.2009.07.001.
- [463] J. M. Wilson, C. Piya, Y. C. Shin, F. Zhao, et K. Ramani, « Remanufacturing of turbine blades by laser direct deposition with its energy and environmental impact analysis », *Journal of Cleaner Production*, vol. 80, p. 170-178, 2014, doi: 10.1016/j.jclepro.2014.05.084.
- [464] A. Benoit, « Développement du soudage MIG CMT pour la réparation de pièces aéronautiques. Application aux pièces en alliage base aluminium 6061 », PhD, Université Paris Sud, Paris XI, 2012. [En ligne]. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01674156v2/document>
- [465] A. Lorans, « Contrôle non destructif par ultrasons appliqué aux pièces métalliques issues de la fabrication additive et conventionnelle », Master's thesis, Polytechnique Montréal, 2021. [En ligne]. Disponible sur: https://publications.polymtl.ca/5602/1/2021_Ana%C3%AFsLorans.pdf
- [466] Y. Cai, J. Xiong, H. Chen, et G. Zhang, « A review of in-situ monitoring and process control system in metal-based laser additive manufacturing », *Journal of Manufacturing Systems*, vol. 70, p. 309-326, 2023, doi: 10.1016/j.jmsy.2023.07.018.
- [467] S. Liu, W. Liu, M. Harooni, J. Ma, et R. Kovacevic, « Real-time monitoring of laser hot-wire cladding of Inconel 625 », *Optics & Laser Technology*, vol. 62, p. 124-134, 2014, doi: 10.1016/j.optlastec.2014.03.007.
- [468] V. V. Atrazhev *et al.*, « The Mechanism of Grain Boundary Serration and Fan-Type Structure Formation in Ni-Based Superalloys », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 51, n° 7, p. 3648-3657, 2020, doi: 10.1007/s11661-020-05790-5.
- [469] G. Burlot, « Formation des zones appauvries en précipitation γ' secondaire aux abords des joints de grains et impact sur les propriétés mécaniques des superalliages base nickel γ/γ' », PhD Thesis, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, 2023. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-04285109v1/document>
- [470] Seret, « Influence de la mise en forme sur les cinétiques de précipitation durcissante dans les superalliages base nickel Inconel® 625 et AD730™ », PhD Thesis. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-02501550v2/document>
- [471] J. V. Bee, A. R. Jones, et P. R. Howell, « The interaction of recrystallizing interfaces with intragranular precipitate dispersions in a nickel-base superalloy », *Journal of Materials Science*, vol. 16, p. 1471-1476, 1981, doi: <https://doi.org/10.1007/BF02396865>.
- [472] D. U. Furrer et H.-J. Fecht, « γ' formation in superalloy U720LI », *Scripta Materialia*, vol. 40, n° 11, p. 1215-1220, 1999.
- [473] S. C. Kottilingam et P. J. Ditzel, « Heat treatment of superalloy components », US patent 7896986B2, 2004 [En ligne]. Disponible sur: <https://patents.google.com/patent/US7896986B2/en>

- [474] B. Diepold, N. Vorlauffer, S. Neumeier, T. Gartner, et M. Göken, « Optimization of the heat treatment of additively manufactured Ni-base superalloy IN718 », *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, vol. 27, n° 5, p. 640-648, 2020, doi: 10.1007/s12613-020-1991-6.
- [475] W. Zhou *et al.*, « Effects of heat treatments on the microstructure and tensile properties of IN738 superalloy with high carbon content fabricated via laser powder bed fusion », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 953, p. 170110, 2023, doi: 10.1016/j.jallcom.2023.170110.
- [476] S. Tabaie, F. Rézaï-Aria, B. C. D. Flipo, J. Cormier, et M. Jahazi, « Post-Weld Heat Treatment of Additively Manufactured Inconel 718 Welded to Forged Ni-Based Superalloy AD730 by Linear Friction Welding », *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 52, n° 8, p. 3475-3488, 2021, doi: 10.1007/s11661-021-06319-0.
- [477] ONERA, « La recherche à l'ONERA ». Consulté le: 1 février 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.onera.fr/fr/recherche-onera>
- [478] H. E. Ostergaard, J. D. Pribe, M. Tarik Hasib, A. M. Paradowska, T. Siegmund, et J. J. Kruzic, « Near-threshold fatigue crack growth in laser powder bed fusion produced alloy 718 », *International Journal of Fatigue*, vol. 163, p. 107041, 2022, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2022.107041.
- [479] C.-M. Sanchez-Camargo *et al.*, « Role of defects and microstructure on the fatigue durability of Inconel 718 obtained by additive layer manufacturing route », vol. 46, n° 12, p. 4678-4693, 2023, doi: <https://doi.org/10.1111/ffe.14163>.
- [480] R. Konečná, L. Kunz, G. Nicoletto, et A. Bača, « Long fatigue crack growth in Inconel 718 produced by selective laser melting », *International Journal of Fatigue*, vol. 92, p. 499-506, 2016, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2016.03.012.
- [481] R. Sarkar, B. Chen, M. E. Fitzpatrick, D. Fabijanic, et T. Hilditch, « Additive manufacturing-based repair of IN718 superalloy and high-cycle fatigue assessment of the joint », *Additive Manufacturing*, vol. 60, p. 103276, 2022, doi: 10.1016/j.addma.2022.103276.

Fabrication additive arc-fil (WAAM) pour la réparation de composants aéronautiques en Waspaloy : caractérisation microstructurale, mécanique et vieillissement métallurgique

Le procédé de soudage Cold Metal Transfer (CMT) est envisagé comme un moyen de réparation additive pour les pièces de grandes dimensions. Cette technologie offre un taux de dépôt élevé avec un apport de chaleur réduit en raison du transfert de matière en régime de court-circuit. Son utilisation permettrait de réduire considérablement les temps d'opération liés à la maintenance, réparation et révision (MRO). Le Waspaloy, superalliage base Ni polycristallin durci par précipitation γ' , est communément utilisé dans les parties chaudes des turboréacteurs. Il est, toutefois, considéré marginalement soudable en raison de sa forte teneur en aluminium et en titane. Cette particularité mène à un manque de données dans la littérature scientifique sur ce couple matériau/procédé. Ces travaux de thèse, menés à l'Institut P' et en collaboration avec le site de MRO de Safran Aircraft Engines (Châtellerauld), ont été dédiés à l'étude du Waspaloy CMT. Le premier axe d'analyse a été la caractérisation, à la fois microstructurale et mécanique, du matériau à l'état brut de fabrication. La structure granulaire et dendritique est présentée, de même que la précipitation γ' hétérogène entre les cœurs de dendrite et les espaces interdendritiques. La ségrégation chimique qui en est responsable est mise en évidence, et les propriétés mécaniques monotones, en traction et en fluage jusqu'à 850 °C, sont évaluées. Ensuite, avec l'intention d'optimiser la microstructure hétérogène par un traitement thermique post-soudage différent de celui préconisé pour le matériau forgé, un deuxième axe s'est dégagé autour de la stabilité thermique du Waspaloy CMT. Le grossissement des précipités γ' et les cinétiques de vieillissement sont approchés par la théorie de Lifshitz-Slyozov-Wagner. La formation de phases secondaires est observée, avec l'identification de carbures $M_{23}C_6$ par leur nature chimique et cristalline. Des diagrammes temps-température-transformation expérimentaux sont établis. La question de l'équilibre thermodynamique est abordée par l'application d'un revenu long, et numériquement par des simulations Thermo-Calc®. L'effet du traitement thermique de revenu sur le comportement en traction et en fluage est étudié, en comparaison avec le Waspaloy CMT brut de fabrication et le matériau forgé de référence. Les liens entre les propriétés obtenues et les évolutions microstructurales sont mis en lumière. L'investigation de la tenue mécanique de l'interface entre le substrat forgé et le rechargement CMT s'est également imposée.

Mots-clés : Alliages réfractaires ; Superalliage base nickel ; Fabrication additive arc-fil ; Soudage ; Réparation ; Cold Metal Transfer ; Microstructure ; Propriétés mécaniques ; Vieillissement métallurgique

Wire Arc Additive Manufacturing (WAAM) for the repair of aeronautical components in Waspaloy: characterization of the microstructure, mechanical properties and metallurgical aging

Cold Metal Transfer (CMT), a wire arc welding process, is being contemplated as a means of additive repair for large aeronautical components. This technology offers a high deposition rate with reduced heat input due to short-circuit material transfer. Its use would considerably reduce maintenance, repair and overhaul (MRO) times. Waspaloy, a γ' precipitation-hardened polycrystalline Ni-based superalloy, is commonly used in the hot sections of jet engines. It is, however, considered marginally weldable due to its high aluminum and titanium content. This particularity leads to a lack of data in the scientific literature on this material/process pair. This thesis work, carried out at the Institut P' and in collaboration with the MRO center of Safran Aircraft Engines (Châtellerauld), was dedicated to the study of CMT Waspaloy. The first axis of analysis was the characterization, both microstructural and mechanical, of the material in its as-built state. The granular and dendritic structure is presented, as is the heterogeneous γ' precipitation between dendrite cores and interdendritic spaces. The chemical segregation responsible for this is highlighted, and the monotonic mechanical properties up to 850°C, through both tensile and creep testing, are evaluated. Then, with the intention of optimizing the out-of-equilibrium microstructure by a post-weld heat treatment different from that recommended for the wrought material, a second focus emerged around the thermal stability of CMT Waspaloy. γ' precipitation coarsening and aging kinetics are approximated using the Lifshitz-Slyozov-Wagner theory. The formation of secondary phases is observed, with the identification of $M_{23}C_6$ carbides by their chemical and crystalline nature. Experimental time-temperature-transformation diagrams are established. The question of thermodynamic equilibrium is addressed through the application of a long ageing heat treatment, and numerically through Thermo-Calc® simulations. The effect of ageing on tensile and creep behavior is investigated, in comparison with as-built CMT Waspaloy and the reference wrought material. The links between the resulting properties and microstructural evolutions are highlighted. The mechanical strength of the interface between the wrought substrate and the CMT refurbishment is also investigated.

Keywords: Refractory metals ; Nickel-based superalloy ; Wire Arc Additive Manufacturing ; Welding ; Refurbishment ; Cold Metal Transfer ; Microstructure ; Mechanical properties ; Metallurgical aging